Etude expérimentale et modélisation du traitement thermique de rétification du bois massif sous gaz convectif en vue d'améliorer ses propriétés physico-chimiques

Jean-Richard Rajohnson

▶ **To cite this version:**

Jean-Richard Rajohnson. Etude expérimentale et modélisation du traitement thermique de rétification du bois massif sous gaz convectif en vue d'améliorer ses propriétés physico-chimiques. Génie des procédés. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1996. Français. NNT : 1996INPG4210 . tel-00842778

HAL Id: tel-00842778

https://theses.hal.science/tel-00842778

Submitted on 9 Jul 2013

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.

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° ORDRE: 133 CD

CONFIDENTIEL

THESE

présenté par

Jean Richard RAJOHNSON

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE ET DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

(Spécialité: Génie des Procédés)

ETUDE EXPERIMENTALE ET MODELISATION DU TRAITEMENT THERMIQUE DE RETIFICATION DU BOIS MASSIF SOUS GAZ CONVECTIF EN VUE D'AMELIORER SES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES

soutenue à Saint-Etienne le 10 / 07 / 96

JURY:	Messieurs	**SOUSTELLE M.**	président
		TAVERDET J.L.	rapporteur
		DITTMAR A.	examinateur
		GOHAR	examinateur
		GUILHOT B.	examinateur
		GUYONNET R.	examinateur

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° ORDRE: 133 CD

THESE

présenté par

Jean Richard RAJOHNSON

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE ET DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

(Spécialité: Génie des Procédés)

ETUDE EXPERIMENTALE ET MODELISATION DU TRAITEMENT THERMIQUE DE RETIFICATION DU BOIS MASSIF SOUS GAZ CONVECTIF EN VUE D'AMELIORER SES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES

soutenue à Saint-Etienne le 10 / 07 / 96

JURY:	Messieurs	**SOUSTELLE M.**	président
		TAVERDET J.L.	rapporteur
		DITTMAR A.	examinateur
		GOHAR	examinateur
		GUILHOT B.	examinateur
		GUYONNET R.	examinateur

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier à tous ceux qui m'ont aidé sincèrement à la réalisation de ce travail et en particulier à:

- Monsieur Henri Besset, technicien;
- Madame Marie Claude Bartholin, technicienne;
- Madame Gibert, technicienne;
- Monsieur Christophe Pijolat;
- Monsieur Bernard Guilhot, co-directeur de recherche;
- Monsieur René Guyonnet, mon directeur de recherche;

Monsieur Michel Soustelle qui est responsable de la formation Génie des Procédés à l'Ecole des Mines de Saint Etienne ainsi qu'à la direction du centre SPIN et à la direction de la recherche.

Jean Richard Rajohnson

TABLE DES MATIERES:

	p.
NOMENCLATURE	IX
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I:	3
A- STRUCTURE ET COMPOSITION CHIMIQUE DU BOIS	3
A-I La structure du bois:	3
A-I-1 A l'echelle macroscopique	3
A-I-2 A l'echelle microscopique	7
A-II- Les différents constituants du bois	8
A-II-1 La cellulose	8
A-II-2 Les hémicelluloses	9
A-II-3 La lignine	1
A-II-4 Les extractibles	12
B- LES EFFETS DU TRAITEMENT THERMIQUE SUR LES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DU BOIS	13
B.I) Influences des paramètres sur les modifications chimiques de chaque constituant du bois	14
B.I.1) La cellulose	14
B.I.2) Les hémicelluloses	18

B.I.3) La lignine 19

B.II) Les processus de modification des propriétés chimiques du bois 20

B.III) Influence des paramètres sur les modifications des propriétés physiques du bois 22

B.III.1) Influence de la température 22

B.III.2) Influence de la vitesse de montée en température 23

B.III.3) Influence de l'humidité dans le bois 23

B.IV) Apports du traitement de rétification sur les propriétés physico-chimiques et la qualité du bois traité 25

B.IV.1) L'hygroscopicité 25

B.IV.2) La stabilité dimensionnelle 25

B.IV.3) La biodégradabilité 25

B.IV.4) Les propriétés physico-mécaniques 26

B.IV.5) La couleur 28

C- APPROCHES THERMODYNAMIQUES DU TRAITEMENT THERMIQUE DU BOIS (JUSQU'A 250°C) 29

C.I) Les phénomènes de transfert d'humidité dans le bois 29

C.I.1) La masse volumique du bois 29

C.I.2) Le taux d'humidité du bois 29

C.I.3) Les différents états de l'eau dans le bois au cours du traitement 30

C.II) Les transferts couplés de chaleur et d'humidité lors de la phase de séchage à haute température 33

C.III) Les propriétés thermiques du bois 34

C.III.1) La conductivité ou conductibilité thermique du bois 34

C.III.2) La capacité calorifique du bois 35

C.IV) Les paramètres de transferts d'humidité 35

C.IV.1) Le coefficient de diffusion de l'eau 35

C.IV.2) Le coefficient de thermomigration 36

C.IV.3) La perméabilité du bois humide 36

C.V) La modélisation de la phase de séchage à haute température 39

C.VI) La modélisation de la phase de pyrolyse 42

D- CONCLUSION 47

CHAPITRE II 46

E- ETUDE EXPERIMENTALE 49

E.I Matériels et méthodes 49

E.I.1. Le réacteur 49

E.I.2. Les échantillons 52

E.I.3. Les mesures 54

E.II Etude des influences des paramètres de traitement 55

E.II.1 Les deux phases du traitement 57

E.II.2 L'évolution de la pression interne du bois au cours du traitement 58

E.II.3 Influence de la durée du traitement 58

E.II.4 Influence de la température de traitement 61

E.II.5 Influence de la vitesse de montée en température 64

E.II.6 Influence de l'humidité initiale de l'échantillon 70

E.II.7 Influence de l'étape intermédiaire de traitement 75

E.II.8 Influence de l'épaisseur de l'échantillon 78

E.II.9 Influence de l'essence de bois 82

E.III Conclusion 86

F- ANALYSE DES GAZ: COUPLAGE FOUR/IRTF 87

F.I Matériels et Méthodes 87

F.II Les résultats expérimentaux 93

F.II.1 Le chromatogramme 97

F.II.2 Cinétiques d'émission de gaz par le hêtre 97

F.II.3 Cinétiques d'émission de gaz par le pin 107

F.II.4 Influence de la température de traitement 115

F.II.5 Influence du temps de traitement 115

F.II.5 Influence du temps de traitement 115

F.II.6 Comparaison des deux essences (hêtre/pin) 125

F.II.7 Influence de l'épaisseur de l'échantillon 125

F.III Conclusion 132

G- SUIVI DES CINETIQUES DES GAZ PAR UN CAPTEUR 133

G.I Matériels et Méthodes 133

G.II Les résultats expérimentaux 133

G.II.1 Les résultats sur le traitement du hêtre sec 135

G.II.2 Les résultats sur le traitement du pin sec 135

G.II.3 Influence de la température de traitement 139

G.II.4 Influence de l'essence de l'échantillon 146

G.II.5 Influence de l'épaisseur du bois 146

G.II.6 Influence de l'humidité initiale de l'échantillon 154

G.III Explication des résultats du couplage du four avec le spectromètre IRTF et le capteur de gaz 157

G.IV Conclusion 161

H- CONCLUSION 162

CHAPITRE III 163

I- MODELISATION DU TRAITEMENT THERMIQUE DU BOIS MASSIF SOUS GAZ CONVECTIF 163

I.I Le Modèle 163

I.I.1 les différentes hypothèses 163

I.I.2 La densité totale 164

I.I.3 Le bilan d'humidité 165

I.I.4 Le bilan de réaction 167

I.I.5 Le bilan d'énergie 168

I.I.6 Les conditions aux limites 170

I.II La résolution numérique des équations 173

I.II.1 Le logiciel DSS2 173

I.II.2 Les algorithmes de résolution numérique 174

I.II.3 Le principe général de la résolution 175

I.II.4 La résolution numérique des équations du modèle 175

I.II.5 Les paramètres utilisés dans le modèle 177

I.II.6 Les variables utilisées dans le modèle 179

I.III Les résultats du modèle 181

I.III.1) Etude de sensibilité des paramètres 181

I.III.2) Comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques 184

I.III.3) Etude de l'influence des paramètres de traitement 196

I.III.3.1 Influence de la température de traitement 214

I.III.3.2 Influence de la vitesse de montée en température 214

I.III.3.3 Influence du taux d'humidité initial de l'échantillon 236

I.III.3.4 Influence de l'épaisseur de l'échantillon 242

I.III.4) Application du modèle au contrôle du procédé 256

I.IV Conclusion 267

CONCLUSION 269

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 271

ANNEXES 277

Annexe1: Evolution de la pression interne au cours du traitement de rétification 277

Annexe 2: Influence de la température de rétification 279

Annexe 3: Influence de la vitesse de montée en température 285

Annexe 4: Influence de l'humidité initiale 292

Annexe 5: Influence de l'étape intermédiaire 295

Annexe 6: Influence de l'épaisseur de l'échantillon 297

Annexe 8: Cinétiques d'émission de gaz par le hêtre 309

Annexe 9: Cinétiques d'émission de gaz par le pin 313

Annexe 10: Influence des essences du bois sur les cinétiques des gaz 316

Annexe 11: Influence de l'épaisseur de l'échantillon sur les cinétiques des gaz 318

Annexe 12: résultats obtenus avec le capteur de gaz sur le traitement du hêtre 319

Annexe 13: résultats obtenus avec le capteur de gaz sur le traitement du pin 323

Annexe 14: les algorithmes DSS004 326

Annexe 15:Listing du programme de modélisation du traitement sous gaz convectif 327

Annexe 16:Listing du programme de modélisation du traitement sous gaz convectif avec les algorithmes de régulation 335

Annexe 17:Listing du programme de modélisation du traitement sous gaz convectif et sous microonde 346 à 357

NOMENCLATURE:

- **Les symboles utilisés pour les résultats expérimentaux:**

Symbole	signification	Unités (SI)
A - x	l'absorbance du composé x émis par le bois traité à la longueur d'onde ν;	nombre sans dimension (N.D.)
Am - x	l'absorbance moyenne du composé x dans la bande caractéristique de longueur d'onde choisie;	(N.D.)
Am.Dl - x	l'aire sous le spectre d'absorbance du composé x dans l'intervalle de longueur d'onde $[\lambda_1, \lambda_2]$ ou de nombre d'onde $[\nu_1, \nu_2]$;	(N.D.)
(-dM/dt)	la vitesse de perte de masse de l'échantillon;	(kg/s)
e	l'épaisseur de l'échantillon;	(m)
l	la largeur de l'échantillon;	(m)
M	la masse de l'échantillon;	(kg)
M/Mo	la masse réduite de l'échantillon;	(N.D.)
Mo	la masse initiale de l'échantillon;	(kg)
S	le signal de sortie du capteur de gaz;	(V)
Sd	le signal électrique du détecteur du spectromètre IRTF	(A)
T1	la température près de la surface de l'échantillon;	(°C)
T2	la température intermédiaire entre la surface et le centre;	(°C)
T3	la température au centre de l'échantillon;	(°C)
Tf	la température réelle du four;	(°C)
Tr	la température de consigne de traitement de rétification ;	(°C)
v	la vitesse de montée en température du four;	(°C/min)
Xo	le taux moyen d'humidité initial de l'échantillon;	(kg eau/ kg Matière Sèche)

- **Les symboles utilisés pour la modélisation:**

(1): Symboles utilisés dans les programmes

(2): Symboles utilisés dans les équations

Symbole (1)	Symbole (2)	signification	Unités (SI)
alpha	α	coefficient de transfert thermique au niveau de la couche limite entre la surface et l'atmosphère	($W/m^2.K$)
aml	D_l	coefficient de diffusion de l'eau liquide (libre ou liée)	(m^2/s)
beta0	β_p	coefficient de transfert de masse p/r à la pression au niveau de la couche limite	($m^{-1}.s^{-1}$) ou (kg eau / kg MS. m .s)
bl	δ_l	coefficient de thermomigration	(K^{-1})
CB	Cpb	capacité calorifique du bois	(J/kg.K)
CE	Cpe	capacité calorifique de l'eau	(J/kg.K)
E0	E	énergie d'activation de la réaction	(J/mole)
HS	ΔH_s	enthalpie de sorption de l'eau liée	(J/mole)
HV	ΔH_v	enthalpie de vaporisation de l'eau	(J/mole)
HP	ΔH_p	chaleur de réaction	(J/kg)
IP		nombre d'éxécution succesive du programme	(N.D.)
k0	k0	constante de vitesse de la réaction	(s^{-1})
Kg	K_g	perméabilité intrinsèque du bois	(m^2)
Kl	K_l	perméabilité intrinsèque du bois	(m^2)
lamb	λ	conductivité ou conductibilité thermique du bois	(W/m.K)
LX	e	épaisseur suivant (Ox)	(m)
LY	l	largeur suivant (Oy)	(m)
N		incrémentation suivant (Ox)	(N.D.)
NY		incrémentation suivant (Oy)	(N.D.)
P(I,J)	P	pression de vapeur d'eau à l'intérieur du bois	(Pa)
P0		pression atmosphérique absolue	(Pa)
P1(I,J)	$\frac{\partial P}{\partial x}(x,y)$	dérivée première de la pression p/r à x	
P2(I,J)	$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2}(x,y)$	dérivée seconde de la pression p/r à x	
PT(I,J)		dérivée par rapport au temps de la pression	
PXX(I,J)	$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2}(x,y)$	dérivée seconde par rapport à x de la pression	
PYY(I,J)	$\frac{\partial^2 P}{\partial y^2}(x,y)$	dérivée seconde par rapport à y de la pression	
R	R	constante de gaz	(J/mole.K)
RO(I,J)	ρ_r	masse volumique du bois à partir de la phase anhydre pendant la phase de rétification	(kg/m3)
RO0	ρ_0	masse volumique anhydre du bois	(kg/m^3)

Symbole (1)	Symbole (2)	signification	Unités (SI)
ROA(I,J)	ρ	masse volumique finale du bois au cours du traitement	(kg/m^3)
rohan0	ρ_0	masse volumique du bois anhydre	(kg/m^3)
ROT(I,J)	$\frac{\partial \rho}{\partial t}$ (x,y)	dérivée par rapport au temps de RO(I,J)	($kg/m^3.s$)
T	t	temps	(s)
T∞	T_∞	température de l'atmosphère	(°C)
TC	T_c	température de consigne de l'atmosphère du réacteur	(°C)
TE(I,J)	T	température à l'intérieur du bois	(°C)
TE0	T_0	température initiale de l'échantillon	(°C)
TE1(I,J)	$\frac{\partial T}{\partial x}$(x,y)	dérivée première de la température p/r à x	
TE2(I)	$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}$(x,y)	dérivée seconde de la température p/r à x	
TET(I,J)	$\frac{\partial T}{\partial t}$(x,y)	dérivée par rapport au temps de la température	
TEXX(I,J)	$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}$(x,y)	dérivée seconde par rapport à x de la température	
TEYY(I,J)	$\frac{\partial^2 T}{\partial y^2}$(x,y)	dérivée seconde par rapport à y de la température	
ug	ν_g	viscosité cinématique de la phase gazeuse	(kg/m.s)
ul	ν_l	viscosité cinématique de la phase liquide (eau libre ou liée)	(kg/m.s)
W(I,J)	X	taux d'humidité dans le bois	
W0	X_0	taux d'humidité initial	(kg eau/ kg MS)
W1(I,J)	$\frac{\partial X}{\partial x}$(x,y)	dérivée première du taux d'humidité p/r à x	
W2(I)	$\frac{\partial^2 X}{\partial x^2}$(x,y)	dérivée seconde du taux d'humidité p/r à x	
Wcr	X_{cr}	taux d'humidité critique	(kg eau/ kg MS)
Wh	X_{psf}	taux d'humidité au point de saturation des fibres	(kg eau/ kg MS)
Wsat	X_{sat}	taux d'humidité de saturation	(kg eau/ kg MS)
WT(I,J)	$\frac{\partial X}{\partial t}$(x,y)	dérivée par rapport au temps du taux d'humidité	
WXX(I,J)	$\frac{\partial^2 X}{\partial x^2}$(x,y)	dérivée seconde par rapport à x du taux d'humidité	
WYY(I,J)	$\frac{\partial^2 X}{\partial y^2}$(x,y)	dérivée seconde par rapport à y du taux d'humidité	

Symbole (1)	Symbole (2)	signification	Unités (SI)
ROA(I,J)	ρ	masse volumique finale du bois au cours du traitement	(kg/m^3)
rohan0	ρ_0	masse volumique du bois anhydre	(kg/m^3)
ROT(I,J)	$\frac{\partial \rho}{\partial t}$ (x,y)	dérivée par rapport au temps de RO(I,J)	($kg/m^3.s$)
T	t	temps	(s)
T∞	T_∞	température de l'atmosphère	(°C)
TC	T_c	température de consigne de l'atmosphère du réacteur	(°C)
TE(I,J)	T	température à l'intérieur du bois	(°C)
TE0	T_0	température initiale de l'échantillon	(°C)
TE1(I,J)	$\frac{\partial T}{\partial x}$(x,y)	dérivée première de la température p/r à x	
TE2(I)	$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}$(x,y)	dérivée seconde de la température p/r à x	
TET(I,J)	$\frac{\partial T}{\partial t}$(x,y)	dérivée par rapport au temps de la température	
TEXX(I,J)	$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}$(x,y)	dérivée seconde par rapport à x de la température	
TEYY(I,J)	$\frac{\partial^2 T}{\partial y^2}$(x,y)	dérivée seconde par rapport à y de la température	
ug	ν_g	viscosité cinématique de la phase gazeuse	(kg/m.s)
ul	ν_l	viscosité cinématique de la phase liquide (eau libre ou liée)	(kg/m.s)
W(I,J)	X	taux d'humidité dans le bois	
W0	X_0	taux d'humidité initial	(kg eau/ kg MS)
W1(I,J)	$\frac{\partial X}{\partial x}$(x,y)	dérivée première du taux d'humidité p/r à x	
W2(I)	$\frac{\partial^2 X}{\partial x^2}$(x,y)	dérivée seconde du taux d'humidité p/r à x	
Wcr	X_{cr}	taux d'humidité critique	(kg eau/ kg MS)
Wh	X_{psf}	taux d'humidité au point de saturation des fibres	(kg eau/ kg MS)
Wsat	X_{sat}	taux d'humidité de saturation	(kg eau/ kg MS)
WT(I,J)	$\frac{\partial X}{\partial t}$(x,y)	dérivée par rapport au temps du taux d'humidité	
WXX(I,J)	$\frac{\partial^2 X}{\partial x^2}$(x,y)	dérivée seconde par rapport à x du taux d'humidité	
WYY(I,J)	$\frac{\partial^2 X}{\partial y^2}$(x,y)	dérivée seconde par rapport à y du taux d'humidité	

INTRODUCTION

INTRODUCTION:

Plusieurs procédés sont utilisés actuellement afin d'améliorer la qualité du matériau bois et de le préserver; ce sont d'une part des procédés de traitement thermique (sechage à basse ou à haute température) et d'autre part les procédés chimiques qui doivent affronter des problèmes de pollution.

Alors que les procédés de séchage se limitent à 180°C et ont pour objectif principal d'éliminer l'eau qui se trouve initialement dans le bois, la rétification qui consiste en un traitement thermique du bois massif entre 200 °C et 250°C sous atmosphère inerte permet d'améliorer certaines qualités du bois traité en modifiant ses propriétés physico-chimiques du bois (hygroscopicité, stabilité dimensionnelle, biodégradabilité, couleur) . Il est nécessaire , cependant, de préserver les principaux constituants du bois afin d'éviter une baisse significative de ses propriétés mécaniques si on veut utiliser le bois traité en tant que matériau. Ainsi, le but de ce travail est de maîtriser le procédé afin d'améliorer les propriétés physico-chimiques du bois pour étudier la possibilité de minimiser la modification de ses principaux constituants.

Pour atteindre nos objectifs, nous avons orienté notre travail selon 3 axes principaux:

1. l'étude expérimentale des influences des paramètres du procédé qui est indispensable pour son optimisation et l'étude expérimentale des cinétiques des gaz émis au cours du traitement;

2. l'étude théorique et la modélisation des phénomènes en jeu au cours du traitement de rétification du bois massif sous une atmosphère gazeuse convective;

3. le contrôle du procédé:

- soit en appliquant le modèle établi, après sa validation

- soit en utilisant des capteurs qui permettent le suivi en continu de l'évolution globale du traitement (thermocouples, capteur de pression, capteur de gaz).

Ce mémoire qui rapporte notre travail est divisé en trois grandes parties. Dans la première partie (chapitre I), après avoir rappelé brièvement la structure et la composition chimique du bois, nous avons analysé par la bibliographie , les effets du traitement thermique sur les propriétés physico-chimiques du bois; nous avons effectué également une approche thermodynamique des phénomènes intervenant au cours de ce traitement.

Dans la seconde partie (Chapitre II) , nous avons presenté les matériels, les méthodes et les résultats obtenus lors des études expérimentales qui sont déstinées principalement à l'étude des influences des paramètres de traitement, à l'étude des cinétiques des gaz émis au cours du traitement et au suivi de ces cinétiques par un capteur de gaz afin de contrôler le procédé.

La troisième partie (Chapitre III) concerne la modélisation des phénomènes prépondérants au cours de ce traitement thermique de rétification du bois massif sous gaz convectif. Après avoir justifié le choix du modèle et des méthodes utilisées pour le résoudre numériquement , nous avons effectué une étude de sensibilité des paramètres du modèle qui est nécessaire pour la validation du modèle en comparant les résultats numériques avec les résultats

expérimentaux. Puis nous avons montré quelques résultats numériques sur l'étude des influences des paramètres afin de complèter les résultats expérimentaux. Enfin, nous avons proposé un exemple de méthode de contrôle du procédé en utilisant le modèle établi.

En ce qui concerne les études expérimentales, nous avons travaillé sur un réacteur instrumenté (four à convection de gaz) de petite taille et sur des échantillons qui permettent d'étudier les phénomènes physico-chimiques qui ont lieu au cours du traitement thermique. Ce réacteur instrumenté a été couplé avec un spectromètre Infra-rouge à Transformée de Fourier (IRTF) afin de corrélér les cinétiques des gaz émis à la cinétique de perte de masse de l'échantillon , à l'évolution des températures du bois et à l'évolution du signal d'un capteur de gaz.

Si le traitement est maîtrisé à cette dimension, il serait possible de l'extrapoler vers une dimension supérieure (réacteur pilote). Ce travail doit permettre de résoudre plusieurs problèmes qu'on risque de rencontrer sur un prototype industriel.

CHAPITRE I: BIBLIOGRAPHIE

CHAPITRE I:

A- Structure et composition chimique du bois:

A- I La structure du bois:

A-I-1 A l'échelle macroscopique:

La coupe transversale d'un tronc d'arbre permet de distinguer successivement de l'extérieur vers l'intérieur les différents élements suivants:

- l'écorce , la couche extérieure et protectrice;
- le liber qui transporte la sève élaborée dans les branches vers les racines;
- le cambium qui génère les cellules du bois d'aubier et assure la croissance de l'arbre;
- le bois d'aubier qui assure la circulation de la sève des racines vers les branches;
- le bois de coeur qui se trouve au centre, provient du viellissement du bois d'aubier et est constitué de cellules mortes assurant la tenue mécanique du tronc d'arbre.

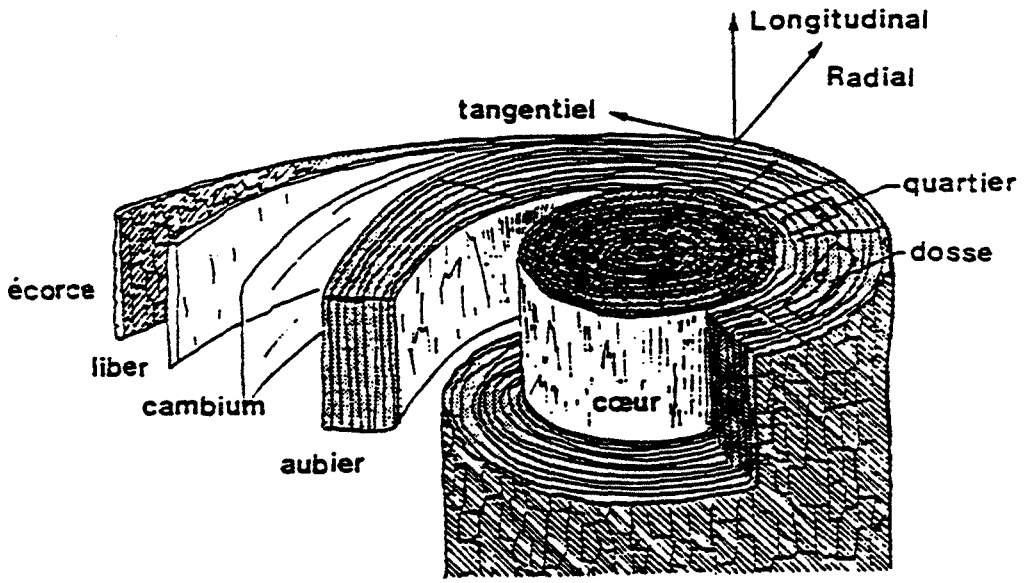


figure 1.1: coupe transversale d'un tronc d'arbre

Le bois est un arrangement d'éléments longitudinaux et d'éléments transversaux. 90% des cellules constituent les éléments longitudinaux. Les élements transversaux sont formés par les rayons ligneux.

Cette organisation structurale amène à distinguer trois directions distinctes à l'intérieur d'un tronc d'arbre:

- la direction longitudinale qui est parallèle aux éléments longitidinaux;

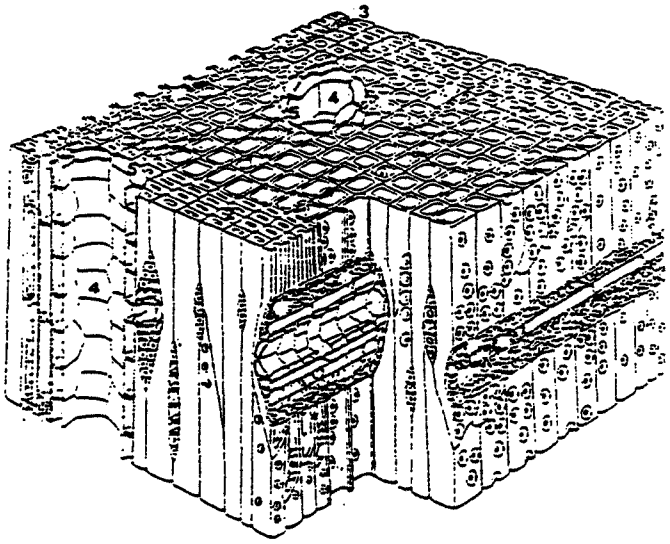
- la direction radiale et la direction tangentielle qui sont perpediculaires aux sens des éléments longitidinaux.

Pour les résineux (pin, sapin, épicea...), les trachéides peuvent communiquer entre elles par les ponctuations. Ces ponctuations sont plus nombreuses et plus larges dans le bois initial que dans le bois final qui a ainsi une plus grande résistance au transport d'humidité. Les canaux résinifères, de forme tubulaire sont entourés par des cellules épitheliales qui sécrétent la résine. Les éléments transversaux sont les rayons ligneux qui assurent le transport radial de la sève. Pour le sapin, la longueur des trachéides est de l'ordre de quelques millimètres, les ménisques se trouvent rapidement dans les ponctuations. Celles-ci étant de faible diamètre, de l'ordre du micron.

Pour les feuillus (hêtre), les élements longitidinaux sont constitués par les vaisseaux et les fibres qui sont formés par des successions de cellules réliées par des ponctuations. Pour le hêtre, les vaisseaux sont de grands diamètres et longs de plusieurs dizaines de centimètres.

Cette organisation structurale influe sur le transport d'humidité. Dans le cas du hêtre, un gradient d'humidité élevé apparaît en fonction de la distribution des longueurs des vaisseaux; en effet, le ménisque qui n'est pas retenu à proximité de la surface par des forces capillaires importantes peut se déplacer vers l'intérieur du matériau jusqu'à ce qu'il atteigne l'extrémité du vaisseau (figure 1.4: modèle de Spolek et Plumb).

Dans le cas du sapin, il n'apparaît pas de gradient d'humidité sur une grande longueur à partir de l'extrémité de la planche. En effet, les ménisques sont restés fixés par capillarité dans les ponctuations et la surface sur laquelle a lieu l'évaporation est faible; tandis que l'eau est migre vers elle depuis l'intérieur du bois par la pression capillaire puis par le gradient de pression totale (figure 1.5).



Plan ligneux (d'après Siau)
1 - trachéïdes de bois initial
2 - trachéïdes de bois final
3 - rayons ligneux
4 - canaux résinifères
5 - cellules épithéliales

figure 1.2: plan ligneux d'un résineux

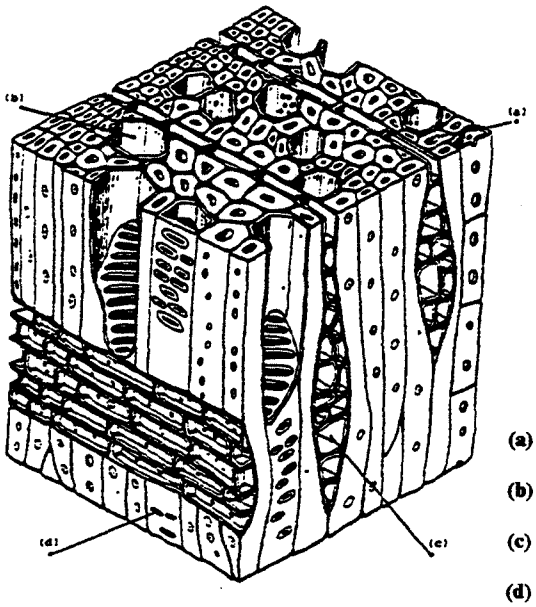


figure 1.3: plan ligneux d'un feuillu

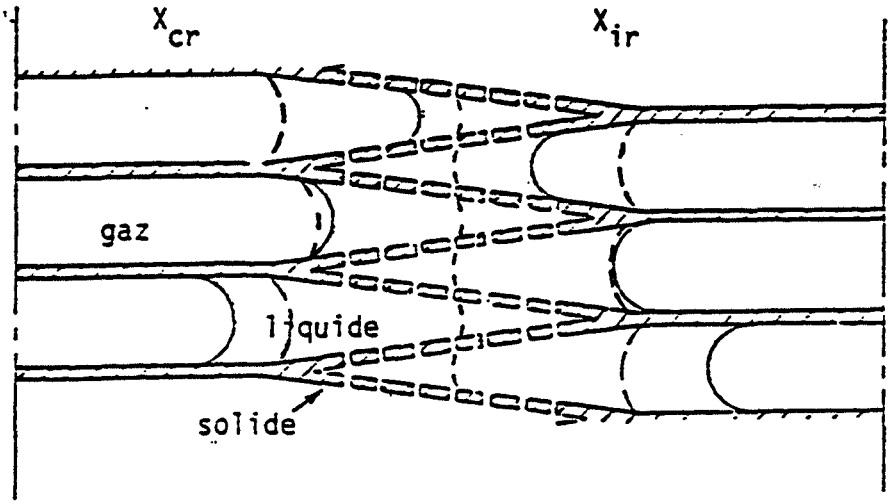


figure 1.4:

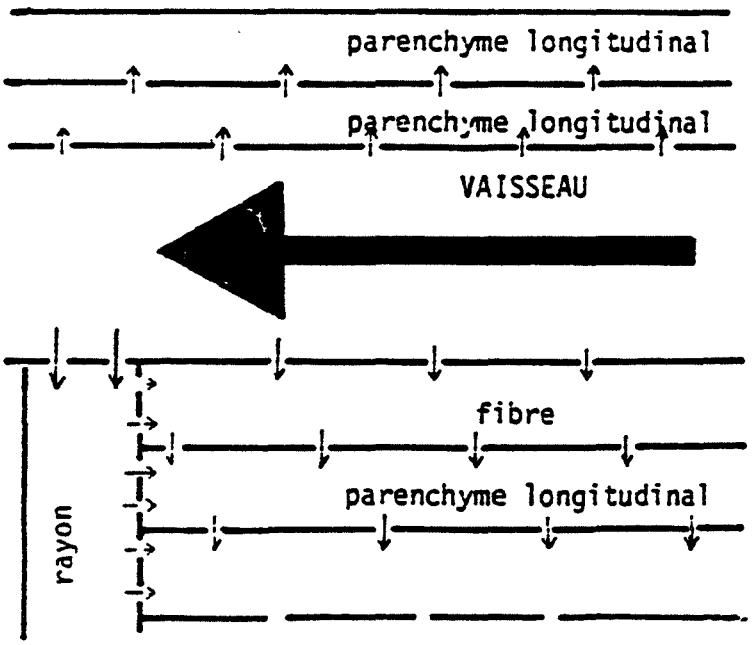


figure 1.5:

A-I-2 l'échelle microscopique:

Pour les résineux, l'élément principal est la trachéide qui est une cellule ayant 1 à 7mm de long et 15 à 80µm de diamètre (figure 2.1).

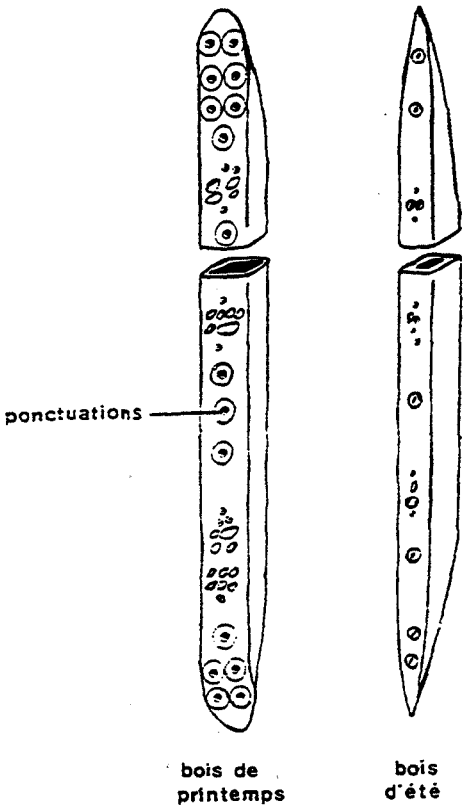


figure 2.1: schéma d'une trachéide

Les parois cellulaires (paroi primaire et parois secondaires) qui sont constituées principalement, de l'exterieur vers l'intérieur par une paroi primaire et 3 parois secondaires contiennent 3 composés chimiques dont la répartition en masse dans le bois est la suivante (figure 2.2):

- la cellulose regroupée en fibrilles élémentaires représente 50% de la masse totale
- l'hémicellulose, de même composition mais de configuration moléculaire différente 20 à 35%
- la lignine, polymère amorphe représente 15 à 25% de la masse totale.

Dans le cas des résineux, la majorité de l'holocellulose (cellulose et hémicellulose) et 80 % de la lignine se trouvent dans les paroi secondaires.

La lignine est présente également dans la lamelle moyenne qui se trouve entre les deux parois primaires de deux cellules voisines et assure la liaison des cellules les unes avec les autres. C'est

elle qui confère au bois sa stabilité et sa rigidité. La cellulose, élément prépondérant et l'hémicellulose sont regroupées en microfibrilles constituant les parois primaires et secondaires.

Les extractibles n'interviennent pas dans la structure de la paroi cellulaire. Elles représentent 4 % à 10% de la masse anhydre du bois.

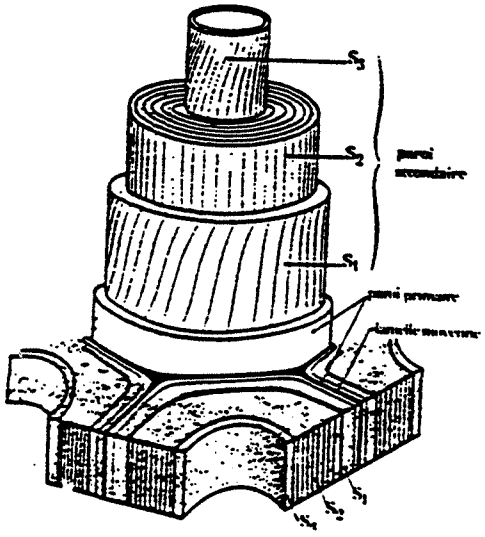


figure 2.2: coupe transversale d'une cellule

A-II-les différents constituants du bois:

Les techniques d'analyses chimiques ordinaires permettent de classer les différents constituants du bois en quatre groupes: la cellulose, l'hemicellulose, la lignine et les extractibles.

A-II-1- La cellulose:

Ce sont des polymères de glucose à chaînes moléculaires longues, linéaires et régulières. La cellulose est constituée à 98% d'unités β-O-glucopyrannose reliées par des liaisons 1-4. (figure 3)

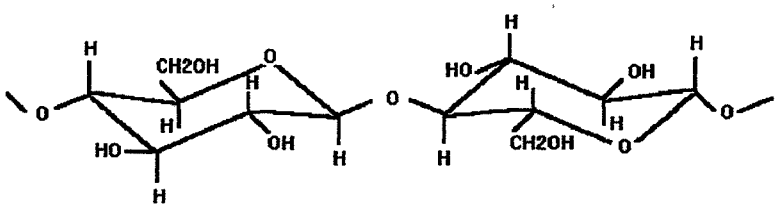


figure 3: structure partielle de la cellulose [($C_6H_{10}O_5)_x$] dans la forme 1,4-β-D-glucopyrannose

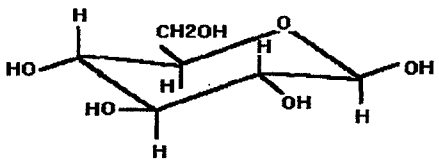
Elle comprend des zones cristallines et des zones amorphes. Son état cristallin est dû aux liaisons hydrogènes intramoléculaires entre les groupements hydroxyles. C'est cette structure cristalline qui confère aux celluloses une grande résistance aux attaques chimiques et une grande stabilité thermique.

A-II-2- Les Hémicelluloses:

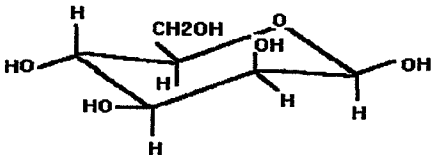
Les hémicelluloses sont des polymères de polysaccharides à chaînes plus courtes et non nécessairement linéaires (Pettersen, 1984). On distingue deux types de polysaccharides: les homopolysaccharides (en minorité) et les hétéropolysaccharides (en majorité).

Les principaux groupes d'hémicelluloses sont: les xylanes, les mannanes, les galactanes, les arabinogalactanes et les glucanes qui proviennent des monomères tels que: le glucose, la mannose, le galactose, le xylose et l'arabinose (figure 4).

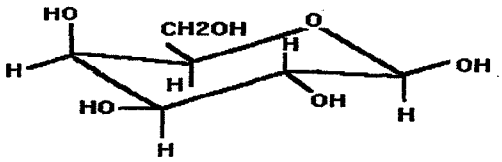
Les hémicelluloses des résineux sont constituées principalement de mannose (glucomannane) tandis que celles des feuillus sont formées de xylose (acétyl-4-O-méthylglucuronoxylane). Dans le bois, la cellulose et les hémicelluloses sont étroitement liées et constituent l'holocellulose.



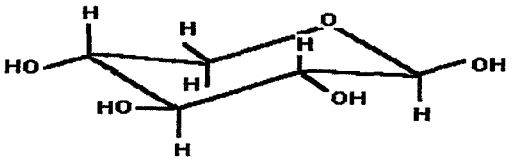
β - D - Glucose
β - D - Glucopyrannose



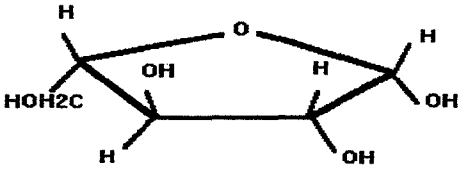
β - D - Mannose
β - D - Mannopyrannose



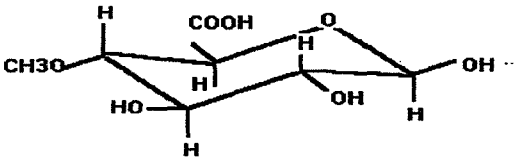
β - D - Galactose
β - D - Galactopyrannose



β - D - Xylose
β - D - Xylopyrannose



α - L - Arabinose
α - L - Arabinofurannose



Acide 4 - O - Méthyl - glucuronique
Acide 4 - O - Méthylglucopyrannosyluronique

figure 4: les différents monomères des hémicelluloses

A-II-3- La lignine:

Ce sont des polymères non répétitifs à réseau tridimensionnel infini constitués de trois motifs élémentaires (figure 5.1) qui sont:

- l'alcool sinapylique
- l'alcool coniférylique
- l'alcool coumarylique

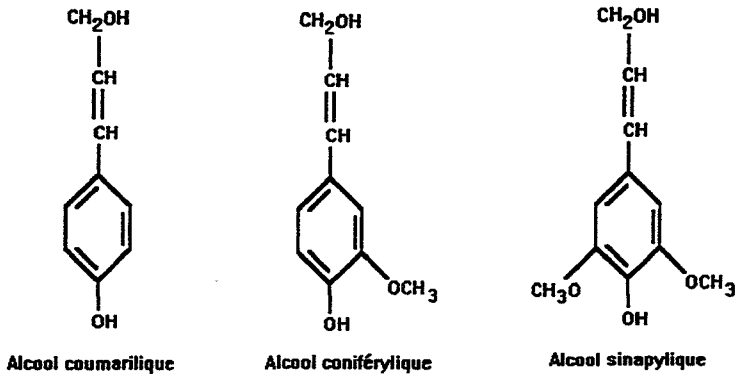


figure 5.1: les trois monomères de la lignine

L'hétérogénéité des lignines varie en fonction de la fréquence de ces monomères, des liaisons intermonomères et des liaisons avec les autres molécules du bois (cellulose , hémicelluloses). La figure 5.2 montre la structure d'une macromolécule de lignine d'un feuillu.

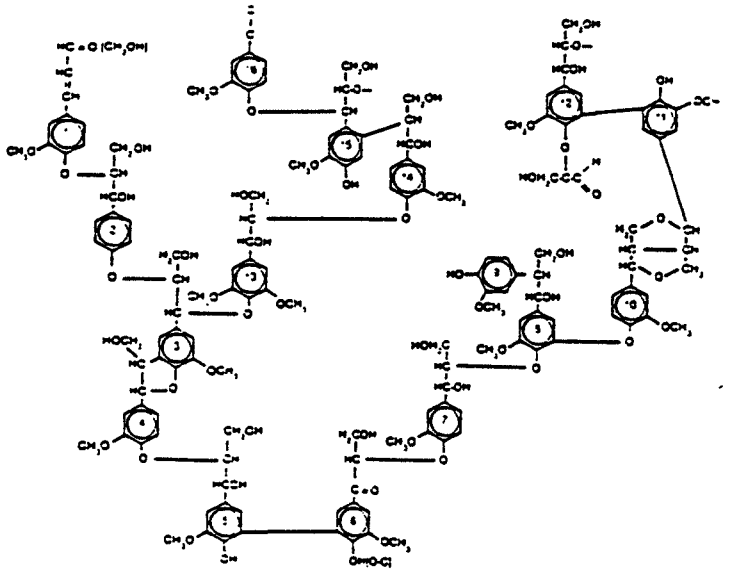


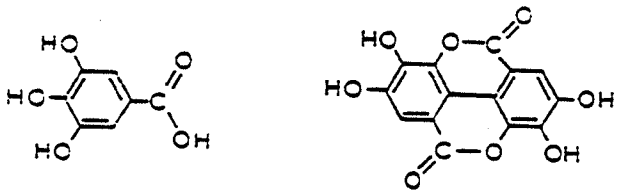
figure 5.2: schéma d'une macromolécule de la lignine d'un feuillu

A-II-4- Les extractibles:

Ce sont les composants du bois autres que l'holocellulose (cellulose, hémicellulose) et la lignine qui possèdent des rôles essentiels dans les métabolismes d'un arbre vivant (réserves d'énergie, défense contre les attaques des microorganismes). Ils contribuent aux propriétés caractéristiques du bois (couleur, odeur, résistance aux champignons).

On distingue trois groupes d'extractibles :

- les composés aliphatiques
- les terpènes et les terpenoides
- les composés phénoliques



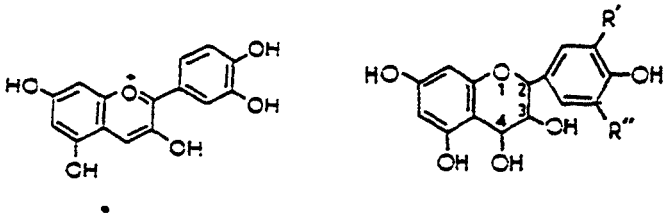
Acide gallique Acide ellagique

figure 6.1:

Les composés aliphatiques sont des acides gras insaturés linoléiques, linoléniques et oléiques dont les taux d'alcool sont relativement faibles. Les terpènes proviennent de la condensation de deux ou plusieurs isoprènes. Les terpenoides sont des polyisoprènes possédant des fonctions hydroxyles, carbonyles, carboxyles et esters. Les composés phénoliques ou tanins sont des polyphénols de poids moléculaire entre 500 et 3000 (DP).

On distingue deux types de tanins:

1. les tanins pyrogalliques (figure 6.1) qu'on trouve chez les feuillus et qui après hydrolyse à chaud produisent des fractions glucidiques et polyphénoliques
2. les tanins catéchiques (figure 6.2) qui sont présents dans toutes les essences de bois et qui sont des polymères de flavonol3 (catéchine) et de flavanédiol3,4 (leucoanthocyanidine).



Catéchine Leucoanthocyanidine

figure 6.2:

Le taux d'extractibles aux solvants neutres est très variable d'une essence à une autre.

hêtre	pin	mélèze
1,2 % de la matière sèche	3,5%	10%

tableau 1:

B- Les effets du traitement thermique sur les propriétés du bois:

On peut définir plusieurs types de traitement thermique du bois selon les conditions de traitement (température, environnement) dont dépendent la nature des produits obtenus ou voulus.

1. Le séchage à basse ou à haute température avec de l'air humide s'effectue jusqu'à 160 °C sous atmosphère controlée (humidité relative, température).

2. La combustion consiste en un traitement thermique de la biomasse en milieu oxydant et entraîne le dégagement de CO, CO_2, H_2 et une petite quantité d'hydrocarbures. (Gélus,1982)

3. En utilisant un milieu réducteur, la pyrolyse qui est un traitement thermique de la biomasse entre 250 et 1000°C sous atmosphère inerte permet d'obtenir 3 phases distinctes: la phase solide (charbon), la phase condensable (goudrons constitués d'hydrocarbures aliphatiques, cycliques, aromatiques, de composés furfuryliques et phénoliques, des cétones ou lactones et des bases azotés et une phase acqueuse contenant de l'eau, des acides organiques, des alcools et d'autres produits volatils) et la phase gazeuse non condensable (CO, CO_2, H_2, hydrocarbures dont les quantités relatives varient en fonction des conditions (atmosphère, vapeur)) (Roy, 1983).

4. Le procédé de liquéfaction de la biomasse permet, sous l'effet de la chaleur et des solvants de produire des huiles contenant des composés phénoliques, des acides organiques et d'autres composés chimiques (Davis,1983).

5. Le procédé de torréfaction (entre 250 et 280°C) ou de rétification (entre 200 et 250°C) sont des traitement intermédiaires entre le séchage à haute température et la pyrolyse. Ils consistent en un traitement thermique du bois sous atmosphère inerte. Ce sont en fait des procédés de pyrolyse ménagée.

B-I- Influence des paramètres sur les modifications chimiques de chaque constituant du bois:

B-I-1- La cellulose:

La structure cristalline de la cellulose ne subit aucune modification jusqu'à 200-270°C. Cependant, à partir de 270°C, une partie de l'état cristallin passe à l'état amorphe. La cellulose commence à se dégrader à partir de 260°C mais la dégradation effective n'a lieu qu'à 350°C. Ce sont les zones amorphes qui sont dégradées en premier.

Selon Stamm (1956), la dégradation des hémicelluloses est quatre fois plus vite que celle de l'α- cellulose et du bois entier, et la lignine se dégrade deux fois moins vite que la cellulose ou le bois. Il affirme également que l'oxygène et la vapeur intensifient la vitesse de dégradation.

Broido A. (1972) a étudié la cinétique de perte de masse lors de la pyrolyse de cellulose de papier de haute pureté. Les échantillons de cellulose ont été traités sous des conditions équivalentes de 1000 h à 226 °C ou 80 h à 250°C ou 36 h à 260°C. La perte de masse de la cellulose correspond au départ de monoxyde de carbone CO, de dioxyde de carbone CO_2, d'eau H_2O, de méthanol CH_3OH et d'acide acétique CH_3COOH. Ce sont l'eau H_2O, le CO et le CO_2 qui sont majoritaires. Selon l'auteur, cette réaction de pyrolyse consiste en une dépolymérisation conduisant à la production de gaz volatils suivie par des étapes de perte de masse aboutissant à la formation de charbon.

L'influence de la cristallinité sur la pyrolyse de la cellulose de cotton qui peut avoir des dégrés de cristallinité différents a été étudié jusqu'à 500°C (Cabradilla et al.1972). L'analyse par diffraction des rayons X montre que la cellulose amorphe chauffée à 250°C retrouve sa cristallinité. Les expériences à l'aide de la thermogravimetrie montrent que la vitesse de perte de masse dépend du dégré de cristallinité de la cellulose et de la vitesse de montée en température. Deux types de réaction peuvent avoir lieu au cours de la pyrolyse de la cellulose de cotton: la production de levoglucosane, la déshydratation et la formation de résidu. La formation de levoglucosane est favorisée dans la région cristalline de la cellulose tandis que les réactions de déshydratation sont favorisées dans la région amorphe ou désordonnée.

De la cellulose microcristalline (Pastorova et al., 1994) a été traitée entre 190 et 390°C dans un environnement inerte. La quantité de composés aromatiques formés (furanes, alkylbenzènes et alkylnaphtalènes) sur les chromatogrammes obtenues par le couplage de la chromatographie en phase gazeuse avec la spectrometrie de masse augmente avec la température de pré-traitement. La distribution des produits de pyrolyse (température du point de Curie 610 et 770°C) de la cellulose pré-traitée entre 190 et 220°C est identique à celle de la cellulose microcristalline native. Ces produits sont principalement des pyrannones, des furannones, des furannes et des levoglucosanes. Avec la cellulose pré-traitée à 250°C, d'autres produits de pyrolyse ont été identifiés: cyclohexadiènes, vinyl furannes, 2-n-propylfurannes, des dérivées du benzène et du phénol (dimethylbenzènes et methylphénols). Le IRTF et le RMN (Résonance Magnétique

Nucléaire) montrent la dégradation des polymères de pyrannose et la formation d'un polymère intermédiaire à partir de 310°C. Le spectre IRTF de la cellulose traitée à 220°C est très similaire à celui de la cellulose initiale. La déshydratation de la cellulose se traduit par une intensité plus faible de la bande -OH (3600-3100 cm^{-1}) ainsi que la diminution de l'intensité de la liaison C=O. Ces vibrations sont plus prononcées avec le spectre de la cellulose traitée à 250°C. Le spectre RMN de la cellulose traité à 220°C est essentiellement le même que celui de la cellulose naturelle. Le spectre du produit traité à 250°C montre trois résonances différentes de faible intensité dans la région carbonyle 195, 202 et 209 ppm. La résonance du groupement carbonyle représente 0,6% de l'intégration du signal du carbone dans le spectre et correspond à l'apparition d'une petite quantité de composés stables tels que: des aldéhydes, des cyclohexenones et des cyclopentènes insaturés.

Selon ces auteurs, le processus de chauffage de la cellulose peut être divisé en trois étapes:

- la 1ère étape: pendant laquelle les oligosaccharides sont préservés a lieu jusqu'à 270°C ; elle est liée à la préservation de la cristallinité avec une vitesse de chauffage faible. Cependant, la couleur des échantillons changent du blanc au jaune pour le traitement à 220°C et du blanc au marron pour le traitement à 250°C; ce qui montre la présence de systèmes conjugués sur des sites de réactions locaux comme le montre les résultats de l'IRTF. Des liaisons insaturées C-C et des groupements carbonyles se forment à cause de l'élimination de l'eau; ce qui entraîne la formation de phase amorphe.

- la 2ème étape: commence à 250°C ; des polymères intermédiaires constitués de phénols et des furanes se sont formés.

- la 3ème étape: où les auteurs constatent l'augmentation des composés aromatiques et des composés aromatiques condensés. Les nouveaux polymères formés sont stables mais commencent à se dissocier à partir de 310°C par des réactions de coupure de liaison homolytiques par déshydratation et par le départ de CO et de CO_2.

Selon Shafizadeh (1975), entre 70 et 280°C, les réactions initiales sont hétérolytiques. Au-dessus de 200°C, des radicaux libres stables se forment.

Shafizadeh (1984) a décrit les processus de pyrolyse de poudre de cellulose , selon le domaine de température de traitement .

En dessous de 300°C:

Le traitement thermique de la cellulose, sous air, à basse température comporte trois étapes: l'étape d'initiation de la pyrolyse qui entraîne la formation des radicaux libres, l'étape de propagation (coupure de liaison, oxydation, décomposition des molécules) et l'étape de formation des produits (résidu, eau, CO et CO_2). Sous atmosphère inerte, il peut se former du lactone qui est décomposé par la suite par déshydratation et décarboxylation.

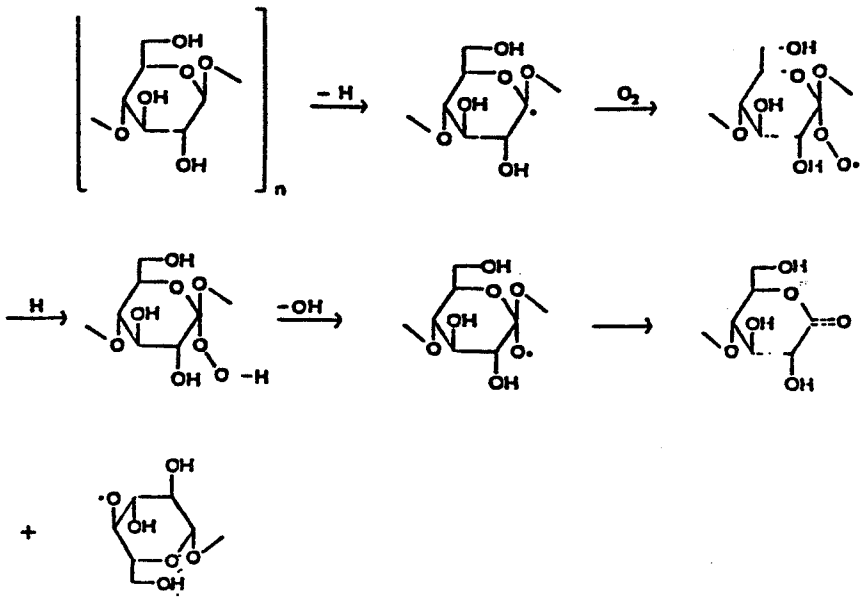


figure 7:mécanismes de la formation et de la décomposition de l'hydroxyperoxyde de cellulose (shafizadeh, 1984)

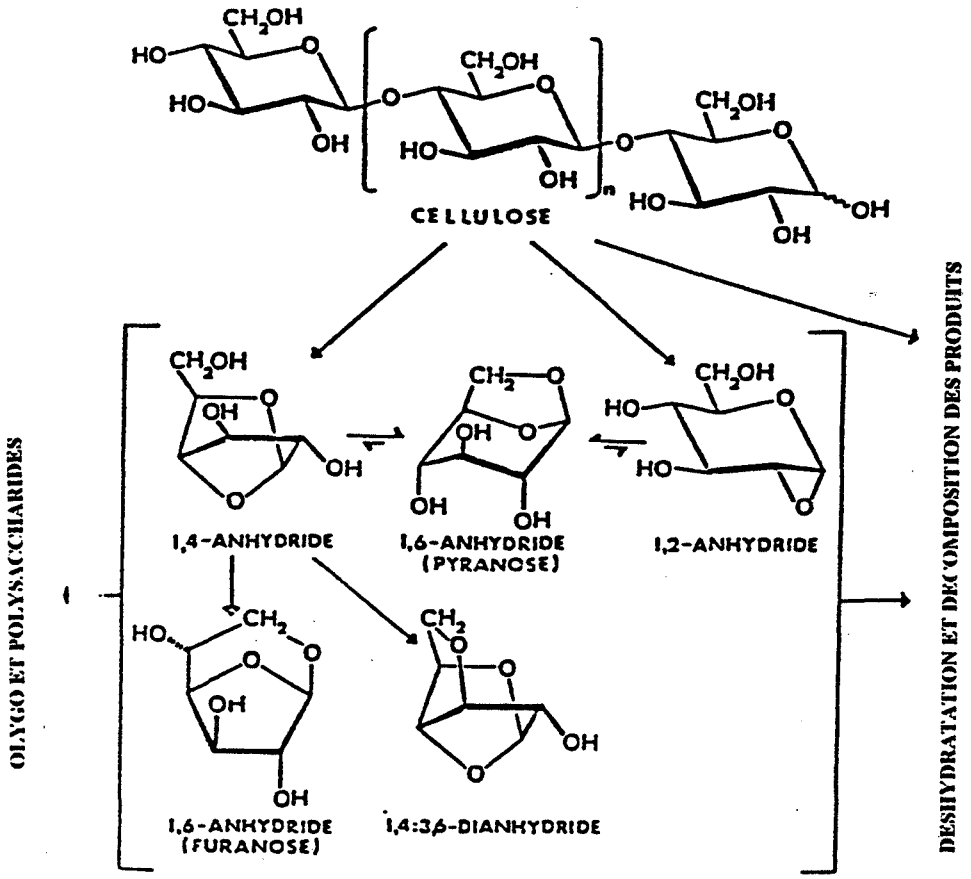


figure 8: schéma de la pyrolyse de la cellulose (shafizadeh. 1984)

Comme le montre la figure 7, ce traitement entraîne ainsi :

- la scission des chaînes de 150 à 190°C (sous air) et la reduction de leur dégré de polymérisation;
- l'apparition des radicaux libres (groupements carbonyle, carboxyle , hydroperoxyde) ;
- l'élimination de l'eau par la réaction de déshydratation ;
- les réactions de décarbonylation et décarboxylation ont lieu entre 150 et 200°C sous Azote ;
- l'émission de monoxyde de carbone CO et de dioxyde de carbone CO_2 qui proviennent respectivement des réactions de décarbonylation et de décarboxylation de ces radicaux libres; les vitesses d'émission de CO et CO_2 sont plus élevées sous air que sous azote; de plus, le taux d'accumulation du groupement carboxyle diminue avec la durée du traitement (de l'ordre de 50 heures) tandis que le taux d'accumulation de groupement carbonyle diminue.

Au dessus de 300°C:

La dépolymérisation par des réactions de transglycosylation entraîne la production de levoglucosane (1,6-anhydro-β-D-glucopyrannose) , de son isomère en furannose (1,6-anhydro-β-D-glucofurannose) et des oligosaccharides. Ces réactions de transglucosylation inter et intramoléculaire (figure 8) sont accompagnées par le phénomène de déshydratation suivies par des réactions de fission ou de fragmentation dans la phase gazeuse et par un phénomène de décomposition et de condensation dans la phase solide qui entraîne la production de gaz et de produits volatils et la formation d'un résidu (charbon) stable. A haute température, le processus de pyrolyse dépend plus de la vitesse de transfert de chaleur que des cinétiques des réactions chimiques.

Quant à l'eau , elle inhibe la scission des chaînes et permet une recristallisation pendant le traitement en créant des liaisons hydrogènes. Ainsi, l'hydratation ralentit la dépolymérisation de la cellulose.

B-I-2- Les hémicelluloses:

Parmi les composants du bois, les hémicelluloses sont les plus fragiles sous l'effet de la chaleur.

La stabilité thermique des hémicelluloses varie selon leur nature et leur structure: par exemple, les molécules possédant du groupement o-acétyl sont moins stables thermiquement et se dégradent entre 180 et 210°C (Shimizu et al.,1972). A cause de sa plus forte cristallinité; le glucomannane est plus stable thermiquement que le xylane (Goring 1967).

Un séchage du bois à 170°C entraîne la diminution du taux apparent de mannose . En revanche, le taux d'arabinose et de galactose ne diminuent pas et la quantité de mannose ne pourrait pas diminuer quand la température augmente à 220°C.

De plus les taux de groupements d'acides acétiques et d'acides uroniques, prédominant dans les glucuronoxylanes des feuillus, ne diminuent pas de façon significative à 220°C.

Selon la sévérité du traitement (température, durée), deux cas sont possibles:(Fengel 1984)

- soit les chaînes d'hémicelluloses se décomposent directement et rapidement en produits volatils;
- soit elles se décomposent d'abord partiellement en fragments de chaînes courtes puis ce sont ces chaînes courtes qui se dépolymerisent en monomères qui se décomposent à leur tour en produits volatils.

Les produits de dégradation des hémicelluloses sont: l'eau, le monoxyde de carbone, le dioxyde de carbone, l'acide acétique, l'acide formique et un peu de méthanol.

Fang et al. 1972 ont étudié la pyrolyse de poudre d'holocellulose (cellulose et hémicelluloses) de pin entre 100 et 600°C. La déshydratation suivie par la décarboxylation commencent entre 150 et 160°C. Ils ont trouvé seulement des traces d'autres produits entre 150 et 200°C. A 250°C, des petites quantités de méthanol, de furanne, d'acide acétique, de 2-furaldehyde et de monoxyde de carbone ont été observées. Les dégagements de H_2O, de CO_2 et de CO deviennent importants à partir de 300°C. Leurs maximums sont observés à 350°C pour l'eau et le dioxyde de carbone et à 400°C pour le monoxyde de carbone. Les maximums de méthanol et de 2-furaldéhyde se situent entre 300 et 350°C et les maximums des autres produits tels que l'acétaldéhyde, l'acide acétique, le diacetyl et le 1-hydroxy-2-propanone ont été observés autour de 400°C.

B-I-3- La lignine:

La lignine est le composé le plus stable du bois thermiquement; cependant, certains changements ont été observés même à des températures au-dessous de 200°C.

A basse température, les lignines subissent des transformations physiques et des réactions de condensation mais les dégradations réelles commencent à partir de 400°C.

Funaoka (1989) a montré que lors d'un traitement à 220°C, les protolignines non condensées sont converties en unités diphénylméthane (DPM) après l'attaque de la position alpha des chaînes latérales par des noyaux phényls adjacents.

Les réactions de recondensation sont plus intenses dans les macromolécules riches en unités guaicyles (Lapierre 1986). Avec les unités guaiacyles dans le pin maritime, la condensation prévaut sur la dégradation tandis qu'avec les unités guaiacyles-syringyles des peupliers, c'est la dégradation qui prévaut sur la condensation (Lapierre 1984).

Les mécanismes de recondensation peuvent être résumés de la façon suivante:

- le guaiacyl-propane est dégradé en produits phénylalkyle, formaldéhyde et autres composés volatiles;
- les condensations sont induites par le formaldéhyde en réagissant avec l'atome C5 du cycle guaiacyle;
- puis le pont 5,5'-diphényl-méthane se forme.
- c'est la présence des unités syringyles qui empêche la condensation des formaldéhydes avec les groupements méthoxy et empêche la réticulation de la lignine.

La conversion en DPM dépend du taux d'humidité du bois; en effet, avec du bois sec, le taux de conversion en diphényl-méthane DPM est de 40% alors qu'avec du bois humide, ce taux est de 75%. Entre 180 et 220°C, le taux de conversion est doublé, surtout en présence d'eau à cause des phénomènes de transition vitreuse.

B-II- Les processus de modification des propriétés chimique du bois:

Le chauffage du bois de 93 à 177 °C dans une étuve ou sous air humide entraîne une perte de substance (composé) par le bois qui augmente avec la température et la durée du traitement. Et plus il y a de l'eau dans le bois, plus la perte augmente (Mac Lean , 1951).

Ces pertes sont également constatées par Kollman et Schneider (1963) qui ont chauffé des pièces de chêne et de pin à des températures variant de 70 à 180°C pendant 6 à 48h; ces traitements entraînaient également une diminution de la capacité de sorption des produits traités.

En 1965, Kollmann et Fengel ont chauffé des pièces de chêne et de pin dans un étuve à des températures de 100 à 180°C pendant **24 à 48h**;le taux de pentosane et d'α-cellulose diminuent légèrement seulement à 150°C et plus intensément à 180°C. Pendant la même periode, le taux d' hexoses et de lignine augmentent. L'augmentation du taux d'hexoses est attribuée aux produits de dégradation des hémicelluloses.

Le pré-traitement de particules de bois entre 200 et 207°C pendant 1700 à 2200 min permet d'éliminer 90% des hémicelluloses. La présence d'acides organiques dans la solution acqueuse résulte de l'hydrolyse des groupements acétyles qui sont présents dans les hémicelluloses (Carrasco F. 1992).

Selon Christiansen (1994), la perte de masse des échantillons chauffés à 170°C montre un plateau entre un temps de traitement de 119 et 224 min. Cette perte de masse dépend non seulement du temps de traitement mais également de la température. Le taux d'extractibles (à l'éthanol ou au toluène) du peuplier augmentait de 50% entre les échantillons chauffés à 170°C et ceux chauffés à 220°C. La perte de masse du bois aux températures utilisées (170 à 220°C) sont attribuées à deux facteurs:

1. le premier facteur est la perte de masse à cause de la décomposition des hémicelluloses qui peuvent entraîner la formation des produits tels que les furannes et l'eau. La perte de masse des hémicelluloses peut être due à la décarboxylation des acides uroniques (Perlin, 1952);

2. le deuxième facteur possible est la volatilisation des extractibles dans le bois pendant le chauffage. Certains extractibles sont inhéremment volatils mais d'autres pourraient hydrolyser les produits volatils, comme les esters d'acides gras qui émettent des acides gras qui pourraient être volatils à des températures élevées.

La rétification consiste en un traitement thermique de pyrolyse ménagée du bois sous atmosphère inerte entre 200 et 250°C. Certains auteurs (Bourgois et al., 1986) qui ont travaillé sur la torréfaction du bois ont supposé que les différentes étapes du traitement puissent être schématisées en trois étapes:

- l'étape d'initiation des hémicelluloses en radicaux libres (coupure homolytique);

- l'étape de propagation : réaction de ces radicaux avec la cellulose ou la lignine;

- l'étape de fin de réaction ou de terminaison par réticulation (pontage moléculaire) qui est suivie éventuellement d'une terminaison par dismutation.

Les lignines sont modifiées dès le début des réactions. En effet, ce sont les lignines qui réagissent avec les produits de dégradation des hémicelluloses pendant l'étape de propagation. La rétification consiste ainsi en un pontage des chaînes macromoléculaires pendant les réactions de terminaison (phénomène de thermocondensation). La terminaison par dismutation a lieu quand il n'y a pas assez de sites réactionnels par le pontage macromoléculaire. La formation de liaison ethylènique permet la stabilisation des radicaux libres.

Les hémicelluloses sont les composés les plus fragiles du bois et sont dégradés en premier. Les radicaux libres, produits de leurs dégradations sont les initiateurs des autres dégradations. Les décompositions des différents composants du bois sont influencées les unes par les autres.

bois naturel ⟶ bois rétifié + gaz condensables + gaz incondensables

chaleur 200-250°C
sous Azote

Dans le cas du hêtre, les gaz incondensables produits sont le monoxyde de carbone (CO), le dioxyde de carbone (CO_2); les gaz condensables sont l'eau (H_2O), l'acide acétique (CH_3COOH), le méthanol (CH_3OH), l'acide formique et le furfural.

L'analyse du hêtre retifié (Avat, 1989) dans différentes conditions de traitement montre que:

- le taux d'hémicelluloses diminue tandis que le taux apparent de lignine de Klason (soluble dans l'acide sulfurique) augmente au cours du traitement;
- d'après l'analyse de spectre infra-rouge des produits traités, la bande ethylènique augmente à 1600 cm^{-1}, la bande carbonyle diminue et se déplace de 1747cm^{-1} à 1734cm^{-1} à cause du phénomène de conjugaison;
- la teneur de phénols extraits à l'eau augmente à cause du début de dégradation de la lignine;
- la bande -OH diminue au cours du traitement à cause de la dégradation des hémicelluloses.

La dégradation des polymères du bois dépend de la température de traitement. Autour de 220°C, la pyrolyse des hémicelluloses prédomine. De 280 à 300°C, les lignines sont pyrolysées et la cellulose l'est à 315°C. (Hillis, 1978)

D'après Funaoka (1990), la lignine se condense au cours du traitement thermique et devient moins réactive et plus rigide. Entre 260 et 280°C, cette condensation s'accompagne d'autres modifications rendant la lignine plus hydrophobe (Fengel et Wegner,1984). D'après leur dosage, les hémicelluloses du hêtre (xylane) commencent à se dégrader à partir de 220°C et sont complètement décomposés à 280°C.

Faix etal. (1991) ont identifiés certains des produits dérivés de la pyrolyse du bois à 450°C par la chromatographie en phase gaseuse (CPG); les polysaccharides ont été caractérisées par la méthode de spectrometrie de masse à impact electronique (EI) et par ionisation chimique. Ils ont distingué trois groupes de produits dérivées de la pyrolyse des polysaccharides: les hydrocarbures aliphatiques, les hydrocarbures cycliques et heterocycliques (cyclopentènes,

furanones, pyranones) et d'autres produits dont les spectres ne sont pas spécifiques. Ces mêmes auteurs ont étudié également les produits dérivées de la pyrolyse de la lignine à 450°C en utilisant la méthode de chromatographie en phase gazeuse.

Kandpal et al.(1994) ont étudié la pyrolyse de la biomasse entre 280 et 450°C. Ils ont analysé les résidus et le goudron par le spectromètre infrarouge et la résonance magnetique nucléaire et les gaz non-condensables par la chromatographie en phase gazeuse. Ils affirment que le taux de résidue de charbon diminue avec la température de pyrolyse tandis que la production de goudron augmente. L'analyse par IR de la phase solide montre la présence de groupements ethylènique C=C et phénolique, de groupements acide et méthylène. Celle de la phase aqueuse condensable montre qu'elle contient des composés hétérocycliques, des groupements phénol et méthyle et des groupements ethylènique C=C et aldéhyde . L'analyse par la RMN du goudron et du jus pyroligneux montre la présence d'hydrogène aromatique, d'hydrogène oléfique et d'hydrogène methylènique.

Mitchell et al (1953) montrait que le chauffage du bois dans un système fermé entraîne une dégradation plus importante de la cellulose et des composés en C5 (pentosanes) qu'un chauffage dans un système où les composés volatils peuvent s'échapper pendant une durée quatre fois plus longue. Une augmentation apparente du taux de lignine avec un temps de traitement plus long pourrait être due à la conversion de l'holocellulose en des composés acides insolubles.

B-III- Influence des paramètres sur les modifications des propriétés physiques du bois:

Les réactions chimiques pendant la pyrolyse sont influencées par l'environnement caractérisant le milieu du réacteur et le mode opératoire. Les procédés à combustion partielle génère davantage de gaz non condensables que les procédés utilisant une atmosphère inerte. (Mezerette et al., 1992)

B-III-1) influence de la température:

A une température donnée, la dégradation thermique apparaît plus rapidement dans le bois humide que dans le bois sec (Skaar, 1976). Et la vitesse de réaction lors du chauffage du bois humide est dix fois plus importante que celle du bois sec (Stamm, 1956).

La transition vitreuse est la zone de température avec laquelle un liquide ou un polymère non-cristallin change de l'état solide vitreux à l'état caoutchoutique. Plusieures propriétés d'un polymère amorphe dépendent de cette transition vitreuse.

Dans un système sémi-cristallin, l'effet de cette transition vitreuse diminue avec le degré de cristallinité. Or on sait que la lignine et les hémicelluloses sont amorphes et essentiellement thermoplastiques tandis que la cellulose est sémi-cristalline avec une zone désordonnée et une zone cristalline.

Selon Back E.L. (1982) l'hémicellulose, la lignine et la partie amorphe de la cellulose absorbent de l'eau, qui est un plastifiant pour ces polymères, leurs transitions vitreuses dépendent de leur teneur en eau.

Pour la cellulose, les températures de transition vitreuse se situent entre 200 et 250°C. Pour les hémicelluloses, les transitions vitreuses sont observées entre 150 et 220°C. Pour la lignine "native", une transition vitreuse aussi élevée que 205°C est indiquée.

Le tableau 2 résume les températures de transition vitreuse des principaux constituants du bois (Hillis,1978):

composants	température de transition vitreuse
lignines sèches	127 à 193°C
hémicelluloses sèches	167 à 181°C
cellulose sèche.	231 à 244°C

tableau 2:

Goring D.A.I. (1963) a observé que l'absorption d'eau diminue substantiellement la température de transition vitreuse des lignines et provoque une transition plus pointue. Les molécules d'eau plastifient les chaînes de lignines et affaiblit la température de transition vitreuse qui augmente avec la vitesse de montée en température.

Pendant la mesure du point de transition vitreuse, la dégradation thermique devient apparente par le changement de couleur de l'échantillon quand la température dépasse 200°C.

Les lignines isolées et les hémicelluloses montrent un comportement de transition des polymères à faibles poids moléculaires et l'eau joue le rôle de plastifiant en diminuant la température de transition vitreuse. Il n'y a pas de changement significatif de la température de transition vitreuse de la cellulose malgré l'absorption d'eau jusqu'à 25%.

B-III-2)influence de la vitesse de montée en température:

Un procédé où la montée en température est rapide et où les gaz de réactions éliminés par un flux de gaz inerte induit des réactions globalement endothermiques; tandis qu'une montée lente en température et un confinement de produits de réaction dans le volume conduirait à une réaction globalement exothermique (Déglise et al., 1981).

De plus, la température de transition vitreuse augmente avec la vitesse de montée en température.

B-III-3) influence de l'humidité dans le bois:

La présence d'humidité favorise les réactions de décomposition en abaissant les transitions vitreuses où les composants deviennent plus réactifs et facilite les mouvements des molécules.

L'humidité affaiblit le point de transition vitreuse des lignines et des hémicelluloses; la présence de 7 à 13% d'eau affaiblit considérablement le point de ramolissement de la lignine dans l'intervalle de 72 à 128°C.

Les hémicelluloses contenant 20 à 23% d'eau se plastifient entre 54 et 56°C. En revanche, malgré la présence de 12 à 16% d'eau, les températures de transition vitreuse de la cellulose ne varient pas significativement.

Les molécules d'eau ramolissent les chaînes de lignine en diminuant leurs températures de transition vitreuses.

Pour un polymère amorphe, la transition vitreuse joue un rôle important car elle change plusieures propriétés, en particulier le module élastique.

L'humidité influe indirectement sur les dégradations thermiques des composants du bois à cause des phénomènes de transition vitreuse.

Pour le bois sec, la transition vitreuse a lieu à partir de 180°C. En revanche, pour le bois humide, elle apparaît à une température inférieure à 150°C et elle est d'autant plus importante que le bois est humide. Les phénomènes d'interaction entre humidité, température et durée de séchage sont complexes.

Schaffer (1973) résume les principales étapes des modifications physico-chimiques d'un bois de feuillu sec sous atmosphère inerte en fonction de la température ainsi (tableau 3):

55°C	la structure naturelle de la lignine est altérée; les hémicelluloses commencent à se plastifier;
70°C	début du retrait transversal du bois à cause du séchage;
110°C	la perte de masse de la lignine démarre lentement;
120°C	le taux d'hémicelluloses commence à décroître tandis que celui de la cellulose "alpha" commence à augmenter et les lignines commencent à se plastifier;
140°C	toute l'eau liée est libérée; le bois devient anhydre;
160°C	la lignine a fondu et commence à se durcir à nouveau;
180°C	la perte de masse des hémicelluloses s'accelère; la lignine s'écoule dans les ponctuations;
200°C	la masse du bois commence à décroître rapidement; des résines phénoliques se forment (thermocondensation). La cellulose se déshydrate au- dessus de cette température;
210°C	la lignine se durcit. La cellulose flue et commence à se dépolymeriser et les réactions passent d'endothermiques à exothermiques;
225°C	la cristallinité de la cellulose décroit, puis réaugmente;
280°C	la perte de masse de la lignine atteint 10%; la décomposition de la cellulose commence;
288°C	température supposée de carbonisation ;
300°C	les hémicelluloses sont complètement dégradées.

tableau 3: les différentes étapes de modification des propriétés physico-chimiques du peuplier

B-IV- Apports du traitement de rétification sur les propriétés physico-chimiques et la qualité du bois traité:

B-IV-1- l'hygroscopicité:

La capacité de reprise d'humidité du bois diminue avec la température de chauffage (Stamm et al., 1946) . Selon Runkel et Wilke (1951), la dégradation des hémicelluloses, les réactions des produits de dégradation sont corrélées avec la diminution de l'hygroscopie, du gonflement et la modification des propriétés mécaniques. Ces effets du traitement dépendent de sa durée , de la température et du taux d'humidité du bois.

Mitchell (1988) affirmait également que le chauffage du bois à 150°C sous di-Azote entraînait la diminution de son hygroscopie. Le chauffage sous air ou sous oxygène affectait l'hygroscopie de quelques pourcents seulement.

Parmi les composants du bois, les hémicelluloses sont plus hydrophiles que la cellulose et c'est la lignine qui est la plus hydrophobe. A cause de la dégradation des hémicelluloses, de l'élimination des sites hydroxyles et de la modification de la lignine, le matériau traité devient nettement plus hydrophobe.

L'effet du traitement thermique sur l'hygroscopie varie selon les essences de bois; le traitement à basse température (200 à 220°C) semble être plus efficace pour les résineux que pour les feuillus. Alors qu'à haute température, le traitement semble être plus efficace pour les feuillus que pour les résineux (Avat, 1993). En effet, les hémicelluloses des feuillus sont plus dégradés que ceux des résineux à haute température et inversement à basse température.

De plus, il semble que le peuplier traité à 220°C soit moins hydrophile que celui traité à 240°C tandis que le hêtre traité à 240°C semble reprendre moins d'eau que celui traité à 250 ou 260°C.

B-IV-2- la stabilité dimensionnelle:

D'après Seborg et al (1953), les coupures de liaison n'apparaissent pas dans du bois stabilisé thermiquement et l'oxygène n'est pas nécessaire pour les réactions entraînant la stabilisation dimensionnelle du bois. Jusqu'à une perte de masse de 20%, la diminution de l'hygroscopie associée à la perte de masse ne dépend pas du milieu dans lequel le bois est chauffé.

La stabilité dimensionnelle du bois dépend du phénomène de gonflement qui résulte de la fixation de molécules d'eau sur les sites hydroxyles libres du bois. Or le traitement de rétification entraîne la diminution des sîtes hydroxyles. Plus la température de traitement est élevée, plus le nombre de sites hydroxyles devient faible. Ainsi, la stabilité dimensionnelle augmente avec la température de rétification (Avat, 1993).

Après un traitement entre 240 et 260°C, les feuillus et en particulier le hêtre gonflent moins que les résineux et inversement après un traitement de 220°C.

B-IV-3- la biodégradabilité:

La méthode Py(EI)MS (Analytical pyrolysis mass spectrometric study) permet de déterminer (Mulder M. et al., 1990) l'effet de l'attaque des champignons (Eucryphia cordifia) sur la structure de l'holocellulose et de la lignine du bois.

Selon Winandy (et al 1992), la composition chimique et la morphologie des différentes espèces de bois influent sur la vitesse de dégradation due à l'attaque des champignons (Scheffer et Cowling, 1966). Les microfibrilles de la cellulose sont enveloppées par les hémicelluloses de sorte que l'élimination par les champignons de la cellulose dépolymerysée dépend de celle des hémicelluloses en particulier les glucomannanes (Highley, 1987). Les glucomannanes sont éliminés plus vite que la xylose et ces deux types d'hémicelluloses sont éliminés plus vite que la cellulose. L'attaque de la lignine dépend du type de champignons.

La disparition des glucomannanes et des xylanes qui sont respectivement les principales chaînes des hémicelluloses des résineux et des feuillus entraîne une perte de 60 à 70% des propriétés mécaniques (Wilcox, 1978). Ainsi la perte de la propriété mécanique est directement liée à la dégradation des hémicelluloses qui jouent des rôles importants sur la tenue mécanique du bois.

Le traitement thermique améliore considérablement la résistance aux attaques des micro-organismes et en particulier des champignons (Dirol D., Guyonnet R.,1994). De plus, le bois traité est stérilisé à coeur à cause de la montée en température. Les modifications physico-chimiques au cours du traitement font que le bois rétifié devient un milieu défavorable aux attaques et développements des micro-organismes; en effet, le bois traité devient plus dur, les éléments nutritifs (hémicelluloses) des micro-organismes sont éliminés, la teneur en eau dans le milieu est très faible sinon nul et éventuellement, des composés inhibiteurs au développement des agents biologiques sont générés au cours du traitement.

B-IV-4- les propriétés physico-mécaniques du bois traité:

D'une manière générale, le séchage implique l'action plus ou moins conjointe de trois mécanismes physiques fondamentaux: le transfert thermique, le transfert d humidité et la déformation (Razafindrakotoet al., 1986).

Le travail expérimental de Mc Millen en 1958, mettait en relief pour la première fois le phénomène d'inversion de contrainte au cours du séchage.

Mécaniquement, l'évacuation de l'eau libre des vides interstitiels ne s'accompagne pas de variation dimensionnelle du bois, alors qu'une fois le P.S.F.(Point de saturation des fibres) dépassé, le phénomène de rétrait apparaît.

Le taux d'humidité et le volume spécifique dépendent non seulement de la pression de vapeur et de l'humidité mais aussi de la pression externe et des contraintes internes. A pression de vapeur d'eau donnée, une contrainte de compression fait diminuer le taux d'humidité d'équilibre, par contre une contrainte de traction la fait augmenter. Le champ de température n'est pas influencé par la déformation du milieu (découplage thermo-mécanique). Le transfert d'humidité est indépendant des contraintes internes (découplage hygro-mécanique). Les résultats montrent qualitativement le phénomène d'inversion de contrainte mis en relief expérimentalement par Mc Millen. Ce fait est confirmé en examinant la distribution des contraintes dans la section droite à divers moment du séchage.

Lors du séchage à haute température, deux types de défauts peuvent apparaître:

- les défauts liés aux contraintes de séchages dues à l'anisotropie et à la non uniformité du retrait en présence du gradient d'humidité;

- les défauts liés à l'exposition à une température élevée ou aux dégradations thermiques, qui se traduisent par une modification des propriétés rhéologiques du matériau.

Les constantes élastiques du bois sont influencées par son taux d'humidité. L'étude du comportement du bois sous contrainte est plus intéressant lorsque son taux d'humidité décroît à partir d'un taux d'humidité supérieur au point de saturation de fibres.

Il est bien évident que si la contrainte appliquée dépasse le seuil de plasticité, la déformation mécano-sorptive n'est plus discernable de la déformation plastique. La déformation mécano-sorptive est partiellement recouvrable par réhumidification du bois. La recouvrance est cependant d'autant plus faible que le séchage a été effectué à haute température.

Hillis (1978) propose un interprétation du comportement du bois lors du séchage à haute température s'appuyant sur la notion de température de ramollissement ou de transition vitreuse. Celle-ci correspond à la température à laquelle le seuil de plasticité décroît de façon notable.

Cette température de transition vitreuse se situe entre 127 et 193°C pour la lignine, entre 167 et 181°C pour les hémicelluloses et entre 231 et 244°C pour la cellulose lorsque ces polymères sont à l'état sec.

L'accroissement du taux d'humidité au dessus de 7 à 13% fait décroître la température de transition vitreuse de la lignine jusqu'à 72 à 128°C. Pour les hémicelluloses, un taux d'humidité de 20 à 23% fait décroître cette température jusqu'à 54 à 56°C.

En revanche, la température de transition vitreuse de la cellulose n'est pas affectée significativement par le taux d'humidité. Le réseau moléculaire de la cellulose ne permet pas l'entrée des molécules d'eau qui se fixent à sa surface et ne peuvent donc avoir d'effet sur les propriétés mécaniques.

Pour le bois sec, la transition vitreuse n'intervient que pour une température supérieure à 180°C. En revanche pour le bois humide, elle apparaît à plus basse température, inférieure à 150°C et elle est d'autant plus importante que le bois est humide.

Une étude plus fine de l'apparition de la transition vitreuse fait constater l'existence de plusieurs seuils de température qui peuvent être abaissés par étuvage du bois vert à la vapeur saturée à 100°C pendant quelques heures.

La transition vitreuse du bois présente un caractère réversible à condition que la température critique ne soit pas dépassée pendant un temps trop long.

Les conséquences pratiques de ces phénomènes sont (Hillis,1978):

- la stabilisation dans la position désirée des lignines et hémicelluloses lors d'un étuvage ou d'un séchage haute température sous contrainte;
- la réduction du gauchissement grâce à la transition vitreuse de la lamelle mitoyenne très riche en lignine;

Il est nécessaire, à taux d'humidité fixé, de prendre en compte le couple température-durée d'exposition. Ceci introduit la notion de cinétique de dégradation thermique.

On constate que c'est le module de rupture qui est le plus sensible à la dégradation thermique. La dégradation thermique entraîne la rupture des liaisons très fortes à l'intérieur du bois.

Le temps de dégradation du bois humide est beaucoup plus court que celui du bois sec, de l'ordre de dix fois plus faible. Le phénomène d'interaction entre l'humidité du bois, la température et la durée de séchage est complexe.

Un étuvage avant le séchage peut avoir des conséquences favorables sur la relaxation de contraintes de séchage, mais peut entraîner également des dégradations thermiques. Ainsi, lors du séchage à haute température, une conduite très attentive du processus s'avère nécessaire.

L'apparition de contraintes de séchage est liée au phénomène de retrait du bois, qui apparaît dès que le taux d'humidité devient inférieur au point de saturation des fibres. En effet , en présence de gradient d'humidité dans le bois, le retrait affectera inégalement les différentes régions du bois, ce qui entraîne l'apparition d'un champ de déformation et de contrainte.

En début de séchage, les zones les plus proches de la surface de la planche sont moins humides que les zones centrales. Les couches superficielles ayant tendance à se rétracter seront donc en tension alors que les zones internes seront en compression.

En raison du comportement rhéologique décrit précédemment, les déformations correspondantes sont partiellement non recouvrables. Si bien qu'en fin de séchage, quand le gradient d'humidité s'annule, les zones superficielles ayant été initialement étirées et les zones internes comprimées, il apparaît une inversion de contraintes, les zones externes passant en compression et les zones internes en tension.

Les défauts de séchage pouvant en résulter sont les fentes superficielles en début de séchage et les fentes internes en fin de séchage. Ce phénomène est souvent désigné sous le terme de "cémentation ".

Lors d'un séchage à haute température, les gradients d'humidité sont importants, créant ainsi une condition favorable à l'apparition de contraintes élevées pouvant entraîner des fentes. Des facteurs favorables existent cependant; ce sont le temps d'exposition court et la plasticité accrue du bois qui permettent une relaxation des contraintes avant que le point de rupture soit atteint.

Même s'il n'existe pas de gradient d'humidité, des contraintes apparaissent à l'intérieur du bois en raison de l'hétérogèneité et de l'anisotropie du retrait. Les contraintes de séchage ont pour conséquences l'apparition des fentes à l'intérieur ou à la surface du bois et la déformation des pièces. Elles peuvent être accompagnées par le collapse qui est un défaut grave consistant en un affaissement de cellules du bois causé par une contrainte de compression excessive. Le collapse apparaît en début de séchage lorsqu'une température sèche trop élevée est utilisée. Sa formation est attribuée aux contraintes de séchage et aux tensions capillaires.

Quant au traitement thermique de retification (Böhnke, 1992), il entraîne un changement de structure dans toutes les directions de l'échantillon (radial, tangentiel, longitudinal). Lors d'un traitement à 240°C pendant 15min, c'est la direction tangentielle qui est la plus affectée à cause de l'affaiblissement de l'adhérence fibre-matrice, de la rupture des liaisons hydrogènes et de la décomposition des hémicelluloses qui assurent le lien entre la cellulose et la lignine. De plus, le matériau traité perd sa plasticité, devient plus dur, plus cassant et plus rigide à cause du durcissement de la lignine et des phénomènes de thermocondensation. La chute des propriétés mécaniques provient également de la formation des défauts (fentes internes, fentes externes, collapses, gerces) qui sont liés aux contraintes de séchage, gradients de température, d'humidité et de pression interne.

B-IV-5- les modifications de la couleur:

Le traitement thermique rend la couleur du bois plus foncée à cause des modifications chimiques. La clarté L* de l'échantillon diminue avec la température de traitement, quelque soit

l'essence du bois. Cependant, la clarté des résineux diminue beaucoup moins vite et moins intensément que celle des feuillus.

Pour le hêtre, la clarté L* qui est déjà plus faible à 220°C chute fortement à 240°C puis plus modérément. Le phénomène est identique pour la chromaticité b* alors que la chromaticité a* augmente à 240 °C avant de diminuer. (Avat, 1993)

C- Approches thermodynamiques du traitement thermique du bois (jusqu'à 250°C):

C-I -Les phénomènes de transfert d'humidité dans le bois:

C'est le transfert d'humidité dans le bois qui pose le plus de problèmes au cours du traitement thermique à basse ou à haute température.

C-I-1) La masse volumique du bois anhydre:

Le bois anhydre est constitué de matières ligneuses et d'air à l'intérieur des vides des cellules dont dépendent sa masse volumique . Cette dernière dépend ainsi de la porosité de l'échantillon. La masse volumique du bois anhydre ρ_0 est définie par le rapport de la masse de l'échantillon anhydre M_0 à son volume V_0:

$$\rho_0 = M_0 / V_0$$

Elle varie de 400 kg/m^3 à 800 kg/m^3 pour les bois les plus courants.

C-I-2) Le taux d'humidité du bois X:

C'est le rapport entre la masse d'eau contenue dans le bois et sa masse anhydre.

$$X = (M - M_0) / M_0$$

où

M : est la masse de l'échantillon de bois humide

M_0 : est la masse de l'échantillon de bois anhydre

$M - M_0$: est la masse d'eau dans le bois

X s'exprime ainsi en kg d'eau/kg de matière sèche mais la plupart des auteurs le considèrent comme un nombre sans dimension.

La valeur de X dépend de l'état de l'eau dans le bois qui est soit sous forme d'eau libre qui remplit les espaces intersticielles et les lumières des cellules soit sous forme d'eau liée fixée par les matières ligneuses des parois cellulaires. Quand les matières ligneuses sont saturées par de l'eau liée, le taux d'humidité est appelé le taux d'humidité au point de saturation des fibres X sf qui varie de 0,2 à 0,3 .

C-I-3) Les différents états de l'eau dans le bois au cours du traitement:

Outre l'eau de constitution qui entre dans la structure des cellules et s'élimine sous l'effet de la chaleur par déshydratation à partir de l'état anhydre, l'eau dans le bois peut se trouver sous deux états:

- **l'eau libre:**

Elle est présente dans le bois sous forme de vapeur et d'eau liquide dans les lumières des cellules. L'eau à l'état liquide existe quand le taux d'humidité est supérieur au point de saturation des fibres (Xsf). On appelle saturation sa proportion volumique dans les lumières des cellules.

La vapeur d'eau existe quand le taux d'humidité dans le bois est supérieur à Xsf et en admettant l'équilibre thermodynamique local entre les différentes phases, elle est alors à la pression de vapeur saturée.

- **l'eau liée:**

Dans le domaine hygroscopique où le taux d'humidité est inférieur au point de saturation des fibres, l'eau se présente sous forme d'eau adsorbée à la matière ligneuse et sous forme de vapeur dans les cavités cellulaires mais avec une pression réduite par rapport à la saturation, selon l'isotherme de sorption.

La vapeur peut se déplacer suivant deux mécanismes dans les lumières des cellules:

- soit par diffusion en présence d'un gradient de pression partielle;
- soit par convection en présence d'un gradient de pression totale;

La diffusion suppose la présence d'un second composant gazeux qui est en général l'air.

C-I-4)- Les propriétés thermodynamiques de l'eau dans le bois:

L'isotherme de sorption (figure 9.1) exprime le taux d'humidité X (%) du bois en fonction de l'humidité relative de l'atmosphère environnante (Y %) à une température donnée (Brunauer, Emmett et Teller (1938), Langmuir (1918), Basilico (1985)).

Cette courbe présente l'influence de la température sur les isothermes de sorption. Plus la température est élevée, plus le taux d'humidité dans le bois est faible.

Dans le cas du hêtre, Engelhardt (1979) a montré des courbes de variation de l'humidité d'équilibre du bois en fonction de la température pour différentes valeurs de l'humidité relative de l'air en contact avec le bois (figure 9.2).

On remarque que l'influence de la température sur le taux d'humidité du bois est négligeable par rapport à celle de l'humidité relative de l'air environnant. L'humidité relative est égale à l'activité de l'eau du bois en admettant l'équilibre thermodynamique local.

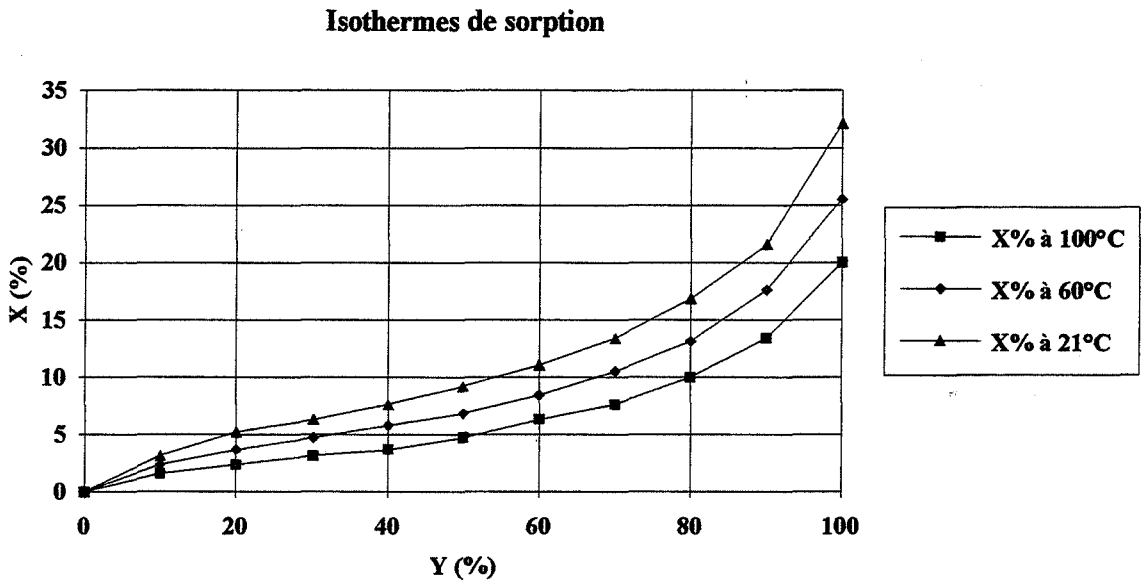


figure 9.1: Courbes d'isotherme de sorption

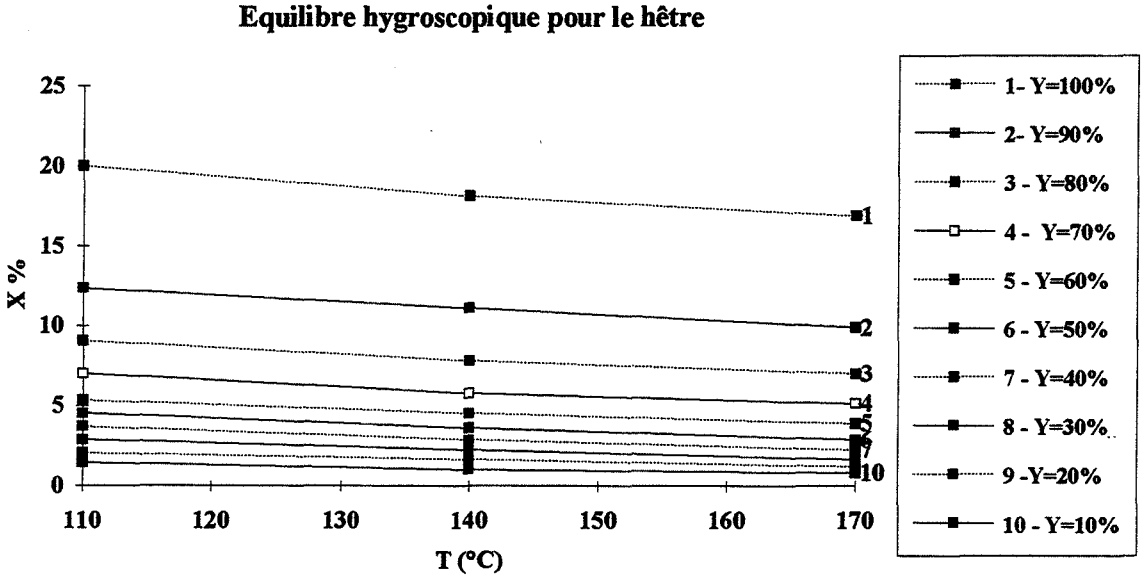


figure 9.2: Courbe d'équilibre hygroscopique

Il est nécessaire d'établir une relation entre l'humidité relative de la phase gazeuse du bois ou de l'activité de l'eau du bois et son taux d'humidité. Dans le cadre du séchage à basse température, de nombreux auteurs ont travaillé sur ce sujet (. tableau 4).

Moyne et Degiovanni (1984) ont fait l'approximation suivante de la courbe de sorption dans le cadre du séchage à haute température d'un matériau poreux comme le bois:

$$F = a_w = \frac{X}{X_{hyg}} \cdot \left(2 - \frac{X}{X_{hyg}}\right)$$

Simpson (1980) a utilisé les relations suivantes pour calculer la pression de vapeur d'eau dans le bois, dans le cadre du séchage à basse température:

$$F(X,T) = \frac{P_v}{P_{vs}(T)} = \exp\left(K_1 \cdot K_2^{92 \cdot X}\right)$$

avec

$$K_1 = -3{,}3527 + (T - 273) \cdot \left(-1{,}328 \cdot 10^{-2} + 2{,}363 \cdot 10^{-4} \cdot (T - 273)\right)$$

$$K_2 = 0{,}8487 - 6{,}74 \cdot 10^{-4} \cdot (T - 273)$$

$$P_{vs}(T) = \exp\left(25{,}270 - \frac{5204{,}9}{T}\right)$$

T étant la température absolue en K.

La connaissance de cette valeur de l'activité de l'eau permet de calculer la pression de vapeur d'eau dans le bois en fonction de sa température et de son taux d'humidité.

$$P_V = P_{VS}(T) \cdot F(X,T)$$

Auteurs	Equations
Henderson	$1 - F = \exp\left(-B_1 \cdot X_e^{B_2}\right)$
Bradley (1936)	$F = \exp\left(-B_1 \cdot B_2^{X_e} + B_3\right)$
Anderson et Mac Carthy	$F = \exp\left[-B_1 \cdot B_2 \cdot \exp(-B_2 \cdot X_e)\right]$
Nelson (1983)	$F = \exp\left[-B_1 \cdot B_2^{\left(1 - \frac{X_e}{B_3}\right)}\right]$
Pierce	$1 - F = \left[1 - B_1 \cdot \exp(-3 \cdot B_2 \cdot X_e)\right] \cdot \exp\left[-\left(B_3 \cdot \exp(-3 \cdot B_2 \cdot X_e)\right) - 1 + 3 \cdot B_2 \cdot X_e\right]$

tableau 4: Equations d'isothermes de sorption adaptées au bois (Lartigue, 1987)

où

F : l'activité de l'eau dans le bois ou humidité relative d'équilibre ;

Xe : la teneur en eau d'équilibre dans le bois;

B1,B2,B3 : des fonctions linéaires ou paraboliques de T à partir des isothermes à 293 K, 313 K et 333 K;

C-II) Les transferts couplés de chaleur et d'humidité lors de la phase de séchage haute température:

Le séchage à haute température qui a lieu jusqu'à 180°C est un passage obligé du traitement thermique de rétification qui s'effectue à une température plus élevée (jusqu'à 250°C).

On distingue trois phases au cours du séchage à haute température du bois massif dont le taux d'humidité initial est élevé:(Basilico, 1985)

- La première phase qui a lieu lorsque l'humidité initiale de l'échantillon est élévée; le flux d'eau évaporée ne dépend que des conditions aérothermiques externes et non du matériau (température, vitesse de circulation de l'air, taux d'humidité de l'air)

- La deuxième phase: qui est caractérisée par l'existence de deux zones à l'intérieur du matériau :

* près de la surface où le matériau est à l'état hygroscopique (eau sous forme de vapeur et d'eau liée);

* et au centre où il reste de l'eau libre (eau liquide qui migre par capillarité).

Dans la zone superficielle, l'eau peut migrer en régime de Stamm et par convection de vapeur sous l'action de gradient de pression. On estime que seule la migration de l'eau liée en régime de Stamm (phénomènes de diffusion et de thermomigration) est notable:

$$q_{mx} = -\rho_0 \cdot D \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x} + \delta \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \right)$$

Selon l'auteur, un modèle de diffusion transversale de l'eau liée à travers la zone superficielle à l'état hygroscopique ne peut conduire à des valeurs de vitesse de séchage comparable aux résultats expérimentaux qu'en première phase. Il est ainsi nécessaire de prendre en compte le mouvement de filtration sous l'effet du gradient de pression totale.

De plus, dans le cas du bois, si on prend en compte le gradient de pression totale, le mouvement de l'eau est essentiellement longitudinal. L'ordre de grandeur des vitesses de séchage observées en deuxième phase est compatible avec l'hypothèse d'un transport essentiellement longitudinal.

En fin de deuxième phase, la température au centre de la planche dépasse 100°C, mais compte tenu du niveau de pression à ce moment, il peut y subsister de l'eau liquide, ce qui justifie que

l'on considère que la fin de la deuxième phase n'est caractérisée que par la diminution de la pression dans le bois qui est liée au passage à l'état hygroscopique.

- La troisième phase: pendant cette dernière phase, l'ensemble du bois se trouve à l'état hygroscopique et les phénomènes de transport d'humidité se réduisent à une diffusion d'eau liée. Le phénomène de transfert couplé de chaleur et de masse dans le bois peut être décrit par les équations suivantes:

$$q_{mx} = -\rho_0 \cdot D \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x} + \delta \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \right)$$ (densité de flux d'humidité)

$$q_x = -\lambda_T \cdot \frac{\partial T}{\partial x}$$ (densité de flux de chaleur)

Ainsi les variations du taux d'humidité et de la température dans le matériau sont régies par le système d'équations suivant:

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left[D \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x} + \delta \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \right) \right]$$

$$\rho \cdot Cp \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda_T \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \right)$$

Le flux de masse de l'eau ne peut se faire dans le sens intérieur vers extérieur que si $\left|\frac{\partial X}{\partial x}\right| \succ \delta \cdot \frac{\partial T}{\partial x}$, ce qui a pour résultat de favoriser le réchauffement en masse de la planche en fin de deuxième phase. Cela explique que les profils de température suivant Ox deviennent pratiquement plats en troisième phase.

Le séchage à haute température du bois humide est caractérisé par un flux de chaleur à l'interface et un transfert de masse très élevée en première phase et des gradients d'humidité, de température et de pression importants dans le bois. Tant qu'il reste de l'eau libre dans le matériau, l'anisotropie de celui-ci oblige à prendre en compte non seulement la migration suivant l'épaisseur mais également celle suivant la longueur de l'échantillon. Cette dernière peut d'ailleurs être largement prépondérante lors de la deuxième phase, les modèles unidimensionnels sont donc inadaptés.

Si on traite du bois relativement sec (X<15%), on ne doit observer que la deuxième et la troisième phase. Jusqu'au passage à la phase anhydre, le traitement thermique de rétification induit les mêmes phénomènes que le séchage à haute température du bois massif. C'est le transfert d'humidité qui pose le plus de problèmes et qui est , d'ailleurs une des origines de la formation de défauts dans le bois.

C-III -Les propriétés thermiques du bois:

La conductivité thermique, la capacité calorifique et la diffusivité thermique conditionnent les phénomènes de transfert de chaleur à l'intérieur du bois au cours du traitement.

C-III-1- la conductivité ou la conductibilité thermique du bois (W/m.K) :

Elle exprime la capacité du bois à conduire de la chaleur. Elle varie en fonction de la masse volumique et de l'humidité du bois. Pour un taux d'humidité de X=10%, la conductivité longitudinale est égale à deux fois et demi de la conductivité transversale (McLean ,1951):

$\lambda_L = 2{,}5 \cdot \lambda_\perp$

Le bois conduit la chaleur plus rapidement dans le sens des fibres que dans le sens transversal.

Pour le bois de sapin (résineux), la conductivité transversale est exprimée par (Charruel, 1982)

$\lambda_\perp = 0{,}189 \cdot X + 0{,}0987$

Pour le chêne (feuillu),

$\lambda_\perp = 0{,}325 \cdot X + 0{,}152$

Moyne (1982) a établi la relation suivante pour le pin en fonction de l'humidité et de la température:

$$\lambda_\perp = \left(9.32 \cdot 10^{-2} + 6{,}5 \cdot 10^{-3} \cdot X\right)\left(1 + 3{,}65 \cdot 10^{-3} \cdot (T - 273)\right)(0{,}986 + 2{,}695 \cdot X)$$

$$\lambda_\perp = \left(0{,}129 - 4{,}9 \cdot 10^{-2} \cdot X\right)\left(1 + (2{,}05 + 4 \cdot X) \cdot 10^{-3} \cdot (T - 273)\right)(0{,}986 + 2{,}695 \cdot X)$$

et dans la direction longitudinale

$\lambda_L = 2{,}5 \cdot \lambda_\perp$

Pour le pin maritime, Lartigue (1987) a utilisé la relation:

$\lambda_\perp = 0{,}2291 \cdot X + 0{,}1196$

C-III-2- La chaleur spécifique ou capacité calorifique du bois (J/kg.K):

D'après Dunlap , la chaleur spécifique du bois humide peut être calculée par la relation:

$$Cp = \frac{Cp_e \cdot X + Cp_b}{1 + X}$$

où

X : est le taux d'humidité du bois;

$Cp_e = 4180$: est la chaleur spécifique de l'eau;

Cp_b : est la chaleur spécifique du bois anhydre qui varie en fonction de la température selon la relation

$Cp_b = 1112 + 4{,}85 \cdot (T - 273)$, T en K

C-IV- Les coefficients de transports de masse et d'humidité:

C-IV-1- Le coefficient de diffusion de l'eau (m^2/s):

Le coefficient de diffusion de l'eau à l'intérieur du bois dépend de la température, de la masse volumique du bois et du taux d'humidité (eau libre, eau liée).

Stamm (1956) a proposé que le coefficient de diffusion varie exponentiellement avec le taux d'humidité:

$D = D_0 \cdot \exp(\beta \cdot X)$

$\beta \succ 0$

$\beta \leq 0$

Siau (1971) a établi la relation suivante pour exprimer le coefficient de diffusion de l'eau liée:

$D_{bt} = \exp\left(-9{,}9 - \frac{4300}{T} + 9{,}8 \cdot X\right)$, D_{bt} étant le coefficient de diffusion transversal;

$D_{ba} = 3 \cdot D_{bt}$ (Stamm,1967) , D_{ba} étant le coefficient de diffusion longitudinal;

Selon Bramhall (1979), ce coefficient de diffusion varie en fonction de la température suivant la loi d'Arrhénius:

$$D = D_0 \cdot \exp\left(\frac{-E}{R \cdot T}\right)$$

Le coefficient de diffusion diminue avec la masse volumique du bois. Lartigue (1987) exprime le coefficient de diffusion transversale avec le pin maritime par:

$D_T = \exp\left(-12{,}47 + 8{,}5 \cdot X - \frac{3113}{T}\right)$, T étant en K

C-IV-2- Le coefficient de thermomigration δ (K^{-1}):

Ce coefficient intervient dans l'équation de diffusion de Stamm qui tient compte du phénomène de diffusion sous l'effet du gradient d'humidité (loi de Fick) et du phénomène de thermomigration sous l'effet du gradient de température (effet Soret) . La densité de flux massique s'écrit:

$$q_m = -D \cdot \rho_0 \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x} + \delta \cdot \frac{\partial T}{\partial x}\right)$$

Selon Luikov (1975):

* $\delta = 0{,}01 \cdot \left(1 + \frac{X - 0{,}1}{0{,}15}\right)$ pour $X \prec 0{,}25$

* $\delta = 0{,}02$ pour $0{,}25 \prec X \prec 0{,}5$

* $\delta = 0{,}01 \cdot [2 - 5{,}6 \cdot (X - 0{,}5)]$ pour $X \succ 0{,}5$

C-IV-3- La perméabilité du bois humide (m^2):

La perméabilité intrinsèque K permet de caractériser l'écoulement capillaire de l'air du bois. Elle intervient dans la relation:

$$Q_a = -\frac{K}{\mu_a}.\Delta P$$

où

Q_a est la vitesse de l'air (m/s);

ΔP est la perte de charge (Pa);

μ_a est la viscosité dynamique de l'air (Pa.s).

Koch (1972) a montré la relation entre la perméabilité du bois et la facilité de mouvement de la vapeur à travers la structure du bois.

Les perméabilités du bois sont variables d'une espèce à une autre et même à l'intérieur d'un même arbre, elles varient du centre à l'aubier. Les perméabilités intrinsèques longitudinales sont de $1.8\ 10^{-10}$ m^2 pour des feuillus à très gros vaisseaux et de $1.8\ 10^{-15}$ m^2 pour le bois de coeur des résineux.

Pour les résineux, les perméabilités intrinsèques transversales sont données par la relation:

$$\frac{K_L}{K_T} \approx 2 \cdot 10^4$$

Comstock (1970) a proposé la relation:

$\frac{K_L}{K_T} = 4000 \cdot (1 - \alpha^2)$, α étant le taux de recouvrement des trachéides variant entre 0,25 et 0,5.

Les perméabilités relatives s'expriment en fonction de la permébilité intrinsèque. Spolek a établi des équations qui permettent de calculer la perméabilité relative à la phase liquide K_l et la perméabilité relative à la phase gazeuse K_g en fonction de l'humidité critique X_{cr} qui est l'humidité à partir de laquelle K_l commence à décroître et de l'humidité irréductible X_{ir} qui est l'humidité à partir delaquelle K_l s'annule.

Pour la phase liquide:

* $K_l = K$ pour $X \succ X_{cr}$

* $K_l = K \cdot \left[2 \cdot \left(\frac{X - X_{sf}}{X_{cr} - X_{sf}} \right)^{0,5} - 1 \right]$ pour $X_{ir} \prec X \prec X_{cr}$

* $K_l = 0$ pour $X \leq X_{ir}$

Pour la phase gazeuse:

* $K_g = 0$ pour $X \geq X_{ir}$

* $K_g = K \cdot \left[1 - \left(\frac{X - X_{sf}}{X_{ir} - X_{sf}}\right)^{0,5}\right]$ pour $X_{sf} \prec X \prec X_{ir}$

* $K_g = 1$ pour $X \leq X_{sf}$

Spolek et Plumb (1981) ont proposé des valeurs

- des perméabilités intrinsèques longitudinales et transversales qui sont respectivement: $K_L=2.10^{-14}\,m^2$ et $K_T=3.10^{-18}\,m^2$
- et des perméabilités relatives à la phase liquide K_{rl} et à la phase gazeuse K_{rg} dans la direction transversale (tableau 5):

	K_{rl}	K_{rg}
$0 \leq X_l \leq X_{cr}$	$K_{rl} = \left(0,95 \cdot \left(\frac{X_l}{X_{cr}}\right)^2\right).K_T$	$K_{rg} = \left(0,95 \cdot \left(1 - \frac{X_l}{X_{cr}}\right)^2 + 0,05\right).K_T$
$X_l > X_{cr}$	$K_{rl} = \left(0,95 + 0,05 \cdot \left(\frac{X_l - X_{cr}}{X_{sat} - X_{cr}}\right)\right).K_T$	$K_{rg} = \left(0,05 \cdot \left(\frac{X_{sat} - X_l}{X_{sat} - X_{cr}}\right)\right).K_T$

tableau 5:

où

$X_l = X - X_{sf}$ $X_{cr} = 0,48$ $X_{sat} = 1,31$

Lartigue (1987) a trouvé expérimentalement les valeurs suivantes, avec le pin maritime:

$1,69.10^{-13} \leq K_L \leq 2,37.10^{-13}\ m^2$

$3.10^{-16} \leq K_T \leq 2.10^{-15}\ m^2$

et la valeur de Kl/Kt varie de 760 à 900, très inférieure à celle donnée par Siau qui est de l'ordre de 10^4.

Les perméabilités intrinsèques et les perméabilités relatives conditionnent les transferts d'humidité en phase liquide et en phase gazeuse sous l'effet du gradient de pression totale (loi de Darcy) en régime de filtration.

Northway (1989) affirme qu'un échantillon de bois à perméabilité élevée peut être séché à des températures élevées (130 à 150°C) sans augmenter les défauts de séchage.

La majorité des problèmes sur le séchage à haute température des résineux semblent être due à sa teneur élevée en résine et à la présence de noeuds (H. A. Noves et al, 1994). La teneur élevée en résine est incompatible avec le séchage à haute température à cause de la migration et de la cristallisation de la résine à la surface. La valeur élevée de la teneur en résine (P.

pinaster) entraîne un gradient d'humidité élevé car la perméabilité est plus faible. Les problèmes du séchage des feuillus sont relatifs à la perméabilité, à la formation de collapses et de fentes. Une valeur faible de la perméabilité entraîne la formation de collapses et de fentes. Cela peut être due à la structure (peuplier) ou à la composition chimique (taux de résine, extractibles).

Selon ces auteurs (Noves et al, 1994), la faisabilité du séchage sous vapeur surchauffée est démontrée avec les résineux et les feuillus dont les perméabilités sont élevées. La matière première doit aussi être homogène et avoir une teneur faible en résine et une épaisseur modérée (inférieure à 50 mm).

La perméabilité du bois de coeur et de l'aubier de Pinus radiata augmente avec la sévérité du séchage (Booker et Evans, 1994). Cette augmentation est attribuée au mouvement et à la modification de la résine dans les canaux résinifères qui sont les chemins préférentiels pour le transfert de fluide dans le pin. La perméabilité de l'aubier augmente de $5,3.10^{-14}$ à $10,9.10^{-14}$ m^2 (augmentation de 100%) après le séchage à haute température de la planche. L'augmentation de la perméabilité du bois de coeur est de 280 %: elle varie de $1,3.10^{-14}$ à $5,3.10^{-14}$ m^2 après le séchage à haute température.

Selon Booker (1990), la perméabilité radiale du Pinus radiata augmente d'un facteur 20 ; il affirme que le mécanisme prédominant de transport de liquide s'effectue dans les canaux résinifères axiaux et radiaux.

Il est probable que l'augmentation de la perméabilité avec la sévérité du séchage soit due non seulement au collapse des cellules épithéliales non lignifiées mais également au mouvement et à la modification de la résine.

Le séchage à haute température de la planche améliore beaucoup plus la perméabilité de l'aubier que le séchage à l'air libre (Vinden, 1985).

Contrairement à la perméabilité longitudinale (Bramhall 1971; Sebastien et al 1965; Siau,1970), la perméabilité radiale est indépendante de la longueur de l'échantillon. Par conséquent, la résistance au flux par unité de longueur doit être uniforme dans la direction radiale.

C-V- Modèlisation de la phase de séchage à haute température (première phase):

Mosnier et Perré (1994) ont experimenté sur le séchage sous-vide à haute température jusqu'à 160°C du hêtre (feuillu) et du sapin et de l'épicéa (résineux) en suivant l'évolution de la surpression à l'intérieur de l'échantillon. Ils affirment que les résineux étudiés ont une perméabilité plus faible que le feuillu (hêtre) en raison de la différence de taille des vaisseaux et des ponctuations et que les différences entre le coeur et l'aubier sont beaucoup plus marquées avec les résineux.

Moyne et Basilico (1985), Degiovanni et Moyne (1984) ont établi des modèles de séchage à haute température qui tiennent compte de l'influence de la pression à l'intérieur du matériau.

L'étude expérimentale montre que la pression interne influe au cours du traitement de rétification du bois et que le séchage à haute température est un passage obligé au cours du traitement, d'où l'intérêt de ce modèle de séchage à haute température.

Ce modèle traduit le couplage entre les phénomènes de transferts de chaleur et d'humidité à partir des trois bilans suivants:

- Bilan d'énergie:

$$\rho_0 \cdot C_p \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = -\nabla\Phi - \Delta H_v \cdot q_{lv}$$

où

Φ est la densité de flux de chaleur (W/m^2);

ΔH_v est la chaleur latente de vaporisation de l'eau (J/kg);

q_{lv} est la densité de flux d'eau liquide évaporée ($kg/s.m^2$).

- Bilan de conservation de la masse d'eau:

$$\rho_0 \cdot \frac{\partial X}{\partial t} = -\nabla q_m$$

q_m est la densité de flux d'humidité totale ($kg/s.m^2$).

- Bilan de conservation de la masse d'air:

$$\rho_0 \cdot \frac{\partial X_a}{\partial T} = -\nabla q_a$$

q_a est la densité de flux d'air ($kg/s.m^2$);

X_a est le taux d'air dans le bois;

La masse d'eau évaporée est calculée par: $q_{lv} = \nabla q_v$

et d'après la loi de Fourier, la densité de flux de chaleur est :

$$\Phi = -\lambda \cdot \nabla T$$

L'expression de q_m , la densité de flux d'humidité totale est fonction du taux d'humidité dans le bois. En considérant la direction Ox en coordonnées cartésiennes,

- dans le domaine hygroscopique:

$$q_{mx} = -D \cdot \rho_0 \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x} + \delta \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \right) - \omega_v \cdot \frac{K_g}{\nu_g} \cdot \frac{\partial P_g}{\partial x}$$

où

D est le coefficient de diffusion de l'eau liée (m^2/s);

δ est le coefficient de thermomigration de l'eau liée (K^{-1});

ω_v est la fraction massique de vapeur d'eau dans la phase gazeuse;

P_g est la pression totale de la phase gazeuse (mélange de vapeur d'eau et d' air) (Pa);

K_g est la permeabilité relative à la phase gazeuse (m^2);

ν_g est la viscosité cinématique de la phase gazeuse (kg/m.s);

- dans le domaine de l'eau libre:

$$q_{mx} = q_{lx} + q_{vx}$$

avec

$$q_{lx} = -D_l \cdot \rho_0 \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x} + \delta_l \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \right) - \frac{K_l}{\nu_l} \cdot \frac{\partial P_g}{\partial x}$$, la densité de flux d'eau à l'état liquide selon Ox;

$$q_{vx} = -D_{v0} \cdot f \cdot \rho_g \cdot \frac{\partial w_v}{\partial x} - \omega_v \cdot \frac{K_g}{\nu_g}$$, la densité de flux d'eau à l'état vapeur selon Ox;

où la fraction massique de vapeur dans la phase gazeuse est exprimée par:

$$w_v = \frac{P_v \cdot M_v}{(P_g - P_v) \cdot M_a + P_v \cdot M_v}$$

D_l est le coefficient de diffusion de l'eau liquide (m^2/s);

D_{vo} est le coefficient de diffusion de l'eau à l'état vapeur (m^2/s);

δ_l est le coefficient de thermomigration de l'eau liquide (K^{-1});

ω_v est la fraction massique de vapeur d'eau dans la phase gazeuse;

P_g est la pression totale de la phase gazeuse (mélange de vapeur d'eau et d' air) (Pa);

K_g est la permeabilité relative à la phase gazeuse (m^2);

ν_g est la viscosité cinématique de la phase gazeuse (kg/m.s);

K_l est la permeabilité relative à la phase liquide (eau liquide) (m^2);

ν_l est la viscosité cinématique de la phase liquide (kg/m.s);

l'expression de la pression de vapeur d'eau étant:

$$P_v = P_{vs}(T)$$

$$P_v = P_{vs}(T) \cdot F(X,T)$$

où $P_{vs}(T)$ est la pression de vapeur saturante à la température T .

Après avoir développé leurs calculs, les auteurs ont obtenu dans le domaine de l'eau libre:

$$q_{mx} = -\rho_0 \cdot D_2 \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x} + \delta_2 \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \right) - K_2 \cdot \frac{\partial P_g}{\partial x}$$

où

$$D_2 = D_1 + D_l$$

$$\delta_2 = \frac{D_l \cdot \delta_l + D_1 \cdot \delta_v}{D_1 + D_l}$$

$$K_2 = \frac{D_1}{\frac{\partial \omega_x}{\partial x}} \cdot \frac{\partial \omega_v}{\partial P_g} + \omega_v \cdot \frac{K_g}{\nu_g} + \frac{K_l}{\nu_l}$$

Cette équation est également valable pour X<Xsf mais avec des coefficients différents:

$$D_2 = D$$

$$\delta_2 = \delta$$

$$K_2 = \omega_v \cdot \frac{K_g}{\nu_g}.$$

C-VI- Modélisation de la phase de pyrolyse (deuxième phase):

Beaucoup de travaux ont été effectués sur la pyrolyse du bois (tableau 7). Cependant, les conditions dans lesquelles ils ont été réalisées sont très variées: forme et taille de l'échantillon, température, nature de l'atmosphère, le mode d'apport de chaleur . Nous avons pris en compte ceux qui sont proches de notre domaine.

Hsiang-Cheng Kung (1972) a établi un modèle qui prend en compte:

- la conduction transitoire ,
- la convection de chaleur des composés volatils,
- la réaction endothermique de décomposition du bois en composés volatils qui est assimilée à une réaction globale du premier ordre,

en supposant que:

- les gaz volatils partent directement du solide après leur production (convection de gaz sans résistance),
- les transferts d'humidité sont négligeables,
- les réactions secondaires entre les gaz volatils et le solide sont négligeables.

En révanche, E.J. KANSA (1977) a tenu compte de la convection de gaz volatils en incorporant la loi de Darcy dans l'équation de mouvement pour le transport de gaz à l'intérieur du solide. Le modèle comprend le bilan de convection d'énergie, l'équation de mouvement de Darcy et la réaction globale d'Arrhénius d'un solide poreux et réactif.

S.S Alves et J.L. Figueiredo (1989) a proposé également un modèle de description physique et chimique des phénomènes de pyrolyse de bois sec qui est associé à un modèle simplifié de séchage. Ils ont négligé la diffusion d'eau liée, la diffusion de vapeur dans l'air, les gradients de pression à l'intérieur du solide. Les auteurs affirment que ce modèle n'est validé que pour une température supérieure à 150°C et pour des échantillons dont la longueur n'est pas trop supérieure aux dimensions transversales et dont l'humidité initiale est inférieure à 45%. L'influence de la pression interne est négligée dans ce modèle; les auteurs ont supposé que le transport d'humidité dans le domaine hygroscopique, se fait par convection de vapeur sans résistance.

Balci et al. (1993) ont étudié en thermogravimetrie la pyrolyse du hêtre entre 300 et 850°C et ont montré que la réaction de décomposition en produits volatils est du premier ordre. L'hypothèse d'une réaction de dégradation du 1er ordre est valable seulement si la phase réactionelle garde la même réactivité pendant le processus de pyrolyse; les chemins de réactions proposés par Shafizadeh et al. montrent que toutes les réactions sont du premier ordre.

Balci et al (1992) proposait un modèle de désactivation qui est utilisé dans l'étude des désactivations catalytiques. Ils ont montré un effet négligeable du débit d'azote sur la pyrolyse. Les réactions de carbonisation commencent à environ 220°C et se terminent à 450°C où la perte de masse atteint 60%.

Ils ont utilisé une expression de la vitesse basée sur une réaction de décomposition du premier ordre du solide réactif qui est écrit en terme de conversion en fraction volatile:

$$\frac{dx}{dt} = k_{app} \cdot (1 - x)$$

où x est défini par $x = \frac{(W_{ro} - W_r)}{W_{ro}}$

k_{app} etant la constante de vitesse apparente (s^{-1})

W_{ro} étant la masse totale de la partie réactive du solide (kg);

W_r étant la masse résiduelle de la partie réactive du solide (kg).

MODELE	EQUATIONS
1	$k_{app} = A_0 \cdot \exp\left(\frac{-E_a}{R \cdot T}\right)$
2	$k_{app} = A_0 \cdot \left[1 - \left(\frac{x}{x_{max}}\right)^{n+1}\right] \cdot \exp\left(\frac{-E_0}{R \cdot T}\right)$
3	$k_{app} = A_0 \cdot \exp\left[\frac{-E_0 \cdot (1 + \beta' \cdot T \cdot z)}{RT}\right]$ $\beta' = \beta_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_\beta}{R \cdot T}\right)$
4	$k_{app} = A_0 \cdot \exp\left[\frac{-E_0 \cdot (1 + \beta' \cdot T \cdot z^{n+1})}{R \cdot T}\right]$ $z = \frac{x}{x_{max}}$ $\beta' = \beta_0 \cdot \exp\left(\frac{-E_\beta}{R \cdot T}\right)$

tableau 6: les différentes expressions de la constante de vitesse de réaction

Ces auteurs (Balci et al, 1987) ont montré que la désactivation du solide affecte la valeur de la constante de vitesse de la réaction

$$k_{app} = a \cdot k = a \cdot \left(A_0 \cdot \exp\left(-\frac{E}{R.T}\right)\right)$$

où a est l'activité du solide réactif. a=1 quand le taux de conversion est égal à 0 et diminue progressivement avec la conversion. Sa valeur tend vers 0 quand la conversion est maximale. Ils ont proposés quatre modèles en fonction de l'expression de l'activité a . Le tableau 6 résume les différentes expressions de la constante de vitesse de réaction.

Selon les auteurs, les modèles qui fournissent les meilleures corrélations avec les données expérimentales sont les modèles 2 et 4 et la déviation des vitesses de réaction par rapport à la courbe d'Arrhénius est négligeable pour des températures inférieures à 270°C. Les valeurs initiales des constantes d'Arrhénius sont obtenues dans un domaine de faible conversion de 0 à 0,1. Or, la déviation apparente des vitesses de réaction par rapport à la loi d'Arrhénius est due à la diminution de la réactivité du solide.

Nous avons résumé les valeurs des paramètres de la cinétique globale des réactions ayant lieu lors de la pyrolyse du bois et proposées par différents auteurs (tableau 7).

AUTEURS	CONDITIONS	PARAMETRES
Stamm (1956)	• bois résineux massif • 94 à 250°C en ATG	E=123 kJ/mole k0= 3,5. 10^{12} s^{-1}
Murphy (1962)	• cellulose • sous vapeur	1 ère étape: E=142 kJ/mole 2ème étape: E=165 kJ/mole
Veneer cité par Eickner (1962)		T<330°C E=188 kJ/mole T>330°C E=188,1 kJ/mole
Dowels cité par Eickner (1962)		T<330°C E=171,4 kJ/mole T>330°C E=119 kJ/mole
A.F. Roberts G. Clough (1963)	• hêtre • 2cm de ∅ • 5cm de L • sous atmosphère inerte	1 ère étape: E=62,7kJ/mole k0=1517 s^{-1} ΔHp=300kJ/kg 2ème étape: E=104kJ/mole k0=4,33.10^{7} s^{-1} ΔHp= 1170kJ/kg
Tang et Neil (1964)		240<T<310°C: n=0 E=138,3 à 147,1 kJ/mole 310<T<360°C: n=1 E=221,9 à 232,8 kJ/mole
Tang (1967))	• sous vapeur • 3°C/min	280°C<T<325°C E=96 kJ/mole 325°C<T<350°C E=225,7 kJ/mole
Ramiah et Goring (1967)		lignine: E=117 kJ/mole xylane: E=192,3 kJ/mole cellulose: E varie de 514 à 648 kJ/mole
A.F. Roberts (1970)	• échantillon de grande taille	1 ère étape: E=125,4 kJ/mole k0=6.10^{7} s^{-1} à 7.10^{8} s^{-1} ΔHp=359,5 kJ/mole 2ème étape: E=154,7 à 179,7 kJ/mole k0=4.108 à 2.10^{9} s^{-1} ΔHp=125,4 à 1672 kJ/kg
Broido A. (1972)	• cellulose de papier	dépolymérisation n=1 E=52,94 kJ/mole k0=6,11. 10^{18} formation de charbon n=1 E=40,5 kJ/mole k0=5,75. 10^{13}
Hsiang - Cheng Kung (1972)	• copeaux de bois	E=125 kJ/mole k0= 5,25.10^{7} s^{-1}

AUTEURS	CONDITIONS	PARAMETRES
Shafizadeh (1984)	• cellulose 257-310°C	n=1 E= 71 kJ/mole sous air et E=154,6 kJ/mole sous azote
Vovelle (1985)	• peuplier • 23°C/min • douglas • 13°C/min	20<T<247°C : n= 0,25 E=76 kJ/mole k0= $4,3.10^4$ s^{-1} 247°C<T<347°C n= 1,1 E=255kJ/mole k0= $3,9.10^{19}$ s^{-1} 1 ère étape: n=0,7 E=109 kJ/mole k0= $3,4.10^7$ s^{-1} 2ème étape: n=0,9 E=257 kJ/mole k0=$1,4.10^{19}$ s^{-1}
Agrawals (1988)	• cellulose	modèle à trois réactions en série n=1
Alves (1989)	• pin • ATG et ATD • entre 250 et 600°C	E=83 kJ/mole k0= 7.10^5 s^{-1}
Bilbao (1989)	• pin • ATG et ATD • à 290°C	E=113 kJ/mole k0=3.10^9 s^{-1}
Samolada et Vasalos (1990)	• bois • 400 à 500°C • réacteur à lit fluidisé	E varie de 56,4 à 94,5 kJ/mole
Böhnke (1992)	• bain d'huile • échantillon cylindrique • T < 260°C	n=1 E=80kJ/mole k0=3.10^4 s^{-1} ΔHp=-700 kJ/mole
Avat (1993)	• hêtre • ATG • sous azote • T < 300 °C	n=1 E=111 kJ/mole k0= $7,7.10^9$ s^{-1}
S. Balci et al. (1993)	• 300 à 850°C • hêtre • ATG • 20°C/min • ∅=0,91 mm	• modèle de désactivation • réaction apparente du 1er ordre • E=122,9 kJ/mole • k0= $1,35.10^9$ s^{-1}
B. M. Wagenaar et al (1993)	• copeaux de pin • TGA • 300 à 450°C • 450 à 600°C	• réaction du 1er ordre • E=150kJ/mole • k0=$1,4.10^{10}$ s^{-1}

tableau 7: Les paramètres des réactions de pyrolyse du bois:

D- CONCLUSION:

Le bois est matériau naturel , poreux, anisotrope et hygroscopique. Sa composition chimique varie selon les essences.

Le traitement thermique entraîne des modifications de ses propriétés physico-chimiques à cause de la dépolymérisation et de la thermocondensation des ses principaux constituants (hémicelluloses, lignine).

Les mécanismes de la rétification ne sont pas encore complètement déterminés malgré l'abondance des travaux sur l'analyse du bois solide et des composés émis en utilisant plusieures techniques d'analyse (TG, IRTF, spectrometrie de masse, diffraction X...).

Ce traitement améliore la stabilité dimensionnelle du bois traité. Cette amélioration est liée à la diminution de son hygroscopicité. Le matériau traité devient plus résistant aux attaques des microorganismes , plus foncé et plus dur. Ces modifications des propriétés physico-chimiques entraînent celles des propriétés mécaniques du bois traité.

L'étude du traitement thermique du bois massif (entre 200 et 250°C) nécessite la prise en compte des phénomènes de transferts de masse (humidité, gaz de réaction) et de chaleur qui sont interdépendants.

La plupart des auteurs ont étudié expérimentalement et modelisé la pyrolyse du bois (sciures ou copeaux) à des températures éleveés au dessus de la zone de rétification (> 250°C). En révanche, très peu d'auteurs ont travaillé sur le séchage à haute température du bois qui s'effectue jusqu'à 180°C.

Nous essayons , au cours de ce travail , d'étudier simultanément et en continu les phénomènes (transfert de masse, transfert de chaleur) qui ont lieu au cours du traitement de rétification du bois massif (entre 200 et 250°C) en menant en parallèle des études expérimentales et la modélisation du traitement.

CHAPITRE II:
ETUDE EXPERIMENTALE

CHAPITRE II:

E- ETUDE EXPERIMENTALE:

E-I-MATERIELS ET METHODES:

E-I-1- Le réacteur:

Le dispositif expérimental pour étudier le traitement thermique du bois massif est constitué d'un four de petite taille (30 cm x 30 cm x 30 cm) et à gaz convectif et chauffé électriquement. La convection du gaz est forcée par un ventilateur à vitesse de rotation constante qui se trouve à l'arrière du réacteur (figure 10). C'est un réacteur discontinu, sémi-ouvert et parfaitement agité.

Nous avons équipé ce réacteur d'une balance METTLER, de quelques thermocouples K (rigides et souples) et de capteurs de pression. La balance est connectée à un micro-ordinateur (Kenitec 486SX-25 / Amstrad 286) par une câble de liaison série RS232C; ce qui permet d'acquérir en continu la masse de l'échantillon au cours du traitement.

Les thermocouples et le capteur de pression sont reliés à un interface de processus constitué de modules (un pour chaque capteur) et d'une carte support des modules (de marque Analog Devices). C'est cette carte support qui est reliée au micro-ordinateur par l'intermédiaire d'une câble liaison série RS232C. Cet interface assure le traitement et la conversion des données en unités SI qui seront transmis vers le micro-ordinateur (P.C.).

Le réacteur est muni de résistances électriques qui sont commandées par le P.C. en passant par le module de sortie 6B21; le ventilateur du réacteur est aussi commandé de la même façon. Nous avons développé un programme en Quickbasic afin d'assurer le dialogue entre le P.C. d'une part, et l'interface de processus et la balance d'autre part et afin de superviser l'ensemble du système.

Ce programme assure plusieures fonctions:

- l'acquisition des valeurs fournies par les capteurs: température, pression;
- l'acquisition de la masse transmise par la balance
- la commande du ventilateur (marche/arrêt)
- la commande des résistances chauffantes en assurant la régulation de la température du réacteur par un régulateur du type "tout ou rien TOR"
- le tracé des courbes sur écran
- la sauvegarde des données dans un fichier
- l'exécution du mode de conduite choisi en fonction des choix des paramètres: vitesse de montée en température, température de traitement, durée du palier de traitement, vitesse et température de refroidissement.

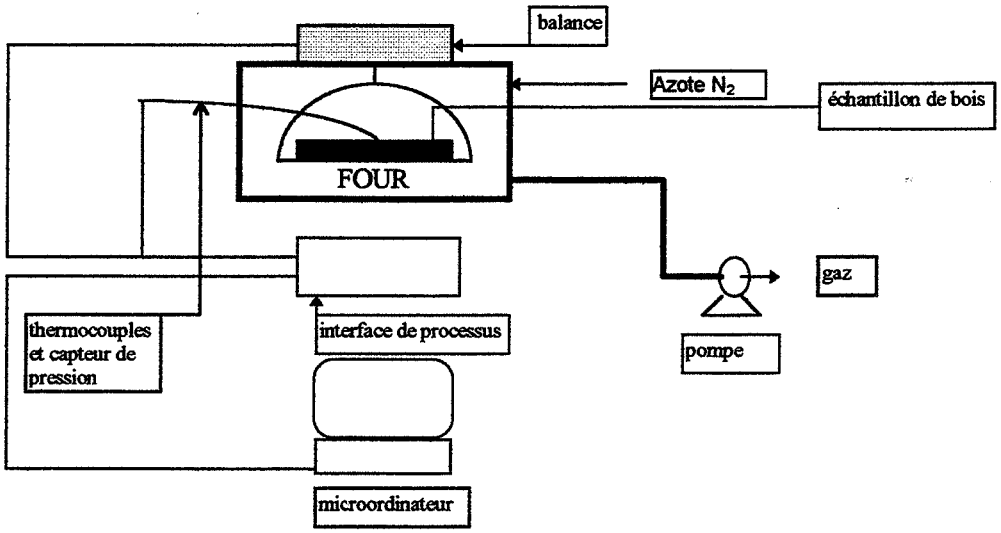


figure 10: schéma du procédé expérimental

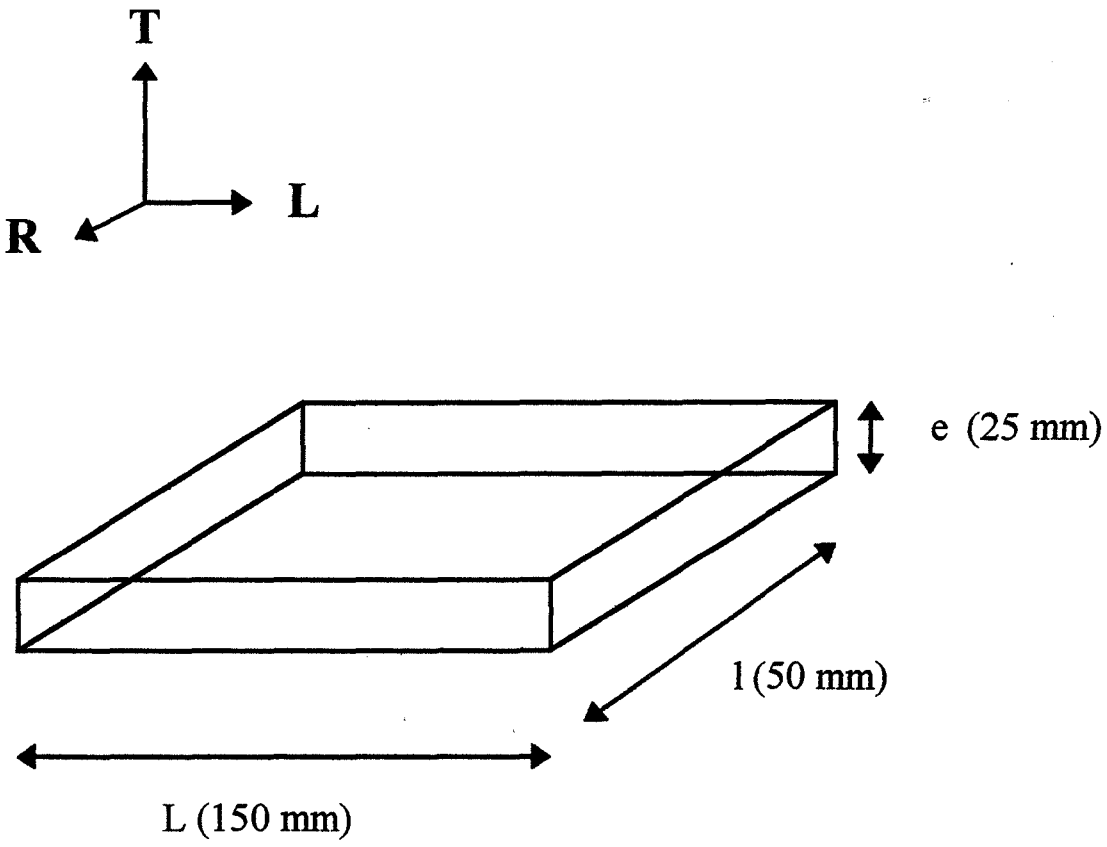


figure 11a : schéma de l'échantillon avec la disposition des thermocouples

La période d'acquisition ou d'échantillonage pendant toutes les expériences est de 1 minute. Mais on peut la faire varier selon les besoins.

Le fonctionnement du système dépend ainsi principalement de ce programme de supervision. Nous avons réalisé ce programme en essayant d'éviter au maximum les défauts de fonctionnement qui perturbent les expériences.

Ce réacteur est alimenté en di-Azote (N_2), un gaz inerte jusqu'à 300°C et stable jusqu'à 3000°C avec un débit de 10 l/min, surtout quand la température devient élevée afin d'éviter la combustion de l'échantillon.

Une pompe qui est reliée au réacteur par une tube capillaire peut être mise en route pour aspirer le gaz. Cela est utile pour évacuer la vapeur d'eau et les gaz émis au cours du traitement pour être condensés (cas des condensables).

E-I-2- Les échantillons:

Nous avons choisi de travailler sur deux espèces différentes de bois:

- le hêtre (feuillu)
- et le pin (résineux)

qui ont des structures et des compositions chimiques différentes. Les échantillons (aubier) ont 150 mm de longueur (direction longitudinale), 50 mm de largeur (direction radiale) et une épaisseur variant entre 12,5 mm et 50 mm (direction tangentielle) (figure 11.a).

La dimension de l'échantillon est également limitée par la taille du réacteur. Elle nous permet d'étudier simultanément les phénomènes de transfert (de chaleur et de masse) et la cinétique globale des réactions de rétification.

Avant chaque expérience, nous avons mesuré la dimension de l'échantillon, sa masse et son taux d'humidité initial.

Nous avons travaillé sur du pin et du hêtre pré-séchés traditionnellement à basse température, sur du hêtre vert et sur du hêtre vert qui s'est séché par la suite à l'air libre et sur du hêtre et du pin plongés dans l'eau pendant plusieures semaines.

Les problèmes posés par les choix des échantillons sont dus à la répartition non homogène de l'humidité dans la masse du bois, à la variabilité de sa densité surtout pour le pin à cause des résines en plus de l'hétérogénéité, l'anisotropie et la variabilité de leur composition chimique. De plus, au cours du traitement thermique, les produits de dégradation se condensent sur les points froids du réacteur et en particulier sur l'axe de la balance d'où la nécessité d'un nettoyage avant et après chaque expérience, sinon la mesure pourrait être perturbée car l'axe de la balance peut se coller avec ces produits condensés au cours du traitement. Il est indispensable de bien calibrer la balance avant chaque expérience pour que la masse mesurée corresponde bien à la masse réelle de l'échantillon.

Les figures 11 montrent la façon dont les capteurs sont inserés à l'intérieur de l'échantillon. Cette disposition est valable pour toutes nos expériences.

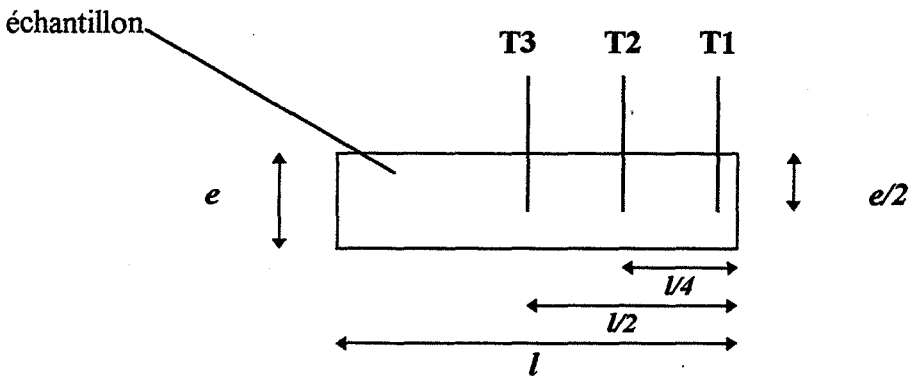


figure 11.b: disposition des thermocouples (vue de face)

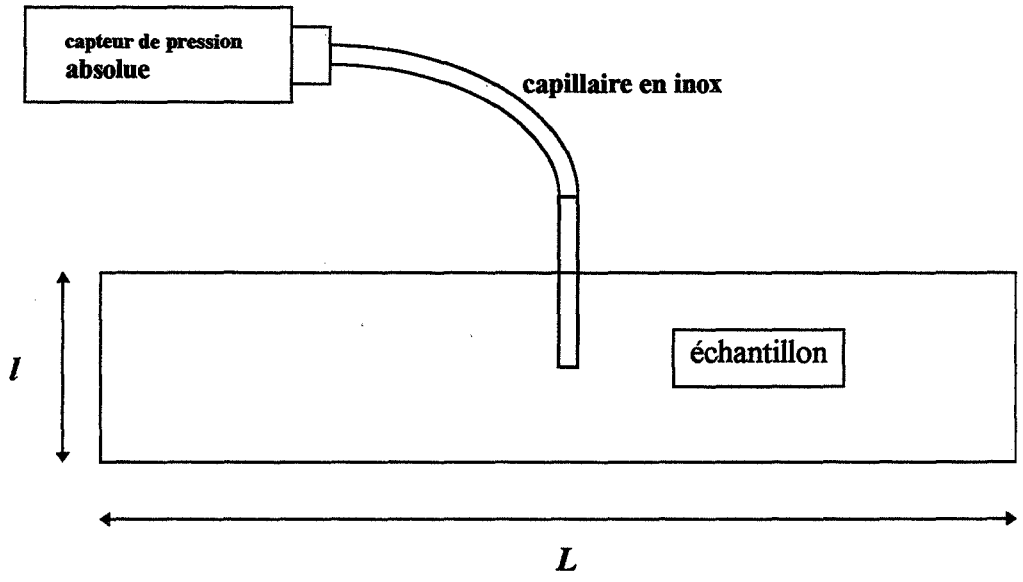


figure 11.c: disposition du capteur de pression sur l'échantillon (vue de profil)

figures 11: disposition des capteurs sur l'échantillon

E-I-3- Les mesures:

Nous avons mesuré les températures de l'atmosphère du four aux alentours du bois par trois thermocouples K (rigides) dont un est utilisé pour réguler la température du four par un algorithme de régulation "tout ou rien (TOR)" que nous avons intégré dans le programme de supervision.

Les températures à l'intérieur du bois qui est placé sur la balance sont mesurées en utilisant des thermocouples K souples afin de minimiser l'erreur sur la pesée de l'échantillon (figure 11.b). Ces thermocouples sont repartis sur différents points et profondeurs du bois en fonction de l'objectif. L'utilisation des modules d'acquisition (Analog device) permet d'obtenir une précision très élevée pour les températures (+- 0.01 °C) pour les thermocouples K.

Le capteur de pression absolue est relié à l'échantillon de bois par l'intermédiaire d'un capillaire en inox à très faible diamètre (1 mm) qui est inséré à l'intérieur du bois (figure 11.c). Pour minimiser le risque de fuite de vapeur d'eau, nous avons renforcé l'interface entre le capillaire et le bois par de la colle de silicone. Ce capteur de pression (Cerabar) permet de mesurer une pression entre 0 et 200 kPa et fournit un signal électrique de sortie de 4 à 20 mA qui est acquis par le P.C. via l'interface. Les valeurs de pression mesurées sont également affichées sur un afficheur digital, ce qui a facilité l'étalonnage pour l'acquisition. La précision de mesure est de l'ordre de 1 kPa. Ce qui est suffisant pour la mesure de la pression interne du bois humide au cours du traitement.

Il n'est pas possible, malheureusement de mesurer simultanément sur un même échantillon la pression interne et la masse à cause de la rigidité du capillaire en inox qui doit supporter une température jusqu'à 270°C. Ainsi, nous avons mesuré simultanément soit les températures et la masse, soit les températures et la pression interne. Il est possible également de traiter deux échantillons dans le réacteur: avec l'une sur la balance, on mesure les températures et la masse et avec l'autre en dehors de la balance, on mesure les températures et la pression en choisissant deux échantillons ayant des caractéristiques identiques (masse initiale, taux d'humidité initial, essence, dimensions) car la température du four soit suffisamment homogène.

L'erreur relative sur la mesure de la masse est de l'ordre de 1 %. D'ailleurs, elle varie en fonction de l'échantillon traité: il est plus facile de faire la mesure avec le hêtre qu'avec le pin à cause de gaz condensables émis au cours du traitement. Nous avons utilisé la masse réduite M/M_0 qui est une variable adimensionnalisée comprise entre 0 et 1 pour comparer l'évolution de la perte de masse dans différentes condition de traitement.

Ce système permet de suivre en continu l'évolution des températures et de la pression interne du bois massif et la cinétique de perte de masse. Il est possible ainsi d'étudier les influences des paramètres du traitement qui sont:

d'une part, les paramètres du procédé:

- la température de traitement
- la durée du traitement
- la vitesse de montée en température
- les étapes intermédiaires de température

et d'autre part, les paramètres de l'échantillon:

- l'humidité initiale de l'échantillon

- l'épaisseur de l'échantillon
- l'essence du bois

Nous avons utilisé les notations suivantes pour étiquetter les résultats expérimentaux:

A - x	Absorbance du composé x à la longeur d'onde λ (N.D.)
Am.Dl - x	l'aire sous le spectre d'absorbance du composé x dans l'intervalle de longueur d'onde $[\lambda_1, \lambda_2]$ ou de nombre d'onde $[\nu_1, \nu_2]$ (N.D.)
(-dM/dt)	la vitesse de perte de masse de l'échantillon (g/s).
e	l'épaisseur de l'échantillon (m);
l	la largeur de l'échantillon (m);
M	la masse de l'échantillon à l'instant t (g);
M/Mo	la masse réduite de l'échantillon (N.D.);
Mo	la masse initiale de l'échantillon (g);
S	le signal de sortie du capteur de gaz (V)
t	le temps (s);
T1	la température près de la surface de l'échantillon (°C);
T2	la température intermédiaire entre la surface et le centre (°C);
T3	la température au centre de l'échantillon (°C);
Tf	la température réelle du four (°C) ;
Tr	la température de consigne de traitement de rétification (°C) ;
v	la vitesse de montée en température du four (°C/min);
Xo	le taux d'humidité initial de l'échantillon (N.D.);

E-II-ETUDE DE L'INFLUENCE DES PARAMETRES:

Ces paramètres peuvent être classés en deux groupes: les paramètres du procédé et les paramètres du bois à traiter qui sont liés (figure 12).

L'objectif est de mettre en évidence les relations entre chaque paramètre de traitement et les variables caractéristiques de l'échantillon au cours du traitement. Les paramètres ont été étudiés un à un en fonction du temps en fixant les valeurs des autres.

Chaque traitement (système discontinu) comprend:

- une phase de montée en température avec une vitesse constante
- un palier de température qui correspond à la température de rétification et éventuellement des paliers intermédiaires de température

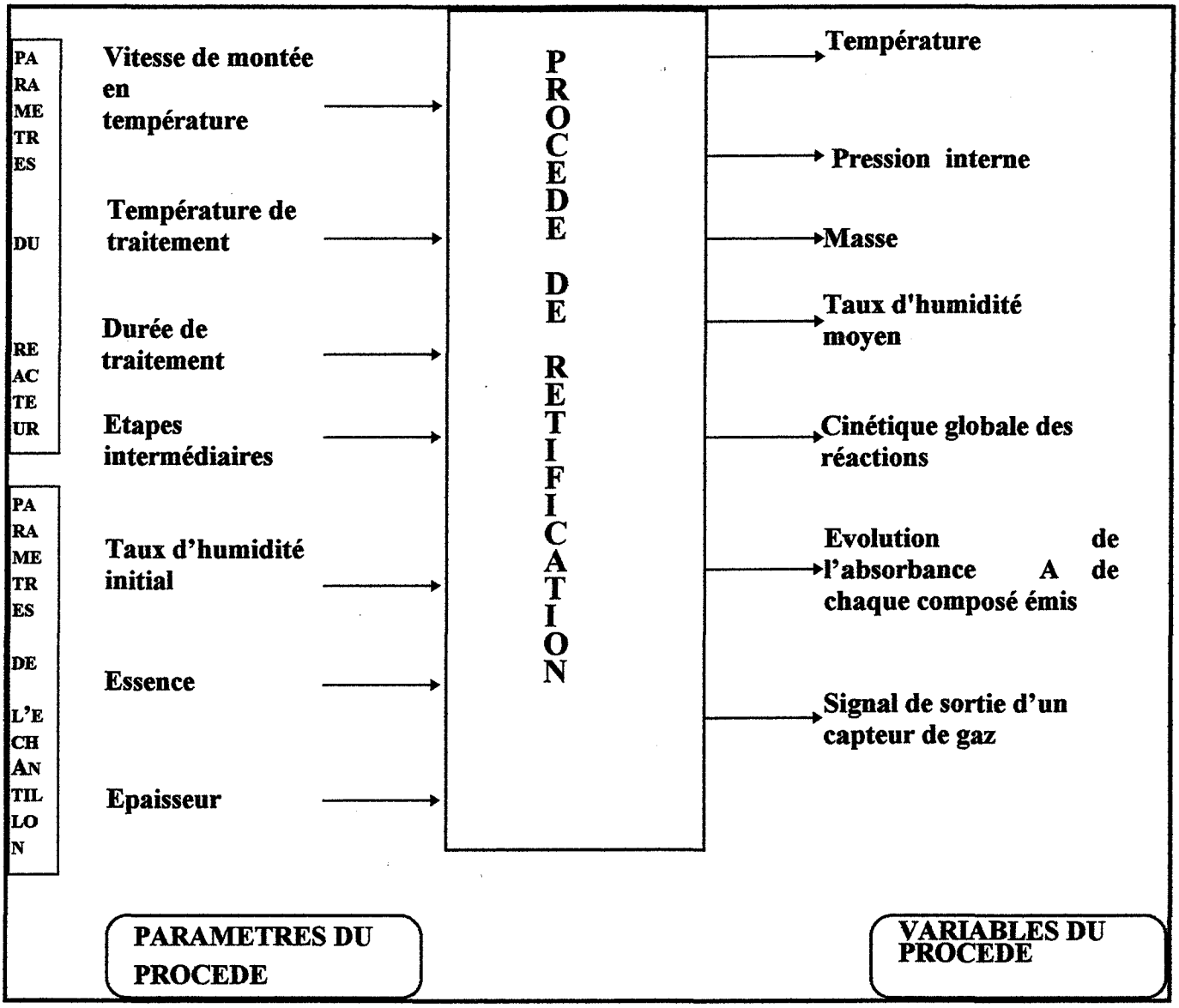


figure 12: schéma montrant les paramètres du procédé de rétification du bois

- une phase de refroidissement avec une vitesse fixée; cette vitesse de refroidissement est limitée car ce refroidissement dépend de l'inertie du four; il n'y a aucun dispositif spécial pour cela.

Pour chaque expérience, nous devons choisir:

- la vitesse de montée en température du réacteur
- la température et la durée des paliers intermédiaires et du palier de traitement
- la vitesse de refroidissement.

E-II-1- les deux phases du traitement:

Nous avons étudié l'évolution de la température au centre du bois et la cinétique de perte de masse. Globalement, les résultats permettent de distinguer deux phases de traitement (figures 13):

- **la phase de séchage:**

Cette phase correspond à l'étape où la température augmente jusqu'au palier autour de 100°C (température de vaporisation de l'eau sous pression atmosphérique) dont la longueur est fonction de l'humidité initiale de l'échantillon puis réaugmente jusqu'à 180°C qui correspond au passage à l'état anhydre (à t=3000 s) . Pendant cette première étape, la vitesse de perte de masse qui correspond à la vitesse de séchage augmente, passe par un maximum puis rediminue. Ce maximum de vitesse de perte de masse correspond à la fin du palier de vaporisation de l'eau. Cette première étape n'est ainsi autre que du séchage à haute température.

Ce résultat nous a permis de calculer le taux moyen d'humidité initial de l'échantillon X_0; la masse anhydre de l'échantillon correspond à sa masse quand la température au centre T3 atteint 180°C; ce qui est confirmé par le couplage du four avec le spectromètre IRTF. Ainsi,

$$X_0 = \frac{\left(M_0 - M_{(180°C)}\right)}{M_0}$$

Nous avons utilisé cette formule pendant toutes nos expériences.

- **la phase de rétification:**

Cette deuxième phase commence après le passage à l'état anhydre qui correspond à la fin de la phase de séchage:

* la température continue à augmenter de 180°C jusqu'à la température de traitement (240°C par exemple);
* la vitesse de perte de masse augmente à nouveau, passe par un deuxième maximum puis diminue progressivement;

Cette diminution s'arrête complètement dès que le refroidissement du four est déclenché. On remarque même une légère réaugmentation. Ainsi, le traitement comporte, au premier abord, deux phases importantes successives: la phase de séchage et la phase de rétification proprement dite qui sont séparées par le passage à l'état anhydre du matériau.

E-II-2)- L'évolution de la pression interne du bois au cours du traitement de rétification:

Nous avons effectué quelques expériences afin de montrer l'existence de pression à l'intérieur du bois au cours du traitement de quelques échantillons de pin (figures 14.1; Annexe 1.1) et de hêtre (figures 14.2; Annexe 1.2).

On constate l'augmentation de la pression interne du bois avec la température jusqu'au maximum de 164 kPa qui correspond au passage à la phase anhydre puis elle diminue et se stabilise à 114 kPa tant qu'on est sur le palier de température à 240°C (Annexe 1.2.b). Après, au cours du refroidissement, elle diminue progressivement jusqu'à 97 kPa qui est égal à la pression atmosphérique. Ces valeurs sont conformes à ce que les autres auteurs (Moyne 1984, Basilico, 1985) ont trouvé dans le cadre du séchage à haute température jusqu'à 160 °C d'une planche de bois humide. Ces auteurs n'ont pas étudié l'influence de la vitesse de montée en température, leurs échantillons ont été chauffés directement à la température de séchage à haute température. C'est la raison pour laquelle nous avons effectué des essais sur du pin avec différentes vitesse de montée en température (Annexe.1.1) et sur du hêtre (Annexe 1.2) (Rajohnson et al., 1994).

La valeur de ce maximum est plus faible quand la vitesse de montée en température est plus faible; elle est de l'ordre de 100 kPa avec une vitesse de 5°C/min (figures 14.1 et 14.2).

La pression totale de la phase gazeuse est due à la pression de vapeur d'eau et éventuellement à la pression des gaz émis pendant le traitement. La pression des gaz pendant la deuxième phase du traitement est négligeable par rapport à la pression de la vapeur d'eau pendant la première phase d'après ces résultats expérimentaux. Ainsi, la pression interne du bois est directement liée à l'humidité initiale et la température de traitement. Ces résultats sont indispensables pour la justification du choix du modèle dans la troisième partie de ce rapport.

E-II-3- influence de la durée du traitement:

La durée totale du traitement est égale à la somme de la durée de la montée en température, la durée du palier de rétification et la durée du refroidissement. Nous avons pris, la durée du palier de rétification, comme paramètre pour étudier l'influence du temps de séjour dans le réacteur.

En réalité, comme on l'a vu précédemment, la phase de rétification ne peut commencer que quand la température du bois atteint environ 180°C, après le passage à la phase anhydre dans la région concernée de l'échantillon (périphérie; centre).

On constate que, plus la durée de cette phase de rétification est longue, plus la perte de masse totale est élevée (figures 15.1 et 15.2).

On remarque qu'en fonction de la durée du traitement, le maximum de la vitesse de perte de masse pendant la phase de rétification peut être atteint ou non. Cela signifie, en réalité, que le degré d'avancement des réactions de thermocondensation puis de dégradation dépend de la durée de cette phase (figure 15.1.1).

La position de ce maximum doit être une référence pour la détermination du temps de séjour optimal de l'échantillon dans le four.

De la même manière, le maximum de la température au centre du bois peut être atteint ou non, selon la durée du traitement. La valeur de ce maximum dépend à la fois de la température de traitement et de l'épaisseur de l'échantillon.

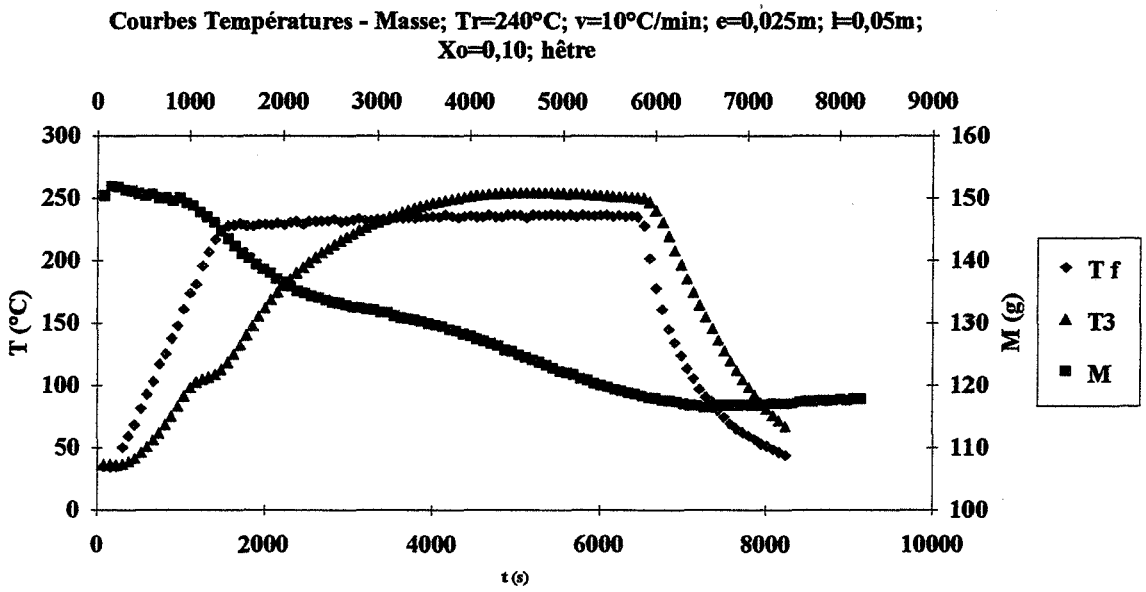


figure 13.1: courbes d'évolution de la température du four Tf *et la température au centre de l'échantillon* T3 *et courbes de cinétique de perte de* masse

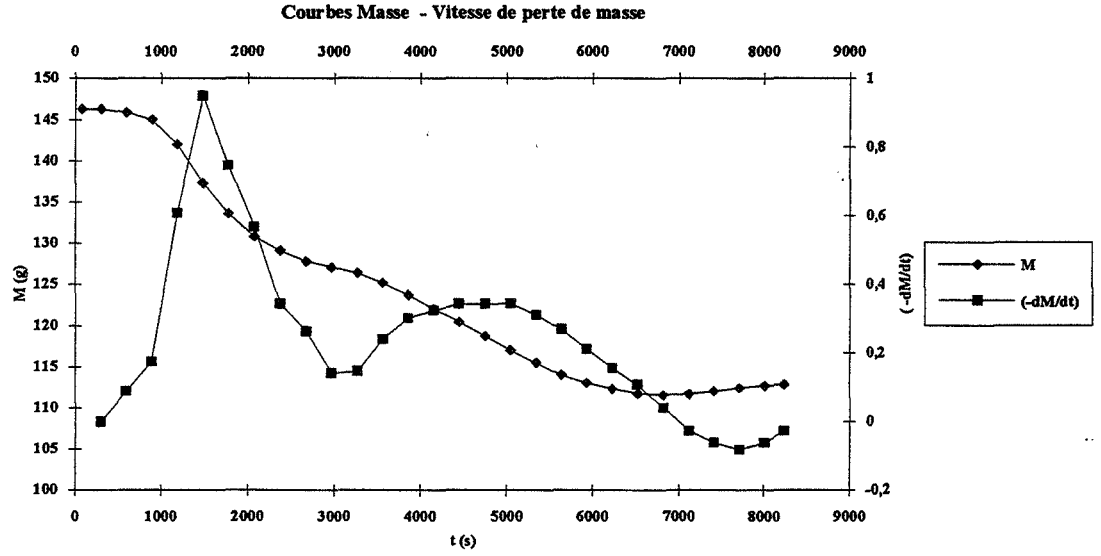


figure 13.2: cinétique de perte de masse *et courbes d'évolution de la* vitesse de perte de masse

figures 13: traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse de montée en température v de 10°C/min. pour une épaisseur e de 2,5 cm et une largeur l de 5 cm

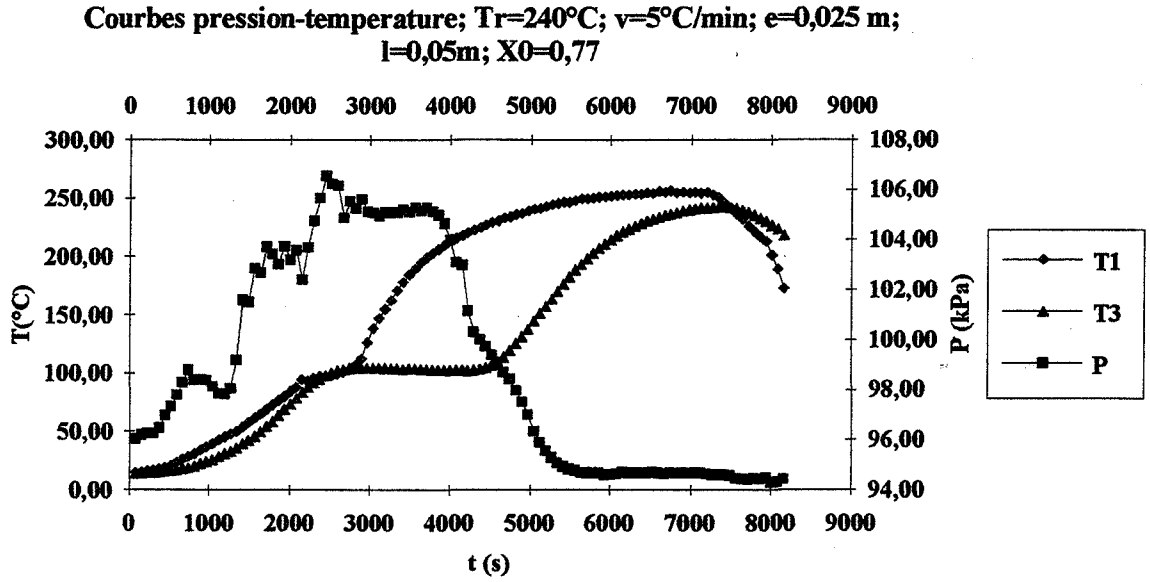


figure 14.1: traitement du pin à 240°C avec une vitesse de 5°C/min pour une taille de (2,5 cm x 5 cm x 15 cm)

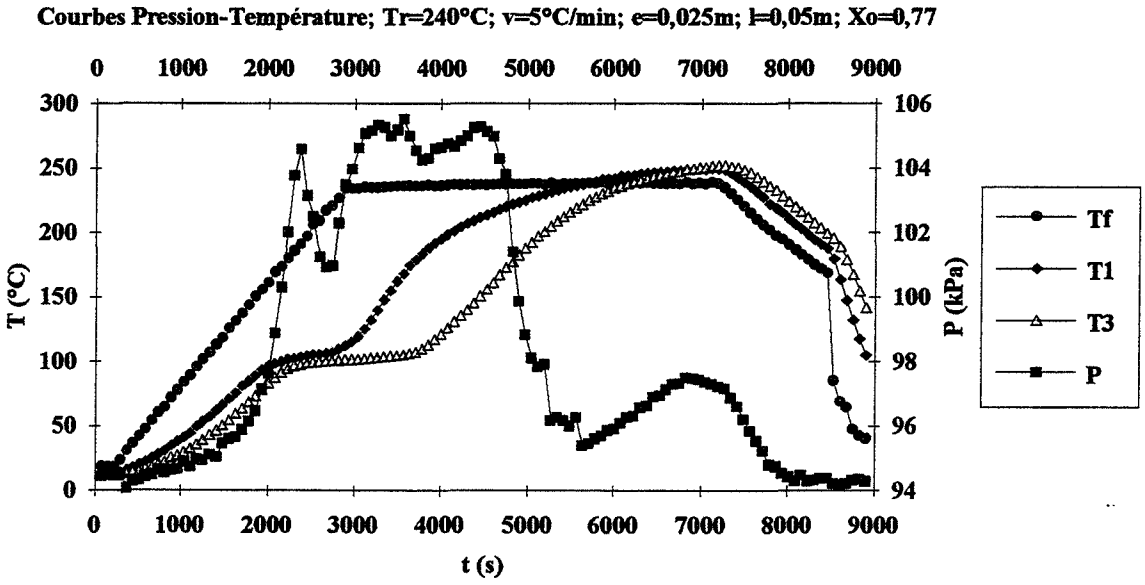


figure 14.2: traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse de 5°C/min. pour une taille de (2,5 cmx5cmx15cm)

On remarque qu'au cours des expériences, le déclenchement du refroidissement de l'atmosphère du four entraîne immédiatement la fin de la perte de masse de l'échantillon même si la température est encore suffisamment élevée. Cela peut être due à l'intensification du phénomène de condensation .

E-II-4- influence de la température de rétification:

Afin d'étudier l'effet de ce paramètre, nous avons fixé la vitesse de montée en température et fait varier le palier de rétification en traitant des échantillons ayant les mêmes caractéristiques (essence, dimension, humidité initiale).

Les expériences ont été effectués avec la même vitesse de montée en température (5°C/min. ou 10°C/min.) mais avec des paliers de temperature de traitement differents (220°C; 230°C; 240°C; 250°C) et à différentes épaisseurs (0,0125m; 0,025m) sur le hêtre (figure 15.1; Annexes 2.1) et sur le pin (figure 15.2 ; Annexes 2.2).

Les courbes montrent que la vitesse de perte de masse pendant la phase de rétification et la perte de masse totale augmentent avec la température de traitement (figures 15.1.1.a).

De plus, l'ecart entre la température au centre du bois et la température de l'atmosphère convective du four augmente avec la température de rétification. Quand la température de traitement est plus faible (230°C par exemple), la réaction exothermique est moins importante et les températures sont plus homogènes à l'intérieur de l'échantillon. De plus, la perte de masse totale est plus faible avec la même vitesse de montée et la même durée de traitement.

La température de rétification influe beaucoup plus, sur la deuxième phase que sur la première phase surtout quand la vitesse de montée en température et le taux d'humidité initial sont faibles. En passant de 230 à 240°C, par exemple, le deuxième maximum de la vitesse de perte de masse est atteinte plus vite et sa valeur est plus élevée (figure 15.1.1.b; Annexes 2).

A une épaisseur donnée, l'homogénéité du traitement dépend de la température de rétification. En effet, à cause des réactions exothermiques et des phénomènes de transfert de chaleur, la température est plus homogène quand la température de traitement est plus faible: les gradients de températures entre la surface et le centre sont plus faibles en raison de la faible conductivité thermique du bois.

Si le temps de traitement est suffisamment long, il arrive que le sens du flux de chaleur s'inverse à l'intérieur du bois. Au début, il va de la surface vers le centre; puis, quand les réactions exothermiques deviennent importantes, le centre du bois devient plus chaud que la surface et le flux de chaleur va du centre vers la surface. Cette inversion de flux participe à l'homogénéisation de la température.

Les gradients de température sont associés aux gradients de densité à l'intérieur de l'échantillon à cause des réactions de thermocondensation. Nous mettrons cela en évidence lors de la modélisation dans la troisième partie.

La température de traitement est le facteur le plus important du procédé. Elle est plus influant que la durée du palier traitement. Ces deux paramètres jouent de rôles sur le degré d'avancement des réactions et sur l'homogénéité du traitement. Ce palier de température peut influencer aussi sur la phase de séchage, selon l'humidité initiale de l'échantillon. Plus l'humidité est faible, plus cette influence est faible car la phase anhydre est atteinte plus vite. Plus la température de rétification est faible, plus l'homogénéisation de l'échantillon est rapide, les gradients sont plus faibles entre la surface et le centre de l'échantillon.

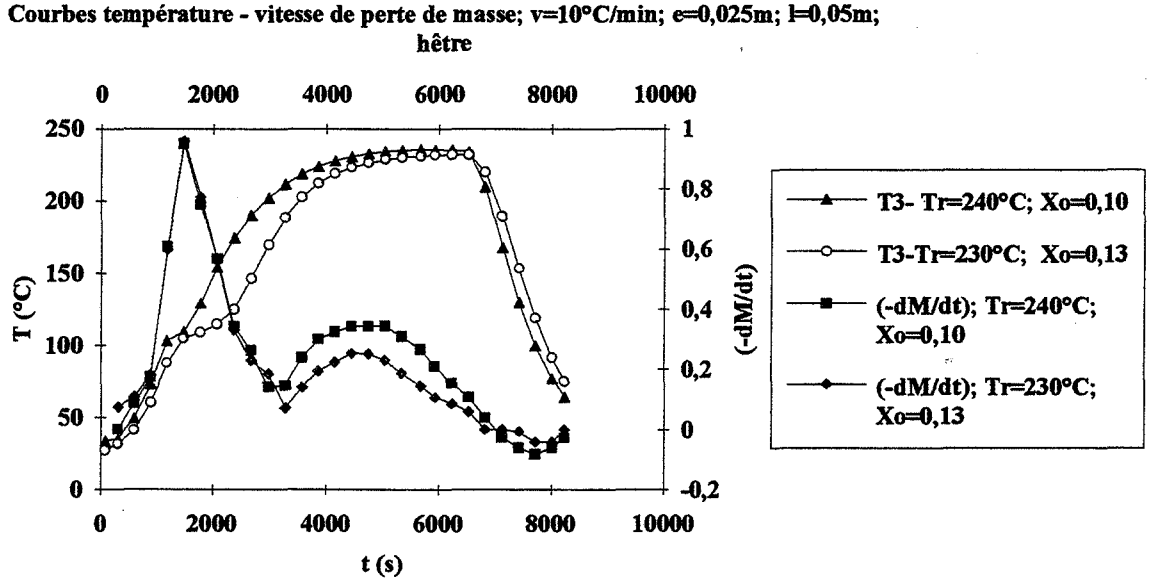


figure 15.1.a: courbes d'évolution de la température T3 *et de la* vitesse de perte de masse

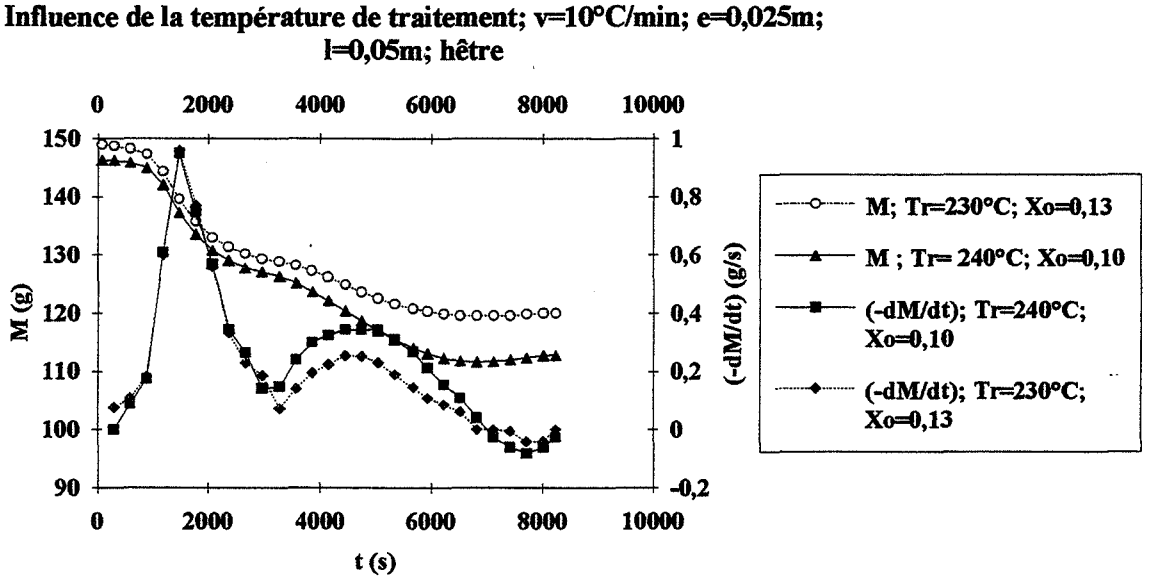


figure 15.1.b: courbes d'évolution de la masse *et de la* vitesse de perte de masse

figures 15.1: traitement du hêtre à 230°C et 240°C avec une vitesse de montée en température de v=10°C/min. et pour une épaisseur de 2,5 cm

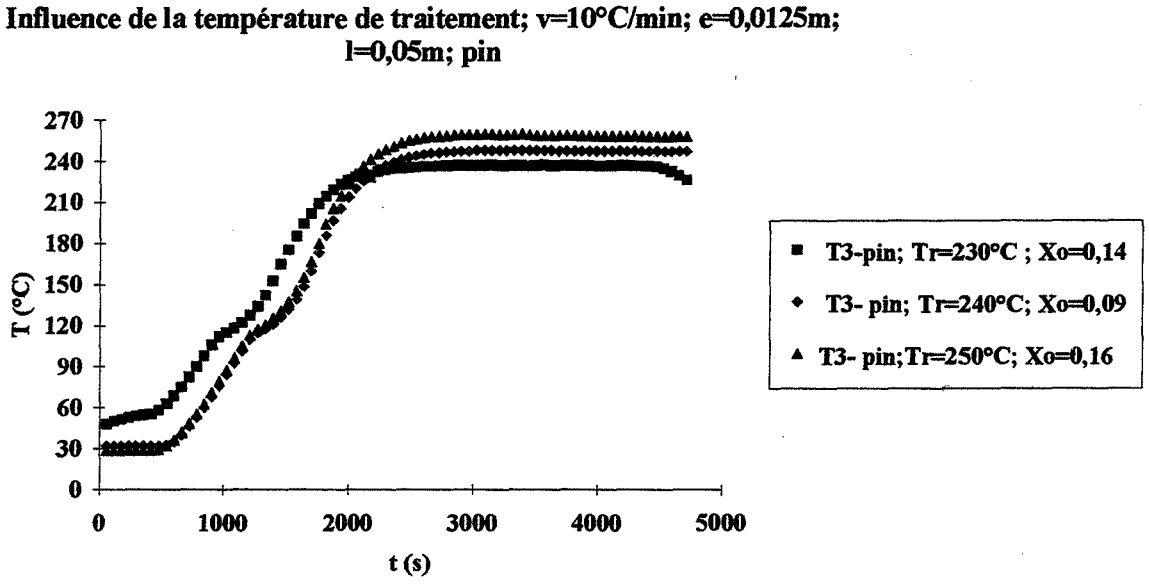


figure 15.2.a: courbes d'évolution de la température T3

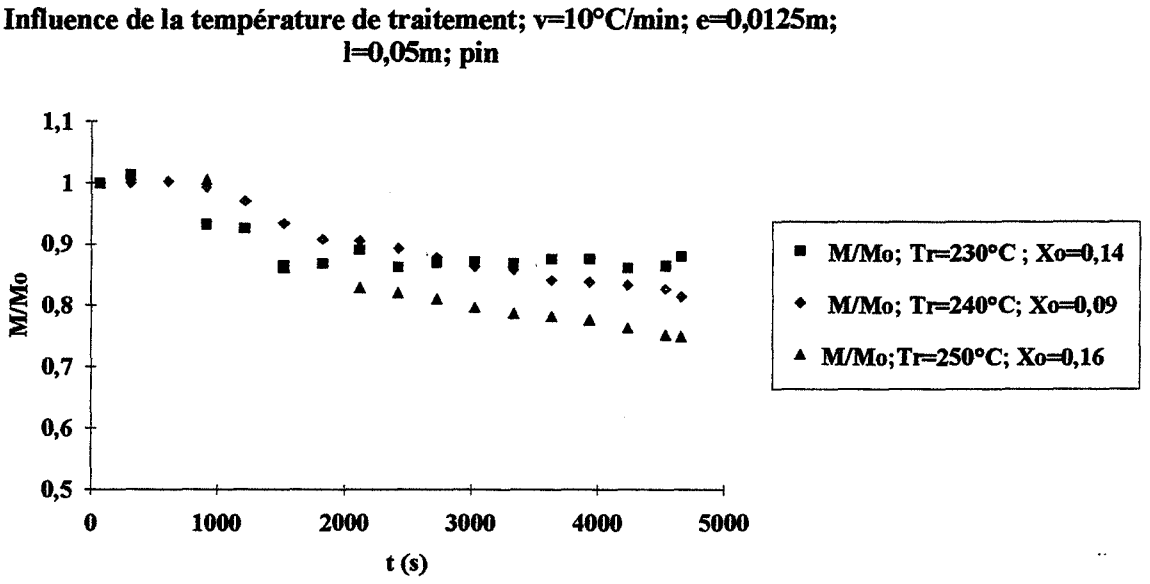


figure 15.2.b: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

figures 15.2: traitement du pin à 230°C, 240°C, 250°C avec v= 10°C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

E-II-5- influence de la vitesse de montée en température:

La température de rétification se situe entre 220 et 250°C. La nécessité de faire augmenter la température du bois à ce niveau est évidente. Plus on atteint vite cette température, moins la durée totale du traitement est longue.

Plusieures expériences ont été effectuées en choisissant des vitesses de montée en température différentes (1°C/min.; 2,5°C/min.; 5°C/min.; 10°C/min.; 16°C/min.) avec des températures de traitement identiques (220°C, 230°C, 240°C, 250°C) sur des échantillons de même taille , du hêtre (figures 16.1; Annexes 3.1) et du pin (figures 16.2; Annexes 3.2).

Par définition, la vitesse de montée en température, influe non seulement sur la température mais également sur la durée du traitement. Cet effet est la conséquence directe des phénomènes de transfert de chaleur et de masse à l'intérieur de l'échantillon. C'est la raison pourlaquelle les études sur des échantillons de petite taille n'en tiennent pas compte.

Les résultats expérimentaux montrent que la vitesse de montée en température influe directement sur la première phase qui est la phase de séchage et indirectement sur la deuxième phase du traitement selon l'humidité initiale de l'échantillon. Cette influence est d'autant plus forte que le taux d'humidité initial de l'échantillon traité est important (Annexe 3.1.2; Annexes 3.3 pour le hêtre; figures 16.2.1 pour le pin).

Quand la vitesse de montée en température est plus élevée, la température à l'intérieur du bois monte plus vite avant et après la phase de vaporisation de l'eau qui commence plus tôt; le taux d'humidité diminue plus vite, la phase anhydre est atteinte plus vite et par conséquent, la phase réactionnelle qui ne dépend directement que de la température peut avoir lieu plus tôt (figures 16.1.1; Annexes 3.1 et 3.2).

De même, avec une vitesse de montée en température plus élevée, la pression au centre du bois augmente plus vite vers son maximum, puis diminue plus rapidement. Le niveau de ce maximum augmente avec l'humidité initiale de l'échantillon et la pression de vapeur d'eau augmente avec la température et le taux d'humidité, comme dans le cas du séchage à haute température (figures 16.2.3 pour le pin et 16.1.2 pour le hêtre).

Toutes les courbes de perte de masse réduite (M/Mo) aussi bien sur le hêtre (feuillu) que sur le pin (résineux) montrent que la vitesse de perte de masse pendant la phase de séchage augmente avec la vitesse de montée en température; de plus, le maximum est atteint plus vite puis diminue plus rapidement; la phase de rétification commence plus tôt car la phase de séchage est plus rapide; ce sont les avantages d'une vitesse de montée en température élevée qui permet de minimiser la durée totale du traitement.

Cependant, elle présente également des inconvénients qui sont liés à l'importance des gradients et des phénomènes de contraintes. En effet, à cause des phénomènes de transferts (de chaleur et de masse), les gradients de température, d'humidité et par conséquent, de pression augmentent avec la vitesse de montée en température. Les défauts internes de l'échantillon traité s'intensifient avec la vitesse de montée en température.

L'influence de la vitesse de montée en température est d'autant plus importante que l'humidité initiale de l'échantillon est élevée. Comme dans le cas du séchage, ce sont ces gradients qui sont à l'origine des défauts (fentes internes ou externes, collapses, gerces). Ainsi, l'augmentation de la vitesse de montée en température accélère le processus de séchage et permet à la phase de rétification de commencer plus tôt.

En revanche, une vitesse de montée en température faible minimise les gradients et les risques de défauts, mais nécessite évidemment une durée de traitement d'autant plus longue que le taux d'humidité initial de l'échantillon est élevé (Annexes 3.2.1; Annexes 3.3).

L'exothermicité apparente est nettement plus importante au milieu de l'échantillon que vers les deux bouts en raison de la rapidité du transfert à la surface .

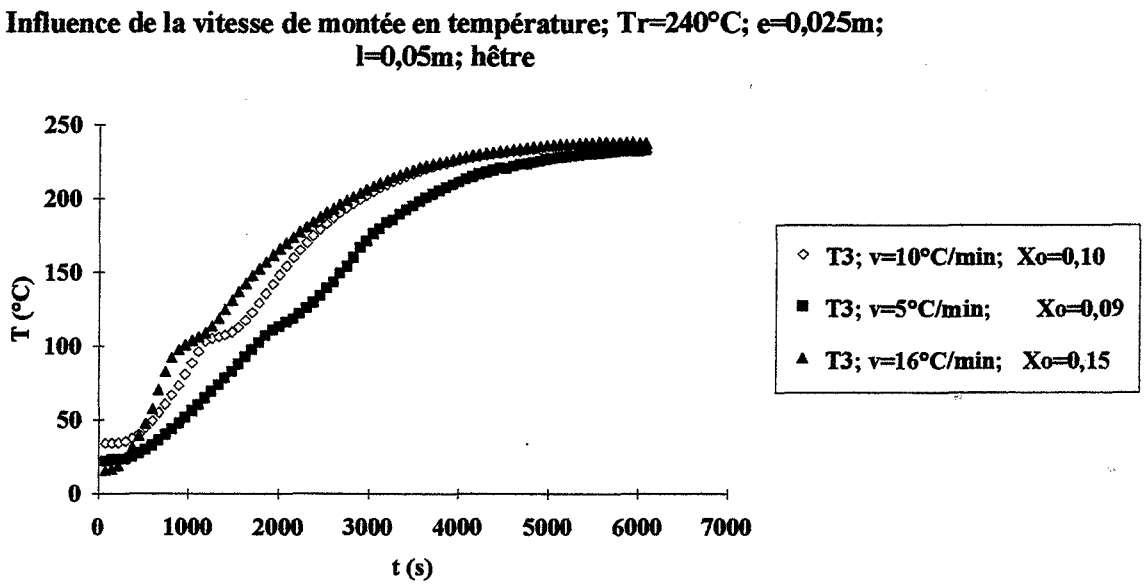


figure 16.1.1.a: courbes d'évolution de la **température T3**

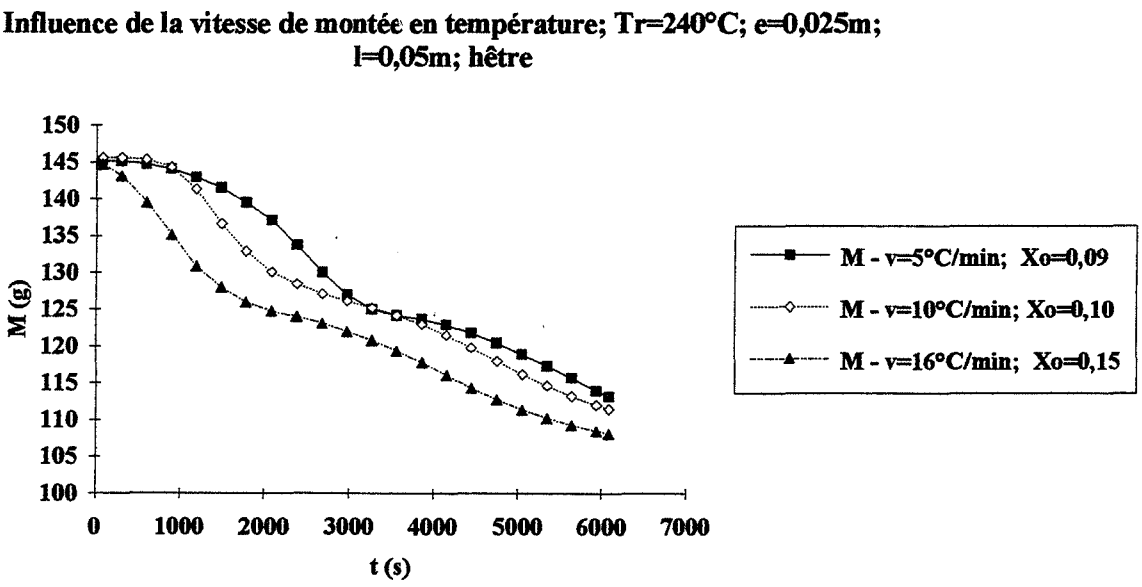


figure 16.1.1.b: courbes de cinétique de **perte de masse**

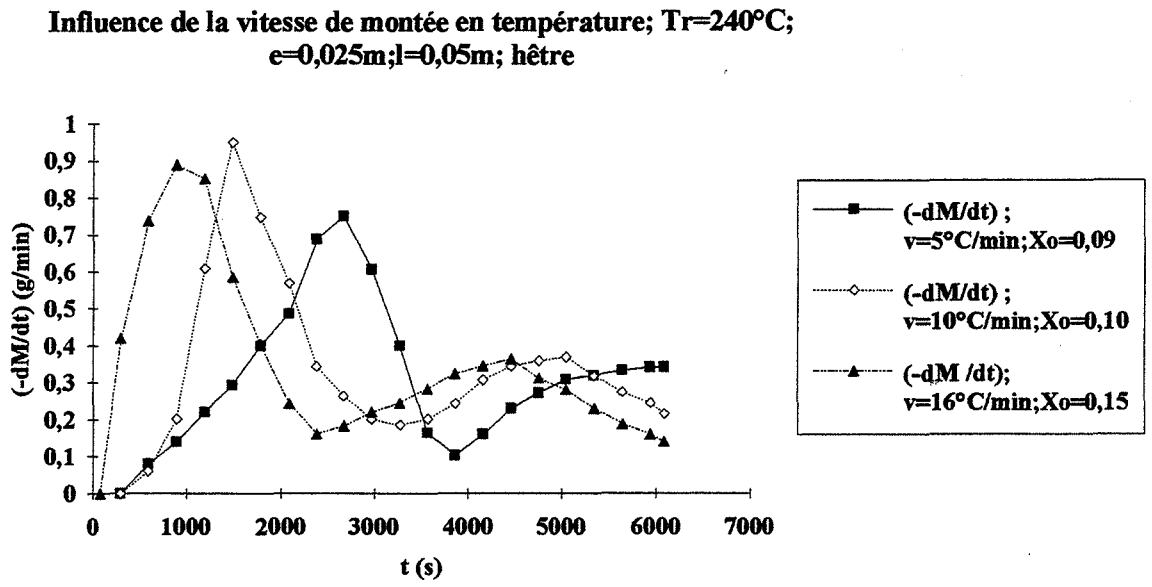


figure 16.1.1.c: courbes d'évolution de la vitesse de perte de masse

figures 16.1.1: traitement du hêtre à 240°C avec des vitesses de montée en température de 5, 10 et 16°C/min. pour une épaisseur e de 2,5 cm

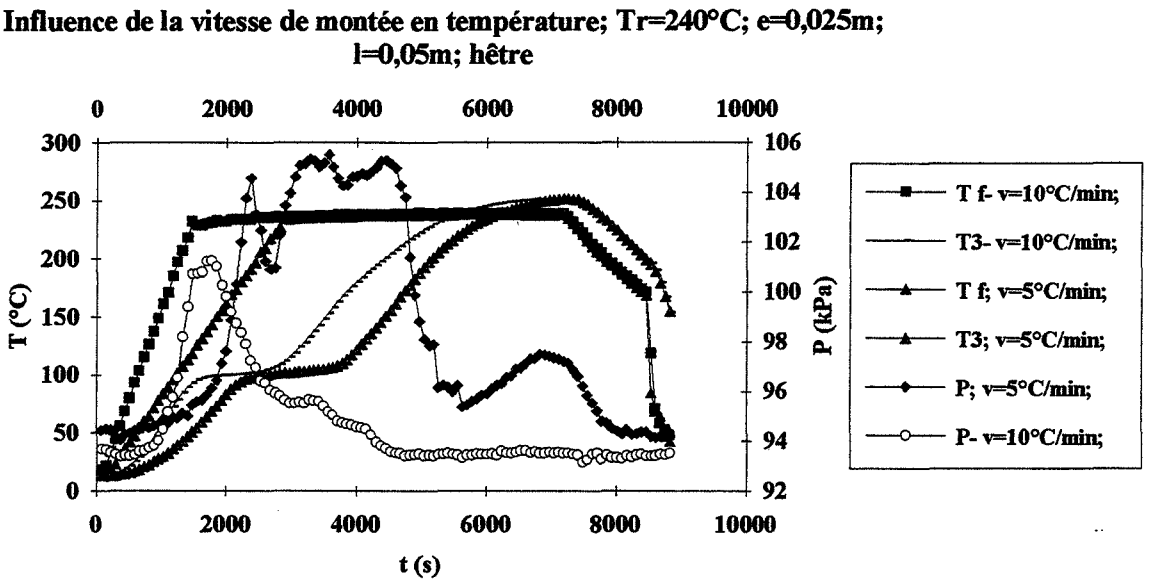


figure 16.1.2: courbes d'évolution de la température T3 et de la pression interne P dans le cas du traitement du hêtre à 240°C avec des vitesses de montée en température v de 5 et 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

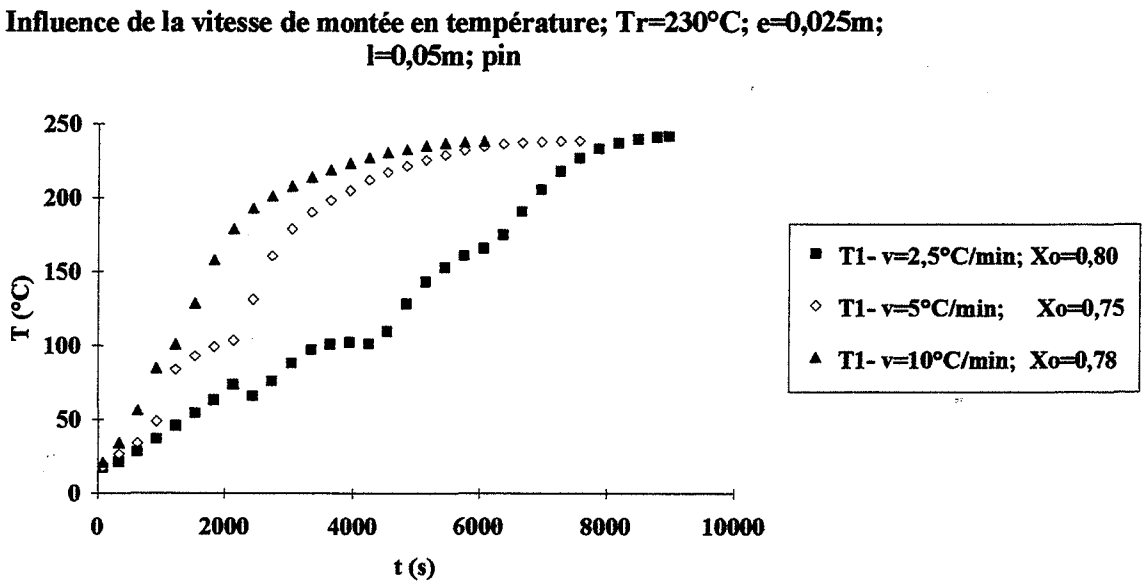


figure 16.2.1.a: courbes d'évolution de la **température T1**

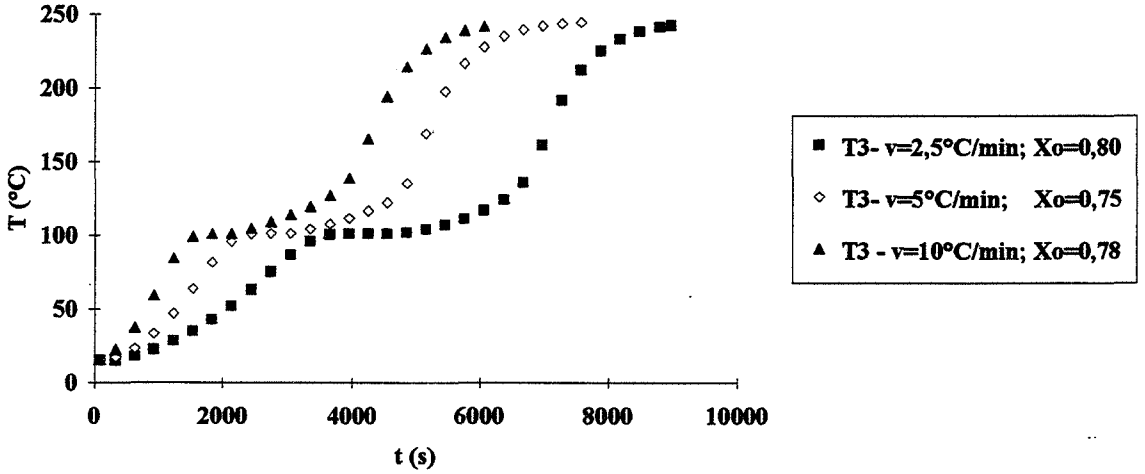


figure 16.2.1.b: courbes d'évolution de la **température T3**

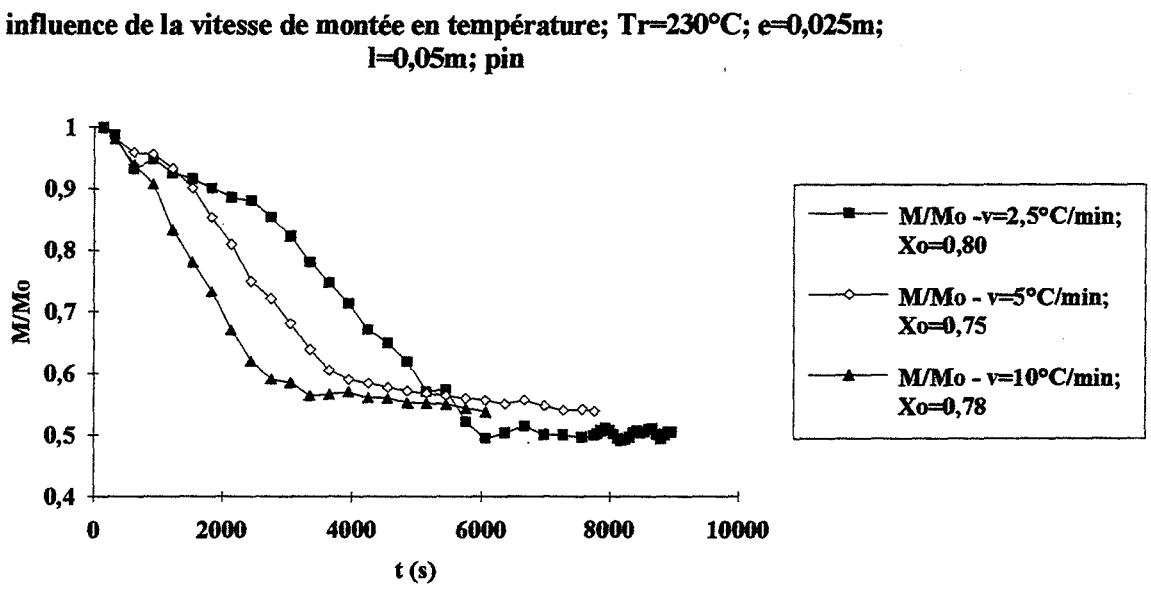


figure 16.2.1.c courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

figures 16.2.1: traitement du pin humide à 230°C avec des vitesses de montée en température de 2,5 ; 5 et 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

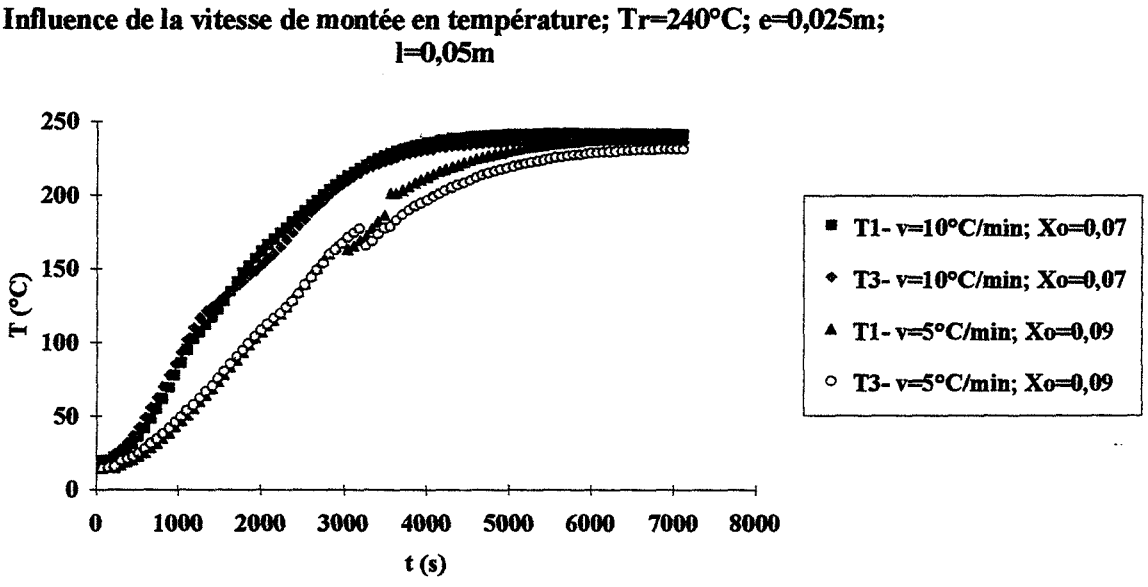


figure 16.2.2.a: courbes d'évolution des températures T1 et T3

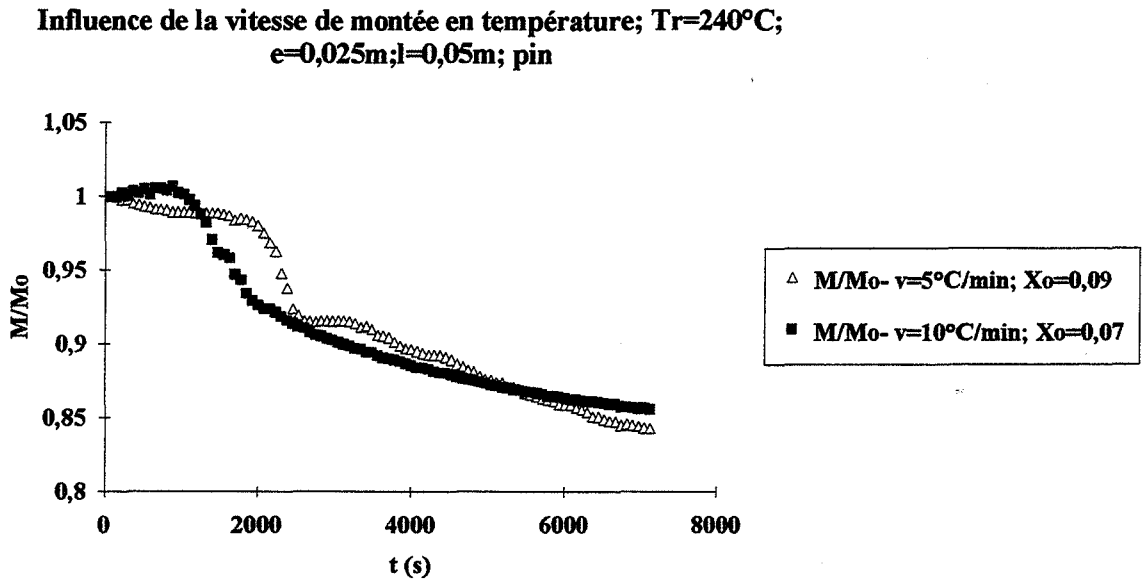


figure 16.2.2.b: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

figures 16.2.2: traitement du pin à 240°C avec des vitesses de montée en température v de 5 et 10°C/min. pour une épaisseur e de 2,5 cm

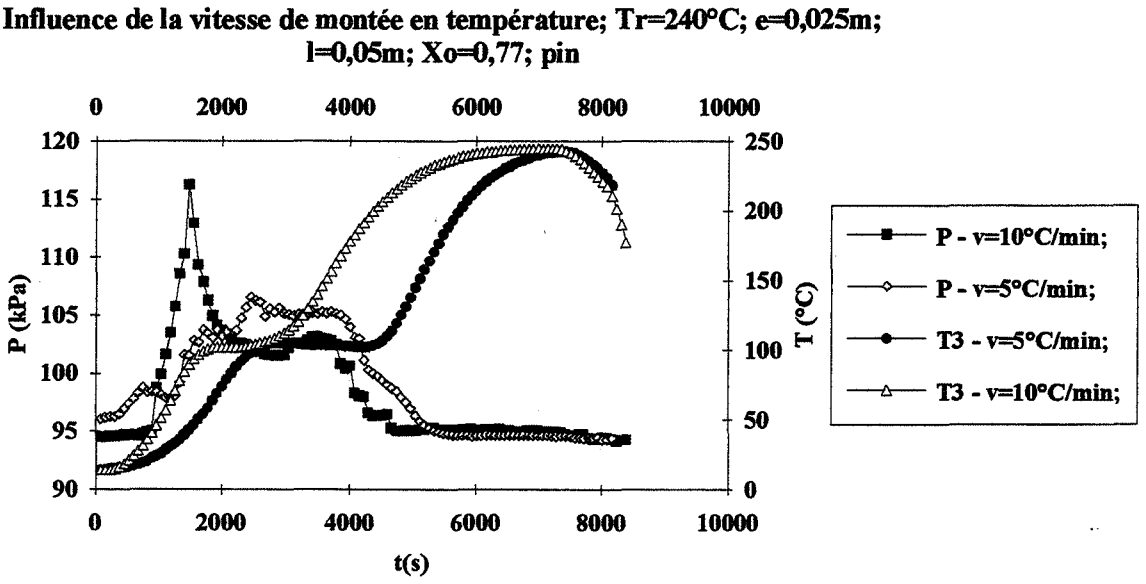


figure 16.2.3.: courbes d'évolution de la température T3 et de la pression interne P dans le cas du traitement du pin à 240°C avec des vitesses de montée en température de 5 et 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

Quand on augmente la vitesse de montée en température du four, avec une durée totale de traitement identique, la couleur de l'échantillon traité devient nettement plus fonçée, ce qui signifie que les réactions de thermocondensation ou de dégradation sont plus poussées, que la cinétique de réaction est plus rapide.
Cependant, on constate que la vitesse de perte de masse pendant la rétification est plus faible. Cela pourrait être dû a la présence du maximum ou au taux d'humidité initial plus élevé.

E-II-6- influence de l'humidité initiale:

L'idée au départ, était de savoir s'il est possible de traiter directement du bois humide ou du bois vert avec ce procédé où l'on n'introduit que du gaz inerte dans le four contrairement au procédé de séchage où l'on injecte de l'air conditionné humide.
Nous avons comparé le traitement du bois rehumidifié et du bois vert. On constate la présence de beaucoup plus de fentes dans le bois vert que dans le bois rehumidifié. Remarquons que l'humidité initiale du bois rehumidifié est de 54% alors que celle du bois vert est de 71,5%.
D'après les courbes de cinétiques de perte de masse, la cinétique de rétification est plus poussée dans le bois rehumidifié que dans le bois vert. Cela pourrait être dû à l'influence de l'humidité au cours de la rétification. Le palier de vaporisation au centre est plus court avec du bois rehumidifié.
Le gradient de température, pendant la montée vers 230°C est nettement plus important dans le cas du bois vert (humidité plus élevée) (profil de température T1 et T3).
La réaction exothermique au centre est plus importante avec le bois vert (température T3). La montée de la température au centre T3 commence plus tard mais monte plus vite et plus haut.
Du point de vue physique, phénomènes de transfert, on ne distingue pas de différence dans les deux cas. Cette comparaison est utile pour faciliter l'étude de l'influence de l'humidité initiale par la suite car il est difficile de conserver du bois vert tel qu'il est. Du point de vue chimique, la différence doit se situer au niveau du départ des extractibles hydrosolubles.
Nous avons comparé les traitements du bois humide et du bois relativement sec dont le taux d'humidité initial est voisin du point de saturation des fibres (figure 17.1; Annexe 4.1 pour le hêtre et figure 17.2 , Annexe 4.2 pour le pin).
La comparaison des courbes de perte de masse montre deux cinétiques très différentes. Avec du bois sec, les cinétiques de séchages et de rétification sont bien distinctes: d'abord le séchage puis la rétification.
Cette séparation des deux phases n'est pas nette dans le cas du bois humide en raison de l'effet d'échelle et de l'inhibition de la réaction de thermocondensation par un taux d'humidité élevé.
En ce qui concerne les profils de température, on constate que dans le cadre du bois sec, le palier de vaporisation est plus court et que le gradient de température est plus faible dans le sens de la largeur (T1 - T3).
C'est ce palier de vaporisation de l'eau, un phénomène endothermique, qui induit des gradients de température importants après le passage à la phase anhydre. C'est ainsi que la température est plus homogène au cours de la montée vers le palier de traitement dans le cas d'un échantillon relativement sec (figures 17; Annexes 4).
Ainsi l'humidité dans le bois entraîne un gradient de température plus important dans le domaine hygroscopique parce que la vitesse d'élimination de l'eau liée devient de plus en plus faible dans cette domaine. En revanche, avant d'atteindre cette domaine, ce qui signifie dans le domaine de l'eau libre, l'échantillon est très homogène à cause de la conductivité thermique élevée de l'eau liquide et du phénomène de thermomigration. La phase de séchage est globalement nettement plus rapide avec le bois humide qu'avec le bois sec. En effet, plus l'humidité est importante, plus la vitesse de séchage est élevée.
La réaction exothermique apparente commence plus tôt avec le bois sec (température T3) parce que la température où les réactions débutent est atteinte plus vite. Cela pourrait signifier que l'humidité inhibe la réaction de thermocondensation.

Les résultats experimentaux permettent d'affirmer que la perte de masse totale augmente avec l'humidité initiale; ce qui est évident à cause de l'élimination de l'eau de l'échantillon vers l'extérieur. Par contre, on ne sait pas si ce taux d'humidité initial a des conséquences directes sur la cinétique de perte de masse pendant la deuxième phase.

Comme avec le séchage à haute température, l'humidité est le paramètre qui pose le plus de problème avec le traitement thermique de rétification. La qualité du produit final dépend essentiellement de la qualité du produit juste après la phase de séchage. La vitesse de séchage augmente avec l'humidité initiale de l'échantillon. Cependant, elle diminue au fur et à mesure que le taux d'humidité diminue.

Les influences de tous les autres paramètres sont liées au taux d'humidité initiale du bois, comme on l'a vu précedemment. La qualité du produit final dépend ainsi fortement de son taux d'humidité initial. Les expériences que nous avons effectuées avec du hêtre vert humide montrent qu'il est très difficile pour ne pas dire impossible d'éviter les formations de fentes internes avec les conditions de traitement de rétification en convection de gaz. D'où l'intérêt de traiter du bois relativement sec (taux d'humidité initial inférieur à 20%) ce qui veut dire traiter du bois déjà sèché par les procédés traditionnels. Cela permet d'une part de minimiser le temps de traitement et d'obtenir des produits de meilleures qualités.

Une répartition héterogène de l'humidité initiale, même si cette dernière est faible peut entraîner la formation de défauts, à cause des gradients et du niveau élevé du domaine de température de traitement; d'où l'intérêt d'une montée lente en température ou des paliers intermédiaires successifs.

Un taux d'humidité initial du bois plus élevé nécessite un temps de traitement plus long, même si la vitesse de séchage est plus élevée à cause du palier de vaporisation autour de 100°C qui dure plus longtemps (figure 17; annexes 4).

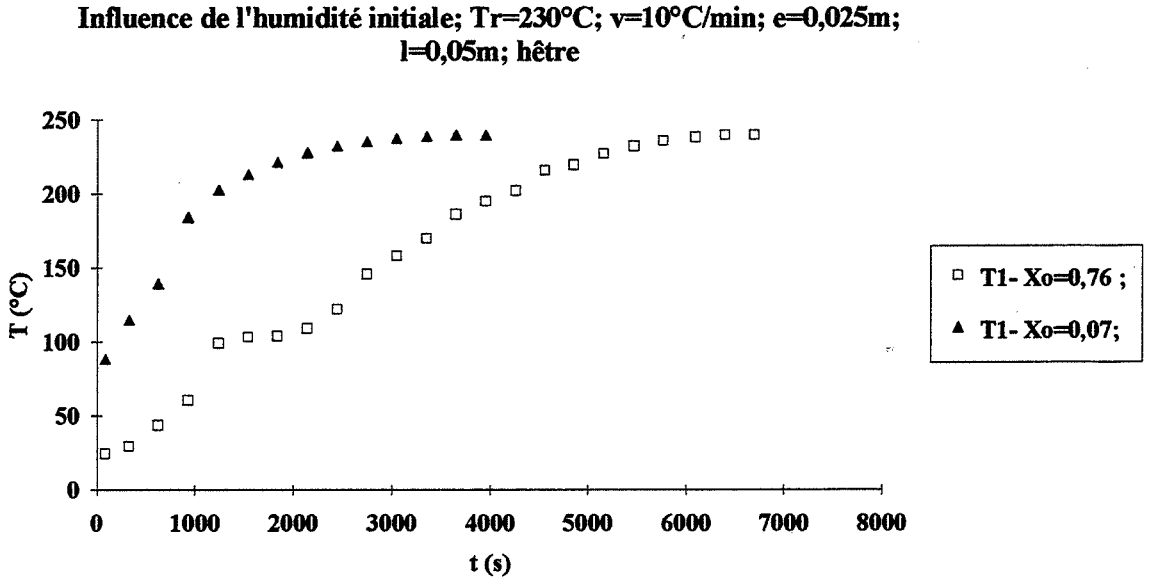


figure 17.1.a: courbes d'évolution de la **température T1**

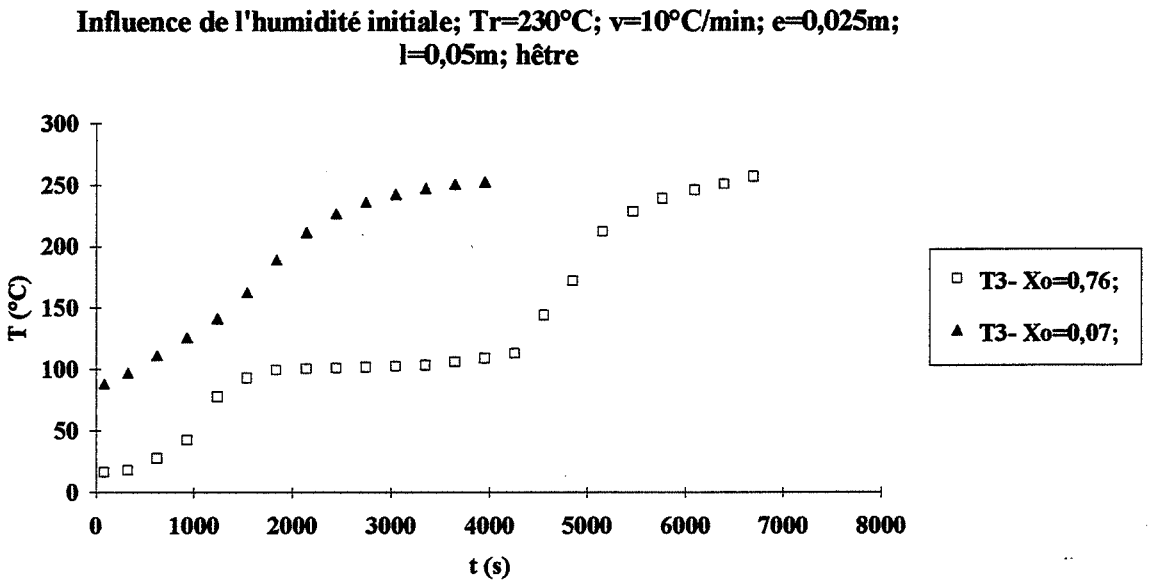


figure 17.1.b: courbes d'évolution de la **température T3**

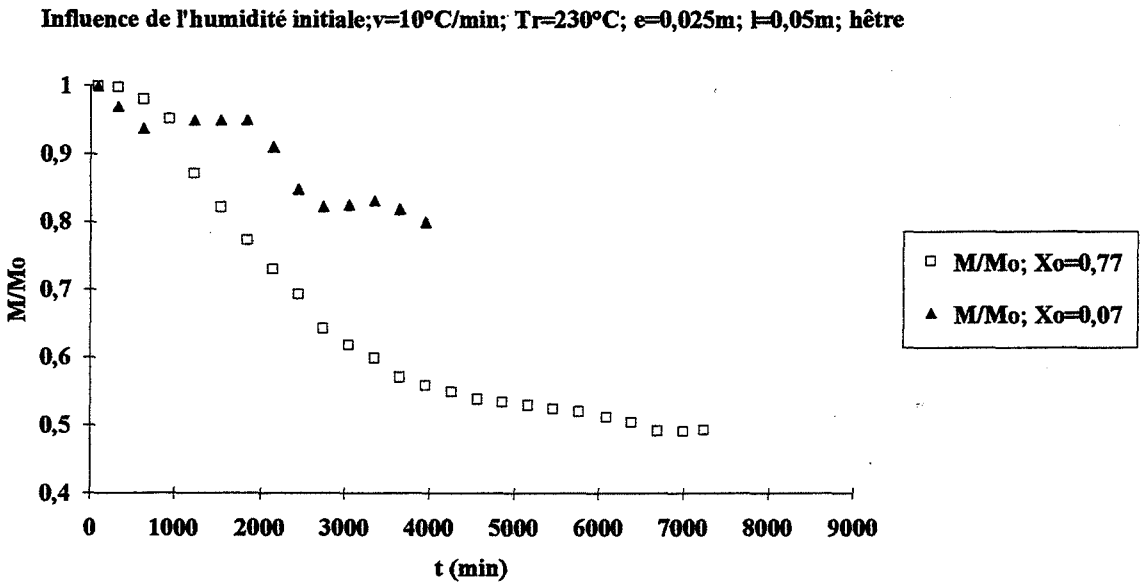


figure 17.1.c : courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

figure 17.1: traitement du hêtre à 230°C pour des taux d'humidité Xo de 7 et 76%

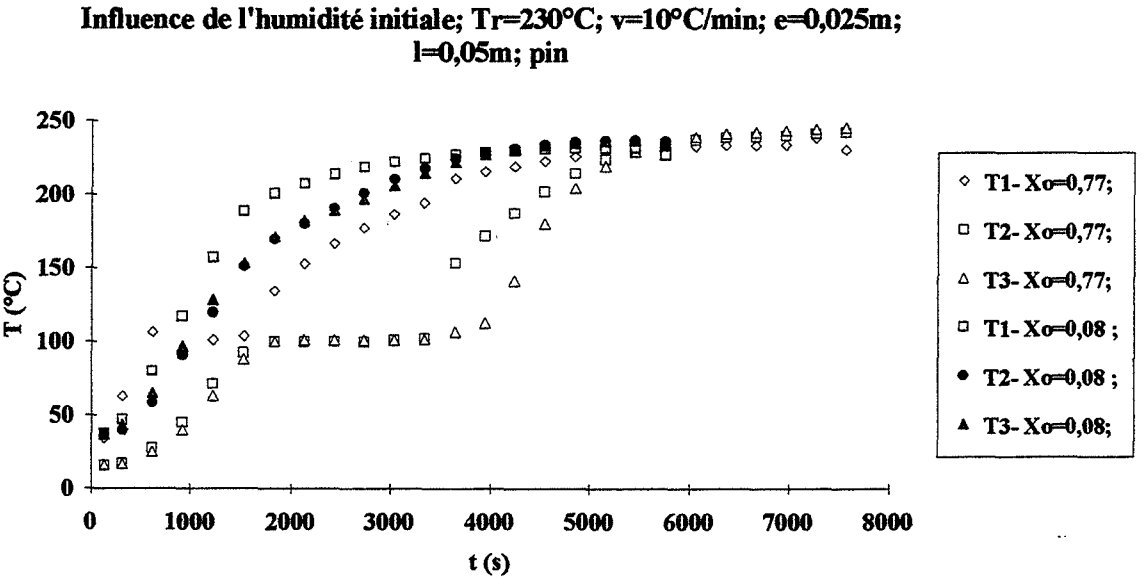


figure 17.2.a: courbes d'évolution des températures T1, T2 et T3

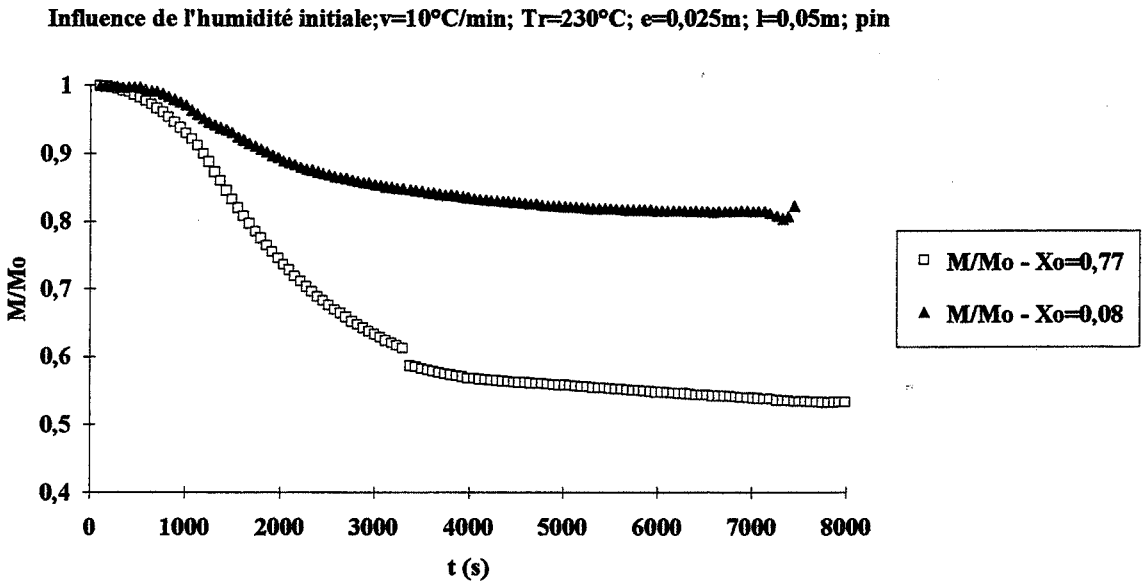


figure 17.2.b: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

figures 17.2: traitement du pin à 230°C avec une vitesse v=10°C/min pour des taux d'humidité initiaux Xo de 8 et 77%

E-II-7- influence de l'étape intermédiaire de traitement:

Un palier intermédiaire n'est qu'un cas particulier d'une vitesse de montée en température très faible (v = 0). Ainsi tout ce qui était dit sur l'influence de la vitesse de montée en température est également valable ici.

Le palier intermédiaire entraîne le ralentissement de la phase de séchage .Après 4000 s, de traitement, on atteint la masse anhydre avec le traitement sans palier alors qu'avec le palier à 160°C, l'humidité atteinte est de 20,6 % (Annexe 5.2). Ce qui empêche la réaction de rétification de commencer . Cette humidité empêche les températures de monter vers la température de rétification. Apparemment, la rétification ne peut commencer qu'après le passage à la phase anhydre vers 220°C. L'abscence de rétification est corroborrée par la couleur plus claire de l'échantillon obtenue après le traitement. L'énérgie nécessaire pour vaporiser l'eau est plus faible que celui qui est utile pour la rétification. Ainsi, les réactions de rétification ne peuvent avoir lieu qu'après la vaporisation totale de l'eau qui est un processus endothermique.

L'introduction du palier à 160°C nécessite un traitement plus long car la vitesse de séchage devient plus faible.

On constate qu'avec le palier à 160°C, il se forme de nombreuses petites fentes qui sont réparties dans toute la surface alors qu'en abscence du palier, on obtient une seule grosse fente. En effet, le palier à 160°C permet d'homogènéiser à la fois l'humidité et la température. C'est le gradient d'humidité qui est à l'origine de la formation des fentes internes outre la pression de vapeur d'eau.

On note l'abscence de réaction exothermique pour le traitement avec le palier à 160°C. Il existe une relation étroite entre la température, l'humidité et la réaction de rétification. Cela semble signifier qu'il existe un seuil d'humidité à partir delaquelle la rétification peut commencer. Le palier à 160°C permet d'avoir une pression de vapeur d'eau interne plus faible qu'à 240°C.

Les résultats (figure 18; Annexes 5) montrent que:

- à la même température (consigne à 60 , 80 , 120 ou 160°C), la vitesse de séchage augmente avec le taux d'humidité dans le bois;
- l'augmentation de la température de consigne permet d'augmenter la vitesse de séchage: la vitesse est plus rapide à une consigne de 160 qu' à 120°C;
- à une température donnée, la vitesse de séchage diminue avec le temps de traitement;
- les paliers intermédiaires permettent non seulement de contrôler l'humidité à l'intérieur du bois mais également d'homogénèiser la température, l'humidité et la pression interne.

Ainsi, la température influe sur la vitesse de séchage et les gradients d'humidité, de température et par conséquent, sur le gradient de pression dans le bois. Le palier intermédiaire permet alors d'homogénèiser le traitement et de minimiser la formation des défauts.

Cependant, plus la température est faible, plus la vitesse de séchage est faible. Par conséquent, une durée plus longue est nécessaire pour atteindre l'état anhydre qui est un passage obligé. Le problème se pose sur le choix de cette température intermédiaire et sur la détermination de sa durée. Pour du bois sec, pour des raisons mécaniques, nous avons situé cette température à 160°C qui correspond à la température de ramolissement (de la lignine, des hémicelluloses). Il est à remarquer que l'humidité abaisse cette température de transition vitreuse des polymères du bois . Ce qui rend encore le problème de ce choix du palier plus compliqué dans le cas du bois humide.

Du point de vue des phénomènes de transferts, plus la durée de ce palier intermédiaire est longue, plus les gradients de température deviennent faibles avant la montée vers la température de rétification (figure 18; Annexes 5).

Il paraît que ce palier intermédiaire pourrait avoir des effets sur les propriétés mécaniques du produit final à cause des phénomènes de relaxation de contraintes pendant la phase de

transition vitreuse. Ce qui est à vérifier expérimentalement. Du point de vue phénomène de transferts, le palier intermédiaire (à 160°C) permet de contrôler les gradients d'humidité, de pression et de température même si cela nécessite un temps de traitement plus long. Par conséquent, il permet d'améliorer la qualité du produit final. Le palier intermédiaire permet de contrôler la vitesse de séchage et les gradients d'humidité; par conséquent, il permet de contrôler les phénomènes de retrait et la formation des défauts.
En réalité, tous les problèmes du traitement de rétification de bois humide sont exactement identiques à ceux rencontrés avec le procédé de séchage à basse ou à haute température du bois qui est, par définition, destiné à eliminer l'eau du bois. Le traitement de rétification du bois humide est , pendant la première phase (phase d'élimination d'eau), proche du séchage à haute température sous vapeur saturée puisque l'eau éliminée du bois se retrouve à l'état vapeur dans l'atmosphère gazeuse du four. C'est d'ailleurs l'hypothèse que nous utiliserons lors de la modélisation du traitement (Chapitre III).
Ce qui nous amène à penser que si le taux d'humidité initial du bois est très élevé (cas du bois vert), il vaudrait mieux utiliser un autre procédé (traitement par microonde même à faible puissance ou par les procédés traditionnels de séchage à basse température) afin d'éliminer l'eau avant de passer en traitement thermique sous gaz convectif dans le domaine de rétification quand le taux d'humidité devient inférieur au point de saturation des fibres. Cela permettrait de minimiser le temps de traitement et la formation de défauts et d'obtenir ainsi un matériau de meilleure qualité. C'est la raison pour laquelle nous nous sommes limité , au cours de nos études, au traitement sous gaz convectif et principalement sur du bois relativement sec.

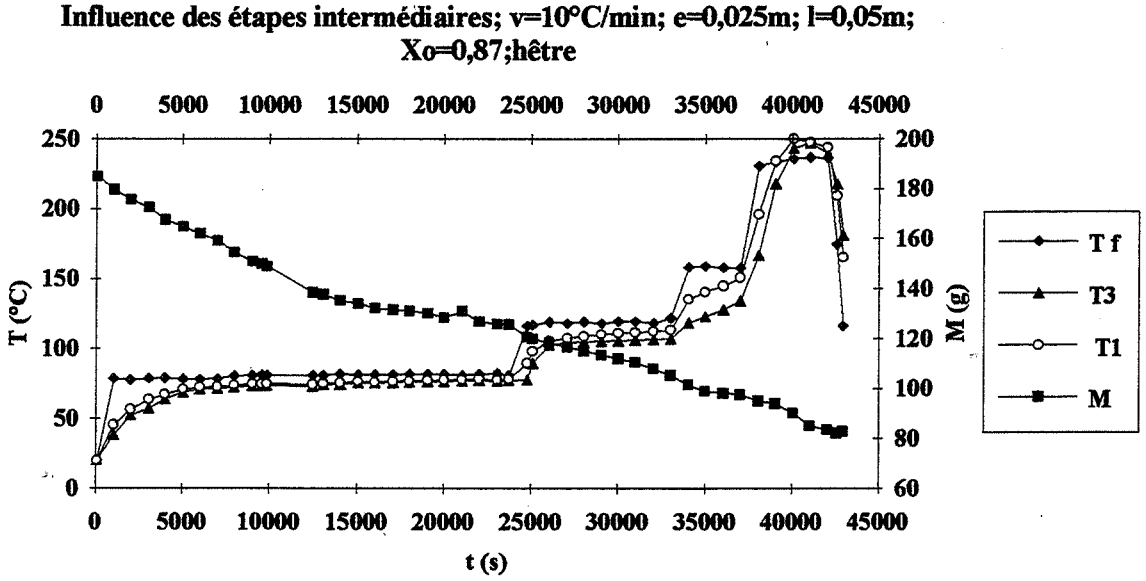


figure 18: cinétique de perte de masse et courbes d'évolution des températures T1 et T3 pour un traitement du hêtre humide avec des paliers de température successifs de 80, 120, 160 et 240°C

E-II-8- influence de l'épaisseur de l'échantillon:

Des échantillons de hêtre et de pin ayant la même longueur (0,15m) mais dont les épaisseurs (0,0125m; 0,025m; 0,0375m; 0,05m) ou les largeurs (0,05m; 0,010m) sont différentes ont été traités dans des conditions de traitement identiques (figures 19; Annexes 6).

D'après les courbes d'évolution des températures (T1 - T3) et de masse réduite (M/Mo), on constate que quand on augmente l'épaisseur ou la largeur de l'échantillon à traiter qui est placé en position perpendiculaire par rapport au sens de circulation du gaz convectif , les températures internes du bois montent moins vite et le taux d'humidité diminue plus lentement; ce qui signifie que les phénomènes de transfert de chaleur et de masse sont ralentis. Par conséquent, la pression interne est plus élevée et le palier de vaporisation de l'eau pour la température au centre est plus long (figures 19.1, Annexes 6.1.1 à 6.1.5 pour le hêtre et figures 19.2, Annexe 6.2 pour le pin).

Pendant la phase de rétification, à cause des réactions exothermiques et de la faible conductivité thermique du bois, la température au centre du bois dont l'épaisseur est plus grande augmente plus vite, les gradients de température deviennent plus importants. Cela est dû à l'accumulation de chaleur dans la partie centrale de l'échantillon.

L'augmentation de l'épaisseur entraîne l'augmentation des gradients de température, d'humidité et de pression entre la périphérie et le centre de l'échantillon. Et plus la température de rétification est élevée, plus les gradients de température pendant la phase de rétification sont élevés, ce qui signifie que plus le traitement est hétérogène (Annexe 6.1.4).

Ce qui a l'inconvénient de favoriser la formation des défauts internes si les conditions de traitement sont très sévères. D'où la nécessité de traiter ces échantillons avec des paliers intermédiaires successifs ou une vitesse de montée en température très faible (figures 19; Annexes 6).

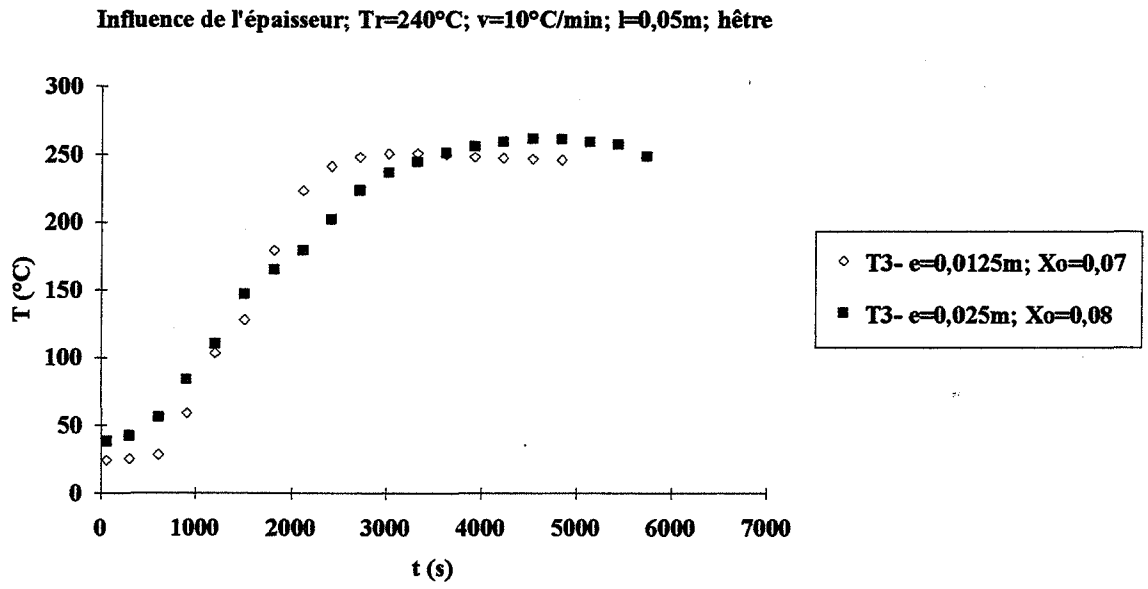


figure 19.1.a: courbes d'évolution de la **température T3**

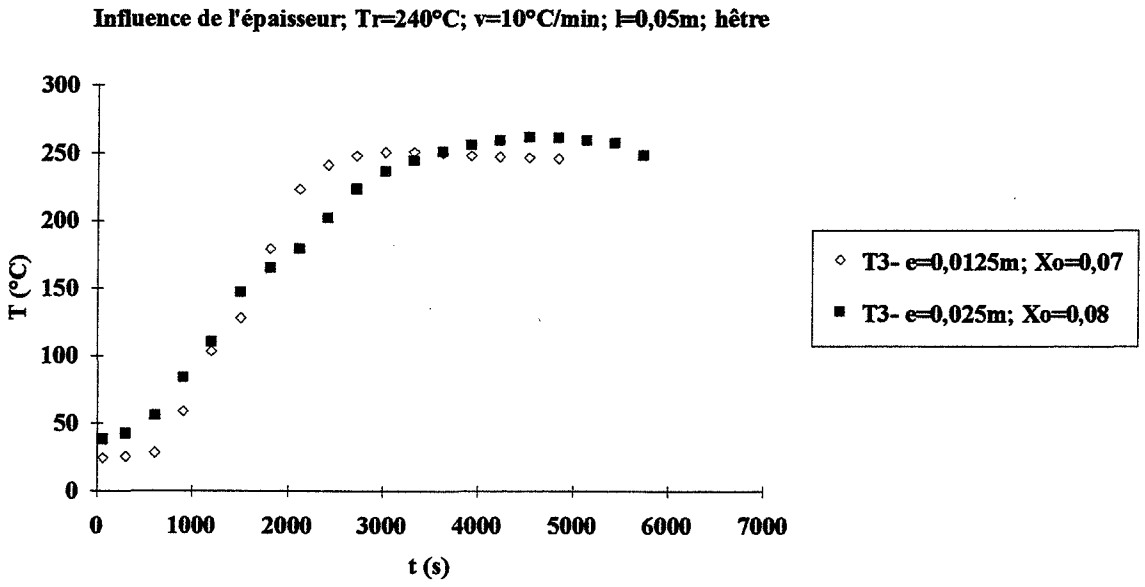


figure 19.1.b: courbes d'évolution de la **température T3**

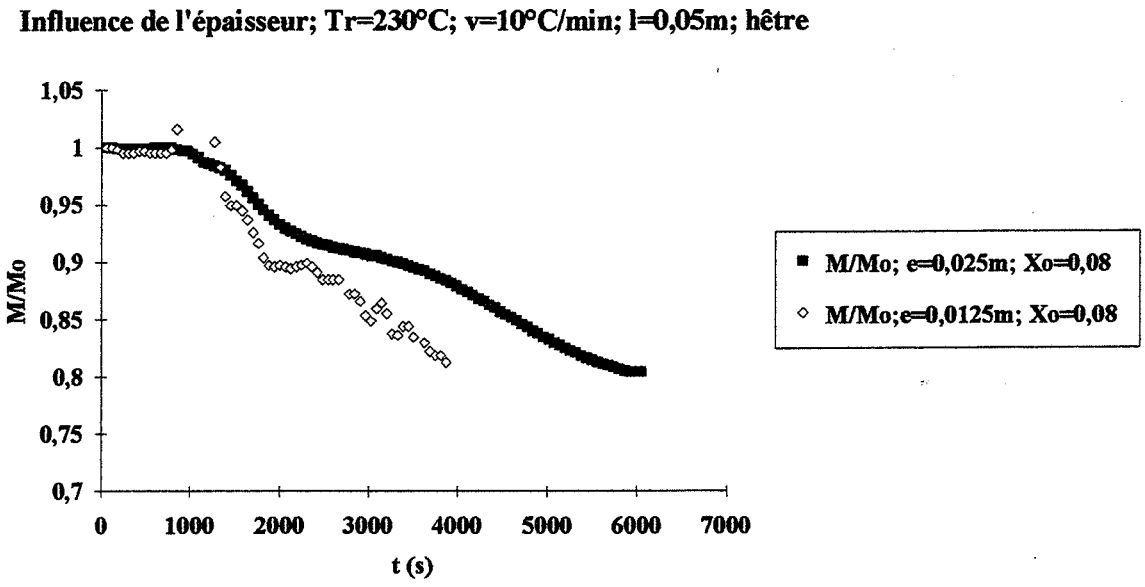


figure 19.1.c: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

figures 19.1: traitement du hêtre à 230°C avec v=10° C/min. pour des épaisseurs de 1,25 cm et 2,5 cm

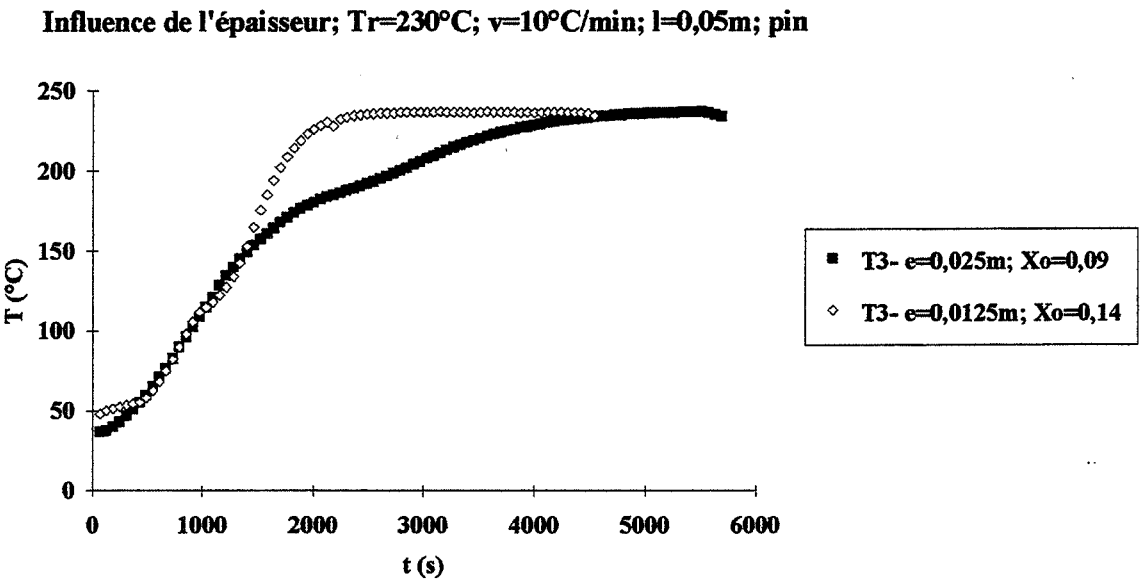


figure 19.2.a: courbes d'évolution de la température T3

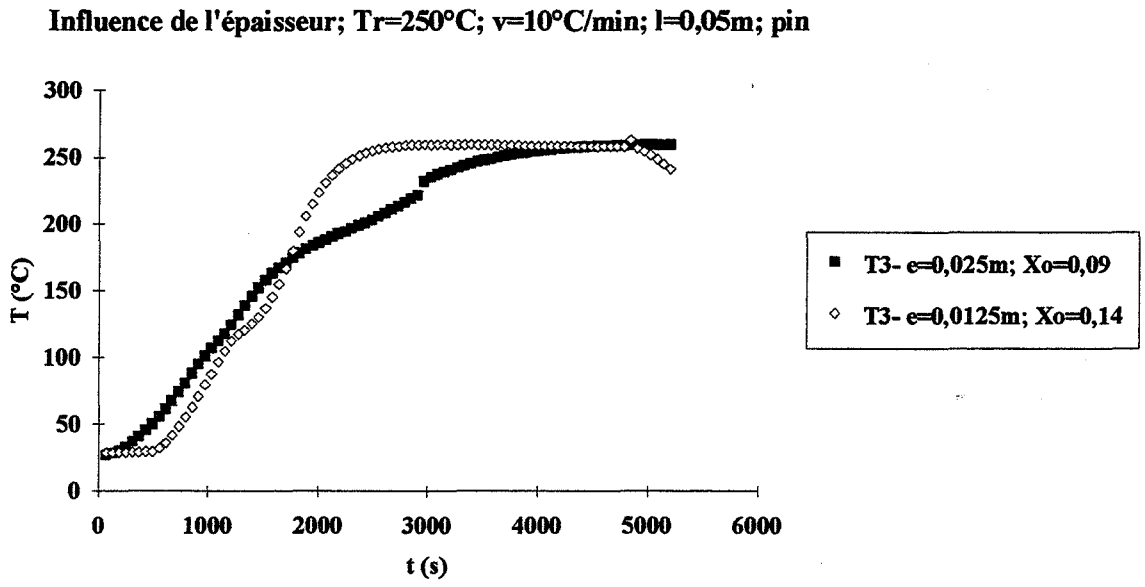


figure 19.2.b: courbes d'évolution de la **température T3**

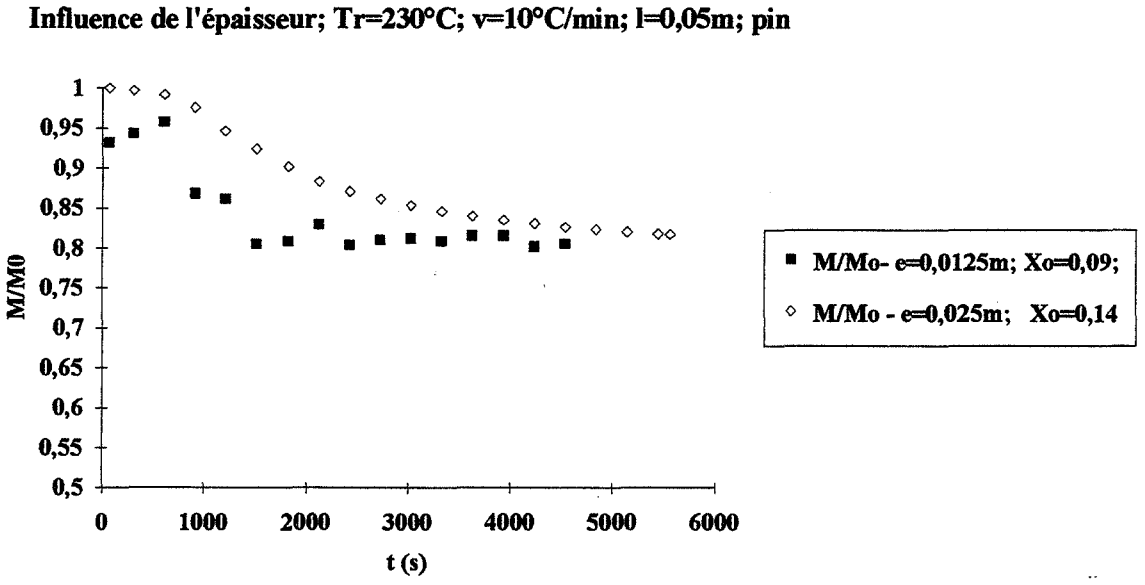


figure 19.2.c: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

figures 19.2: traitement du pin à 230°C avec v=10° C/min. pour des épaisseurs e de 1,25 cm et 2,5 cm

E-II-9- influence de l'essence du bois:

Nous avons travaillé sur deux essences de bois: le pin (résineux) et le hêtre (feuillu) qui ont des structures et des compositions chimiques différentes (figure 20; Annexes 7).
La densité du hêtre est plus élevée que celle du pin, mais l'utilisation de la masse réduite permet de s'affranchir de ce problème. En vue de la comparaison du traitement de ces deux essences de bois, nous avons traité des échantillons de même dimension et ayant des taux d'humidité initiaux voisins dans les mêmes conditions.
D'après les courbes de perte de masse réduite, pendant la phase de rétification, on constate que la vitesse de perte de masse est plus élevée avec le hêtre qu'avec le pin, avec les mêmes conditions de traitement (vitesse de montée, température et durée de traitement) à cause de la différence de composition chimique même si la densité du hêtre est plus élevé que celui du pin.
Les composants du hêtre, en particulier les hémicelluloses (xylose) qui sont les plus fragiles se dégradent plus rapidement que ceux du pin (mannose) sous l'effet de la chaleur (figures 20.1.b à 20.3.b; Annexes 7.1.b à 7.4.b).
En revanche, pendant la phase de séchage, c'est le pin qui a une vitesse de perte de masse plus élevée, à taux d'humidité initiaux voisins; cela signifie que soit la vitesse de séchage du pin est plus élevé, soit d'autres composés (dérivés des extractibles) partent avec l'eau au cours de la première phase dans le cas du pin.
Cette comparaison des essences de bois sera complétée par l'étude des cinétiques des gaz émis au cours du traitement de rétification avec le spectromètre infrarouge.
On remarque que le pin (résineux) est plus difficile à traiter que le hêtre (feuillu) à cause de la présence des résines.

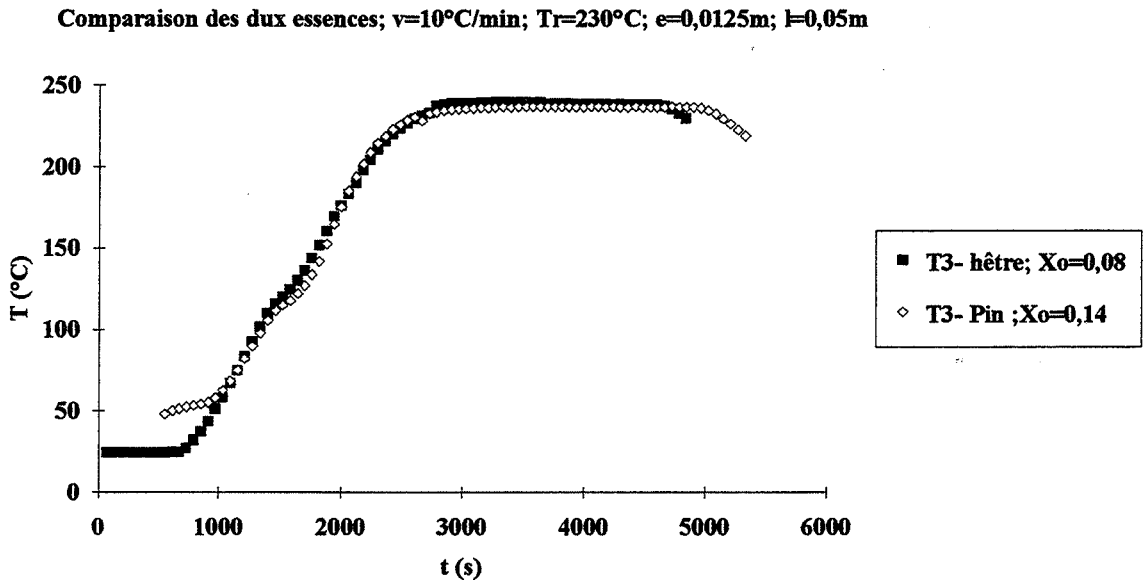


figure 20.1.a: courbes d'évolution de la **température T3**

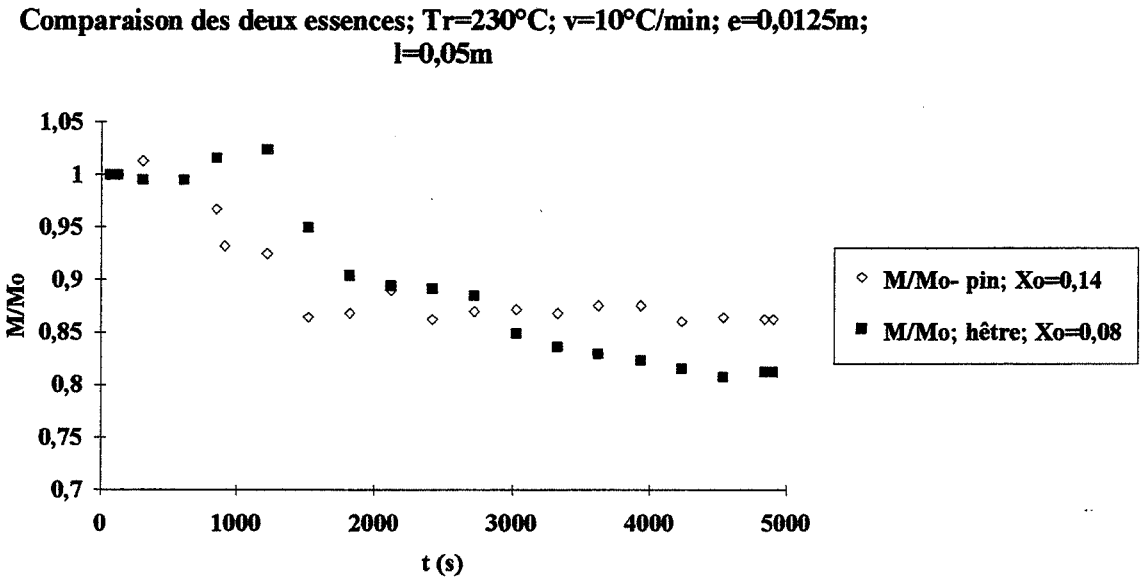


figure 20.1.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

figures 20.1.: traitement à 230°C pour une épaisseur de 1,25 cm et une vitesse de montée en température v=10° C/min.

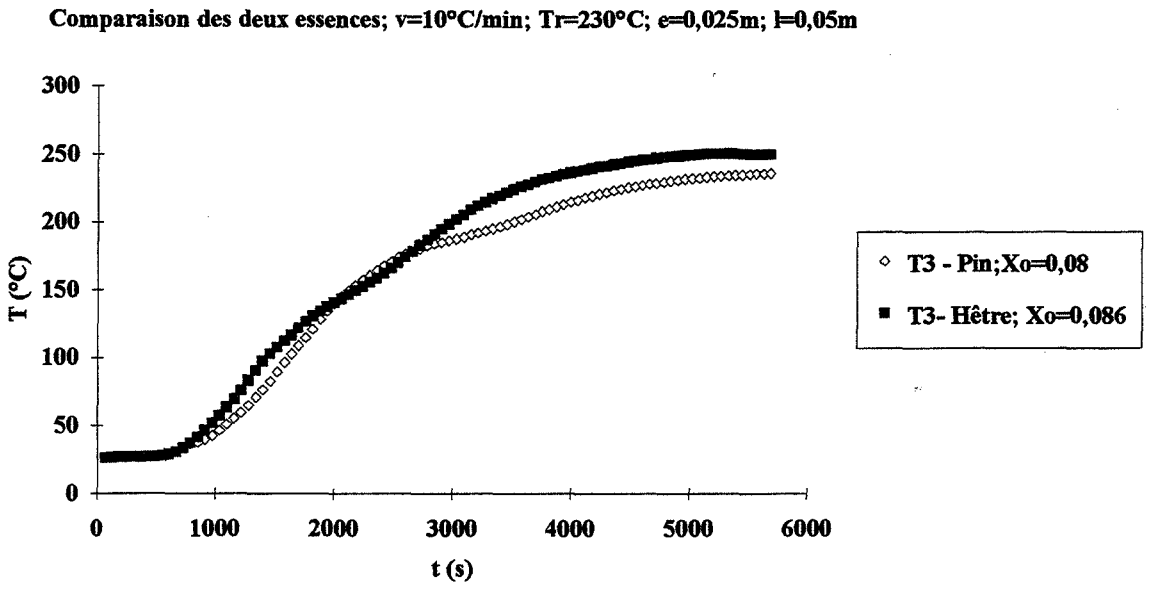


figure 20.2.a: courbes d'évolution de la température T3

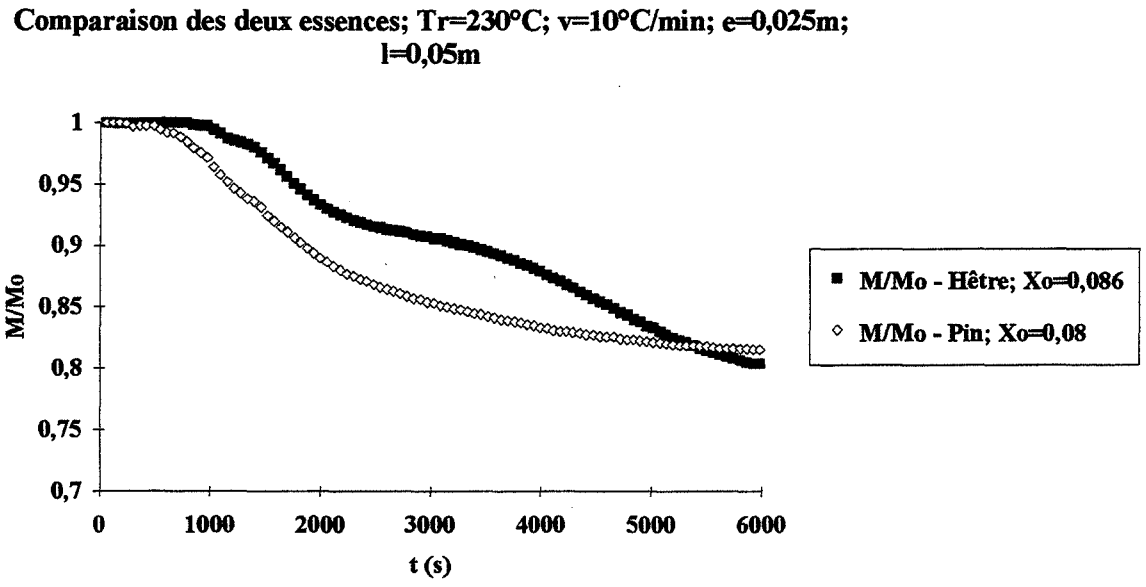


figure 20.2.b: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

figures 20.2: traitement à 230°C pour une épaisseur de 2,5 cm et une vitesse v=10° C/min.

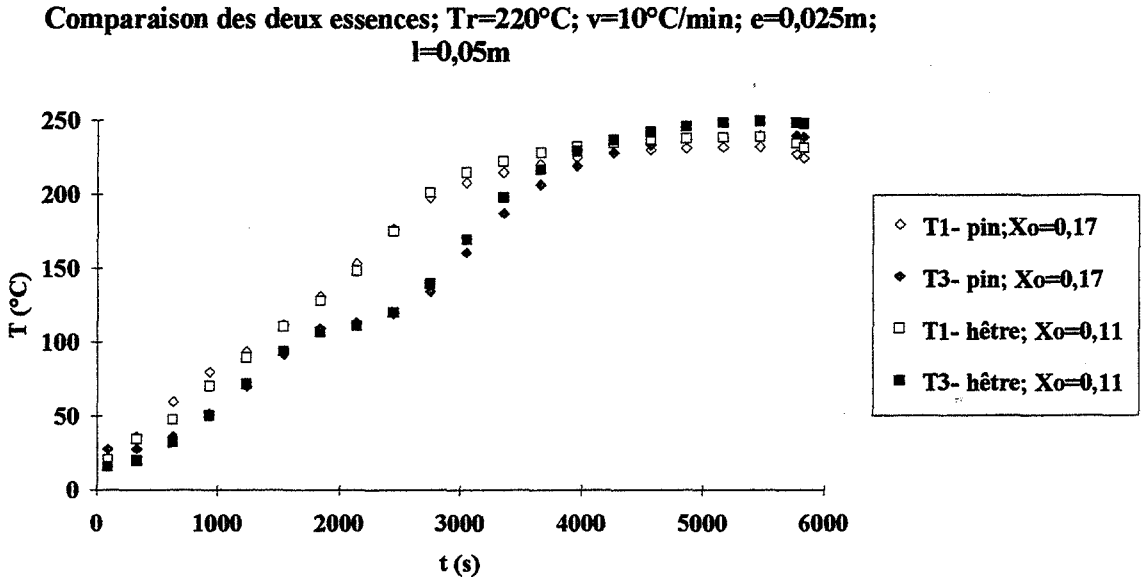


figure 20.3.a: courbes d'évolution des **températures T1 et T3**

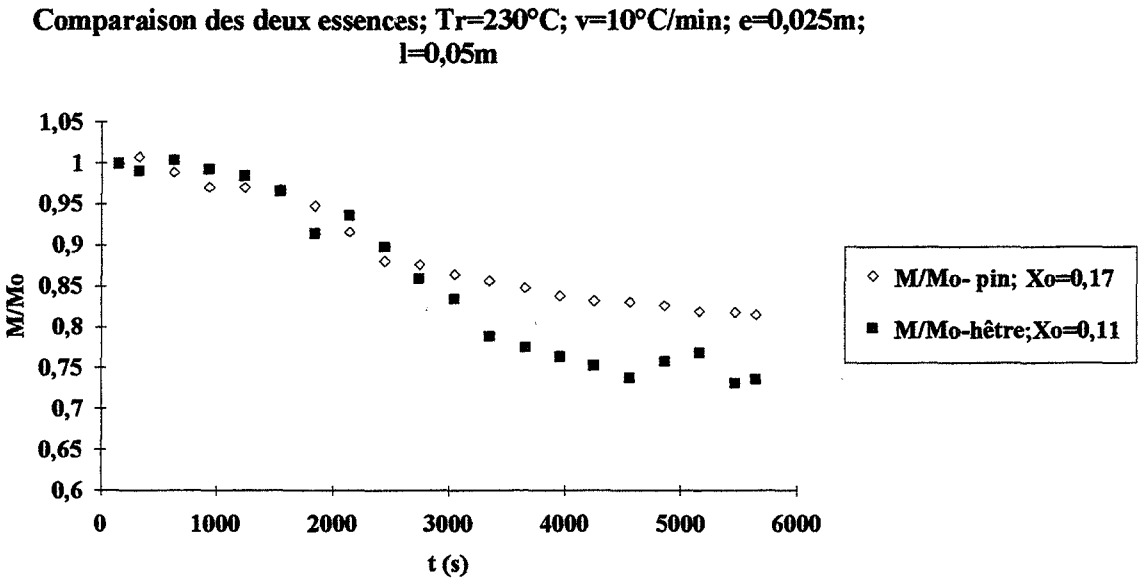


figure 20.3.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

figures 20.3: traitement à 230°C pour une épaisseur de 2,5 cm mais avec une vitesse v=5 °C/min.

E-III- CONCLUSION:

Les matériels et les échantillons utilisés ont permis de mettre en évidence les influences de chaque paramètre de traitement (température, durée de traitement, vitesse de montée en température, étapes intermédiaires de traitement, taux d'humidité initial de l'échantillon, son épaisseur et son essence) sur les évolutions de la température du bois, de sa pression interne et de la cinétique globale de perte de masse.
Ces paramètres influent directement sur l'homogénèité du traitement, la cinétique de séchage (première phase) et la cinétique globale des réactions de rétification (deuxième phase).
Ces résultats nous ont conduit à coupler le système précédent avec le spectromètre IRTF afin de suivre les cinétiques d'émission des gaz par le bois au cours du traitement.

F-ANALYSE DES GAZ: COUPLAGE FOUR/IRTF:

F-I- Matériel et Méthodes:

Un gaz est constitué de molécules électriquement neutres. L'IRTF est adapté pour la détermination de la densité optique ou de l'absorbance d'un composé gazeux.

Pour étudier les cinétiques d'émission de gaz au cours de la rétification du bois massif, nous avons couplé le système précédent avec un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF). Le réacteur est relié avec le spectromètre en utilisant un capillaire (1,5 m) en inox qui est chauffé en permanence à 160°C à l'aide d'un cordon chauffant pour minimiser la condensation des gaz à analyser. Les gaz sont aspirés à la sortie du spectromètre par une pompe à débit constant (10 l / min) et rejetés directement à l'extérieur (figure 21.a). Cette aspiration est compensée par l'alimentation en continu en Azote (N_2). Le temps de séjour moyen dans le réacteur est de l'ordre de 1 minute.

Les spectres sont enregistrés en continu puis analysés sur un autre micro-ordinateur P.C. équipé d'un logiciel spécifique.

Les échantillons que nous avons étudiés sont identiques à ceux qui sont utilisés pour l'étude des influences des paramètres. Nous avons travaillé également avec du hêtre et du pin sec.

L'atmosphère gazeuse du réacteur est brassée en continu par le ventilateur . Ce qui permet de l'homogénéiser. Et c'est la température élevée du réacteur qui empêche la condensation des gaz qui sont à analyser.

La cellule d'analyse du spectromètre est chauffée à une température constante de 150°C. La durée d'acquisition des spectres est limitée à une valeur maximale de 90 min. en fonction des paramètres de l'IRTF que nous avons choisis (detector: extern; simple bean; scan speed selective: 5 kHz; delay: 3s; Low pass filter: 1,12 kHz; collective sensivity:2; number of scans:20; collection time: 90 min).

Le gaz constitué par les composés émis par l'échantillon constitue un mélange de gaz parfait: les interactions moléculaires sont négligeables.

Le niveau fondamental E_0 et le niveau excité E_1 d'une liaison interatomiques se repartissent en plusieurs niveaux rotationnels qui sont eux-mêmes constitués de plusieurs niveaux vibrationnels (figure 2.1.b). L'absorption partielle du rayonnement Infra-Rouge (longueur d'onde λ comprise entre 2,5 µm et 25 µm ou nombre d'onde ν compris entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1}) est due à un phénomène d'interaction entre la lumière et la matière et correspond à des changements énergetiques affectant les états de rotation et de vibration des liaisons entre les atomes d'une molécule. Cette absorption entraîne le passage de l'état d'énergie de la molécule E_1 à un niveau supérieur E_2 selon la formule

$$E_2 - E_1 = h \cdot f = h \cdot \frac{c}{\lambda}$$

où

f est la frequence du rayonnement IR

λ la longueur d'onde

h la constante de Planck

c la vitesse de la lumière.

On distingue deux types de vibration des liaisons entre les atomes: les vibrations de valence (ou d'élongation) et les vibrations de déformation. L'absorption du rayonnement IR est due à ces vibrations qui entraînent un changement de la polarité des molécules. C'est la raison pour laquelle la vibration de valence symétrique ne change pas la polarité de la molécule concernée (l'azote qui est le gaz inerte utilisé par exemple).

Il existe deux types de spectromètre infra-rouge: le spectromètre dispersif et le spectromètre à Transformée de Fourier. Dans le cas d'un spectromètre dispersif, l'obtention d'un spectre nécessite plusieures minutes; en effet, le balayage des longueurs d'onde s'obtient par la rotation d'un monochromateur (prisme) qui sert à diviser le rayonnement transmis par l'échantillon en longeurs d'ondes élementaires. Quant au spectromètre à Transformée de Fourier (IRTF), il permet d'obtenir un spectre en quelques dixièmes de secondes; dans ce cas, le prisme est remplacé par l'interféromètre de Michelson qui est constitué d'une lame séparatrice, d'un miroir mobile et d'un miroir fixe. Le rayonnement incident est divisé par la lame séparatrice en deux faisceaux qui sont dirigés respectivement vers le miroir fixe et le miroir mobile. On appelle interférogramme les interférences des reflexions de ces deux faisceaux. C'est l'aller - retour du miroir mobile qui permet ainsi d'analyser simultanément toutes les longueures d'onde du rayonnement IR incident (figure 21.c et figure 21.d).

Le couplage du four avec le spectromètre IRTF est rendu possible grâce à cette rapidité de l'obtention d'un spectre.

Selon la loi de Beer -Lambert, la densité optique ou l'absorbance A d'un rayonnement par un échantillon et définie par la relation:

$$A = -\log T = -\log\frac{I}{I_o} = \varepsilon \cdot l \cdot c \quad \text{avec } I_o > I$$

où:

T : est la transmittance qui est égale au rapport de l'intensité transmise I à l'intensité incidente I_o ;

ε : le coefficient d'absorption molaire caractéristique de l'échantillon et dépend de la longeur d'onde à une température fixée;

l : l'épaisseur de l'échantillon dans la direction parallèle au rayonnement;

c : la concentration de l'échantillon.

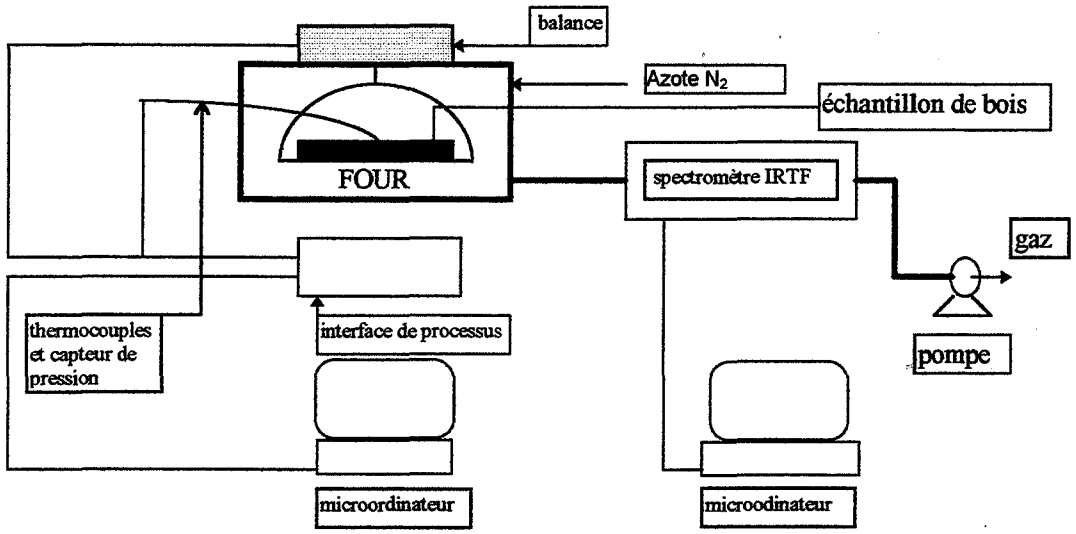


figure 21.a: schéma du procédé expérimental

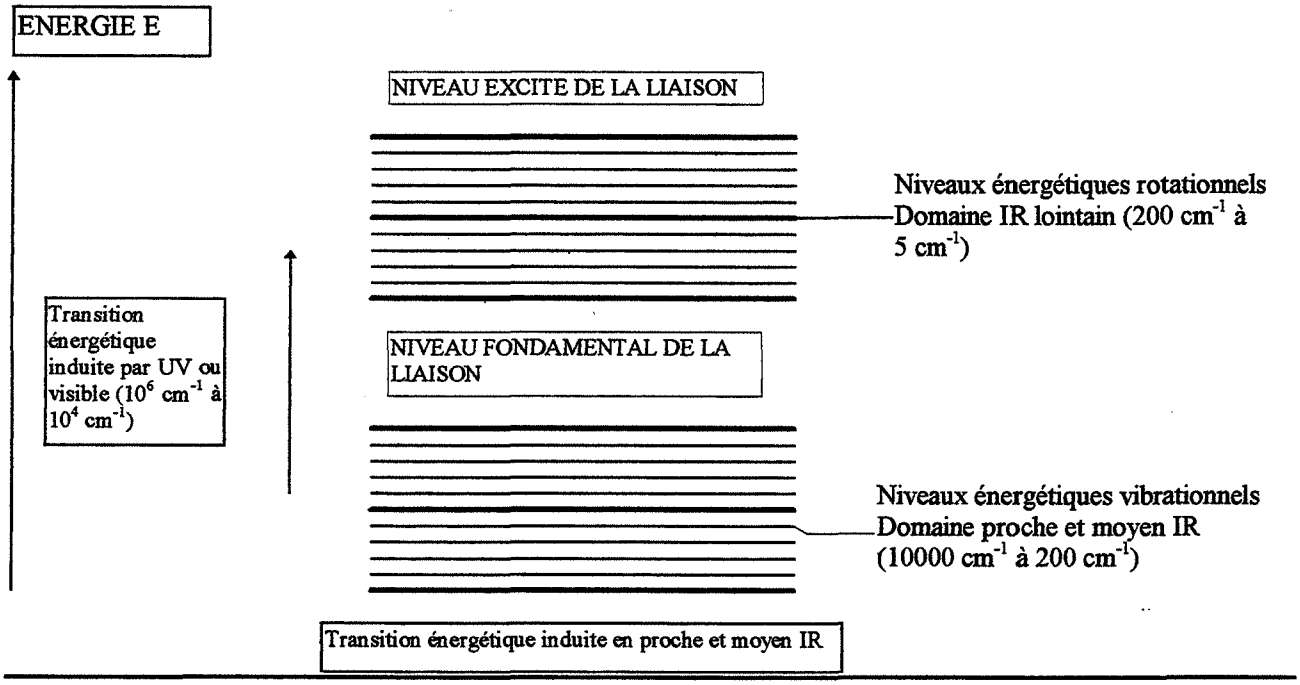


figure21.b: état d'énergie d'une liaison interatomique

Selon la loi de Boltzmann, le nombre de molécules qui se trouvent à un niveau d'énergie Ni varie avec la température:

$$\frac{N_i}{N_0} = e^{\frac{-\Delta E_i}{RT}}$$

où

No est le nombres de molécules qui se trouvent à l'état fondamental

T la température (K)

ΔEi: la variation d'énergie des molécules

L'absorption atomique nécessite beaucoup plus d'énergie (10^2 cal/mole) que l'absorption du rayonnement IR par la vibration des liaisons interatomiques (10 cal/mole). Ainsi une légère variation de la température ne doit pas entraîner une variation importante de Ni.

Ainsi nous admettons que l'influence de la température sur le coefficient d'absorption molaire ε est négligeable, la température de la cellule d'analyse étant fixée (150°C) et que ε dépend ainsi uniquement de de la longueur d'onde λ.

Au cours de l'analyse des gaz par le couplage four /IRTF, la température de la cellule d'analyse est constante, le débit de la pompe est constante, la vitesse du ventilateur est constante, les caractéristiques de la cellule d'analyse que traverse les gaz émis sont toujours les mêmes. Ainsi, au cours d'un traitement, dans des conditions bien déterminées (paramètres du procédé et paramètres de l'échantillon), l'absorbance d'un composé est directement proportionnelle à ε qui est fonction de la longeur d'onde λ et de sa concentration c qui varie en fonction du temps.

Ce couplage du réacteur avec l'IRTF permet alors de suivre en continu d'une part, les cinétiques des gaz émis au cours du traitement et d'autre part, la cinétique de perte de masse et les évolutions des températures de l'échantillon à traiter et du réacteur. (Rajohnson, Guyonnet, Guilhot, 1994)

L'objectif est de suivre en continu les cinétiques d'absorbance de chaque composé. Un essai sans bois (avec l'air et l'azote) a été effectué avant chaque traitement avec du bois pour faire le "blanc" (background) qui permet de ne pas tenir compte des absorbances des composés contenus initialement dans l'atmosphère du réacteur (CO, CO_2, H_2O) et qui ne sont pas émis par le bois au cours du traitement. Ce "background" correspond au premier point du chromatogramme.

Au cours du traitement, l'absorbance d'un composé dépend non seulement du nombre d'onde (ou de la longueur d'onde) du spectre IR qui traverse le gaz mais également du temps:

$$I = f(t,\nu)$$

A chaque instant d'acquisition, chaque composé est caractérisé par son spectre qui présente plusieurs pics d'absorption en fonction de la longueur d'onde. C'est pourquoi, pour suivre l'évolution de l'absorbance d'un composé en fonction du temps, nous avons choisi une plage de longueur d'onde caractéristique de ce composé volatil.

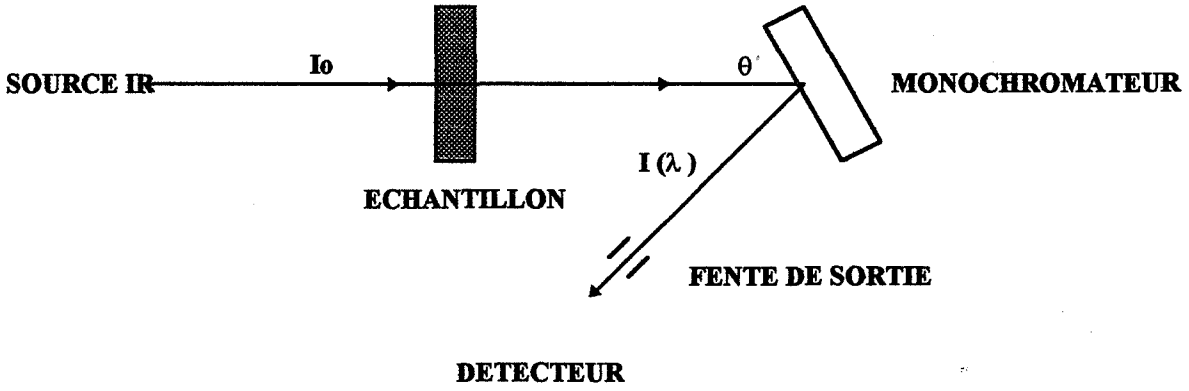


figure 21.c: schéma d'un spectromètre IR dispersif

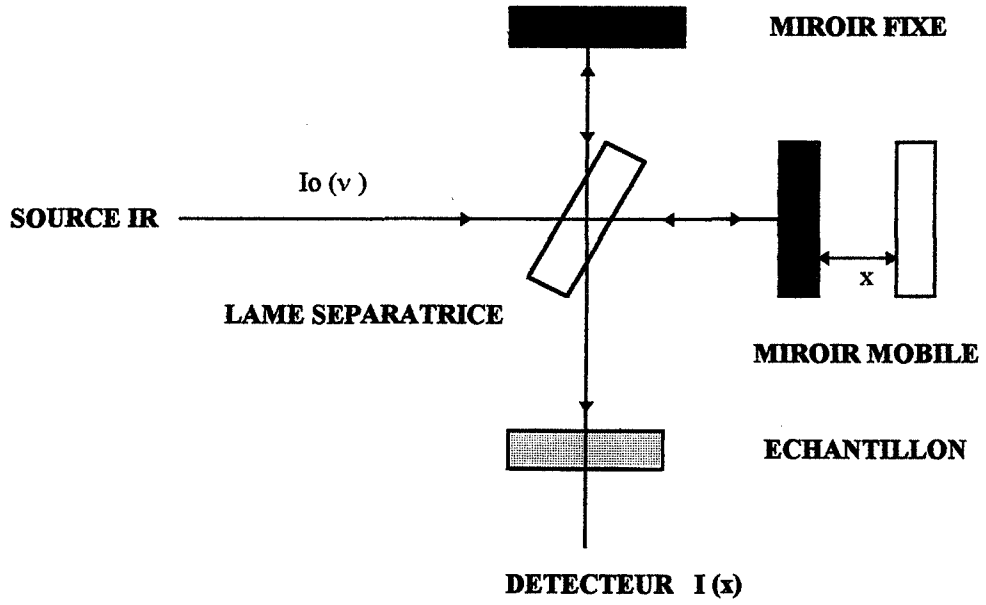


figure 21.d: schéma d'un spectromètre IR à Transformée de Fourier

Le spectre obtenu en un point de la courbe d'évolution de Sd correspond à l'interférence des spectres de tous les composés détectés par le spectromètre.

L'interprétation d'un spectre dépend de la position des bandes d'absorption, de leurs intensités relatives et de leurs formes. La position d'une bande d'absorption dépend de la force de liaison, de la nature des atomes constituants la liaison; elle est ainsi influencée par l'électronégativité des atomes voisins, des conjugaisons et des liaisons hydrogènes inter ou intra-moléculaires.

Le spectre infrarouge I(ν) est obtenu après application de la transformée de Fourier sur l'interférogramme I(x) (chaque point de la courbe d'évolution de Sd) par le logiciel spécifique de Biorad qui supervise le spectromètre.

En fait, pour être plus précis, nous avons calculé à la fois la hauteur maximale et l'aire du pic dans une plage de longueur d'onde caractéristique de chaque composé en utilisant le logiciel Grams. Ce logiciel dispose de plusieures méthodes de calculs pour le traitement des spectres. Nous avons choisi dans notre cas d'utiliser la méthode de Transformée de Fourier qui nous a permis d'effectuer des opérations telles que: l'ajustement des lignes des bases des spectres, le lissage des spectres pour éliminer les bruits de fond et surtout les calculs de l'aire et de la hauteur des bandes caractéristiques de chaque composé que nous avons choisies.

Pour obtenir l'évolution de l'absorbance d'un composé, nous avons calculé les valeurs d'absorbance de chaque pic caractéristique de ce composé et l'aire sous la bande caractéristique de chaque composé en fonction du temps (à une longueur d'onde bien déterminée pour chaque composé). C'est ainsi que nous avons pu tracé les courbes d'evolution de l'absorbance du CO, du CO_2, de l'acide acétique et de l'eau distillé pour le hêtre et les cinétiques d'absorbance du CO, du CO_2, de l'acide acétique, de l'eau distillé et des dérivées de l'extractible qui sont des composés très riches en liaisons alcèniques (2- octène, 2-hexène, 2-butène-2 méthyl, 2-pentène) et qui sont présents dans les acides gras, les terpènes et les terpènoides des extractibles du pin.

(Remarque: nombre d'onde ν (cm^{-1}) * longueur d'onde λ (μm) = 10000)

Les bandes de longeurs d'onde (ou de nombre d'onde) que nous avons choisies pour le suivi de la cinétique d'absorbance de chaque composé sont données par le tableau suivant:

composé	**type de liaison**	**ν pour la hauteur**	**[ν_2,ν_1] pour l'aire**
CO_2	C = O	2370 cm^{-1}	2450-2230 cm^{-1}
CO	C ≡ O	2200 cm^{-1}	2230-2010 cm^{-1}
CH_3COOH	C-OH	1175 cm^{-1}	1300-950 cm^{-1}
H_2O	O-H	1500 cm^{-1}	1588-1300 cm^{-1}
Dérivées des extractibles	C-H		3056-2780 cm^{-1}

La hauteur d'un pic correspond à l'absorbance du composé à une longueur d'onde donnée . L'aire du pic dans une plage de longueur d'onde [λ1,λ2] correspond au produit de l'absorbance moyenne Am du composé dans cette domaine de longueur d'onde où (λ2-λ1) qui est constante pour chaque composé.

$$Am \cdot (\lambda_2 - \lambda_1) = \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} A(\lambda) \cdot d\lambda$$

A(λ) étant l'absorbance à la longueur d'onde λ.

Cette aire peut s'exprimer également de la façon suivante en fonction du nombre d'onde:

$$Am \cdot (\nu_2 - \nu_1) = \int_{\nu_1}^{\nu_2} A(\nu) \cdot d\nu$$

A(ν) étant l'absorbance à la nombre d'onde ν.

Nous utilisons la notation Am.Di - x sur les résultats expérimentaux pour exprimer l'aire $Am.(\lambda_2 - \lambda_1) = Am.(\nu_2 - \nu_1)$ du composé x.

La dispersion du temps de séjour DTS de chaque composé dans le réacteur est très faible, le réacteur est parfaitement agité par le ventilateur et il n'y a pas de volume mort. Ainsi cette DTS n'a pas d'effet sur l'évolution des concentrations des gaz qui traversent le spectromètre IRTF.

L'atmosphère du réacteur est inerte (alimentation continu en N_2, abscence de O_2), elle ne réagit ni avec l'échantillon traité ni avec les composés émis au cours du traitement de rétification (200 à 250°C). De plus, ces composés sont stables dans cette domaine de température.

F-II- Les résultats expérimentaux:

Les gaz analysés sont les gaz générés au cours du traitement. Ce sont les produits de dégradation des constituants du bois (hémicelluloses, lignine, extractibles, cellulose). Nous avons vu d'après la loi de Beer-Lambert que si tous les paramètres sont fixés (temérature de la cellule d'analyse, débit de la pompe, masse et dimension de l'échantillon de bois, vitesse de rotation du ventilateur), alors l'absorbance d'un composé gazeux est directement proportionnelle à sa concentration.

$$A = -\log T = -\log \frac{I}{I_o} = \varepsilon \cdot l \cdot c$$

où:

T : est la transmittance qui est égale au rapport de l'intensité transmise I à l'intensité incidente I_o ;

ε : le coefficient d'absorption molaire qui est caractéristique de chaque composé gazeux (molécule) et dépend de la longeur d'onde;

l : l'épaisseur de la cellule d'analyse des gaz dans la direction parallèle au rayonnement;

c : la concentration de chaque composé gazeux.

Ainsi, l'évolution de l'absorbance d'un composé en fonction du temps est équivalente à l'évolution de sa concentration. Pour le hêtre, les gaz détectés au cours de l'analyse sont: le dioxyde de carbone, le monoxyde de carbone, l'acide acétique et l'eau.

Pour le pin, les gaz détectés sont: les produits dérivés des extractibles, le dioxyde de carbone, le monoxyde de carbone, l'acide acétique et l'eau. Le spectromètre ne détecte pas les gaz dont les concentrations sont très faibles, à cause de la dilution dans le réacteur. Les spectres caractéristiques des différents composés émis dans la phase gazeuse sont montrés par les figures 22.

Ces composés émis ne subissent pas de modification dans le réacteur et il ne peut pas y avoir de réactions entre eux dans le domaine de température de rétification sous atmosphère inerte. Ainsi ils ne peuvent provenir que du bois au cours du traitement thermique.

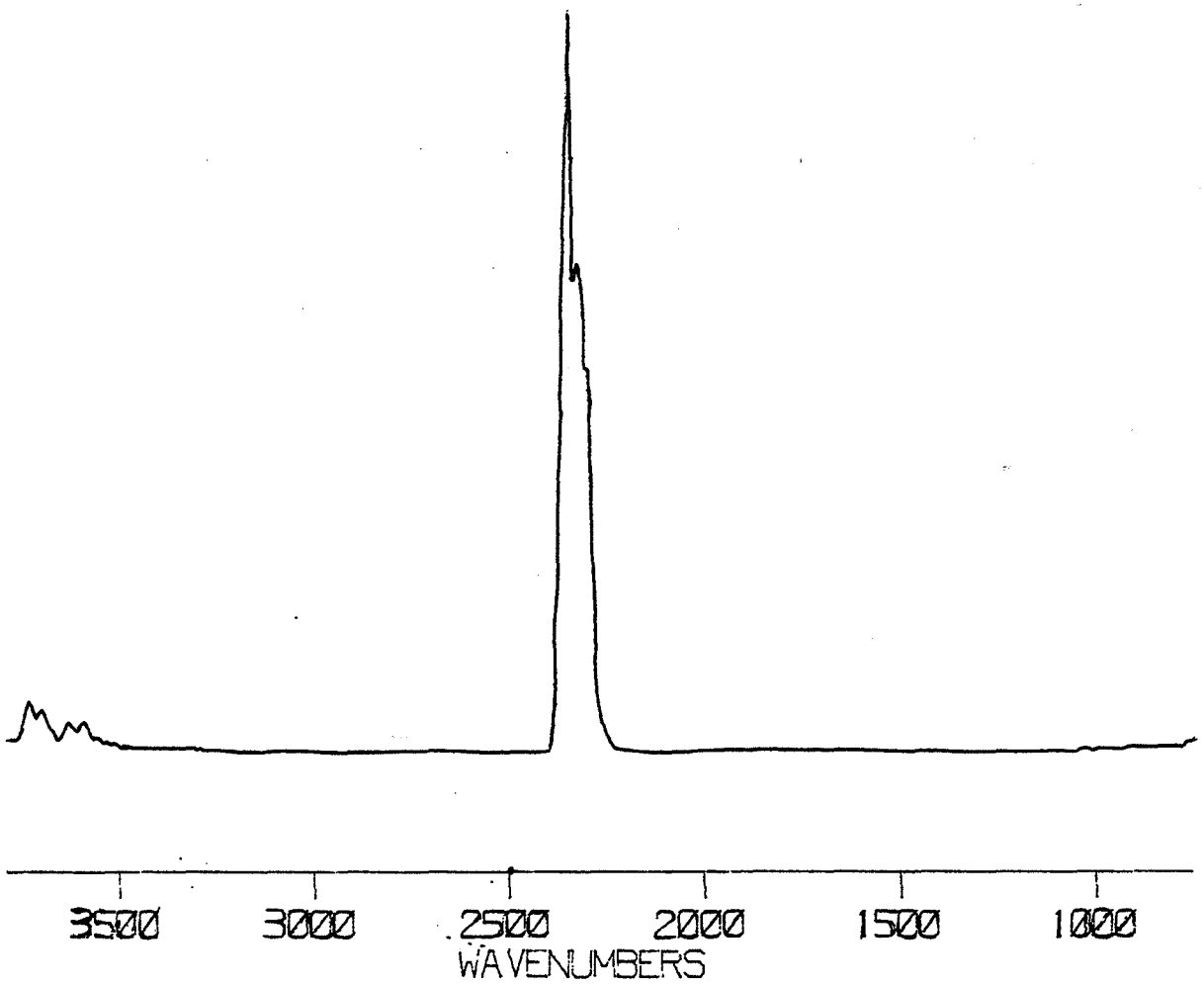


figure 22.1: spectre entier du dioxyde de carbone

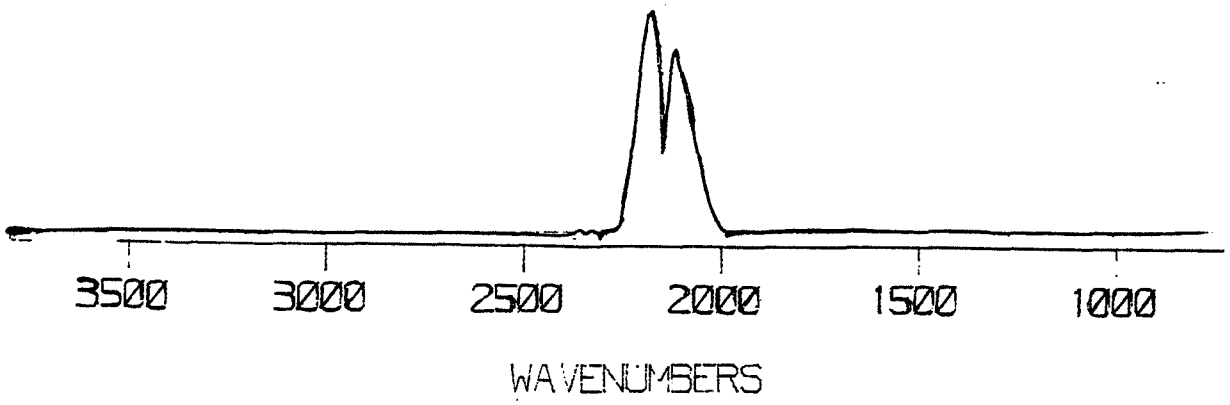


figure 22.2: spectre entier du monoxyde de carbone

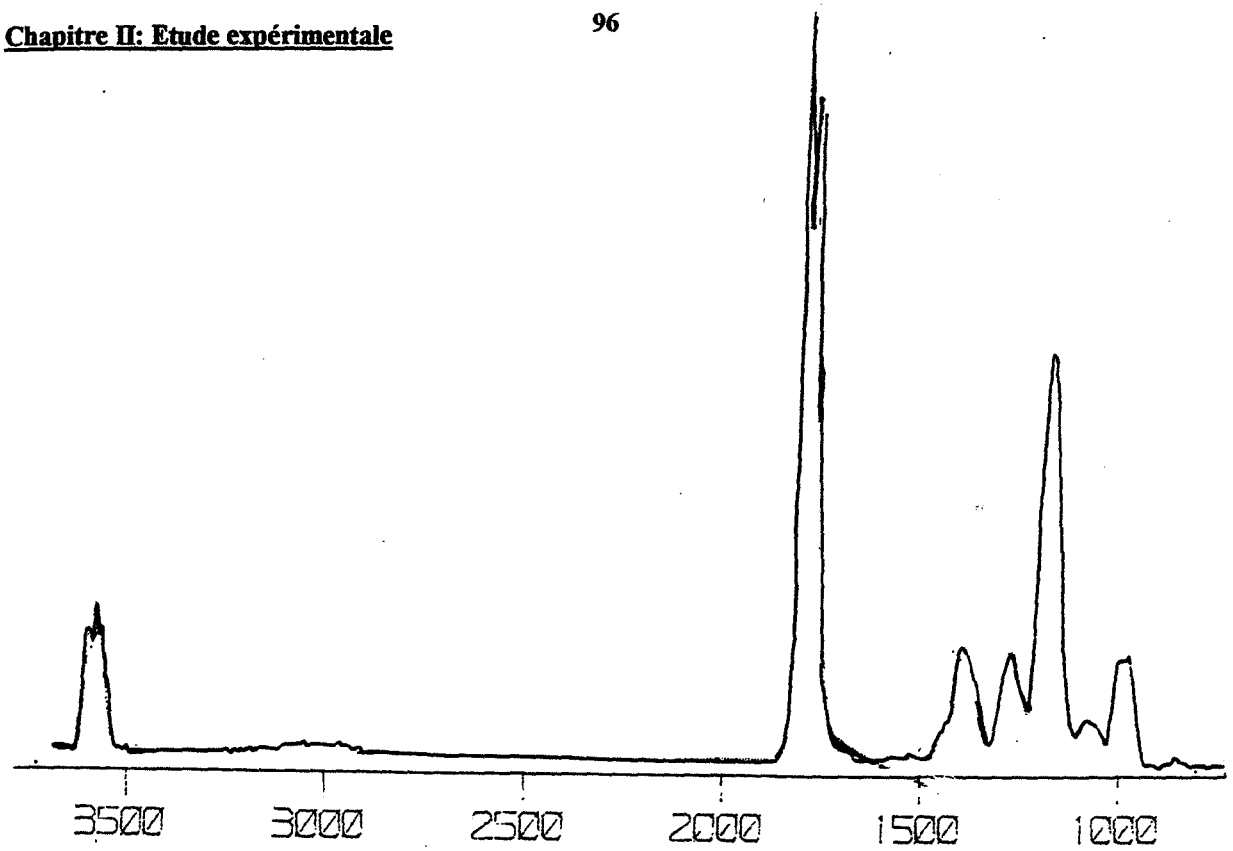


figure 22.3: spectre entier de l'acide acétique

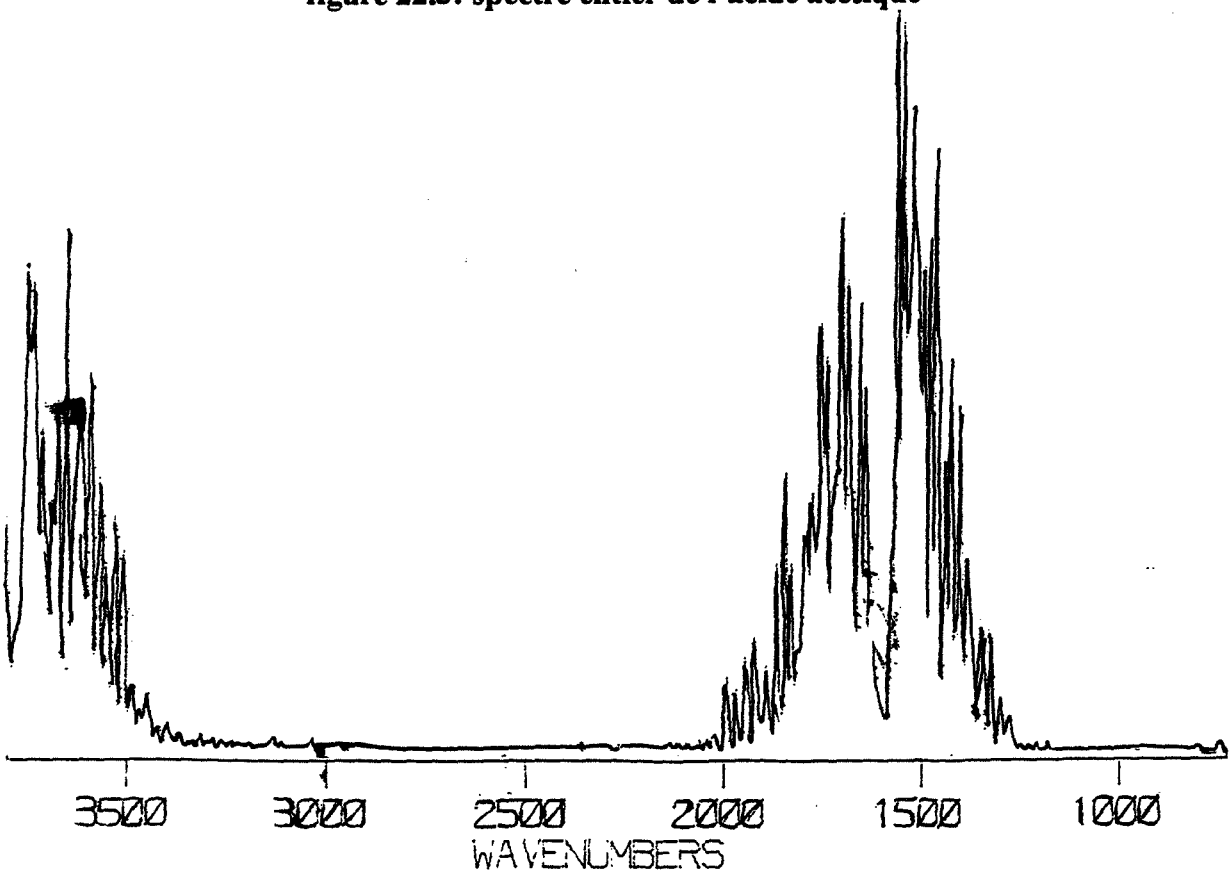


figure 22.4: spectre entier de l'eau distillé

F-II-1- L'évolution du signal du détecteur du spectromètre IRTF Sd :

Le détecteur du spectromètre IRTF (figure 21.d) transforme l'énergie lumineuse transmise en énergie électrique . Ce signal détecté évolue par le spectromètre en fonction du temps. Chaque point de cette courbe d'évolution correspond à l'interférogramme au moment de l'enregistrement du mélange des composés detectés par le spectromètre IRTF. C'est l'interférogramme I(x) qui, grâce à la Transformée de Fourier en un spectre I(λ).

On constate que la vitesse de perte de masse et la courbe d'évolution de Sd ont les mêmes formes: un premier maximum pendant la phase de séchage et un deuxième maximum pendant la phase de rétification. Ce qui montre une bonne corrélation entre la cinétique de perte de masse et la cinétique des gaz aussi bien pour le pin que pour le hêtre (figures 23).

F-II-2- les cinétiques d'émission de gaz par le hêtre:

Les évolutions des spectres entiers des composés émis lors du traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse de 16°C/min , de la perte masse de et de la température de l'échantillon en fonction du temps sont montrés par les figures 24. Le départ des gaz correspond à l'évolution de la perte de masse.

Puis, les composés émis sont montrés dans leurs bandes caractéristiques (figures 25):

- spectre du CO et du CO_2
- spectre de H_2O
- spectre de CH_3COOH
- spectre du CO
- spectre du CO_2

Dans le cas du hêtre (feuillu), le premier maximum (au bout de 15 min) du courbe d'évolution de Sd ou de la vitesse de perte de masse correspond au maximum de l'eau: c'est la phase de séchage. La position de ce maximum dépend du taux d'humidité initial (figures 26.1; Annexes 8.1 à 8.8).

Le deuxième maximum correspond aux maximums de CO, de CO_2 et de CH_3COOH: c'est la phase de rétification (30 min. après le passage à la phase anhydre autour de 180°C).

Le minimum du courbe d'évolution de Sd qui se situe entre les deux maximums correspond au passage à l'état anhydre. Les dégradations des constituants du hêtre commencent à être importantes après le passage à l'état anhydre et aux alentours de 180°C d'après la cinétique de perte de masse et l'évolution de la température au centre du bois.

Les gaz émis pendant la deuxième phase correspondent aux réactions de décarboxylation, de décarbonylation, de déshydratation et de coupures des chaînes d'hémicelluloses.

Influence de la temperature - Courbes d'évolution de Sd; v=16°C/min; e=0,025m; l=0,05m; hêtre

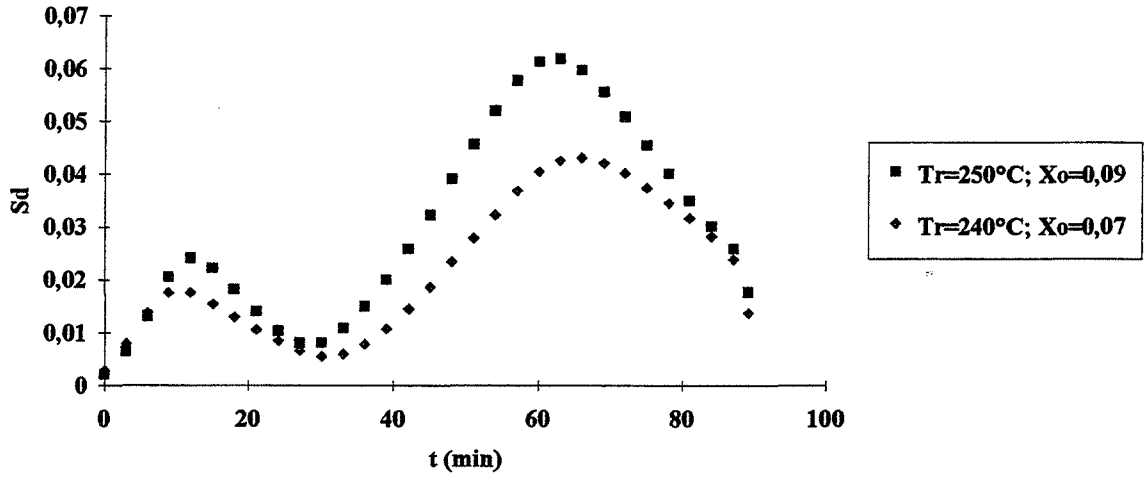


figure 23.1

Influences de la temperature - Courbes d'évolution de Sd; v=10°C/min; e=0,0125m; l=0,05m; hêtre

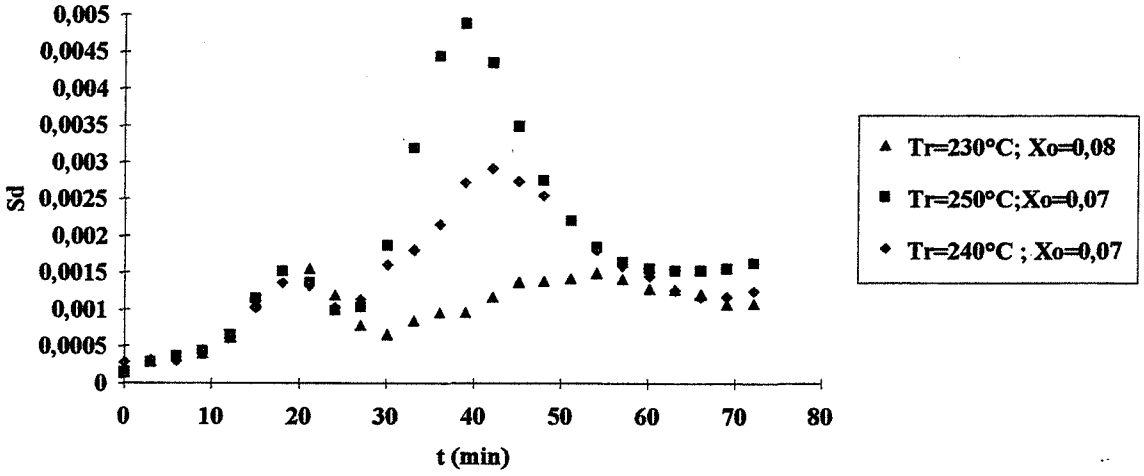


figure 23.2

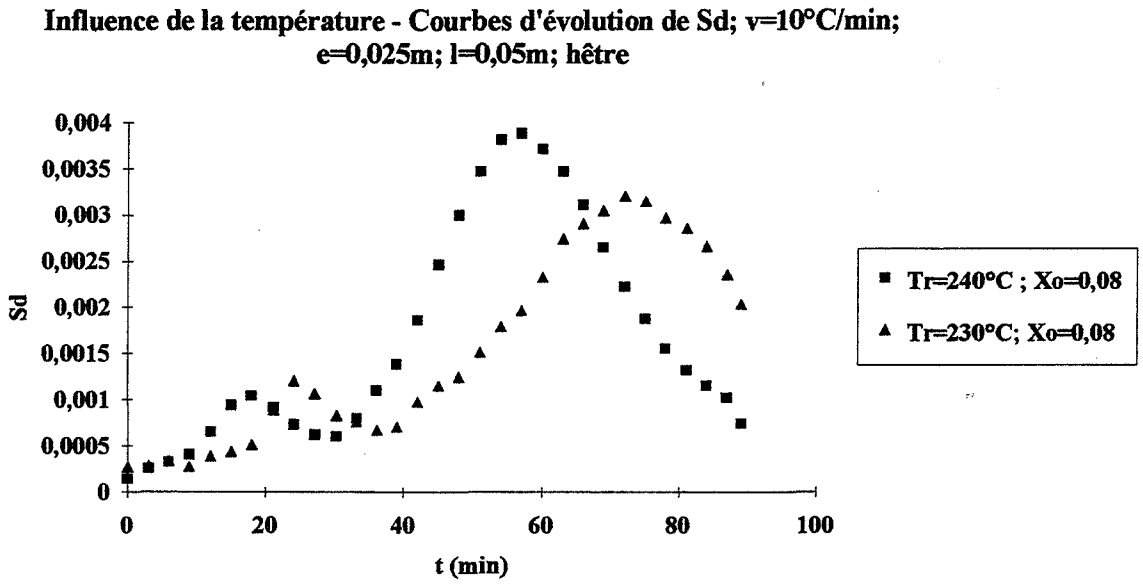


figure 23.3

figures 23: Courbes d'évolution du signal du détecteur Sd

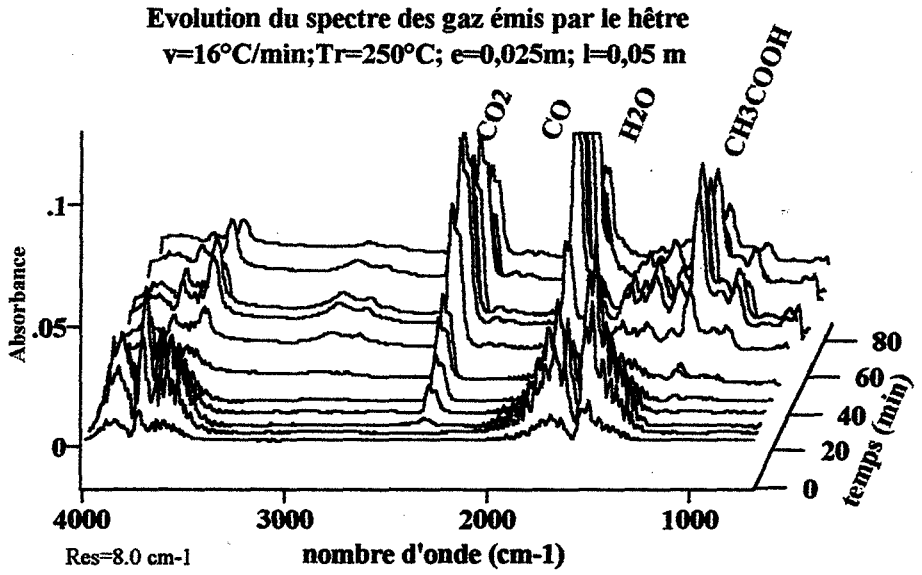


figure 24.1: évolution des spectres entiers des composés émis par le hêtre en fonction du temps

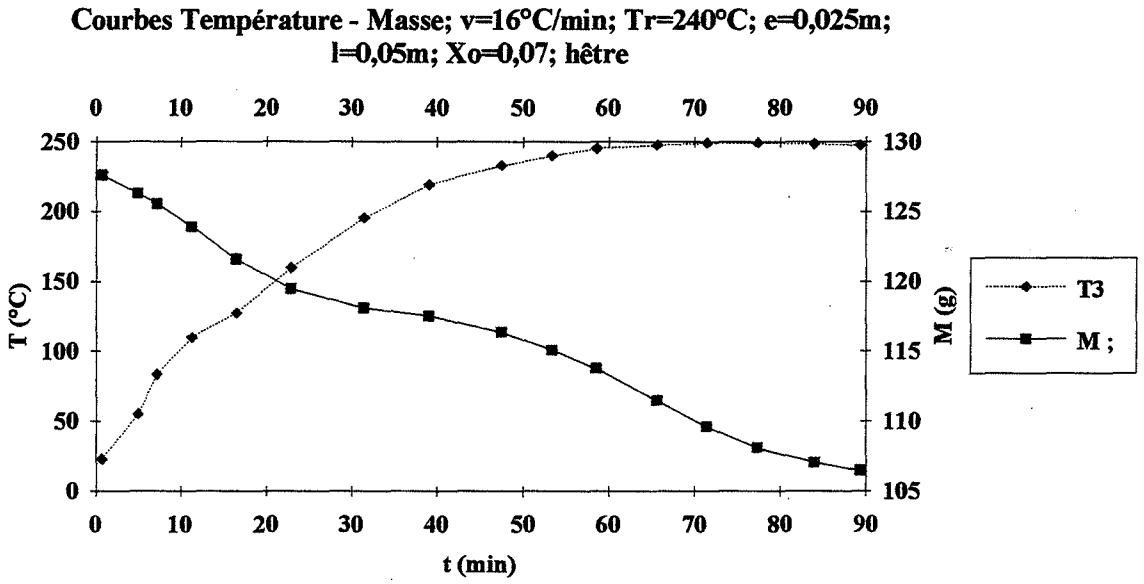


figure 24.2: évolutions de la température et de la perte de masse de l'échantillon (hêtre) en fonction du temps

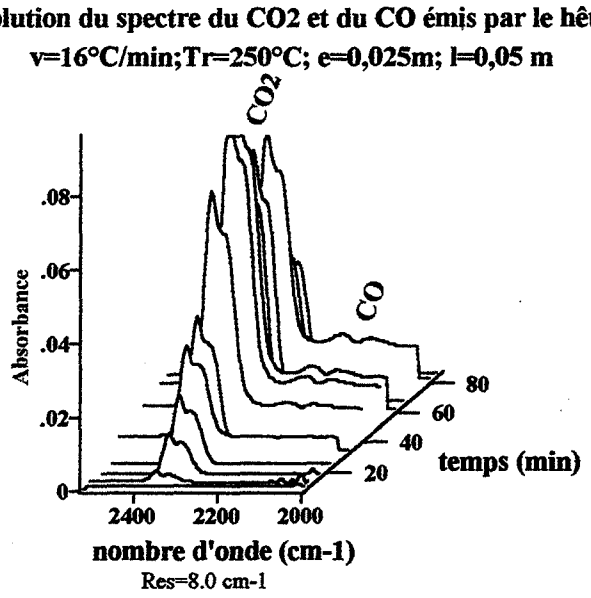
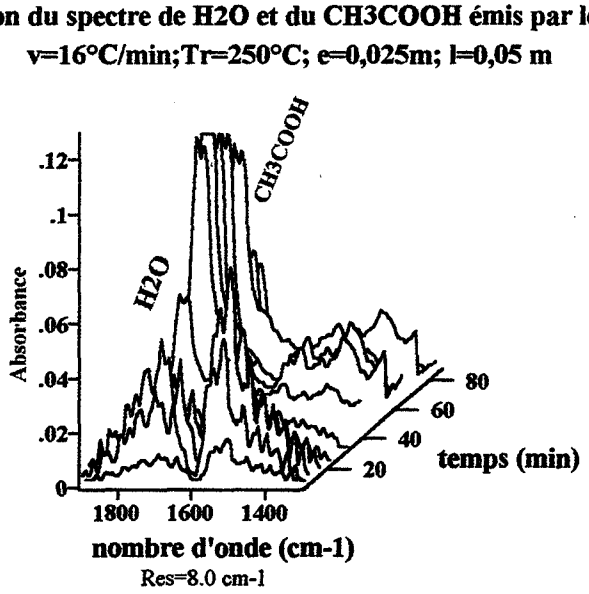


figure 25.1: évolution du spectre dans les bandes caractéristiques du CO et du CO 2 en fonction du temps



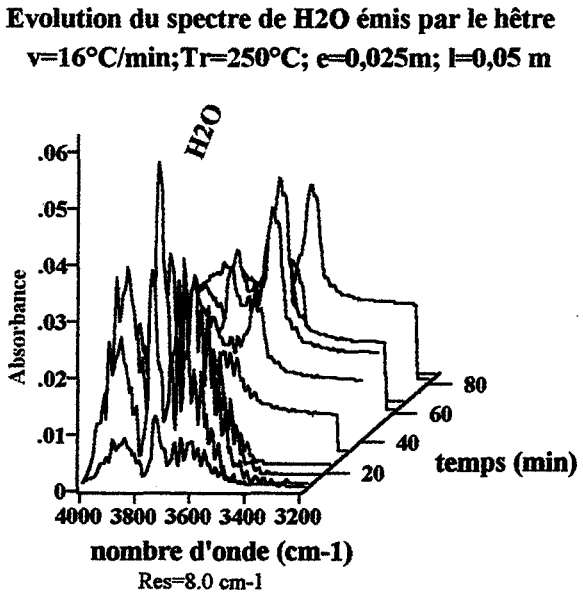


figure 25.2: évolution du spectre dans les bandes caractéristiques de l'eau en fonction du temps

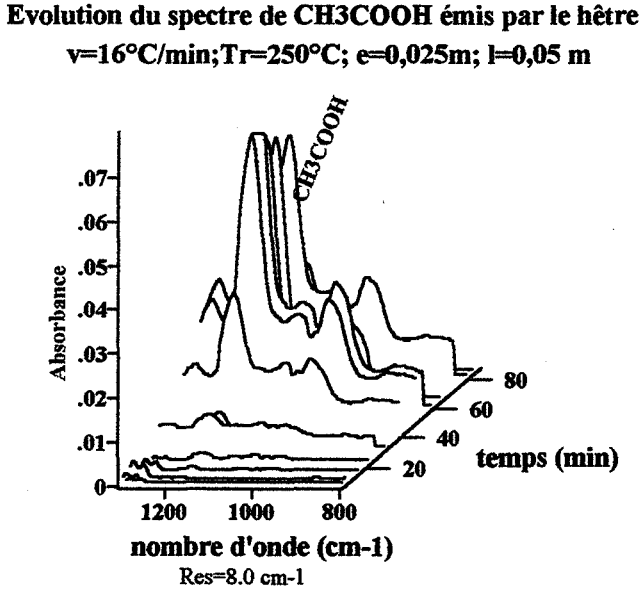


figure 25.3: évolution du spectre dans les bandes caractéristiques de l'acide acétique en fonction du temps

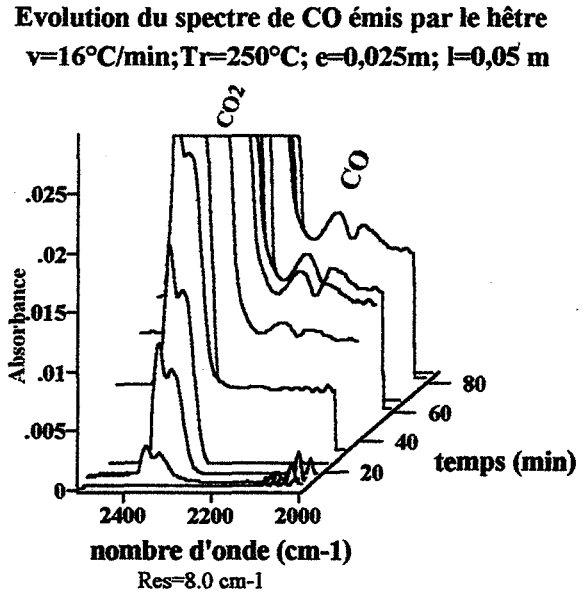


figure 25.4: évolution du spectre dans les bandes caractéristiques du monoxyde de carbone en fonction du temps

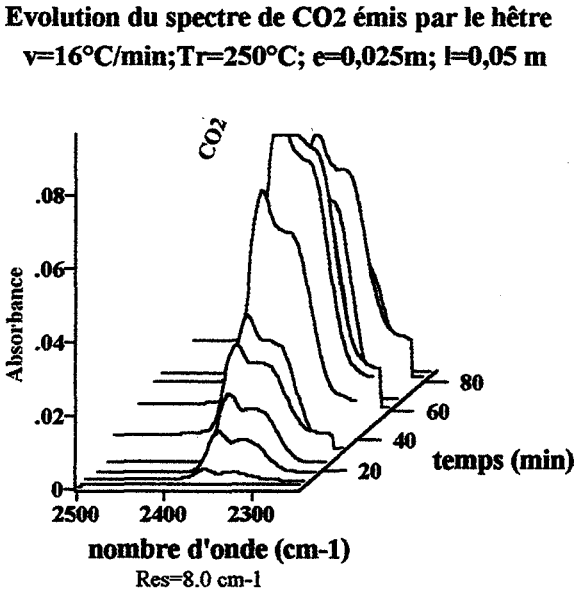


figure 25.5: évolution du spectre dans les bandes caractéristiques du dioxyde de carbone en fonction du temps

figure 25: évolution des spectres dans les bandes caractéristiques des gaz émis par le hêtre

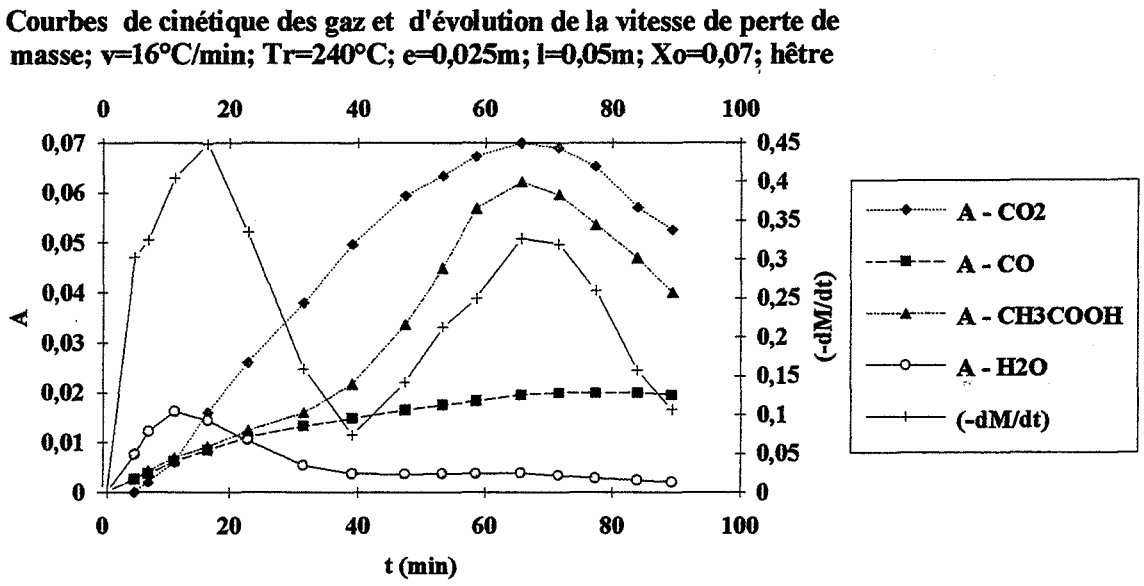


figure 26.1.a: courbe d'évolution de la vitesse de perte de masse *et d'évolution de l'*absorbance *de chaque composé émis calculée avec la* hauteur *des pics*

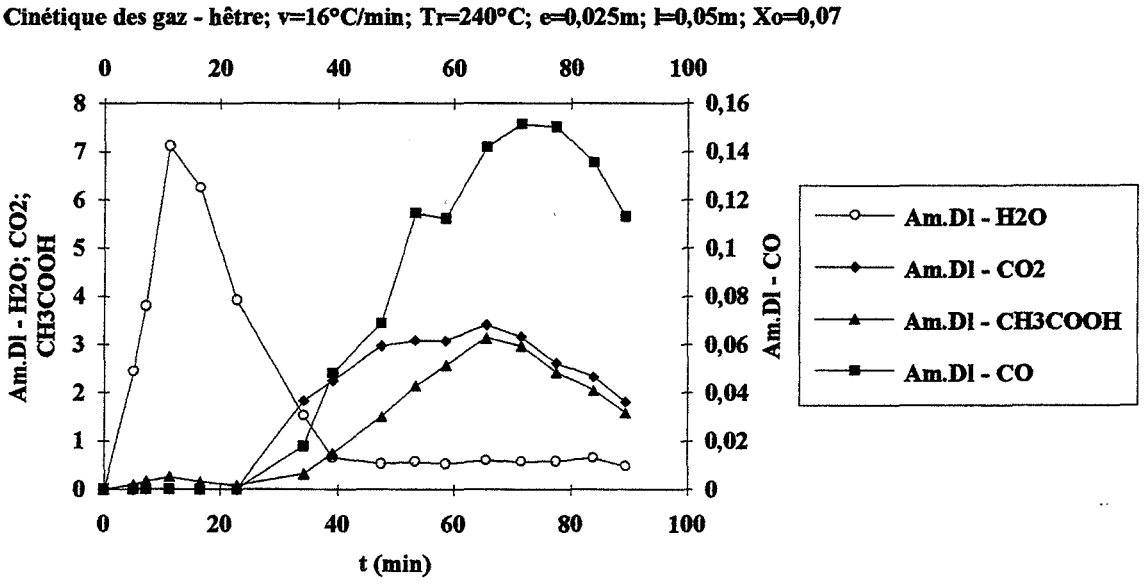


*figure 26.1.b: courbes d'évolution de l'*absorbance *Am de chaque composé émis calculés avec l'*aire *des pics*

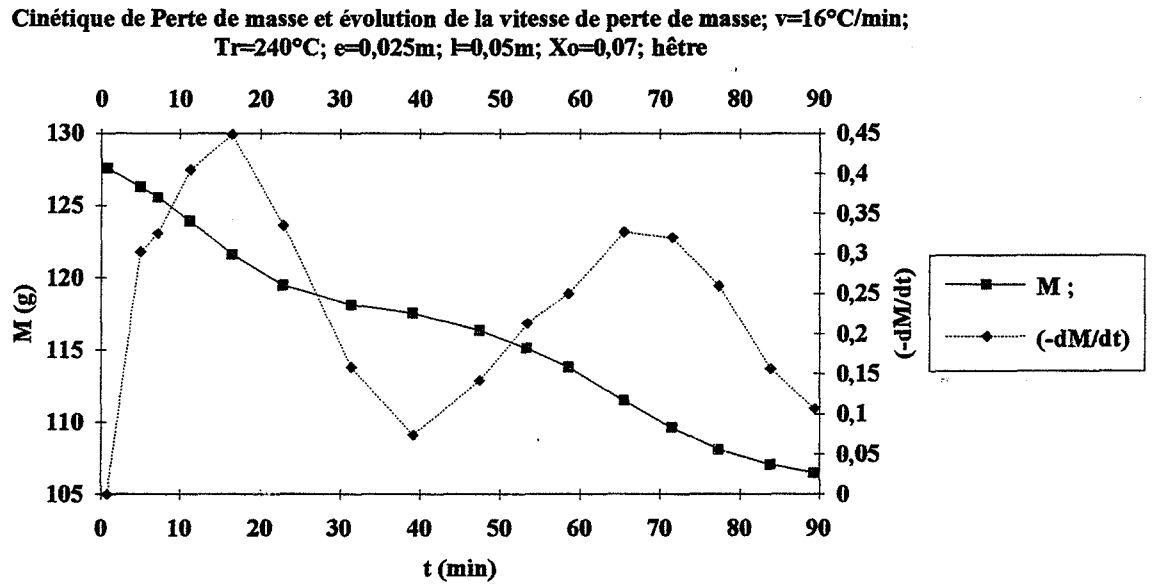


figure 26.1.c: cinétique de perte de masse *et courbe d'évolution de la* vitesse de perte de masse

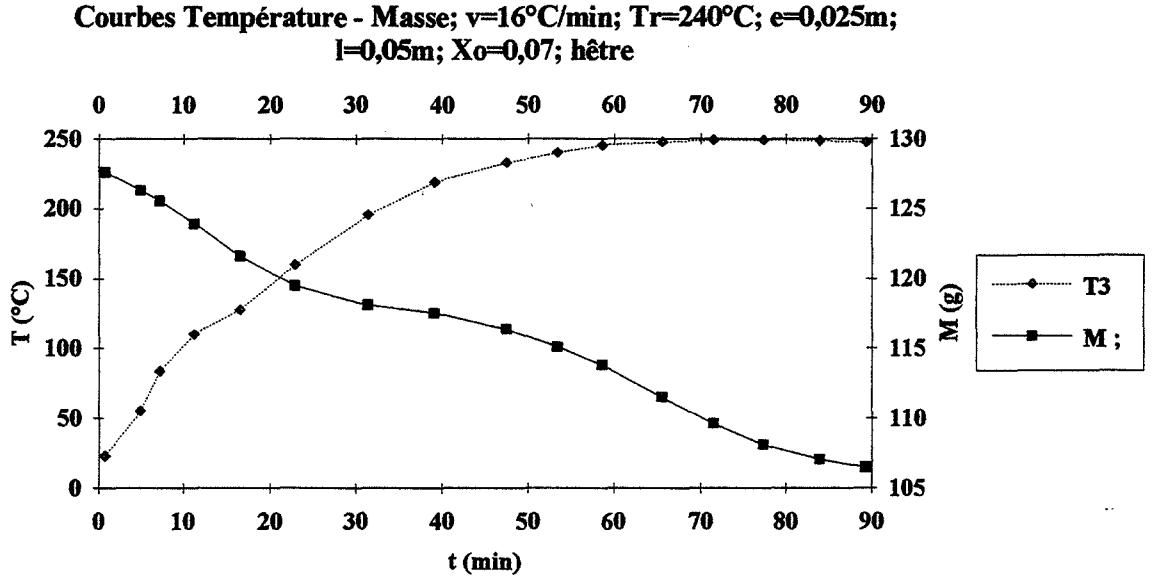


figure 26.1.d: cinétique de perte de masse *et courbes d'évolution de la* température T3

figures 26.1: traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse v de 16°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

F-II-3- les cinétiques d'émission de gaz par le pin:

Les évolutions des spectres entiers des composés émis par le pin , de la perte de masse et de la température de l'échantillon en fonction du temps sont montrés par les figures 27. L'émission des gaz s'intensifie au fur et à mesure que la masse de l'échantillon diminue.

Les figures 28 montrent l'évolution des spectres des composés émis dans leurs bandes caractéristiques:

- spectre du CO et du CO_2
- spectre de H_2O et de CH_3COOH
- spectre des liaisons -CH
- spectre de H_2O

Dans le cas du pin, le premier maximum du courbe d'évolution de Sd ou de la vitesse de perte de masse correspond au maximum de l'eau, au premier maximum de l'acide acétique et au maximum des produits dérivées des extractibles. Ainsi pour le pin, ce n'est pas l'eau seulement qui est généré pendant la phase de séchage. La cinétique d'absorbance de l'eau et celle des dérivées des extractibles (liaison -CH) qui proviennent de la dégradation des terpènes et terpènoides, ont les mêmes allures: elles augmentent vers un maximum puis diminuent rapidement (figures 29.1; Annexes 9.1 à 9.5).

Le deuxième maximum du courbe d'évolution de Sd ou de la vitesse de perte de masse correspond au maximum de CO, de CO_2 , au deuxième maximum de l'acide acétique et au deuxième maximum de l'eau ; c'est la phase de rétification.

L'évolution de l'absorbance de l'acide acétique présentent deux maximums: le premier pendant la phase de séchage et le second pendant la phase de rétification (figures 29.1.a; 29.1.d).La valeur du premier maximum est plus faible que celle du deuxième.

Comme dans le cas du hêtre, l'émission de CO devient important après le passage à l'état anhydre, quand l'absorbance de l'eau devient très faible. L'absorbance du CO_2 augmente avant le passage à l'état anhydre et continue à augmenter vers son maximum.

Ces émissions de gaz sont liées aux réactions de décarbonylation, de décarboxylation, de déshydratation, de coupures des chaînes d'hémicelluloses et de la dégradation thermique des extractibles.

La dégradation des constituants du pin semble se faire en deux étapes: avant et après le passage à l'état anhydre ou à basse et à haute température.

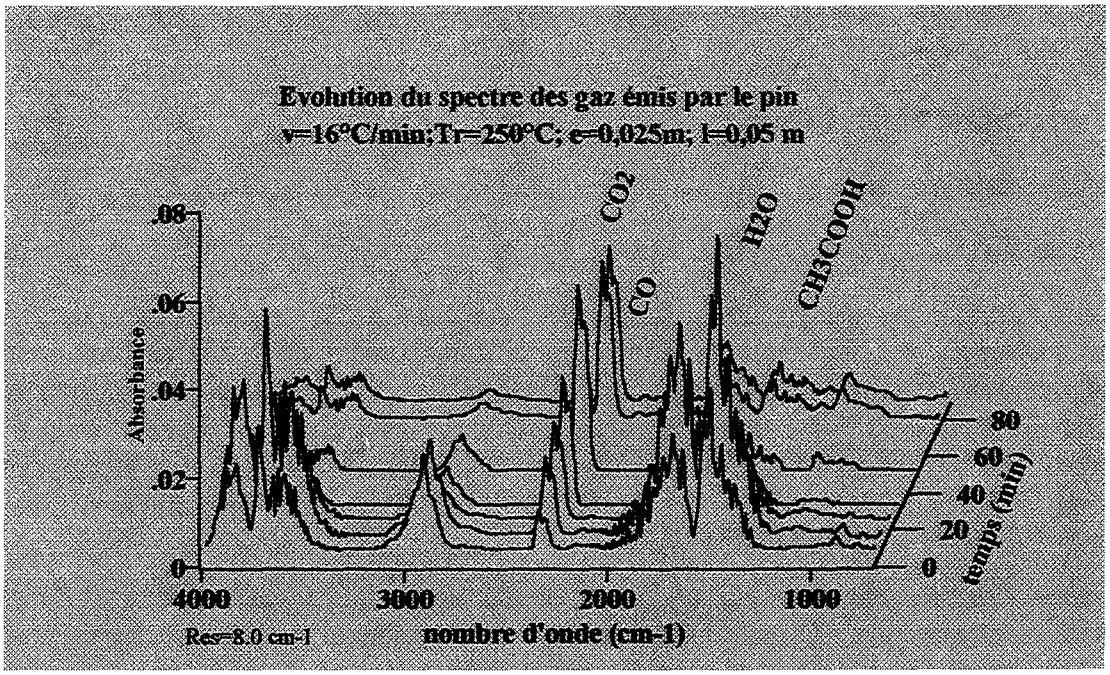
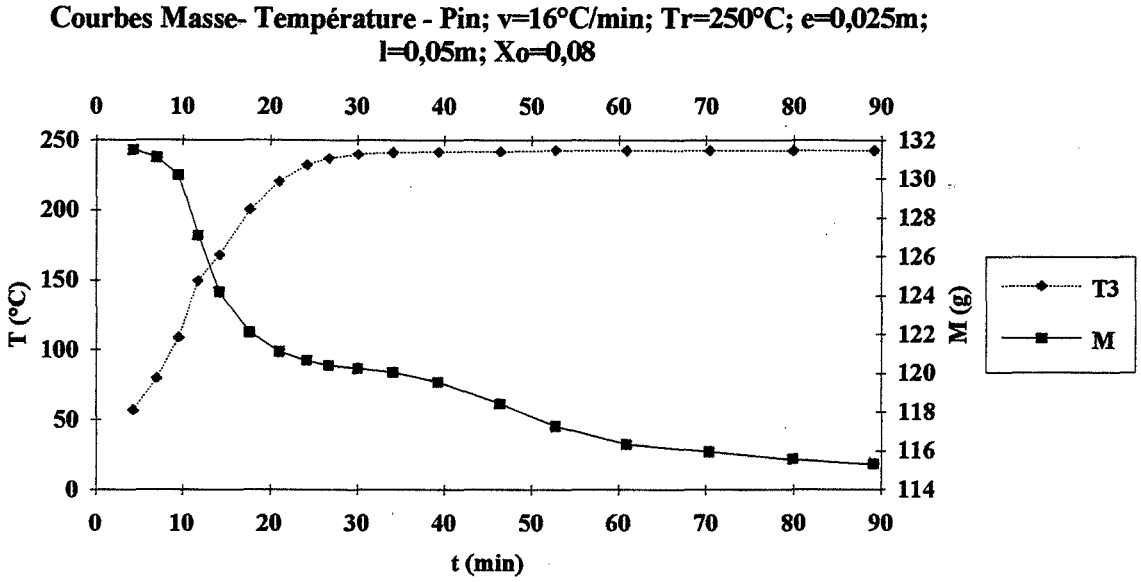


figure 27.1: évolution des spectres entiers des composés émis par le pin en fonction du temps



figures 27.2: évolutions de la température et de la perte de masse de l'échantillon en fonction du temps

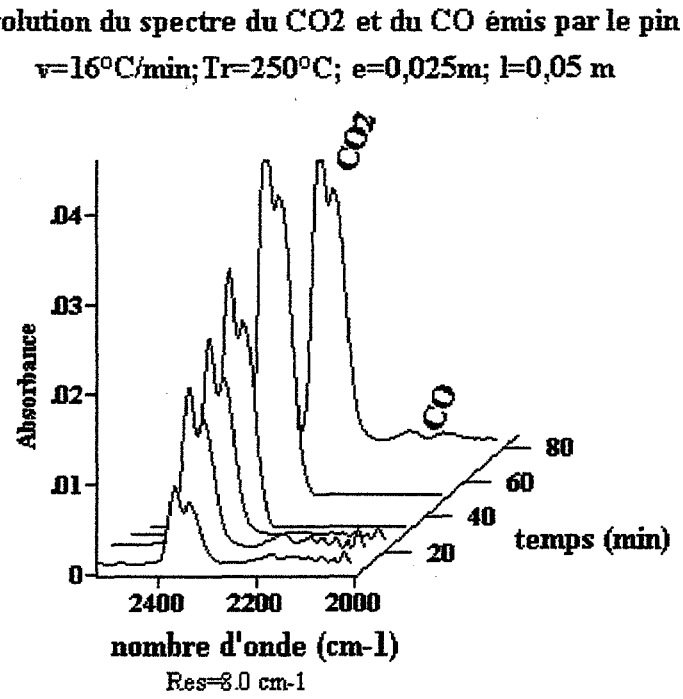


figure 28.1: évolution du spectre dans les bandes caractéristiques du CO et du CO2 en fonction du temps

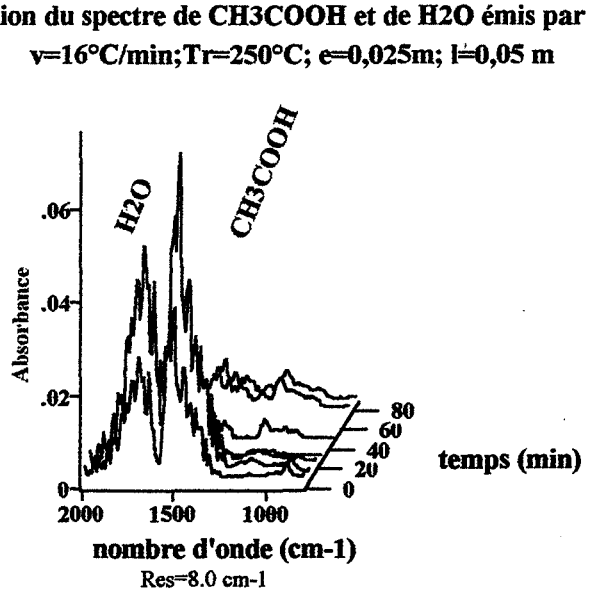


figure 28.2: évolution du spectre dans les bandes caractéristiques de l'eau et de l'acide acétique en fonction du temps

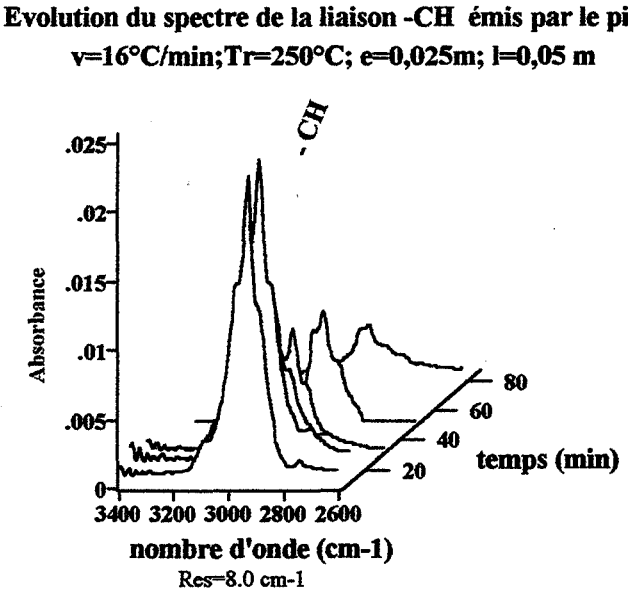


figure 28.3: évolution du spectre dans les bandes caractéristiques des liaisons -CH en fonction du temps

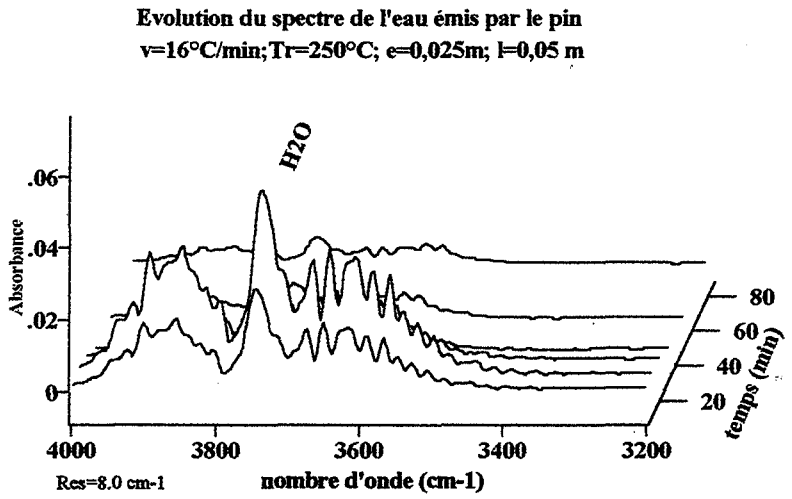


figure 28.4: évolution du spectre dans les bandes caractéristiques de l'eau en fonction du temps

figure 28: évolution des spectres dans les bandes caractéristiques des gaz émis par le pin

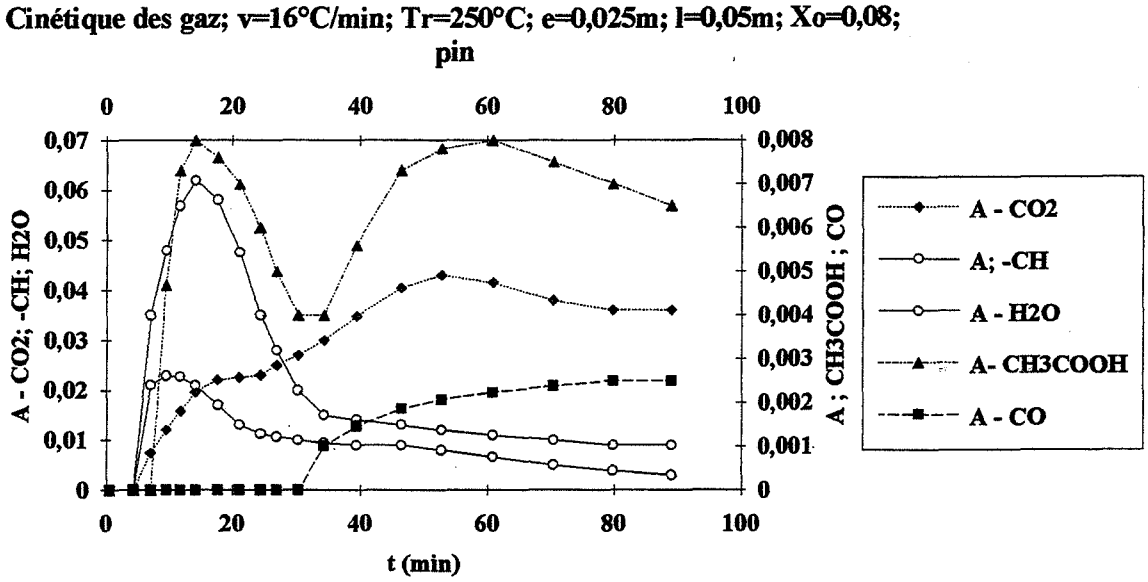


figure 29.1.a: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis, calculée avec l'hauteur des pics

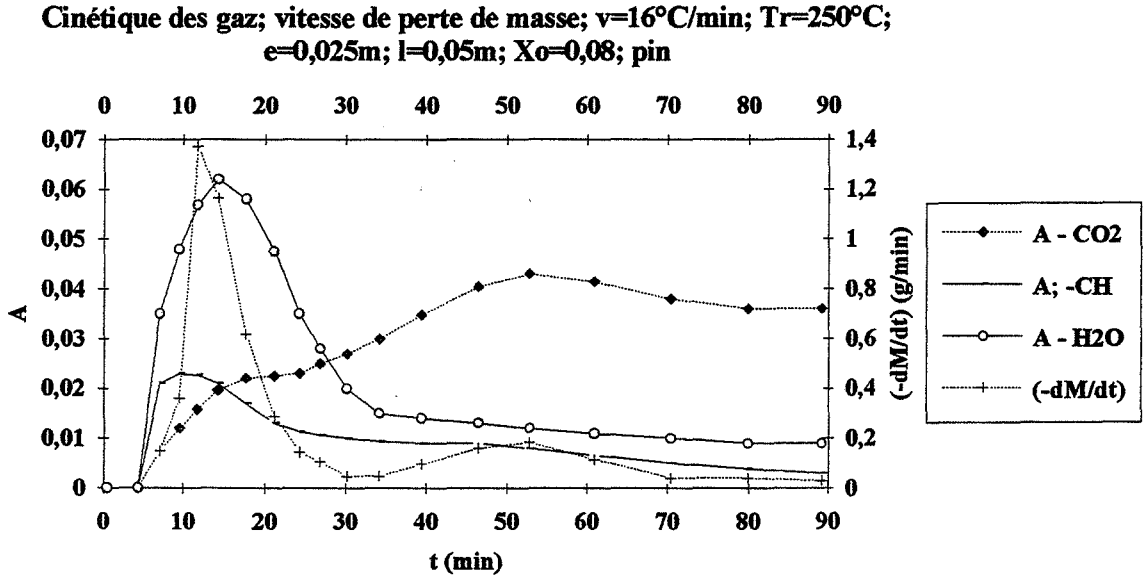


figure 29.1.b courbes d'évolution de la vitesse de perte de masse et d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis calculée avec l'hauteur des pics

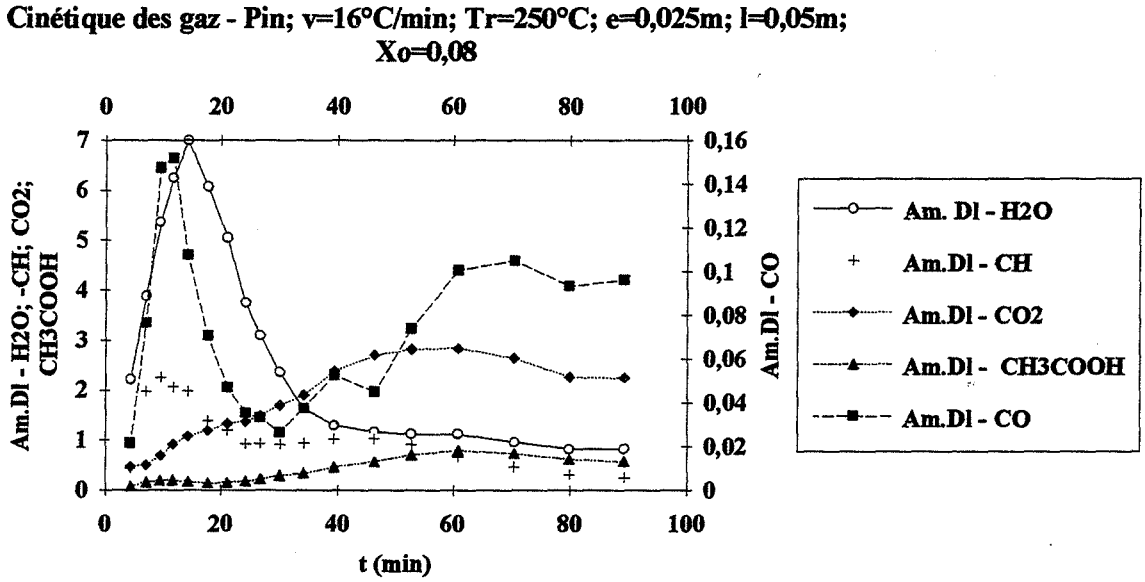


*figure 29.1.c: courbes d'évolution de l'*absorbance *de chaque composé émis calculée avec* l'aire *des pics*

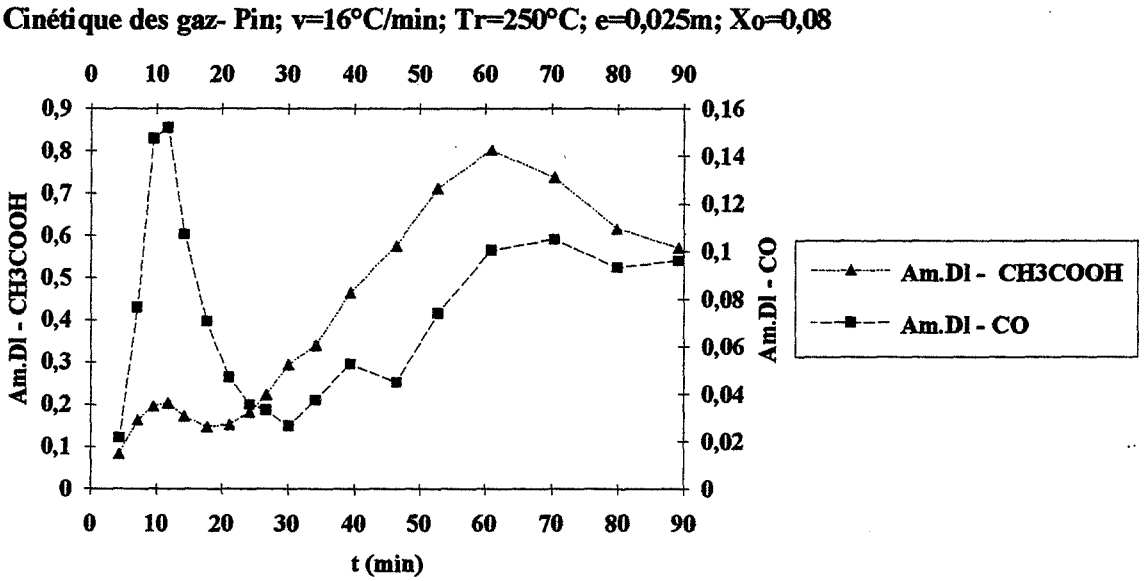


*figure 29.1.d: courbes d'évolution de l'*absorbance *Am de chaque composé émis calculée avec* l'aire *des pics*

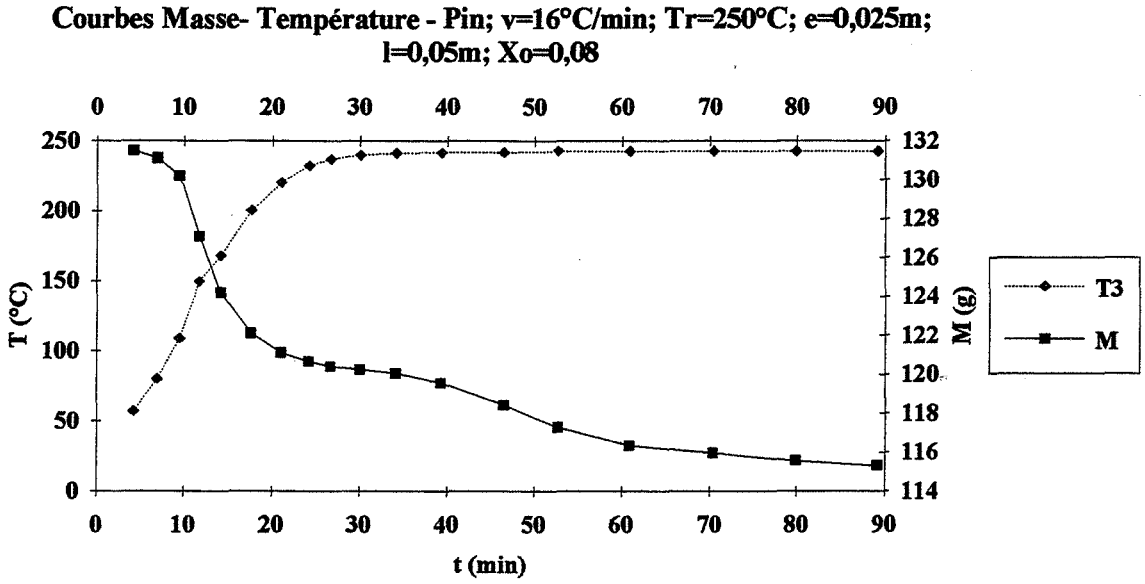


figure 29.1.e: courbes d'évolution de la **température T3** *et de cinétiques de* **perte de masse**

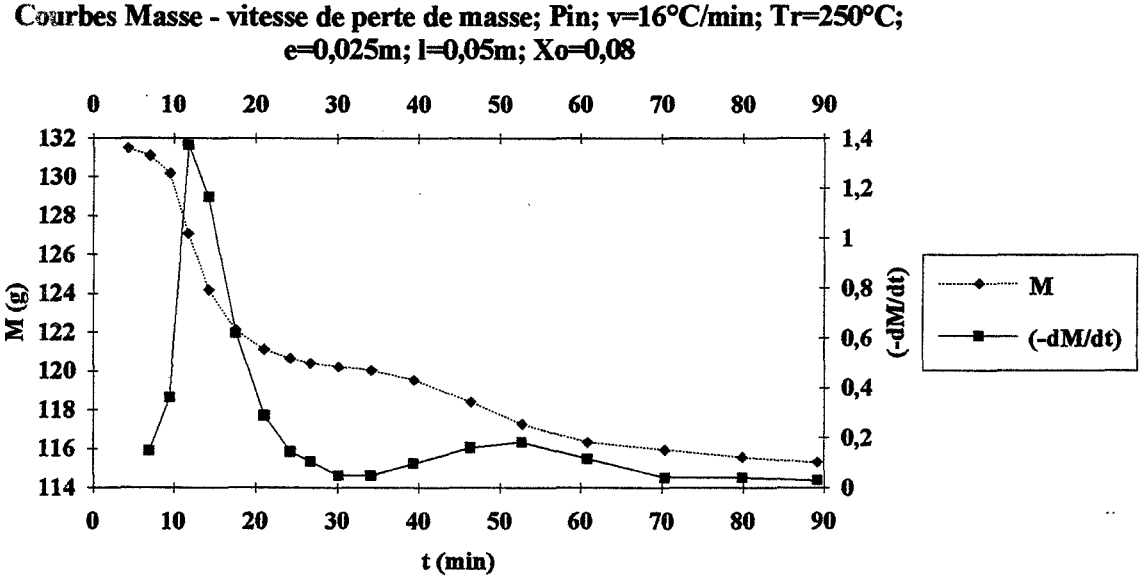


figure 29.1.f: courbes de cinétiques de **perte de masse** *et d'évolution de la* **vitesse de perte de masse**

figures 29.1: traitement du pin à 250°C avec une vitesse v de 16°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

E-II-4- influence de la température de traitement:

Nous avons étudié l'influence de la température (230°C/240°C/250°C) sur le hêtre (figures 30.1, 30.2, 30.3) et le pin (figures 30.4). Les quantités de gaz émis augmentent avec la température de rétification: les maximums de l'absorbance du CH_3COOH et du CO_2 deviennent plus élevés ainsi que les deuxièmes maximums de l'absorbance de l'eau qui correspondent aux réactions de déshydratation (figures 30.1.e).

D'après les courbes d'évolution de l'absorbance, les absorbances des gaz émis (CO, CH_3COOH, CO_2) par du hêtre augmentent avec la température de traitement (figures 30.1 à 30.3 pour le hêtre et figures 30.4 pour le pin). Ce qui signifie que la concentration des gaz émis par des échantillons identiques augmentent avec la température de traitement. On note également l'augmentation du maximum d'absorbance des gaz émis pendant la deuxième phase du traitement avec la température de traitement. Ces résultats confirment les résultats sur les cinétiques de perte de masse (figure 30.1.a).

F-II-5- influence du temps de traitement:

Pour le hêtre et pour le pin, on a remarqué que l'évolution des absorbances du CO, du CO_2 et de l'acide acétique passe par des maximums au bout d'un certains temps (25 à 30 min. avec les échantillons étudiés) après le passage à l'état anhydre. Par conséquent, en fonction de la durée du traitement, ce maximum peut être atteint ou non. La diminution de la production de gaz pourrait signifier la baisse de la vitesse de dégradation des hémicelluloses ou le début de la disparition des hémicelluloses ou l'intensification des phénomènes de thermocondensation.

Nous avons remarqué que ce maximum est présent quelque soit la température de traitement (230°C, 240°C, 250°C) même si l'échantillon continue d'être chauffé. Il est évident qu'il correspond au maximum de la vitesse apparente des réactions de retification. Ce qui nous conduit à considérer lors de la modélisation (Chapitre III) une réaction globale du premier ordre (loi d'Arrhénius).

Ce maximum est intéressant pour le contrôle du procédé à condition de bien connaître sa signification (figures 30.1 à 30.4).

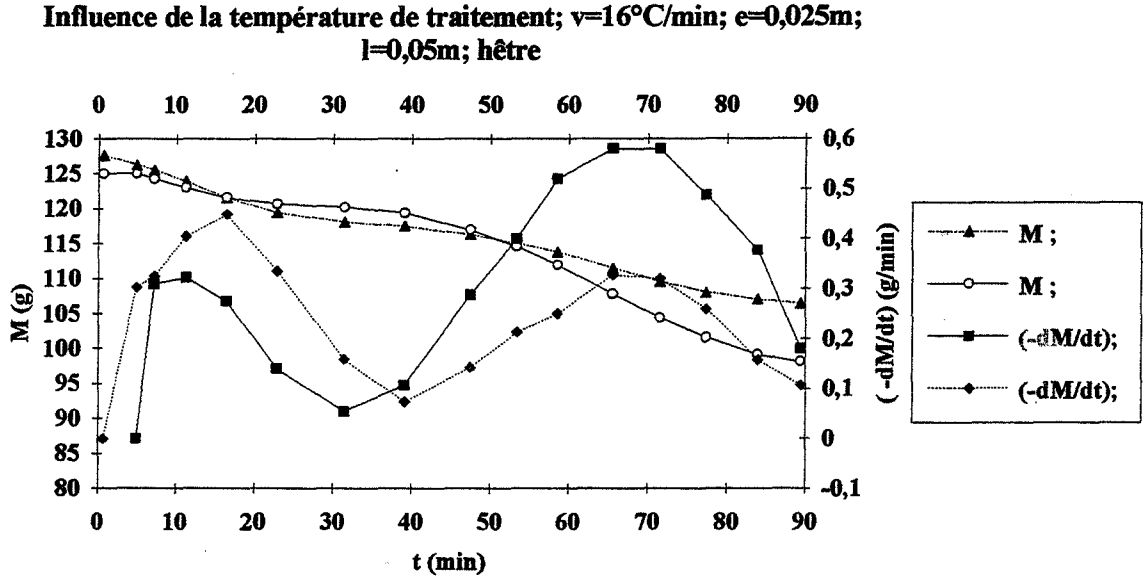


figure 30.1.a: courbes de cinétiques de **perte de masse** *et d'évolution de la* **vitesse de perte de masse**

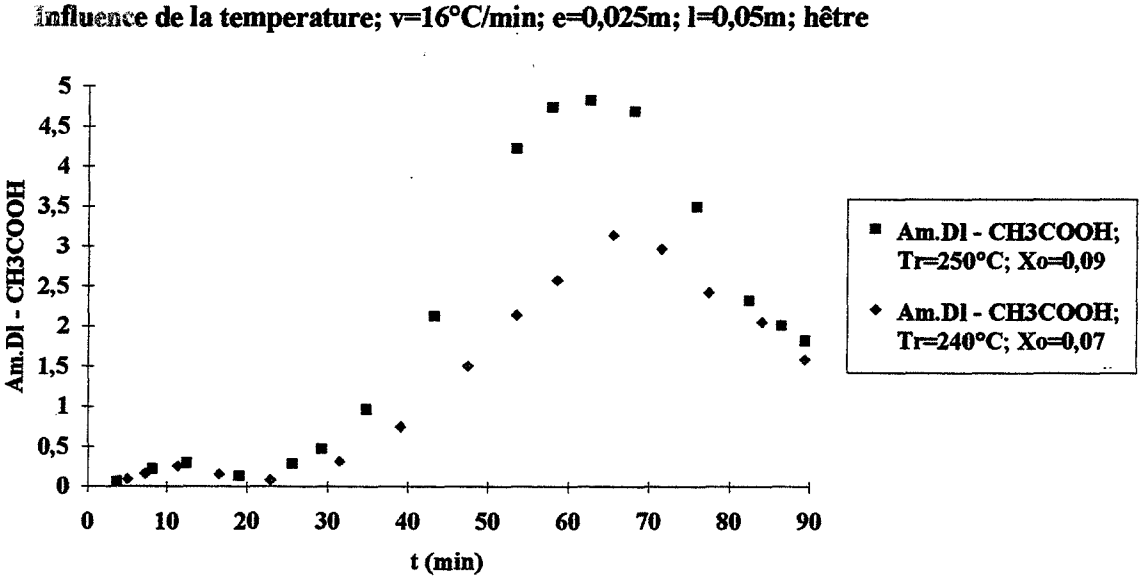


figure 30.1.b: courbes d'évolution de l'absorbance de **l'acide acétique**

Influence de la temperature; v=16°C/min; e=0,025m; l=0,05m; hêtre

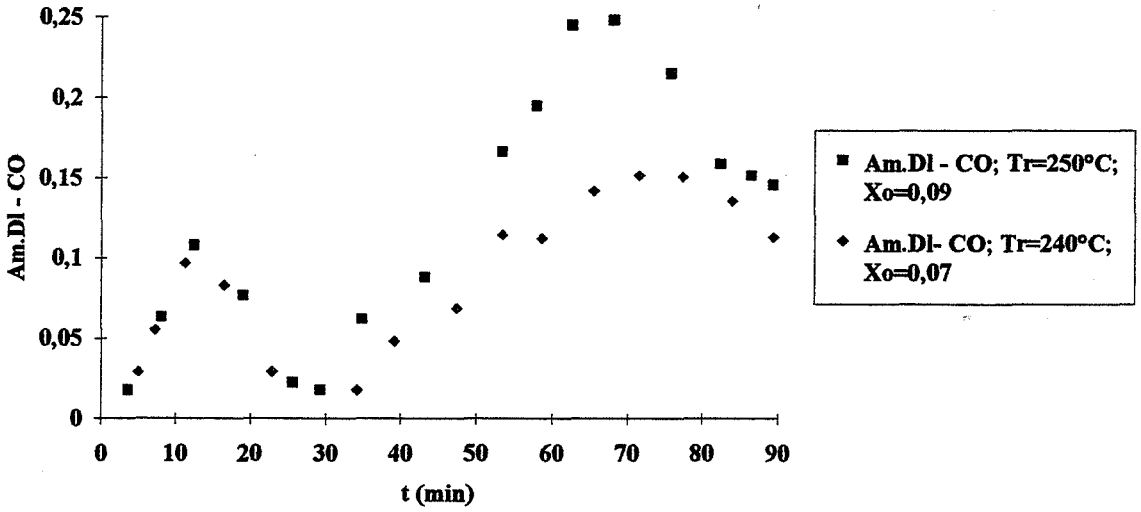


figure 30.1.c: courbes d'évolution de l'absorbance du monoxyde de carbone

Influence de la temperature; v=16°C/min; e=0,025m; l=0,05m; hêtre

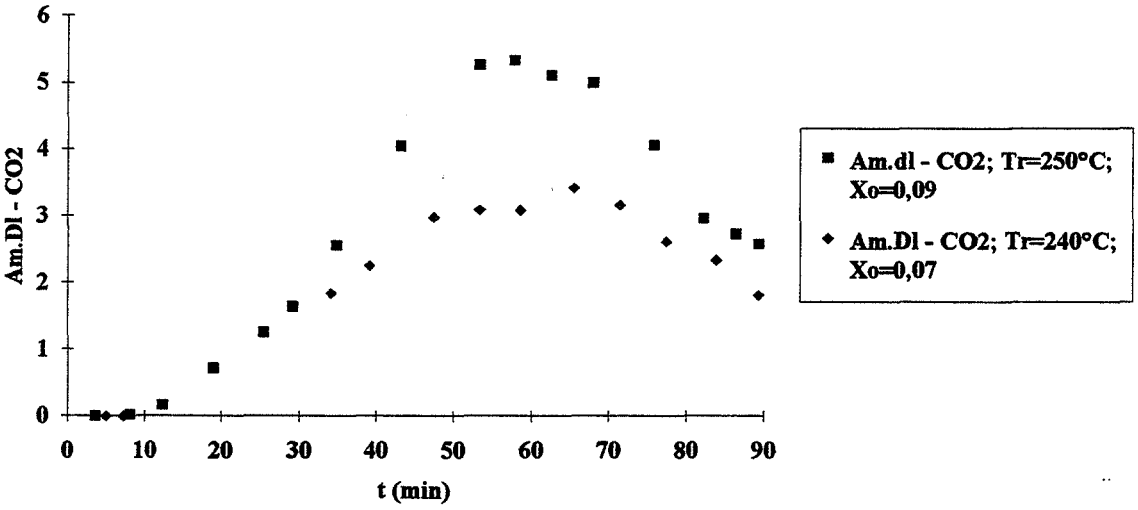


figure 30.1.d: courbes d'évolution de l'absorbance du dioxyde de carbone

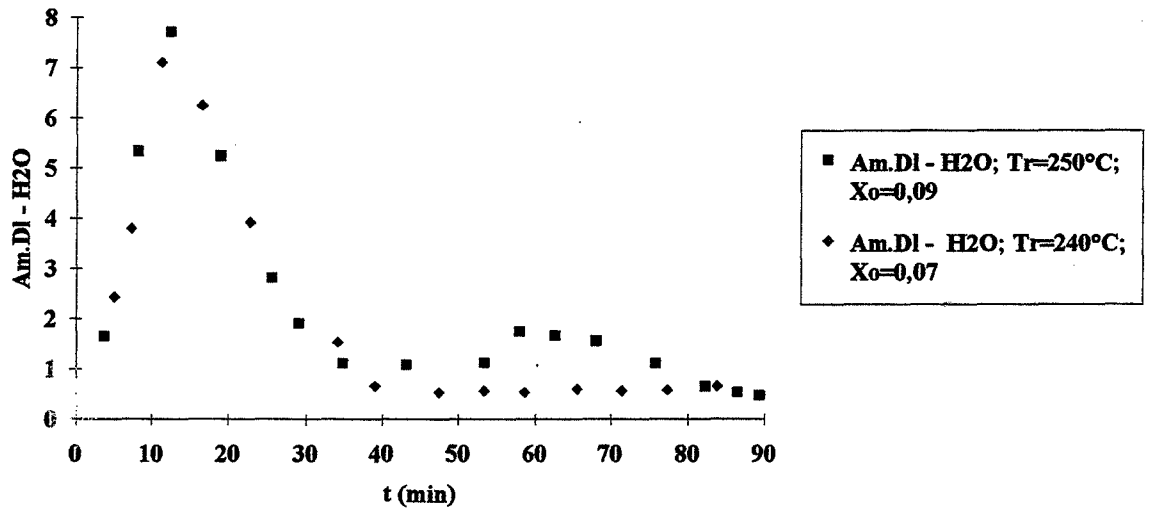


figure 30.1.e: courbes d'évolution de l'absorbance de **l'eau**

figure 30.1: traitement du hêtre à 240°C et 250°C avec une vitesse v de 16°C/min pour une épaisseur de 2,5 cm

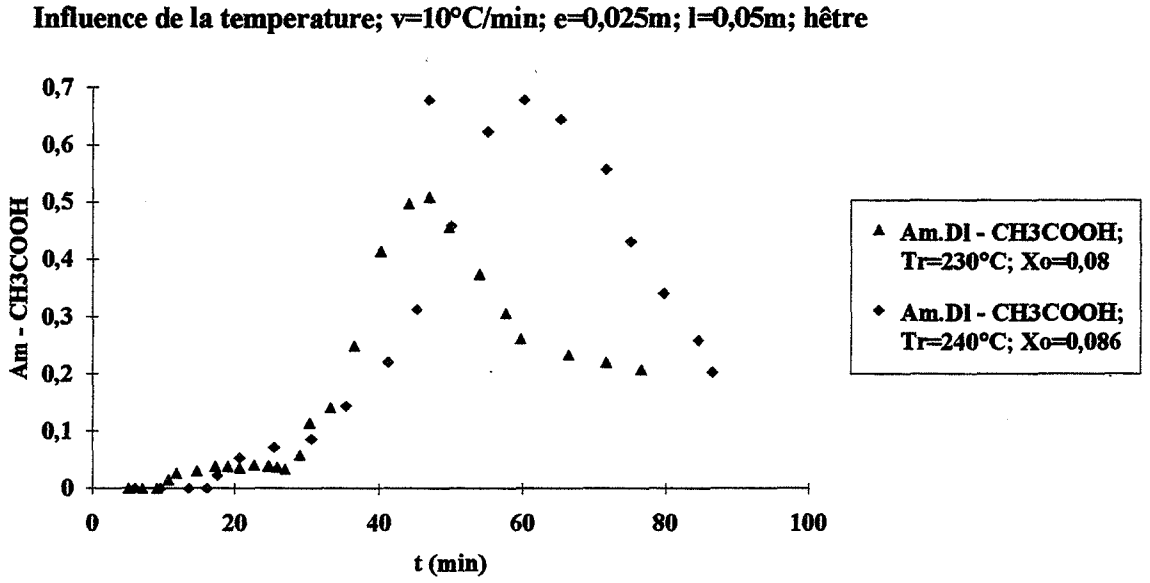


figure 30.2.a: courbes d'évolution de l'absorbance de **l'acide acétique**

Influence de la température; v=10°C/min; e=0,025m; l=0,05m; hêtre

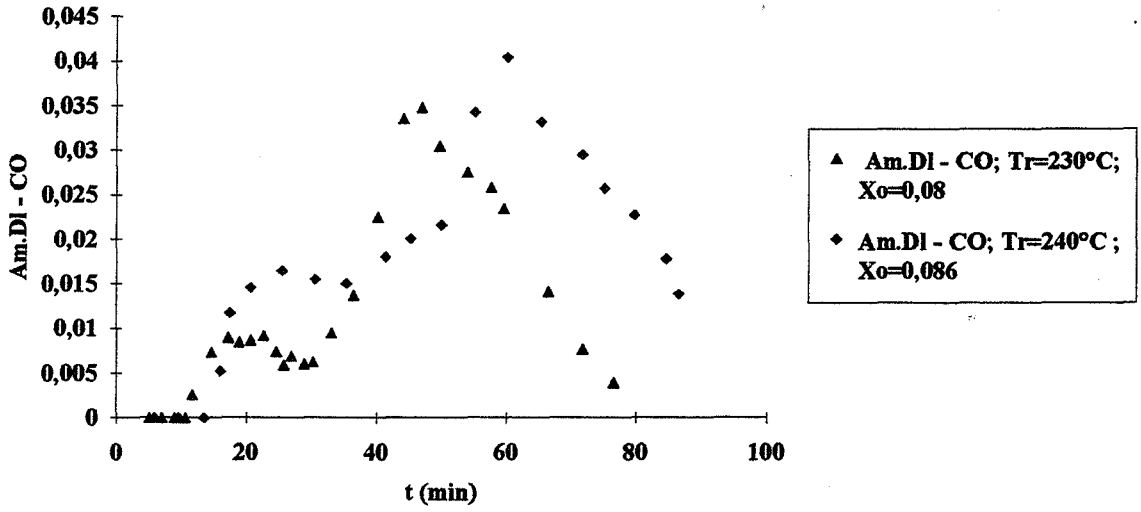


figure 30.2.b: courbes d'évolution de l'absorbance du **monoxyde de carbone**

Influence de la température; v=10°C/min; e=0,025m; l=0,05m; hêtre

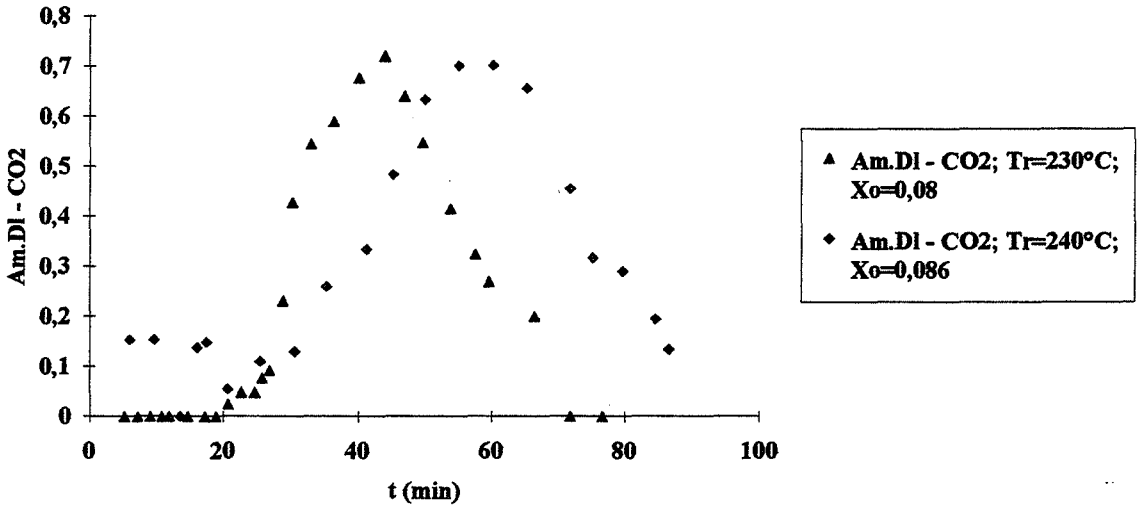


figure 30.2.c: courbes d'évolution de l'absorbance du **dioxyde de carbone**

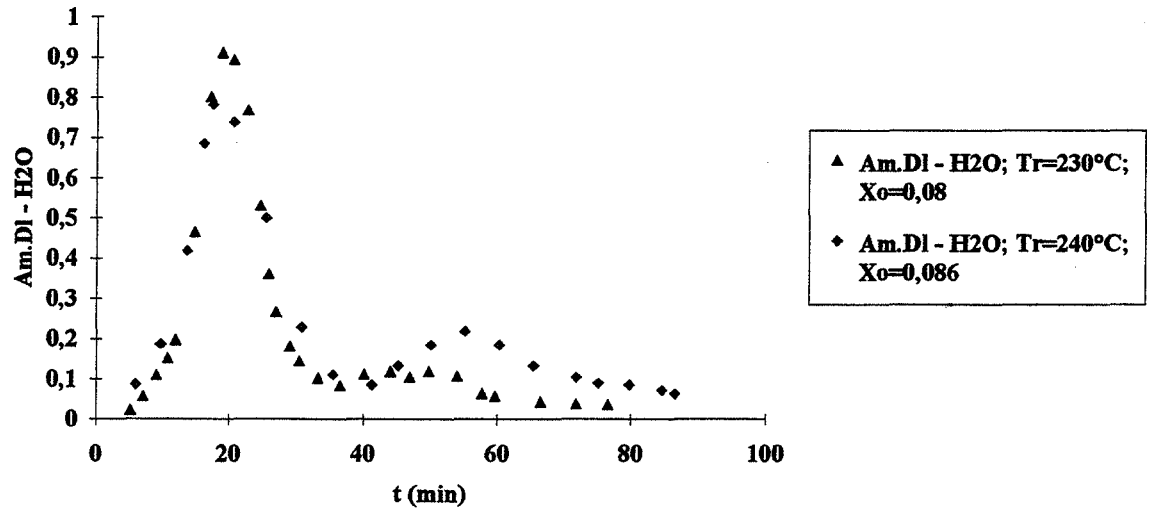


figure 30.2.d: courbes d'évolution de l'absorbance de **l'eau**

figures 30.2: traitement du hêtre à 230°C et 240°C avec une vitesse v=10°C/min pour une épaisseur de 2,5 cm

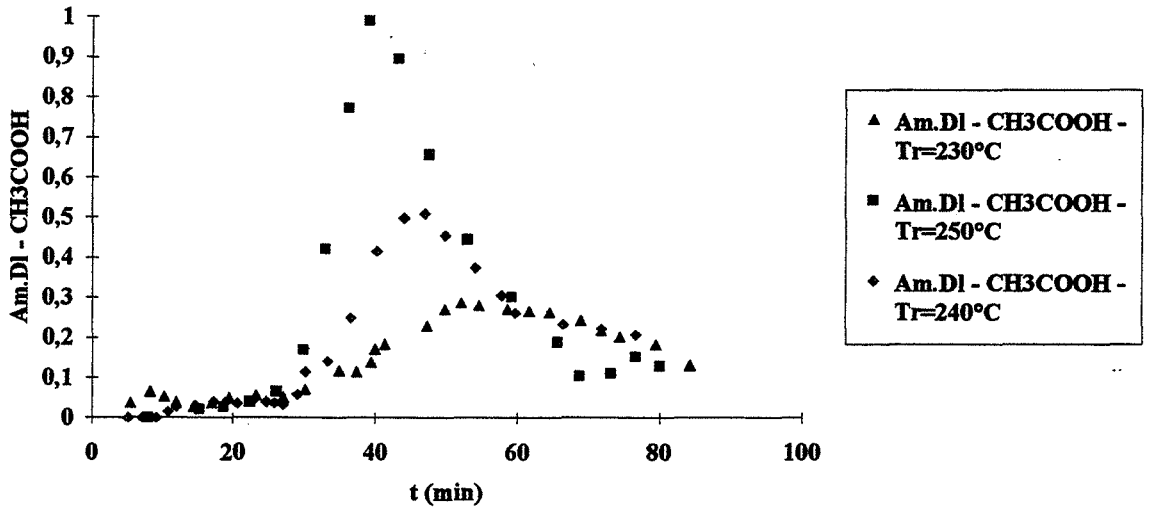


figure 30.3.a: courbes d'évolution de l'absorbance de **l'acide acétique**

Influence de la temperature; v=10°C/min; e=0,0125m; l=0,05m; hêtre

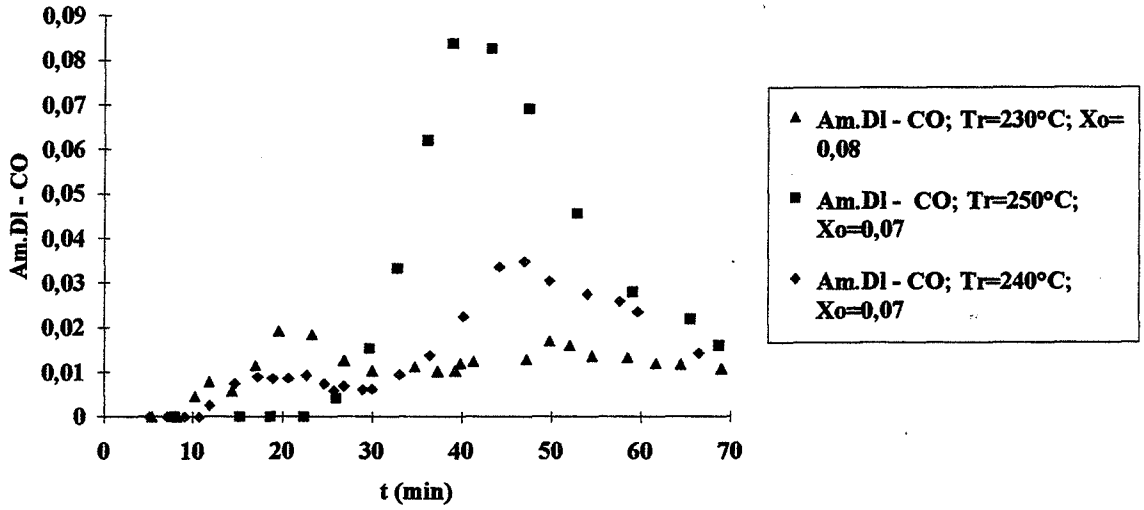


figure 30.3.b: courbes d'évolution de l'absorbance du **monoxyde de carbone**

Influence de la température; v=10°C/min; e=0,0125m; l=0,05m; hêtre

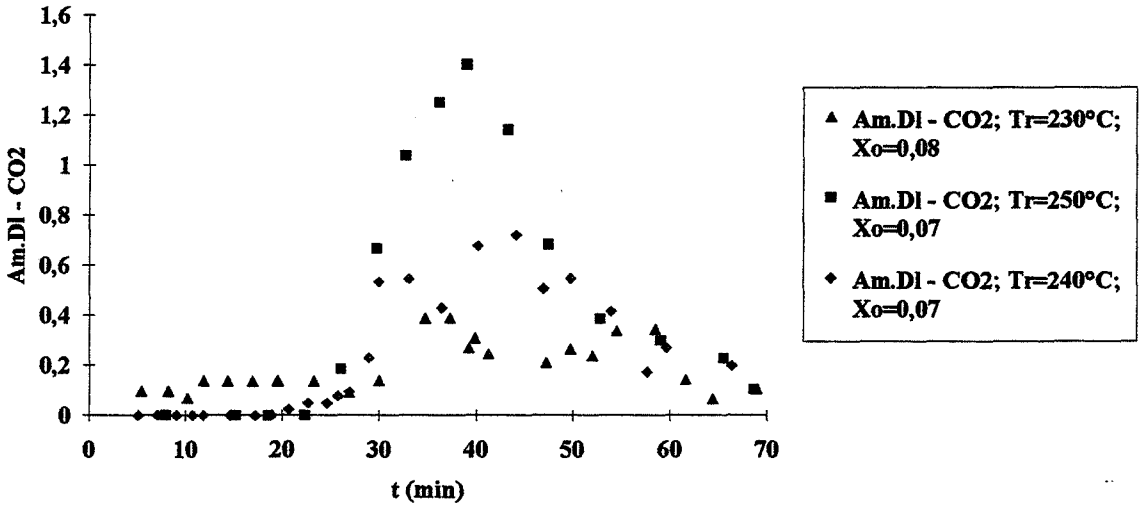


figure 30.3.c: courbes d'évolution de l'absorbance du **dioxyde de carbone**

Influence de la temperature; v=10°C/min; e=0,0125m; l=0,05m; hêtre

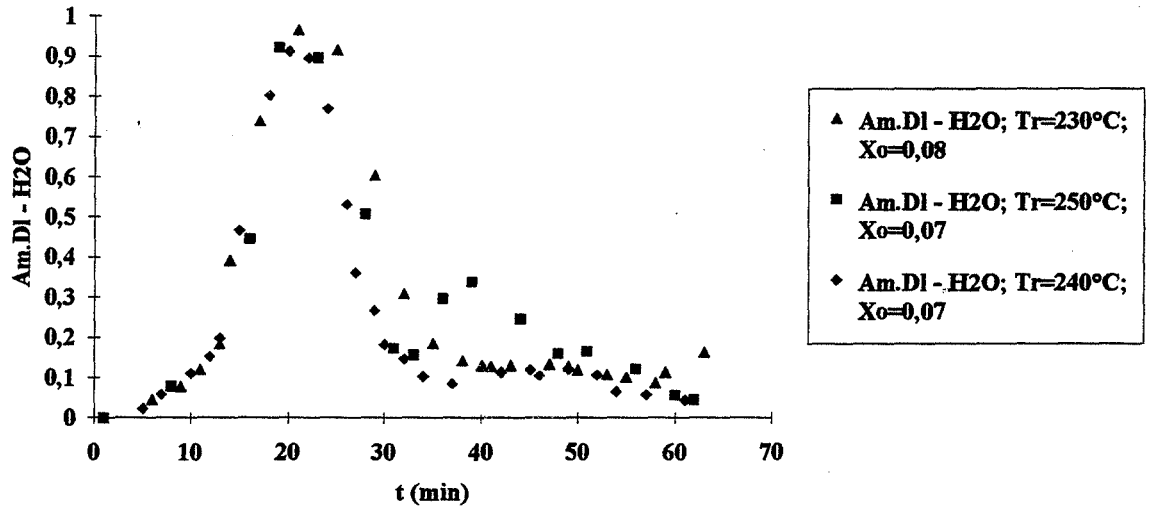


figure 30.3.d: courbes de l'évolution de l'absorbance de l'eau

figures 30.3: traitement du hêtre à 230, 240 , 250°C avec une vitesse v=10°C/min pour une épaisseur de 1,25 cm

Influence de la temperature; v=10°C/min; e=0,0125m; l=0,05m; pin

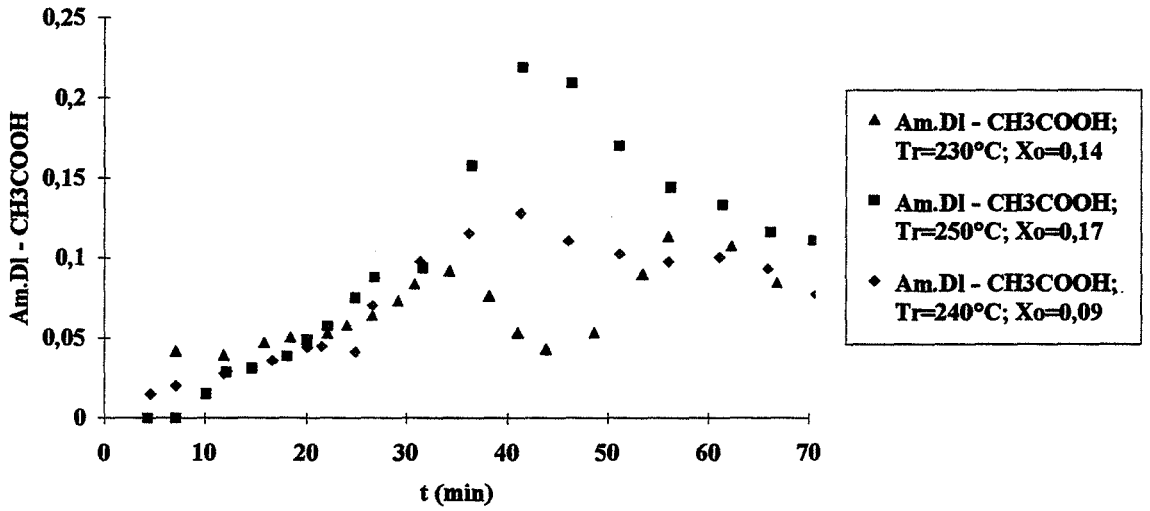


figure 30.4.a: courbes de l'évolution de l'absorbance de l'acide acétique

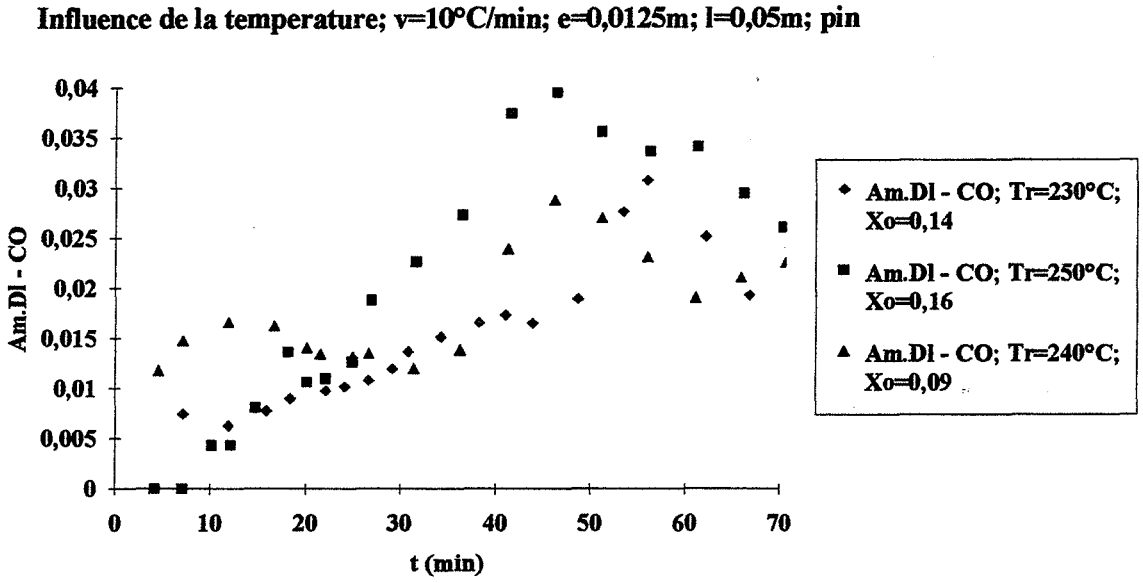


figure 30.4.b: courbes de l'évolution de l'absorbance du monoxyde de carbone

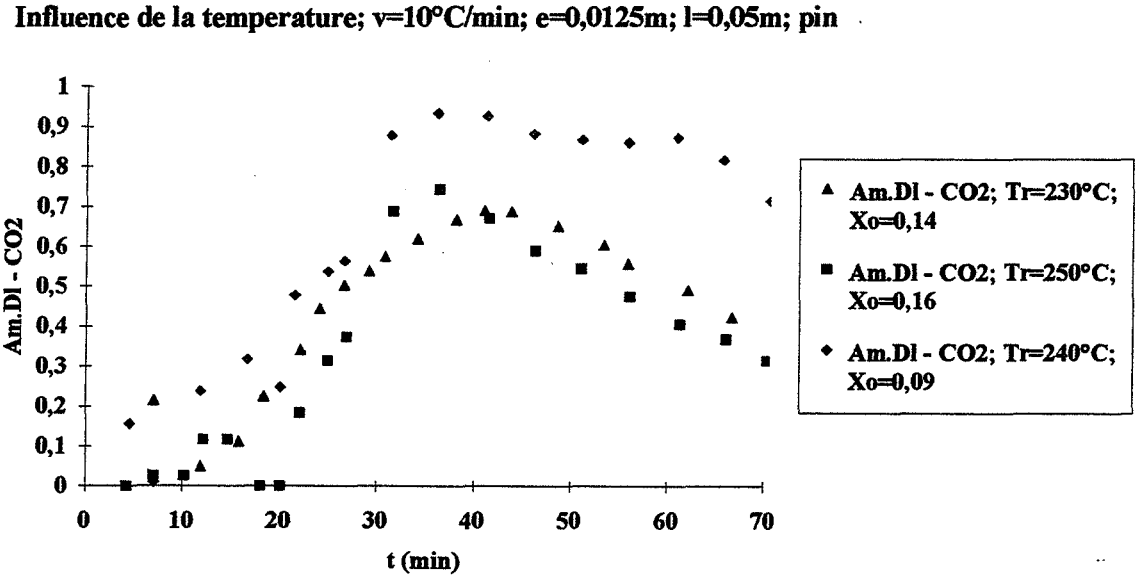


figure 30.4.c: courbes de l'évolution de l'absorbance du dioxyde de carbone

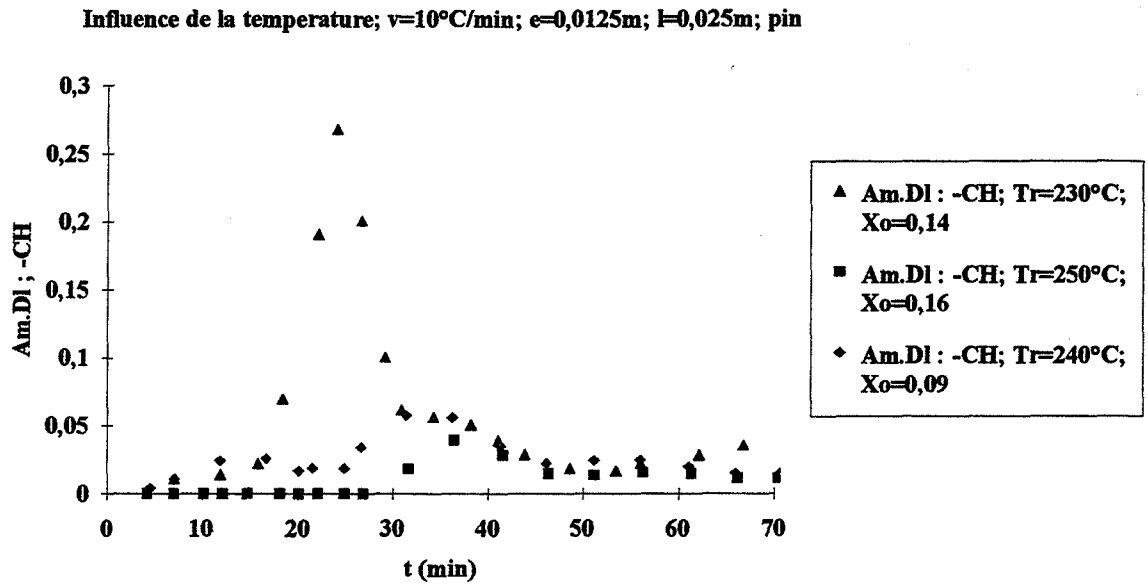


figure 30.4.d: courbes de l'évolution de l'absorbance de **la liaison -CH**

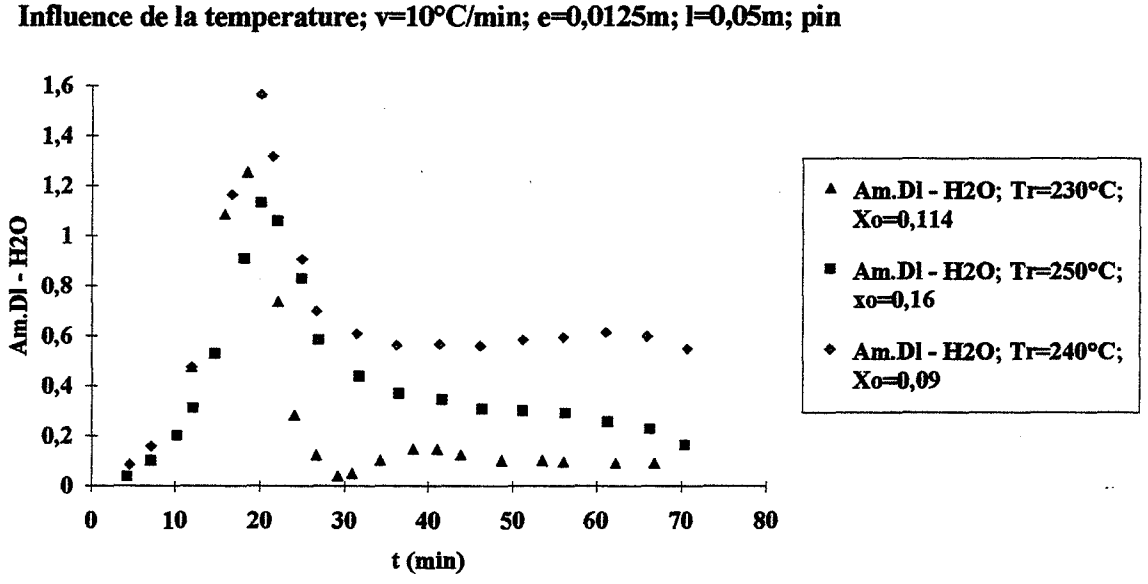


figure 30.4.e: courbes de l'évolution de l'absorbance de **l'eau**

figures 30.4: traitement du pin à 230, 240, 250°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur e de 1,25 cm

F-II-6- comparaison des deux essences:

En comparant les chromatogrammes du hêtre et du pin qui sont traités dans les mêmes conditions, on constate que le pin génère beaucoup plus de gaz que le hêtre pendant la phase de séchage et inversement pendant la phase de rétification (figures 31.1; Annexes 10.1 à 10.4). Ce qui confirme les résultats sur les cinétiques des pertes de masse (figure 31.1.a).

Pendant la deuxième phase, les absorbances du CO, du CO_2 et de CH_3COOH sont nettement plus importants avec le hêtre qu'avec le pin (figures 31.1).

De plus, la température au centre du hêtre est plus élevée que celle du pin: l'exothermicité de la réaction est plus importante avec le hêtre qu'avec le pin (figure 31.1.a).

Les résultats des travaux antérieurs montrent que les hémicelluloses des résineux (galactomannane, glucomannane) se dégradent à des températures plus faibles que ceux des feuillus (xylanes).

De plus, le taux d'humidité initial du hêtre est plus élevé que celui du pin (40% contre 28%). Et la lignine du hêtre est moins stable thermiquement que celle du pin.

Le deuxième maximum du pin (20 min. après le passage à la phase anhydre) est atteint plus vite que celui du hêtre (25 min. après la phase anhydre). La vitesse de dégradation des hémicelluloses du hêtre est plus élevée.

F-II-7- influence de l'épaisseur de l'échantillon:

Des expériences ont été effectuées sur du hêtre (figures 32.1; Annexe 11.1) et sur du pin (figure 32.2; Annexe 11.2). D'après les chromatogrammes, plus l'épaisseur est faible, plus le deuxième maximum de la cinétique d'absorbance de chaque composé émis est atteint plus vite et plus sa valeur est faible (figures 32.1 à 32.2; Annexes 11.1 à 11.2). Ce qui montre l'importance des conditions opératoires.

L'épaisseur ne semble pas influencer le départ des gaz de l'échantillon. Ce qui pourrait être lié à l'augmentation de la perméabilité intrinsèque de l'échantillon après la première phase du traitement. Ainsi, dans la partie modélisation (Chapitre III), nous avons consideré que la convection de ces gaz se fait sans résistance, ce qui est corroboré par l'abscence de surpression à l'intérieur de l'échantillon pendant la deuxième phase.

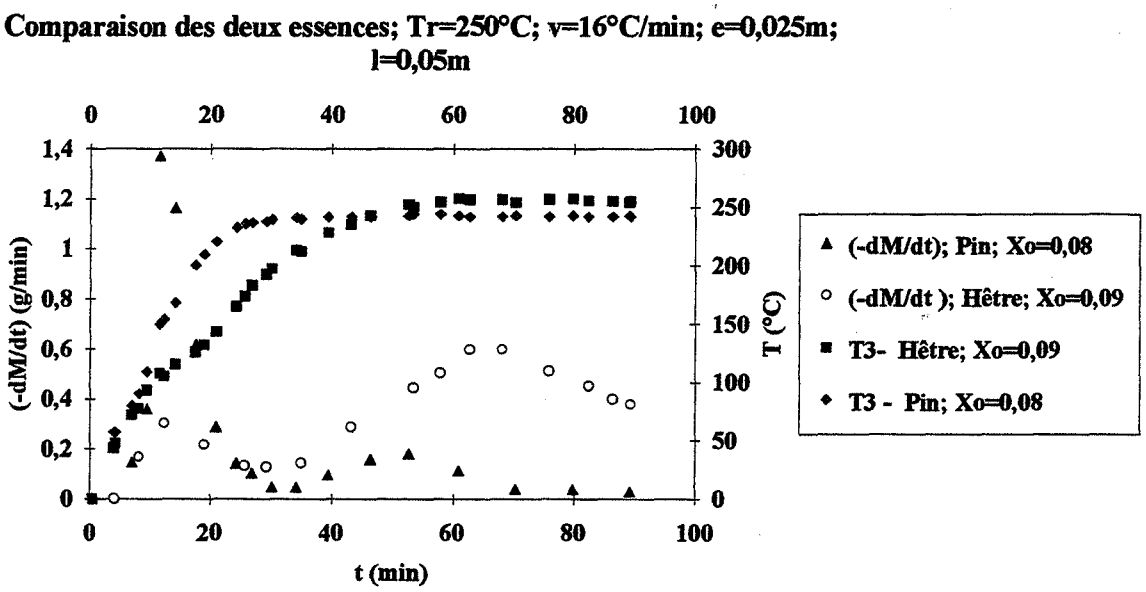


figure 31.1.a: courbes d'évolution de la **température T3** *et de la vitesse de* **perte de masse**

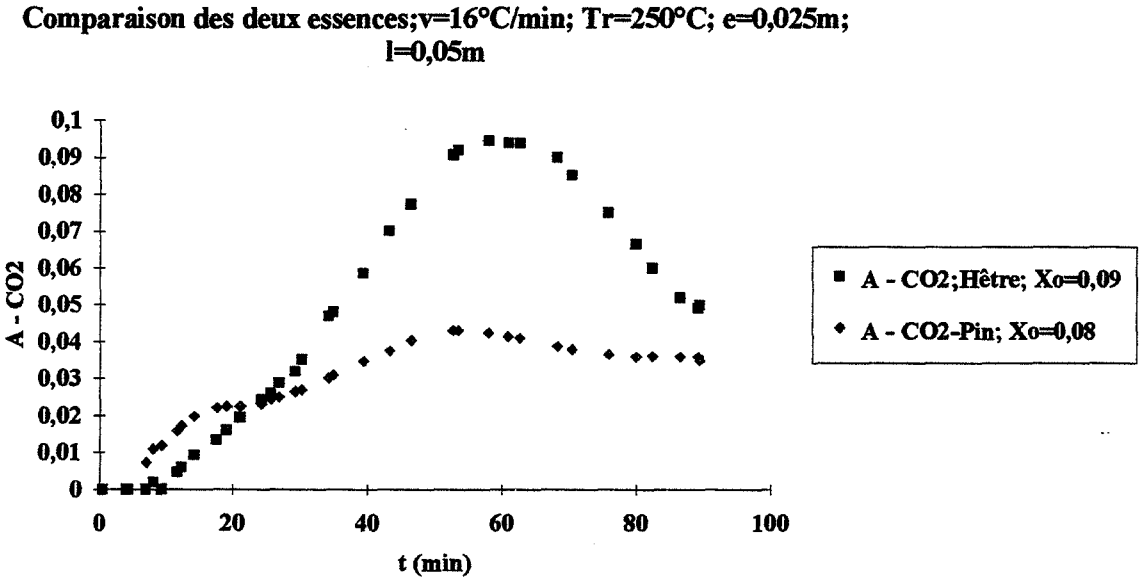


figure 31.1.b: courbes de l'évolution de l'absorbance du **dioxyde de carbone** *calculée avec la* **hauteur** *des pics*

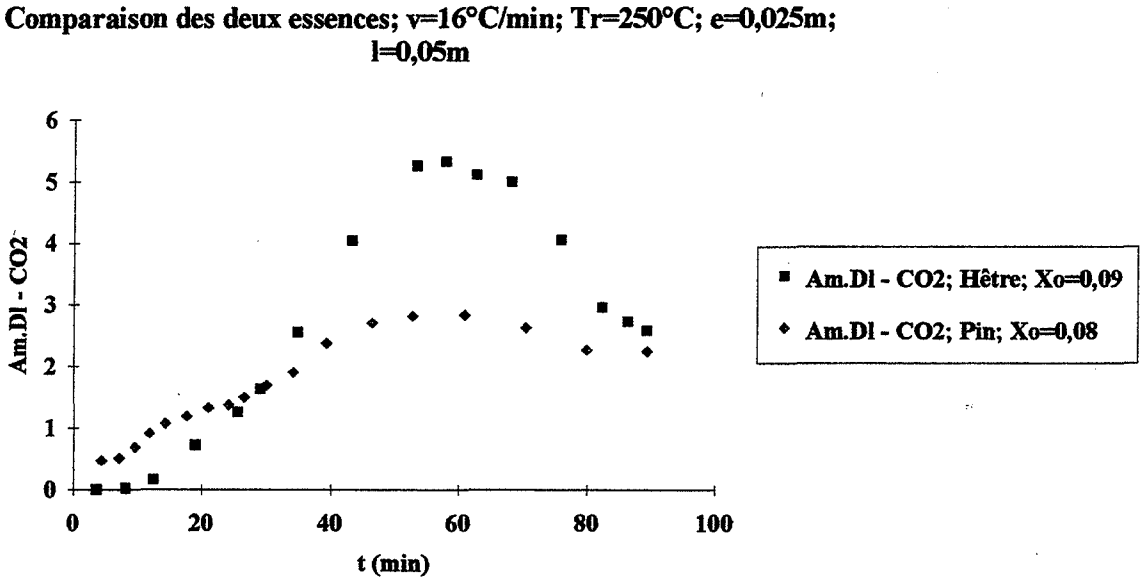


figure 31.1.c: courbes de l'évolution de l'absorbance du dioxyde de carbone *calculée avec l'*aire *des pics*

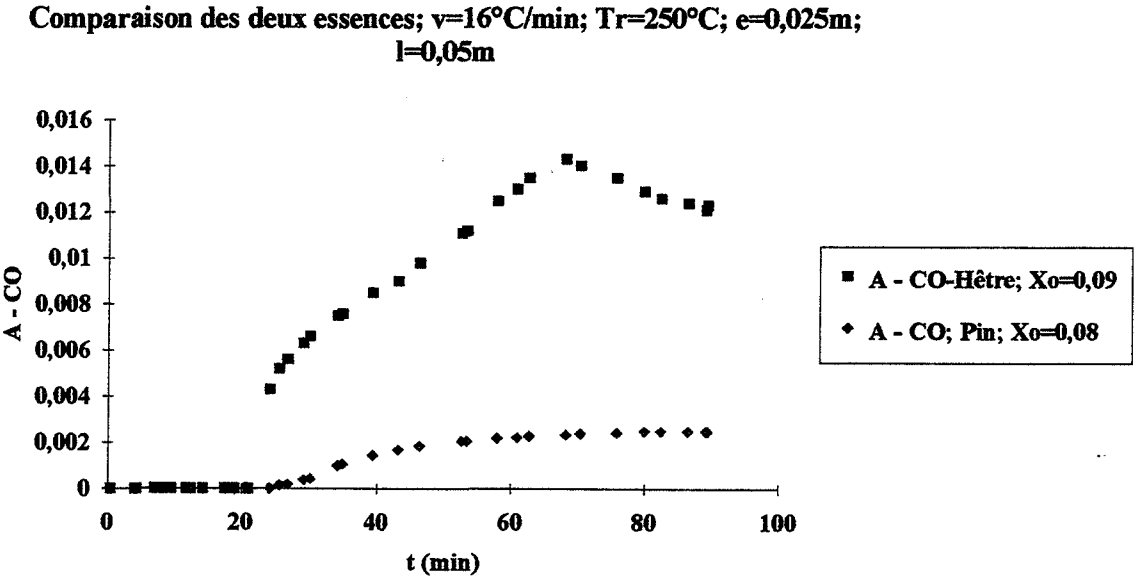


figure 31.1.d: courbes de l'évolution de l'absorbance du monoxyde de carbone *calculée avec la* hauteur *des pics*

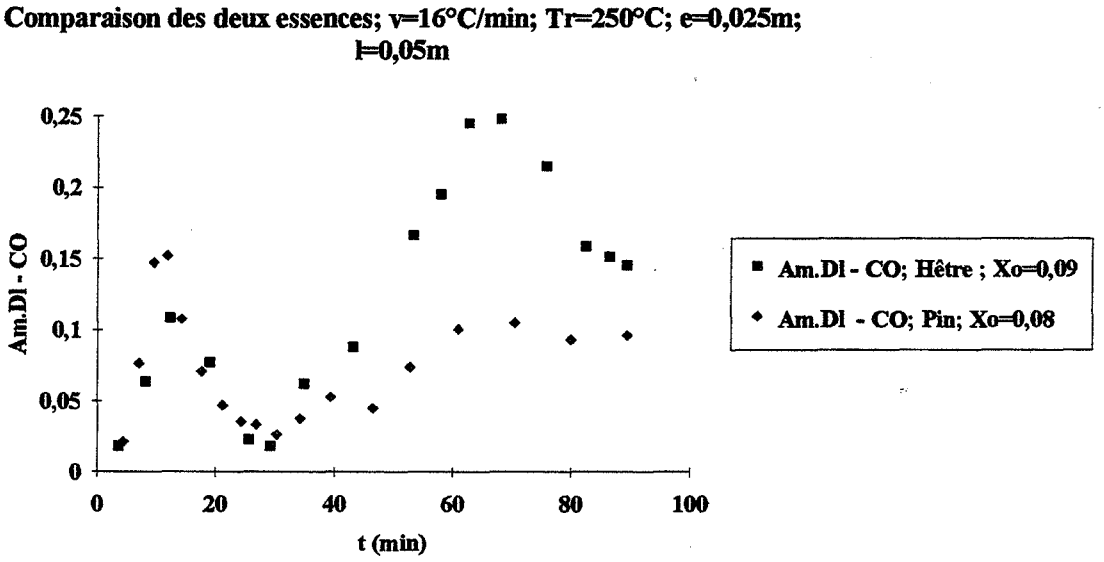


figure 31.1.e: courbes de l'évolution de l'absorbance du **monoxyde de carbone** *calculée avec l'*__aire__ *des pics*

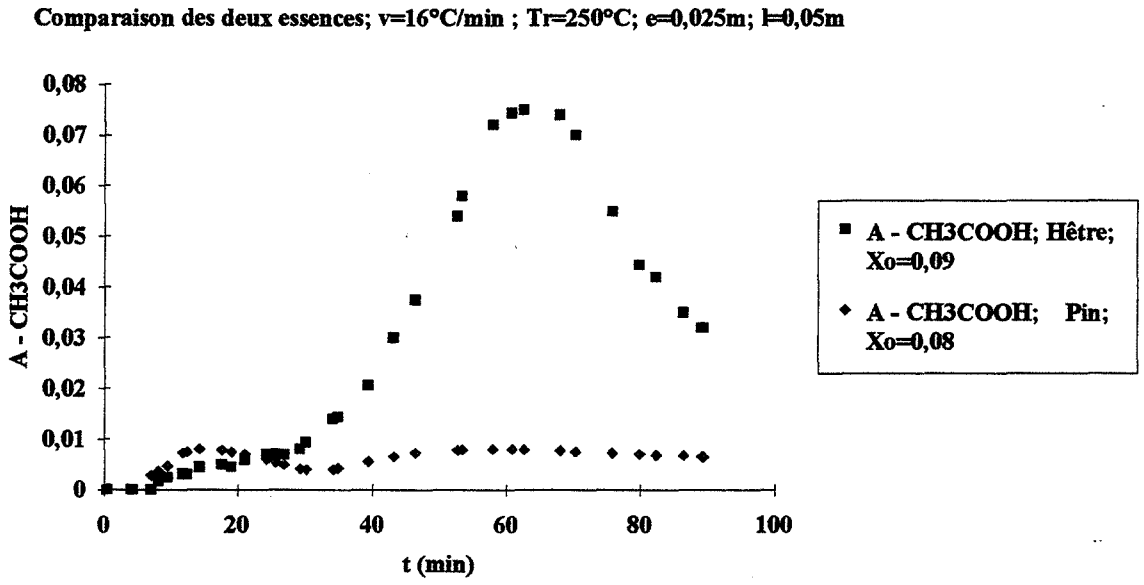


figure 31.1.f: courbes de l'évolution de l'absorbance de **l'acide acétique** *calculée avec la* **hauteur** *des pics*

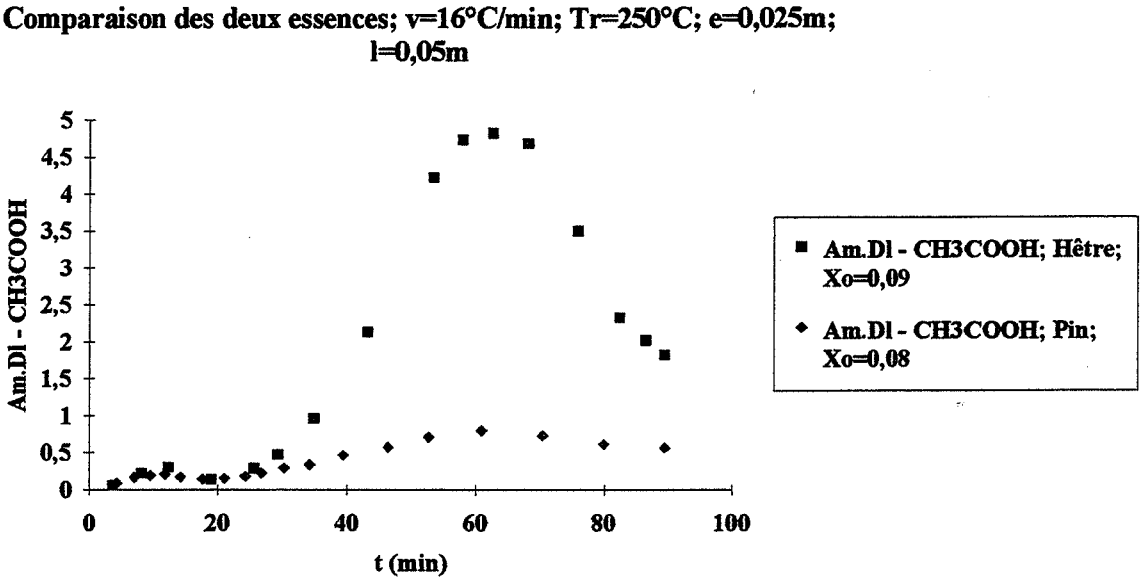


figure 31.1.g: courbes de l'évolution de l'absorbance de **l'acide acétique** *calculée avec l'*__aire__ *des pics*

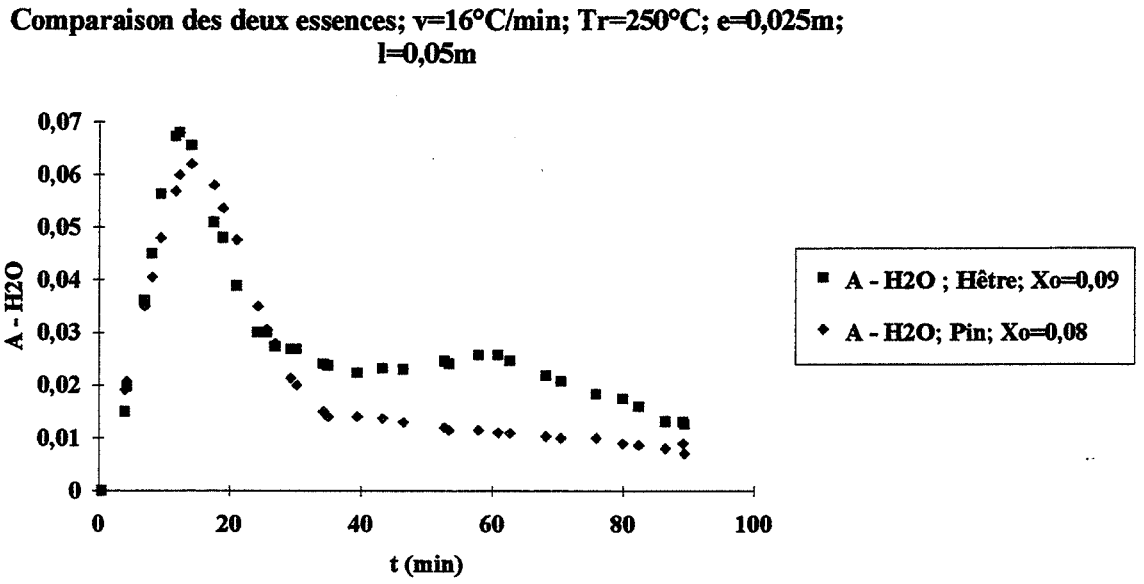


figure 31.1.h: courbes de l'évolution de l'absorbance __de l'eau__ *calculée avec la* __hauteur__ *des pics*

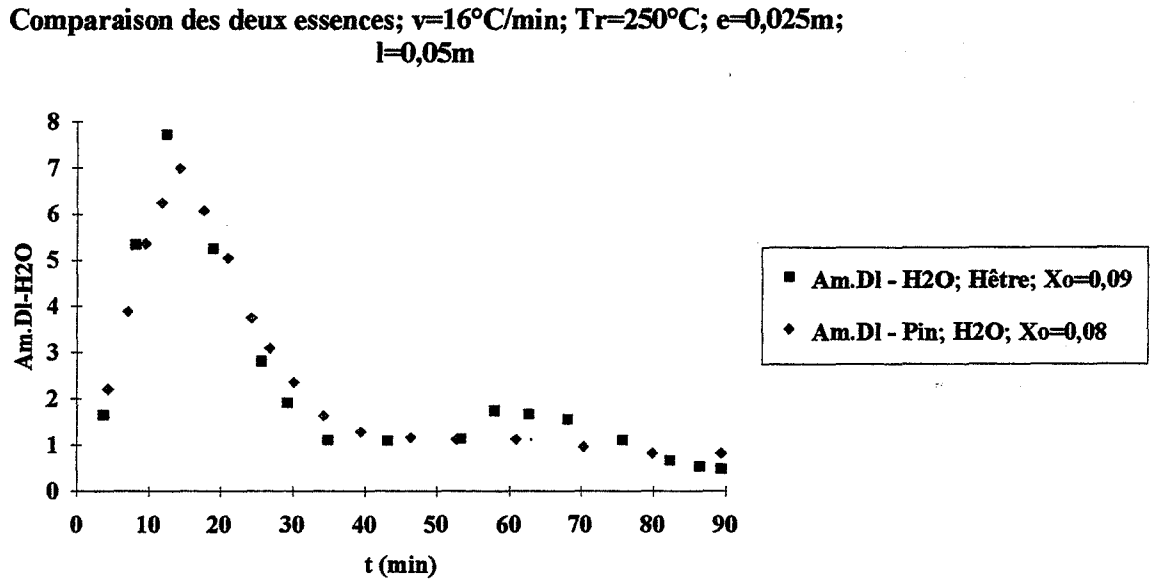


figure 31.1.i: courbes de l'évolution de l'absorbance de l'eau *calculée avec* l'aire *des pics*

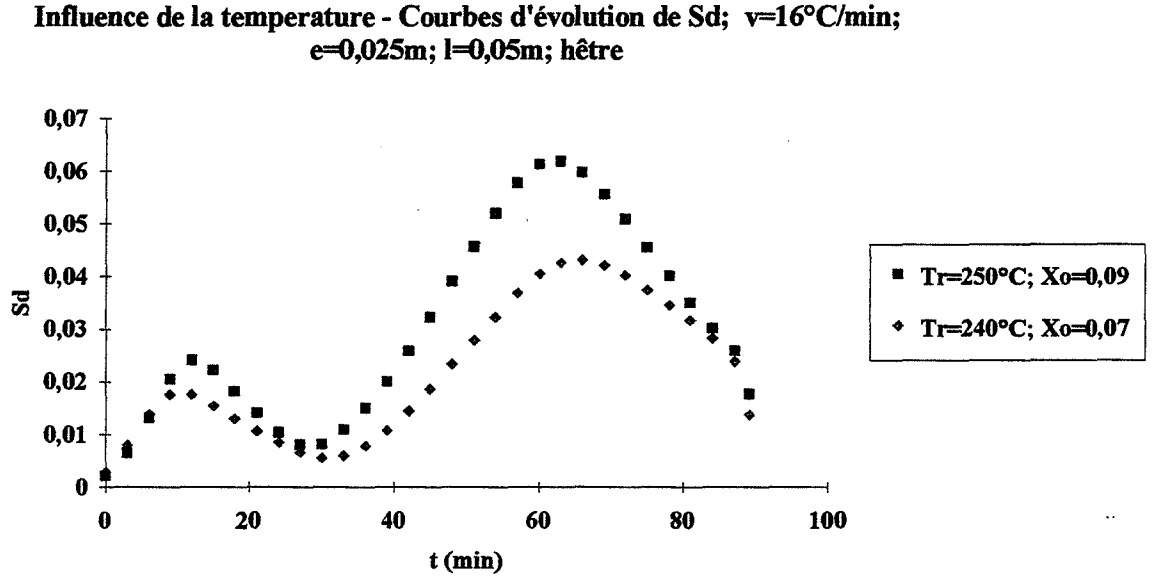


figure 31.1.j: courbes d'évolution de Sd

figures 31.1: traitement du hêtre et du pin à 250°C avec une vitesse v=16 °C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

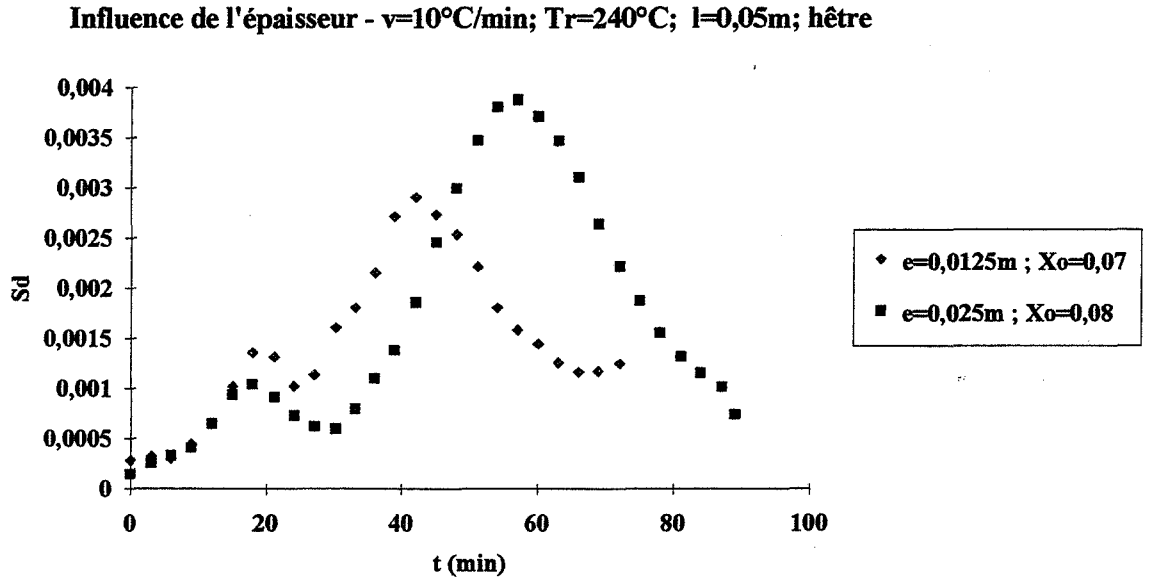


figure 32.1: courbes d'évolution de Sd lors du traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse de 10°C/min. pour des épaisseurs de 1,25 et 2,5 cm

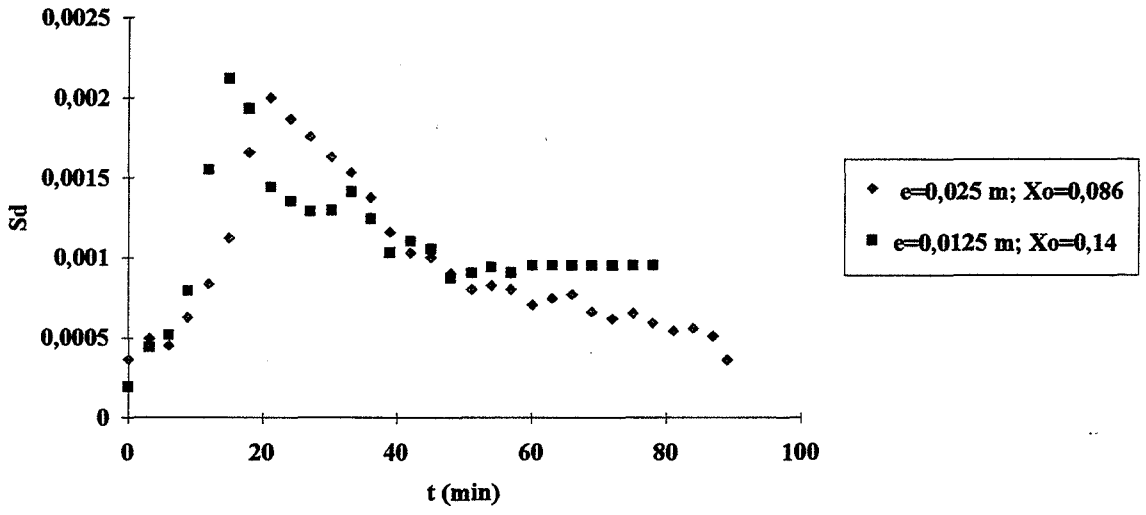


figure 32.2: courbes d'évolution de Sd lors du traitement du pin à 230°C avec une vitesse de 10°C/min. pour des épaisseurs de 1,25 et 2,5 cm

F-III CONCLUSION:

Le couplage du réacteur instrumenté avec le spectromètre IRTF permet de suivre simultanément en continu l'évolution de la température de l'échantillon, la cinétique globale de perte de masse et l'évolution de l'absorbance de chaque composé émis au cours du traitement .

Ces résultats montrent les bonnes corrélations entre les cinétiques de perte de masse et l' évolution de l'absorbance de gaz émis. Ils confirment les influences des paramètres de traitement non seulement sur les phénomènes de transferts et les cinétiques globales des réactions mais également sur les cinétiques d'émission de chaque composé.

Le problème de l'étalonnage peut être résolu en mettent en série avec le spectromètre IRTF des capteurs spécifiques pré-étalonnés de CO ou de CO_2.

En s'inspirant de ces résultats obtenus sur le couplage du réacteur avec le spectromètre IRTF, une étude a été menée, par la suite, afin de mettre en évidence la possibilité de contrôler le procédé à partir des cinétiques d'émission de gaz au cours de traitement en utilisant un capteur de gaz. C'est le moyen le plus simple et le plus efficace pour effectuer ce contrôle. Il est évident qu'il n'est pas possible de le réaliser avec la balance qui ne fournit que l'évolution de la masse globale de l'échantillon.

Il est possible d'utiliser un capteur spécifique à l'un des gaz émis (CO ou CO_2) mais nous avons choisi d'utiliser un capteur qui a été conçu sur place (Equipe C. Pijolat).

G-Suivi des cinétiques des gaz par le capteur de gaz :

G-I- Matériels et méthodes:

Le capteur de gaz (AIRCOOR 5001) est un sémi-conducteur composé principalement d'un oxyde metallique fritté, le SnO_2. Son principe de fonctionnement repose sur la variation de la résistance électrique de son constituant principal. Le signal de sortie varie en fonction de la concentration des gaz environnants, la température du capteur étant fixée à 400°C.

Ainsi le capteur de gaz est, d'abord, placé au bout du capillaire qui est relié au réacteur. Ce capillaire en inox est chauffé en permanence (160°C) afin d'éviter la condensation des gaz qui sont aspirés du four au moyen d'une pompe à débit constant pour être envoyé à l'extérieur. Puis, cet ensemble a été couplé avec le spectromètre IRTF. Ce sont les mêmes concentrations de composés qui traversent ainsi le capteur et ce spectromètre . La pompe est indispensable pour assurer cette circulation des gaz (figure 33).

Cet assemblage permet de suivre en continu simultanément l'évolution de la perte de masse et de la température de l'échantillon et l'évolution du signal envoyé par le capteur.

Le capteur est calibré préalablement de façon à éviter la saturation du signal à obtenir une bonne sensibilité. Les dimensions de l'échantillon sont identiques à ceux qui ont été étudiés auparavant (25 mm X 55 mm X 150 mm). On espère que l'évolution du signal du capteur reflète l'évolution globale des concentrations des gaz qu'ils détectent.

G-II- Résultats expérimentaux:

Les résultats sur l'IRTF nous amènent à utiliser un capteur de gaz en vue du contrôle du procédé. Il doit permettre de suivre la cinétique de l'un des gaz émis au cours du traitement. Le problème est de démontrer la corrélation entre l'évolution de l'absorbance des gaz émis et l'évolution du signal de sortie de ce capteur.

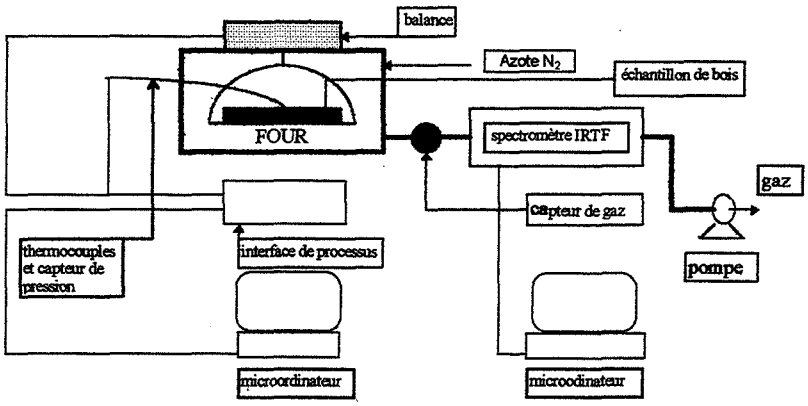


figure 33: schéma du procédé expérimental

G-II-1) résultats sur le traitement du hêtre (sec):

Lors du traitement du hêtre (figures 34; Annexes 12.1 à 12.5), le signal du capteur S(V) évolue au cours du traitement. Cependant ce signal, ne permet pas de distinguer les deux phases de traitement qu'on a observées auparavant. En effet, il ne présente qu'un seul maximum pendant la phase de rétification (deuxième phase).

D'après les figures 34.1.b,34.2.b,35.b et les Annexes 12.4 et 12.5, la comparaison de l'évolution du signal du capteur et les cinétiques d'absorbance des composés émis par le hêtre montre que ce capteur n'est pas sensible à l'eau émis pendant la phase de séchage et qu'il est sensible au moins à l'un des composés émis pendant la phase de rétification (CO, CO_2, CH_3COOH). Le maximum du signal est atteint bien avant qu'on déclenche l'étape de refroidissement qui entraîne une diminution plus rapide. La présence de ce maximum confirme ainsi les résultats obtenus en couplant le réacteur avec le spectromètre IRTF.

G-II-2) résultats sur le traitement du pin (sec):

Il en est de même avec le pin; en effet, le signal du capteur ne présente qu'un seul maximum également. Cependant, il est atteint plus vite qu'avec le hêtre. De plus, ce maximum est plus étalé. Or, l'IRTF a montré un pic supplémentaire pendant la phase de séchage pour les produits dérivées des extractibles. Ce qui explique peut être l'étalement du maximum. Le signal du capteur est bien corrélé de toute façon avec les gaz émis pendant la deuxième phase (figures 35; Annexes 13.1 à 13.3)

Ces résultats montrent que ce capteur est tout à fait convenable pour le contrôle du procédé.

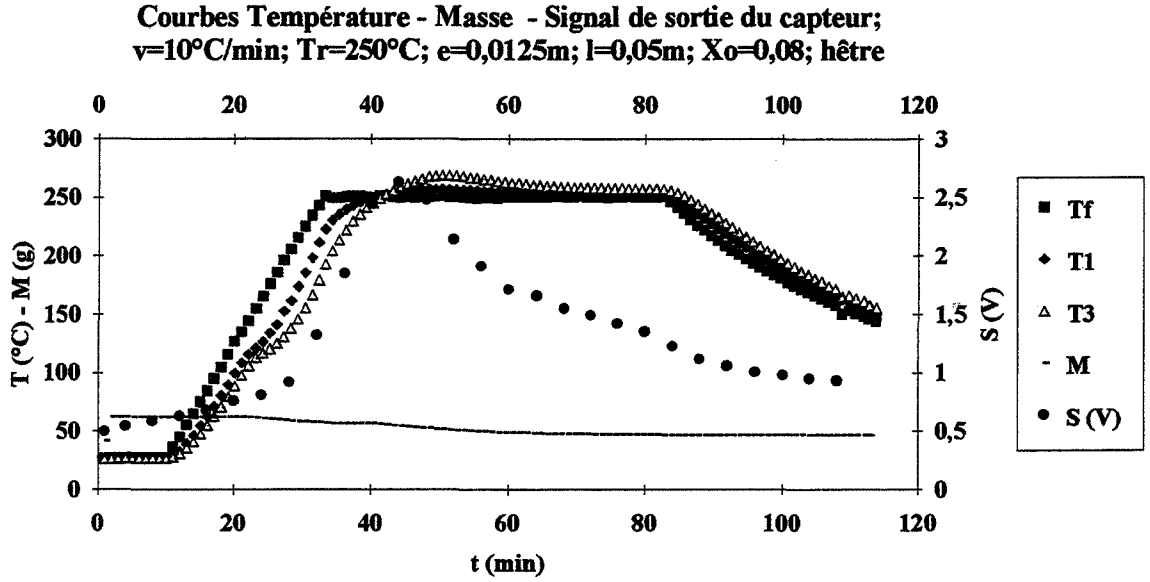


figure 34.1.a: courbes d'évolution des **températures Tf, T1 et T3**, *de cinétique de* **perte de masse** *et d'évolution du* **signal du capteur**

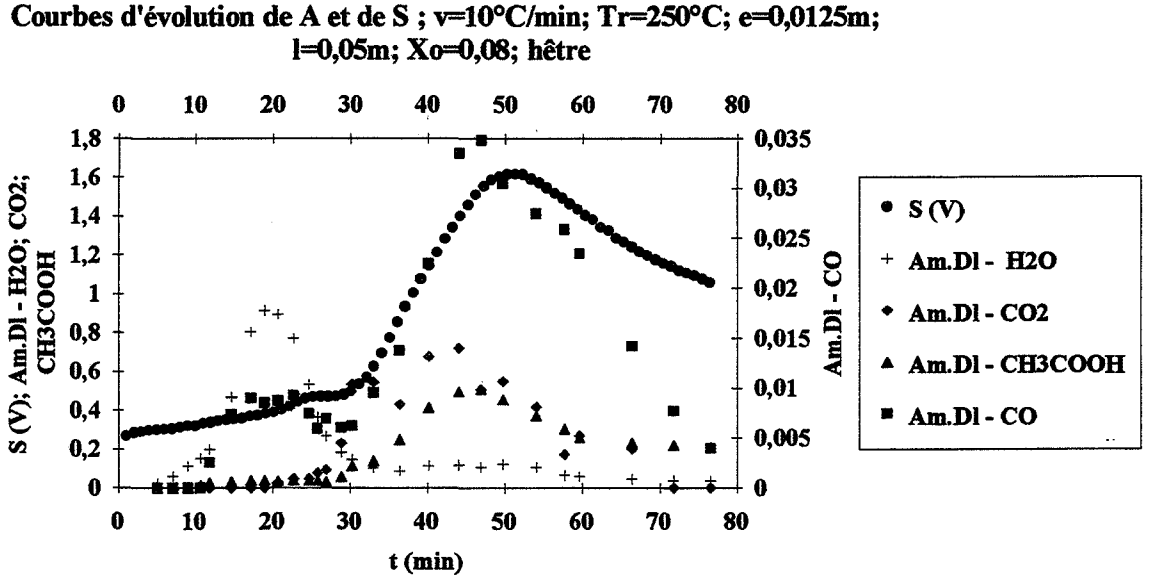


figure 34.1.b: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis et courbes d'évolution du **signal du capteur**

figures 34.1: traitement du hêtre à 250°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

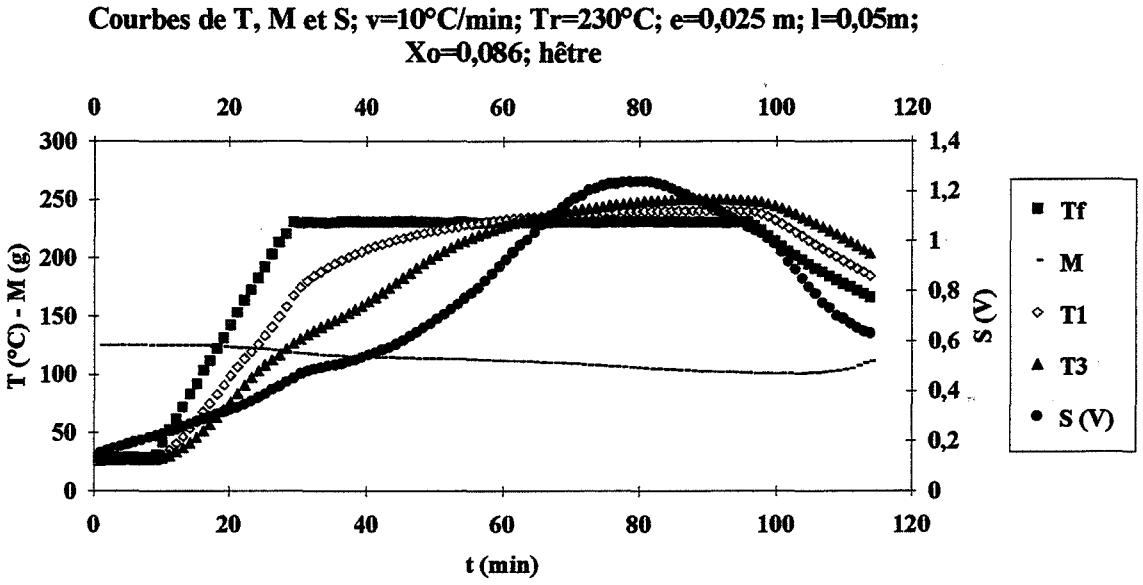


figure 34.2.a: courbes d'évolution des **températures Tf, T1 et T3**, *de cinétique de* **perte de masse** *et d'évolution du* **signal du capteur**

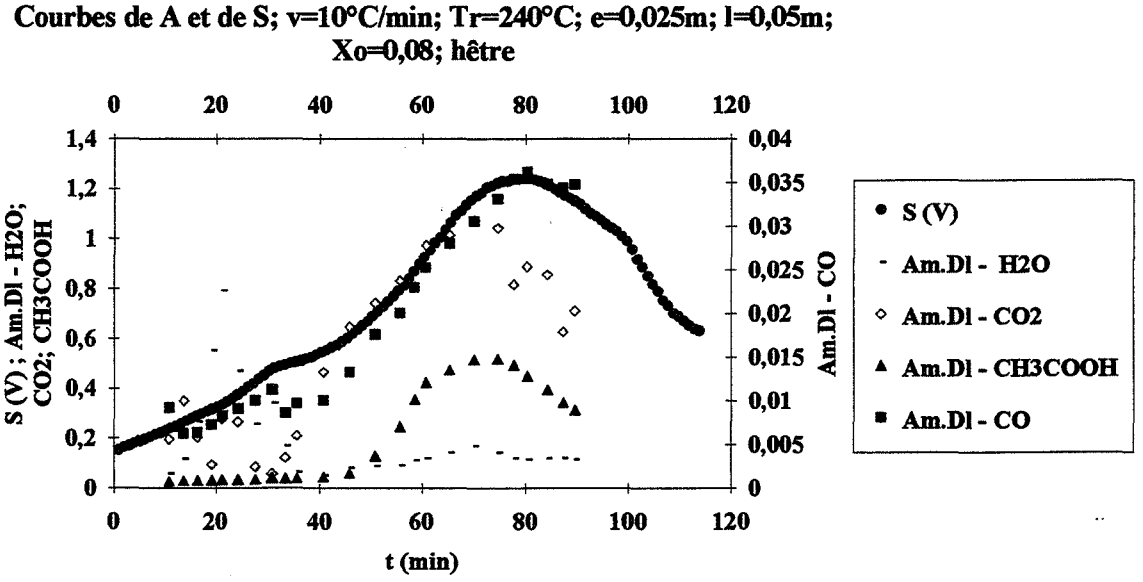


figure 34.2.b: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis et du **signal de sortie du capteur**

figures 34.2: traitement du hêtre à 230°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

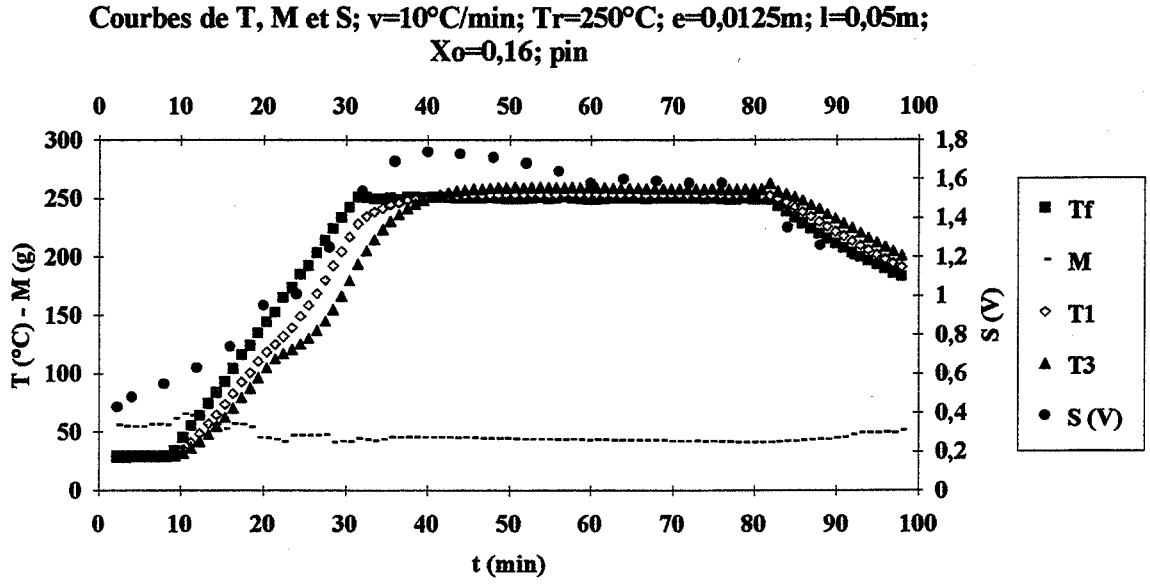


figure 35.a: courbes d'évolution des **températures Tf, T1 et T3**, *de cinétique de* **perte de masse** *et d'évolution du* **signal du capteur**

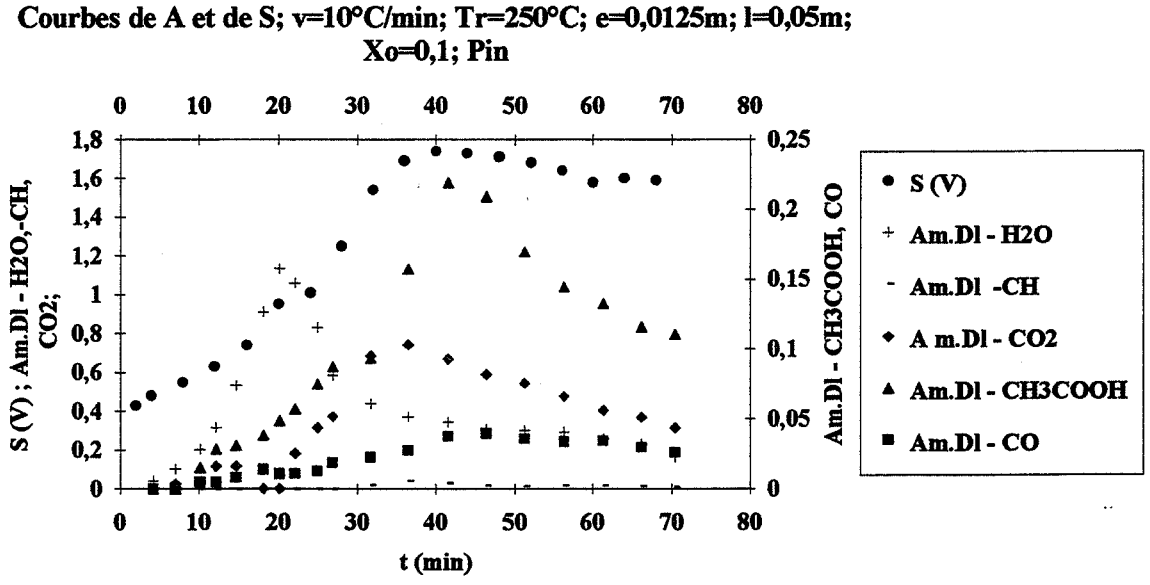


figure 35.b: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis et du **signal de sortie du capteur**

figures 35: traitement du pin à 250°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

G-II-3) influence de la température de traitement:

Les expériences ont été effectuées sur du hêtre et sur du pin à différentes températures (230°C, 240°C, 250°C) .

Les résultats expérimentaux (figures 36.1; 36.2; 36.3) montrent que le signal du capteur et son maximum augmentent avec la température de traitement. Avec le pin qui est un résineux (figures 36.1), ce signal augmente plus rapidement (à basse température) en faisant varier la température de traitement de 230 à 240°C que de 240 à 250°C. Ce qui confirme que le pin se dégrade plus rapidement à basse température. En revanche, avec le hêtre (figures 36.2 et 36.3) qui est un feuillu, on remarque le processus inverse, d'après les courbes de perte de masse et du signal de sortie du capteur.

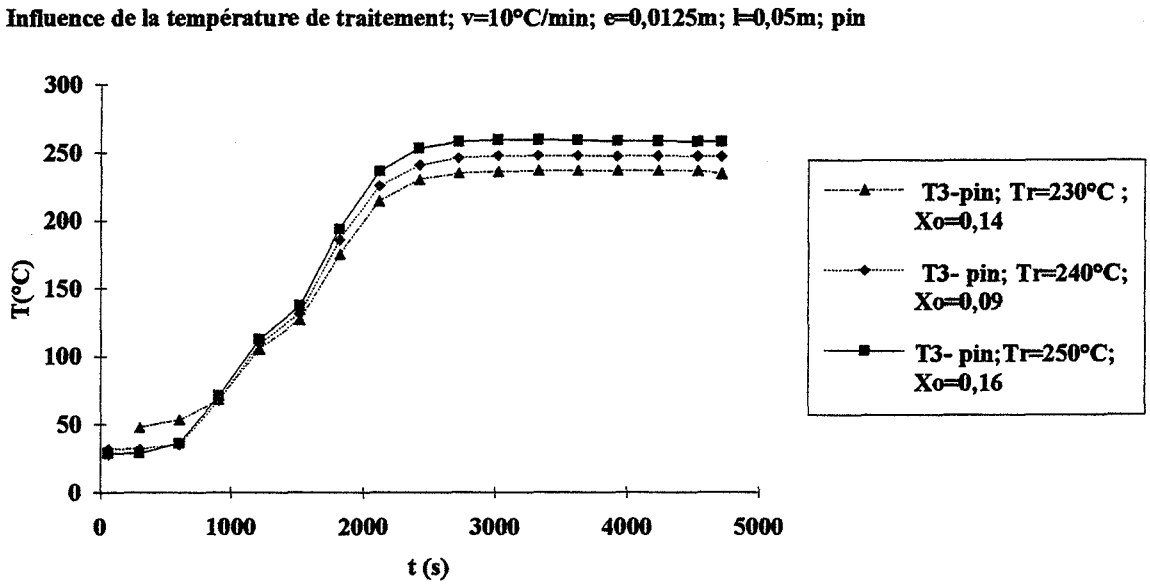


figure 36.1.a: courbes d'évolution de la **température T3**

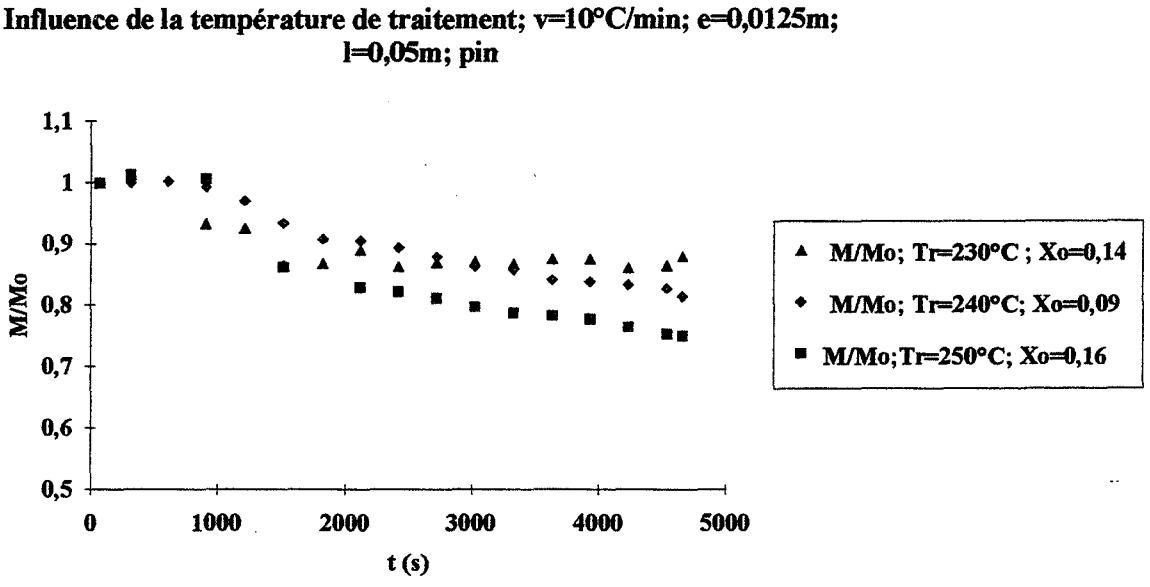


figure 36.1.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

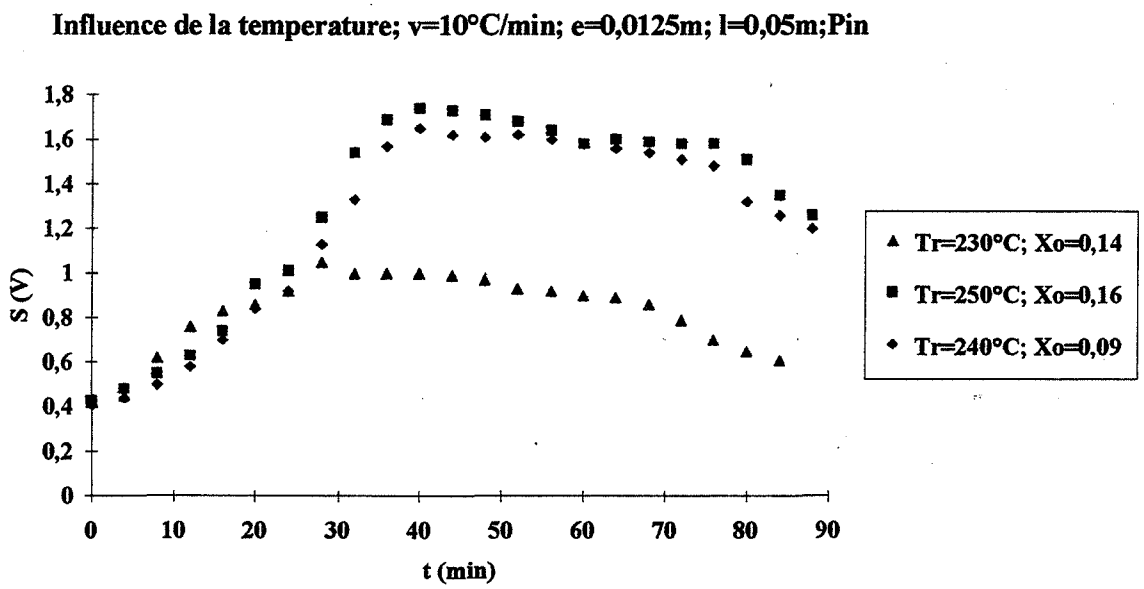


figure 36.1.c: courbes d'évolution du **signal de sortie du capteur**

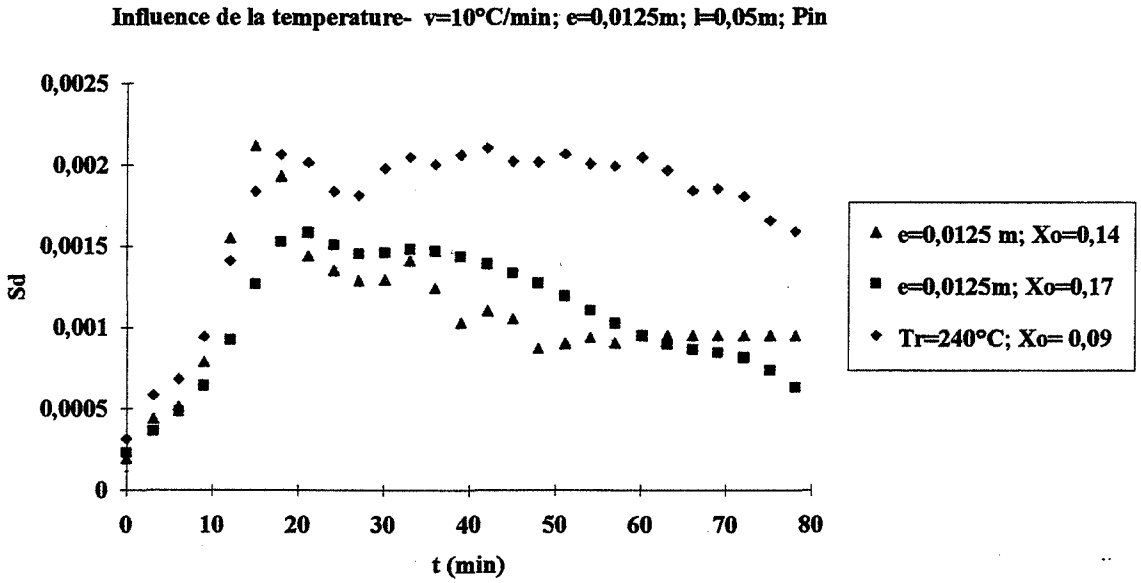


figure 39.1.d: courbes d'évolution du signal du détecteur du spectromètre IRTF Sd

figure 36.1: traitement du pin à 230, 240 et 250°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

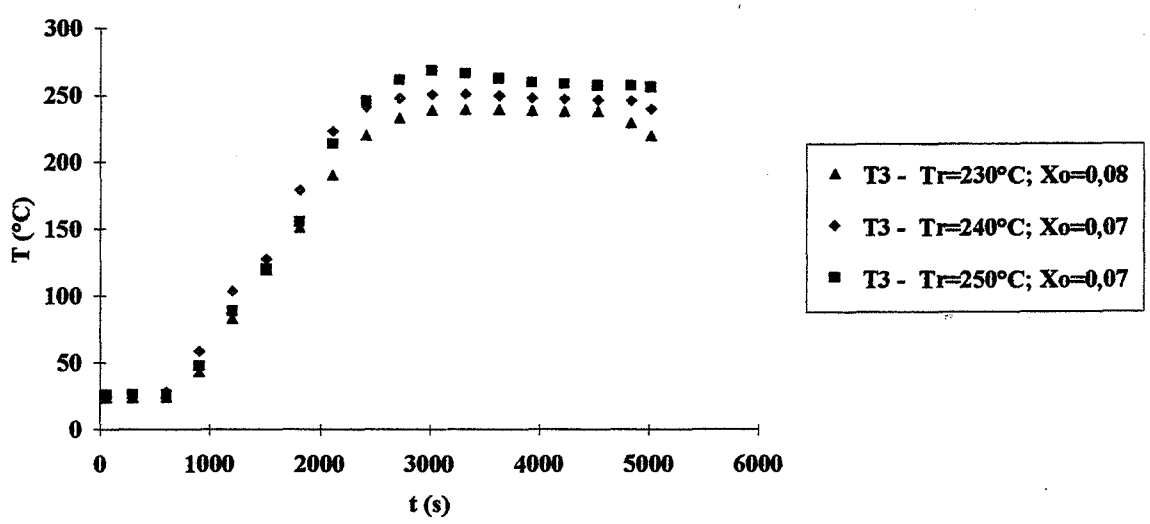


figure 36.2.a: courbes d'évolution de la **température T3**

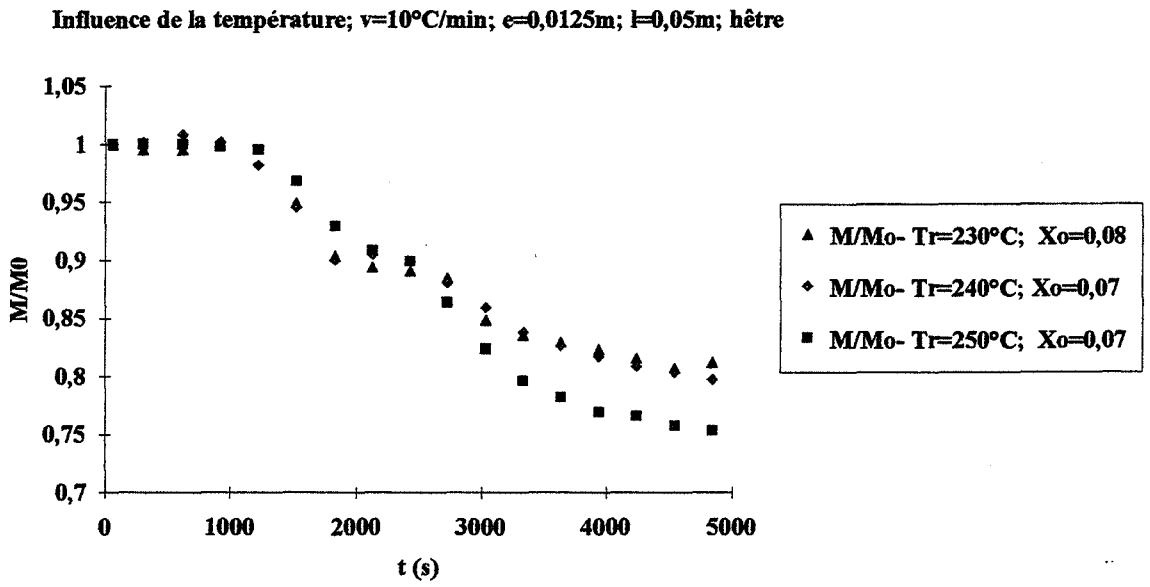


figure 36.2.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

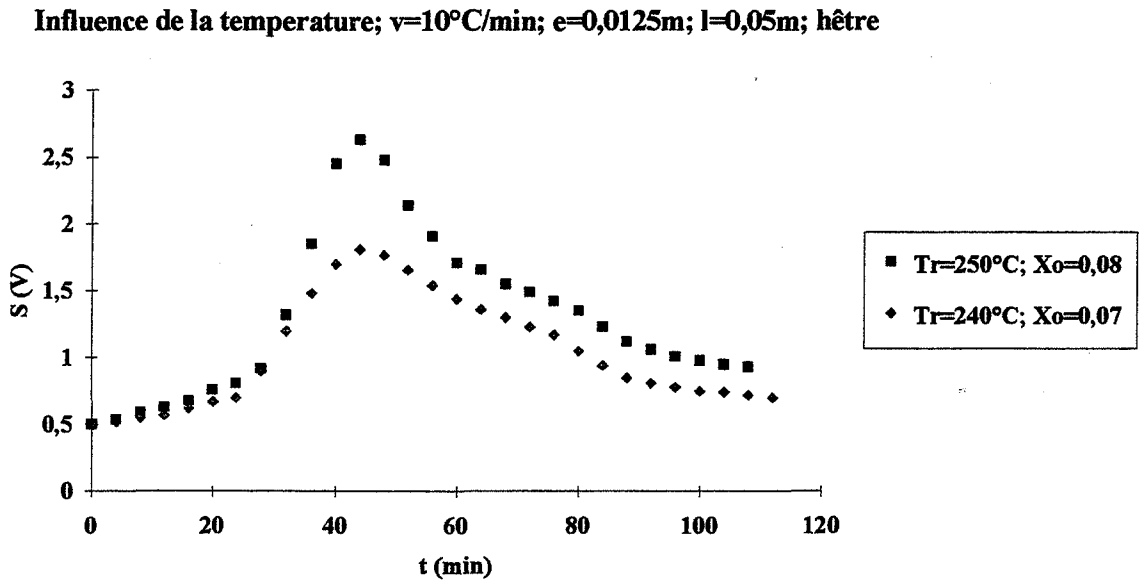


figure 36.2.c: courbes d'évolution du signal de sortie du capteur

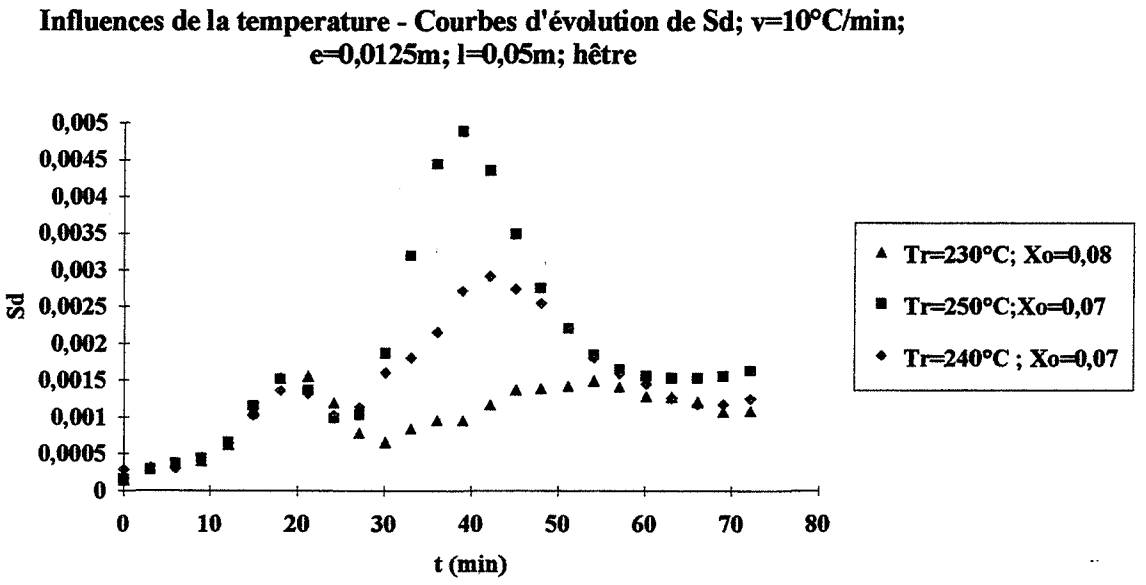


figure 36.2.d: courbes d'évolution de Sd

figure 36.2: traitement du hêtre à 230, 240 et 250°C avec une vitesse de 10°C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

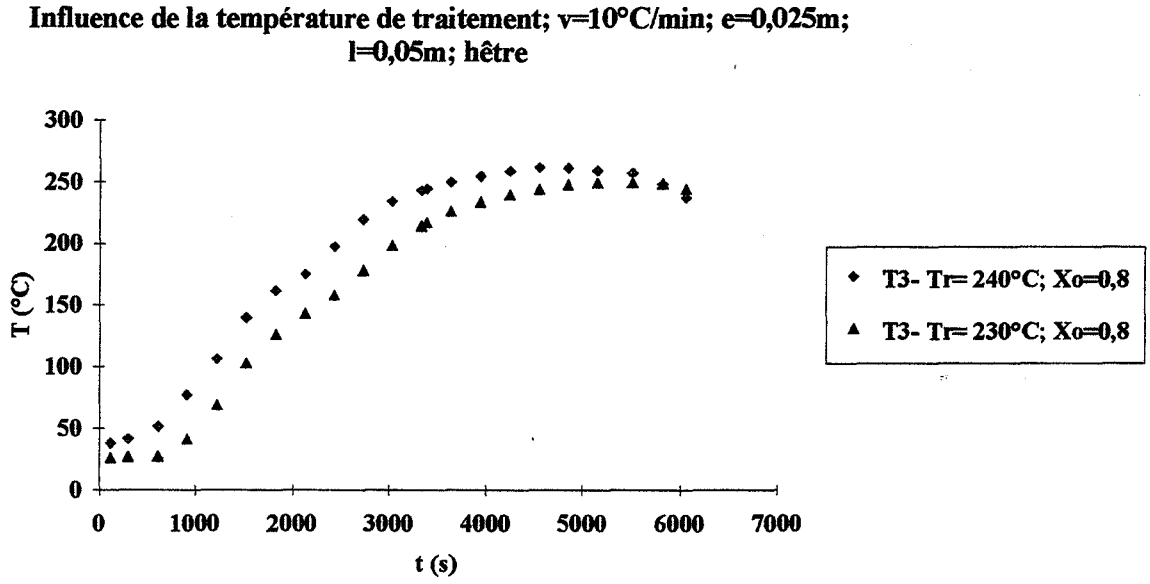


figure 36.3.a: courbes d'évolution de la **température T3**

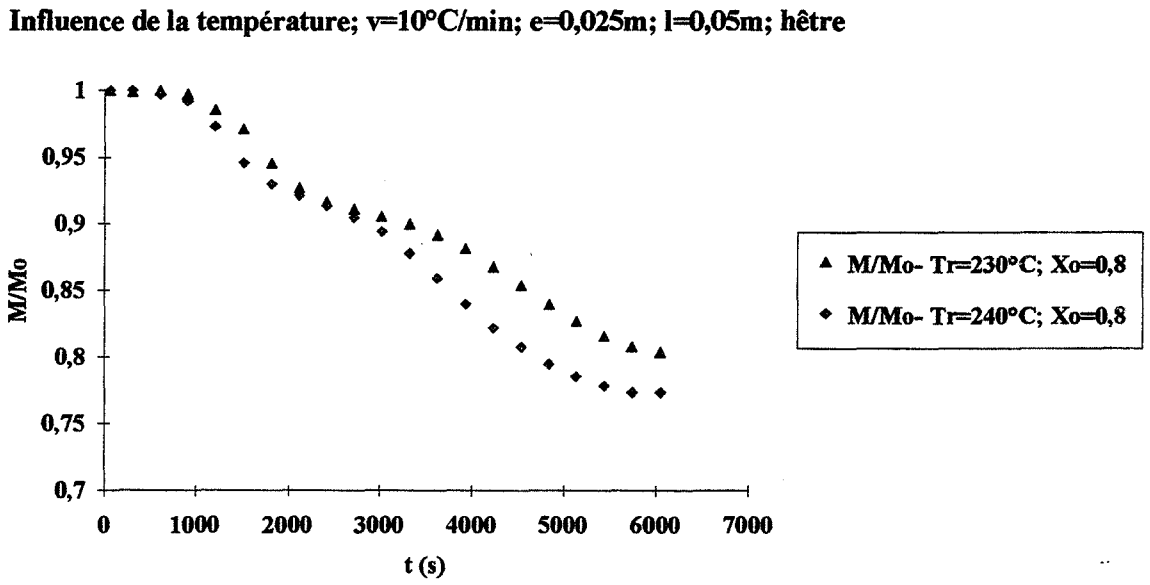


figure 36.3.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

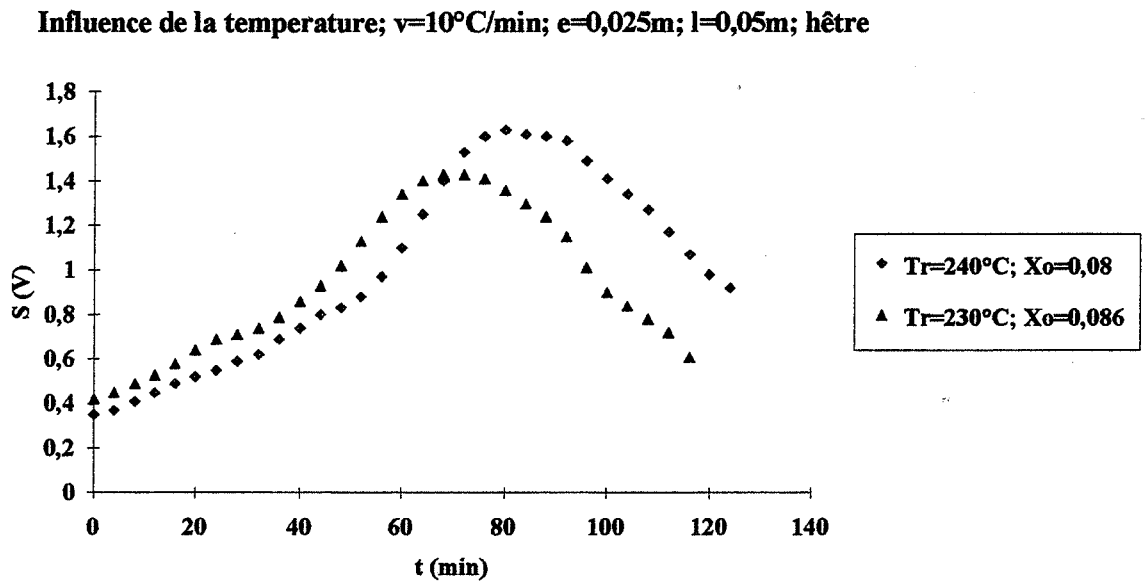


figure 36.3.c: courbes d'évolution du signal de sortie du capteur

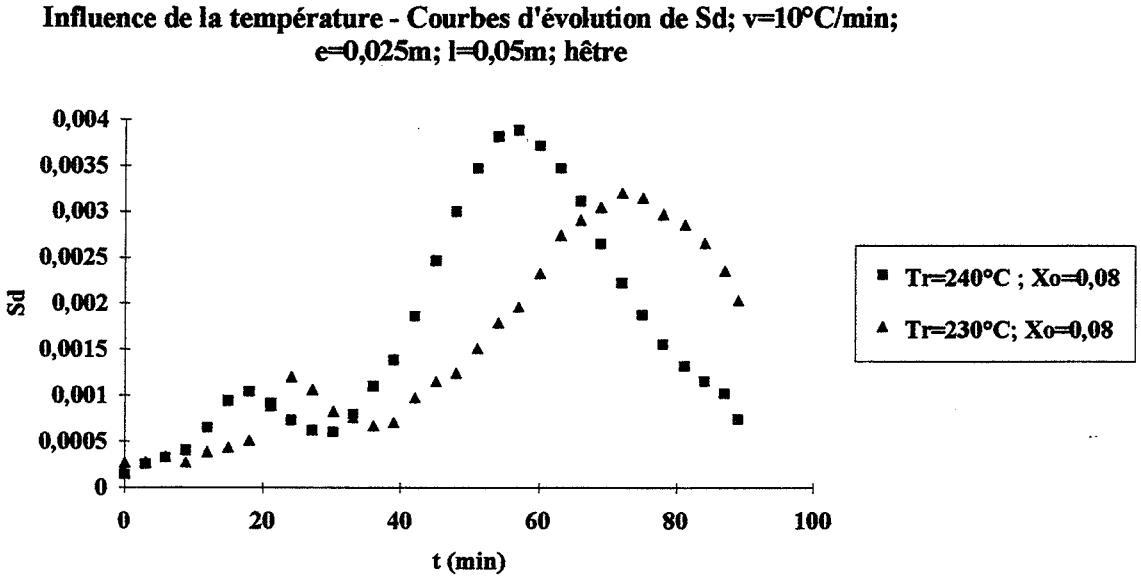


figure 36.3.d: courbes d'évolution de Sd

figure 36.3: traitement du hêtre à 230 et 240°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur e de 2,5 cm

G-II-4) influence de l'essence du bois:

Les signaux obtenus avec le hêtre sont plus élevés que ceux avec le pin. Ce qui confirme que le hêtre produit beaucoup plus de gaz que le pin et que le hêtre se dégrade plus rapidement que le pin. On remarque la bonne corrélation entre les courbes d'évolution du signal du détecteur du spectromètre IRTF Sd et les courbes d'évolution du signal du capteur (figures 37). La seule différence se situe au niveau du premier maximum du chromatogramme qui est du à la détection de l'eau par le spectromètre.

G-II-5) influence de l'épaisseur de l'échantillon:

Ces études ont été effectuées sur des échantillons de hêtre dont les épaisseurs sont respectivement 1,25 cm , 2,50 cm et 3,75 cm. Les résultats montrent que le maximum du signal augmente avec l'épaisseur de l'échantillon et plus l'épaisseur est faible, plus vite est atteint ce maximum; ce qui est bien cohérent avec les résultats obtenus auparavant (figures 38). On remarque la bonne corrélation entre les cinétiques de chaque composé émis montrées par l'évolution de Sd, la cinétique de perte de masse de l'échantillon et l'évolution du signal de sortie du capteur.

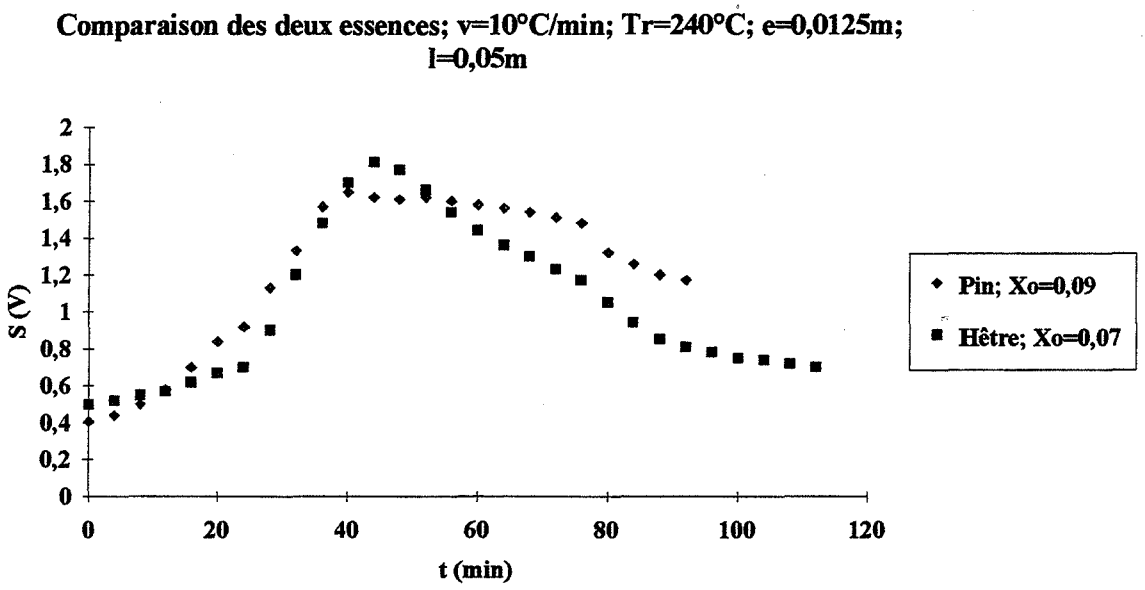


figure 37.1.a: courbes d'évolution du signal de sortie du capteur

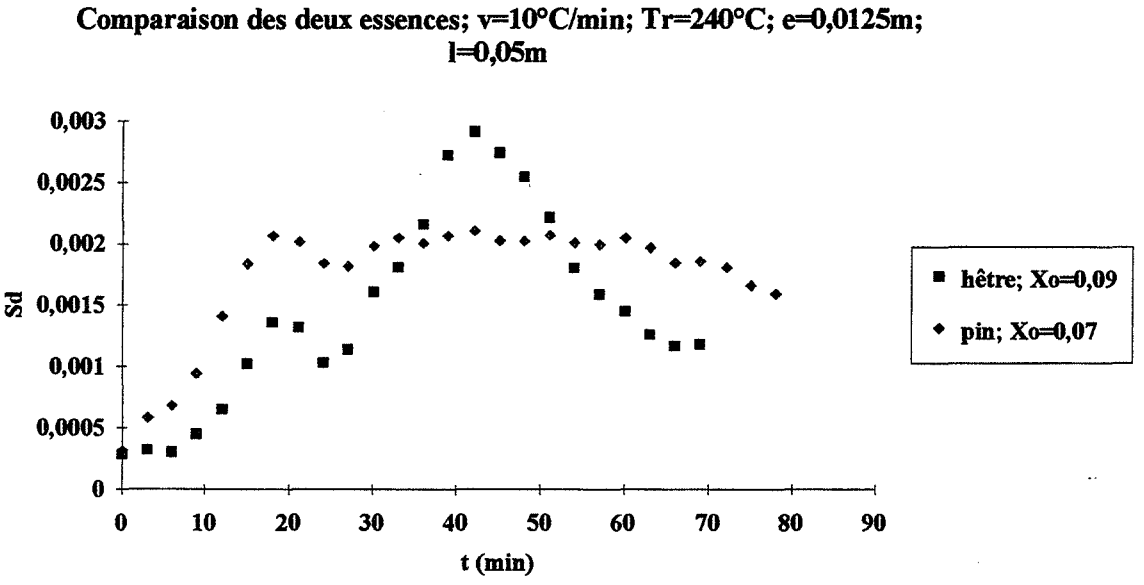


figure 37.1.b: courbes d'évolution de Sd

figure 37.1.: traitements du hêtre et du pin à 240°C avec v=10 °C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

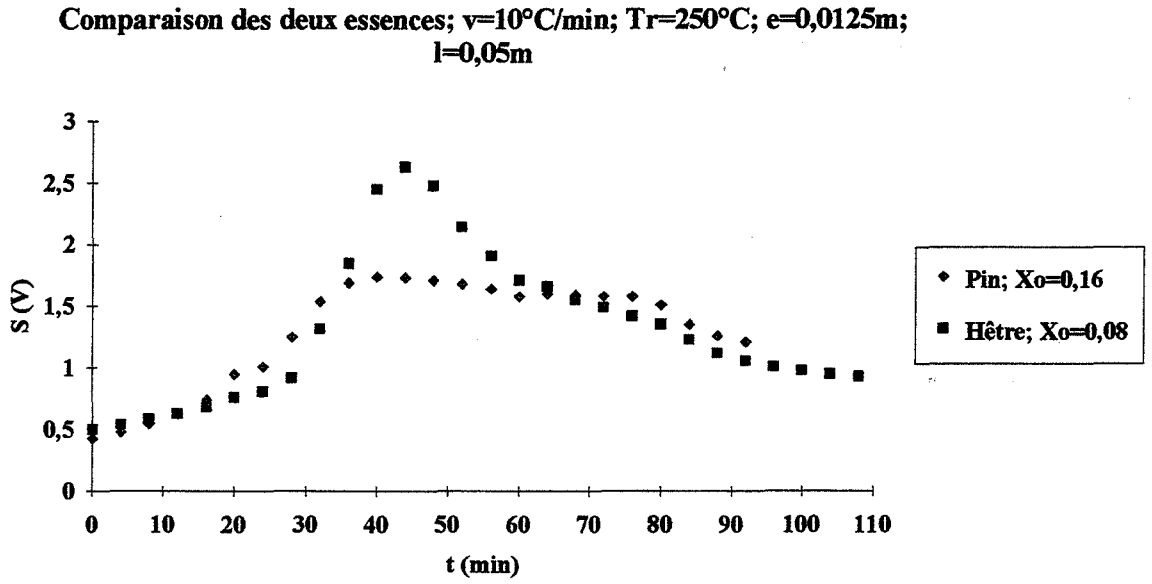


figure 37.2.a: courbes d'évolution du signal de sortie du capteur

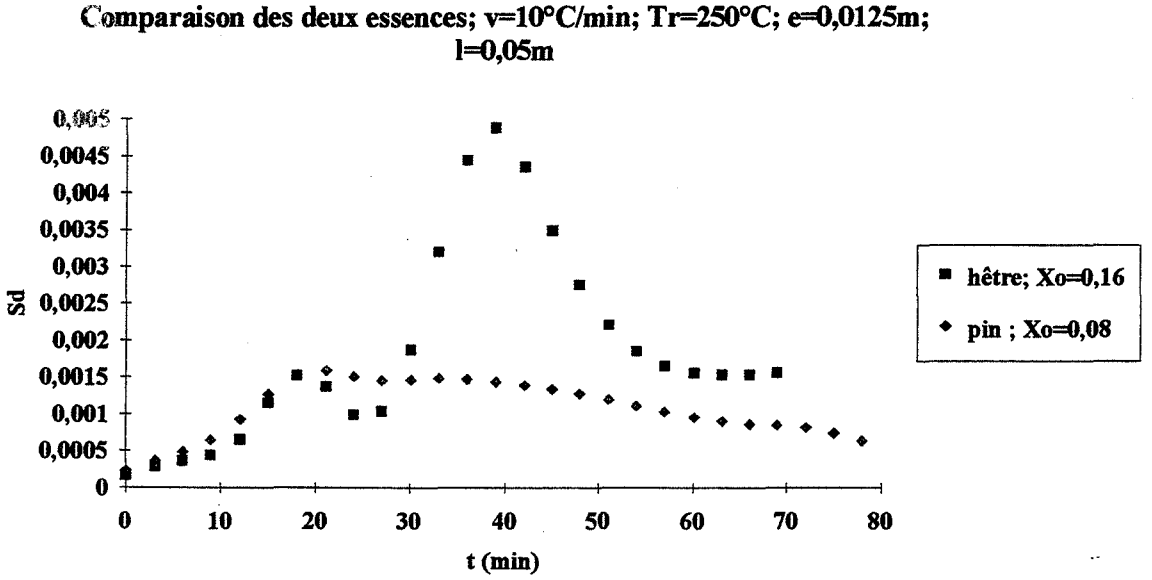


figure 36.2.b: courbes d'évolution de Sd

figures 37.2: traitement du hêtre et du pin à 250°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

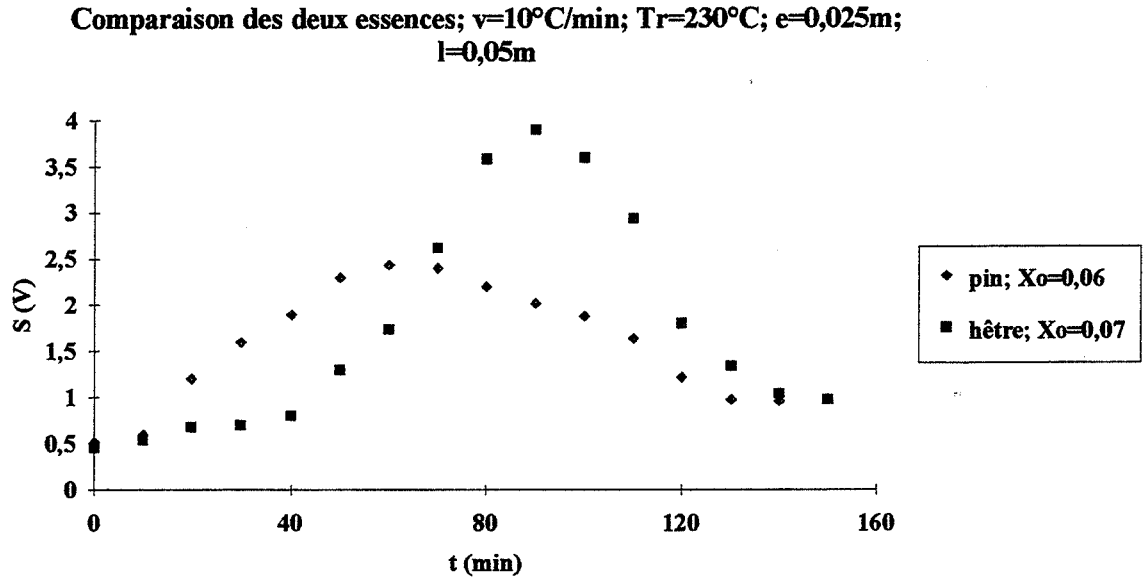


figure 37.3 courbes d'évolution du signal de sortie du capteur lors des traitement à 230°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

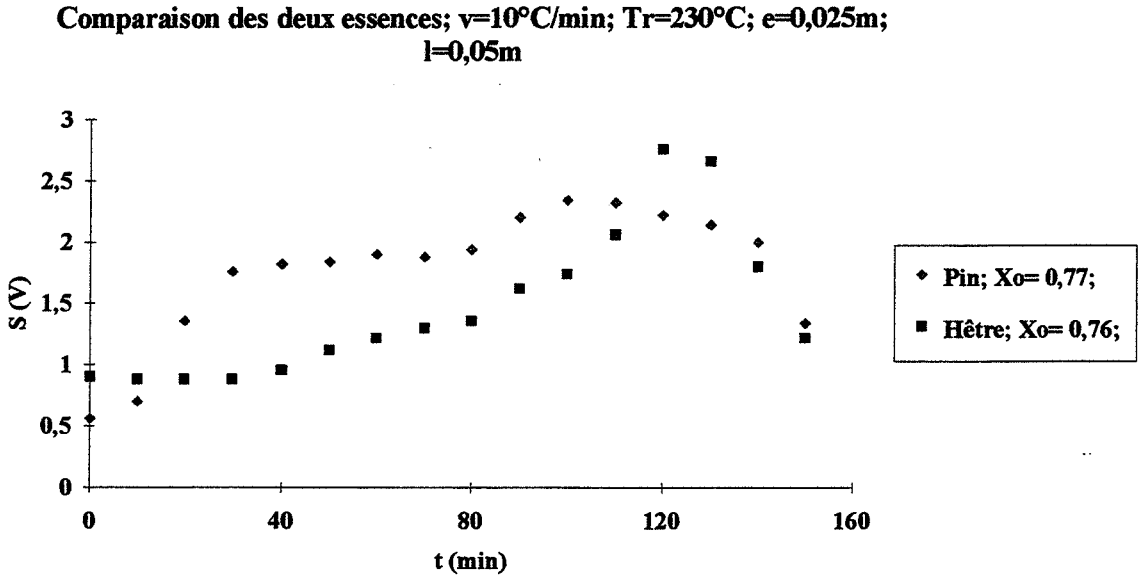


figure 37.4: courbes d'évolution du signal de sortie du capteur lors des traitement de bois humide à 230°C avec une vitesse v de 10 °C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

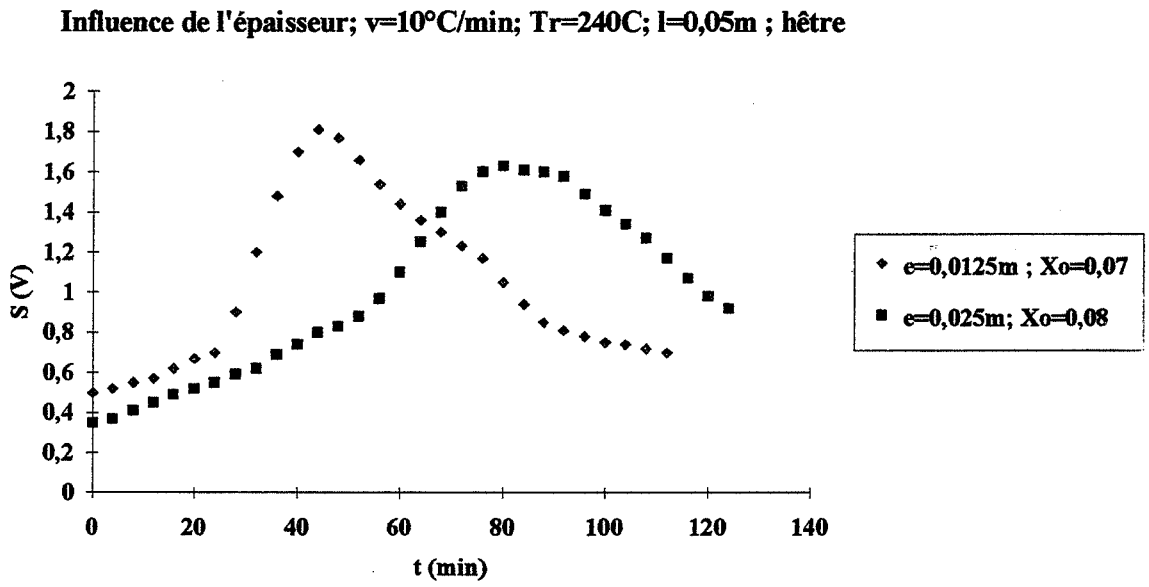


figure 38.1.a: courbes d'évolution du signal de sortie du capteur

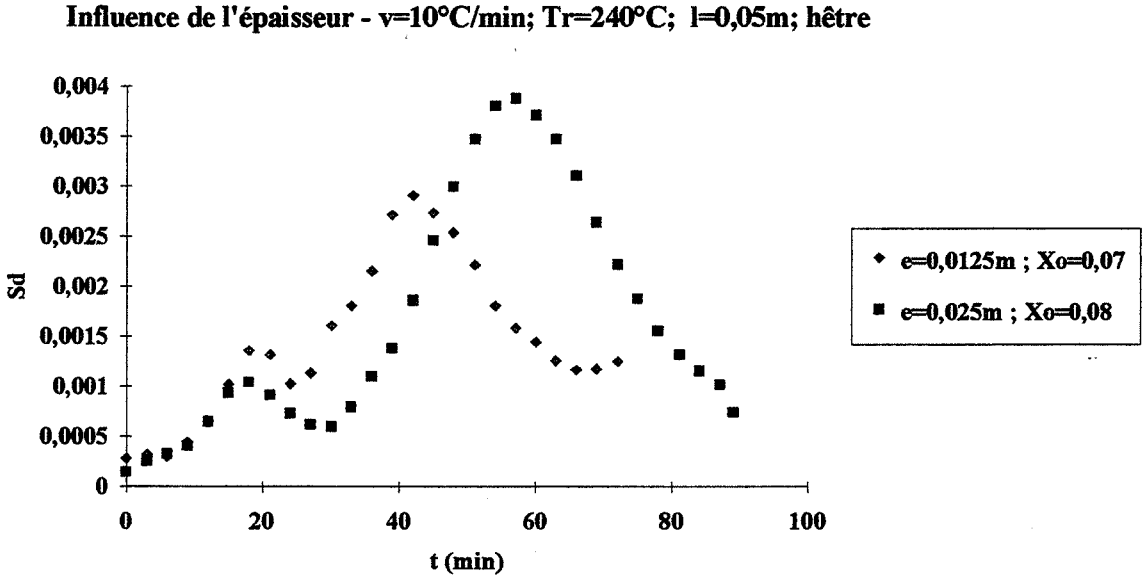


figure 38.1.b: courbes d'évolution de Sd

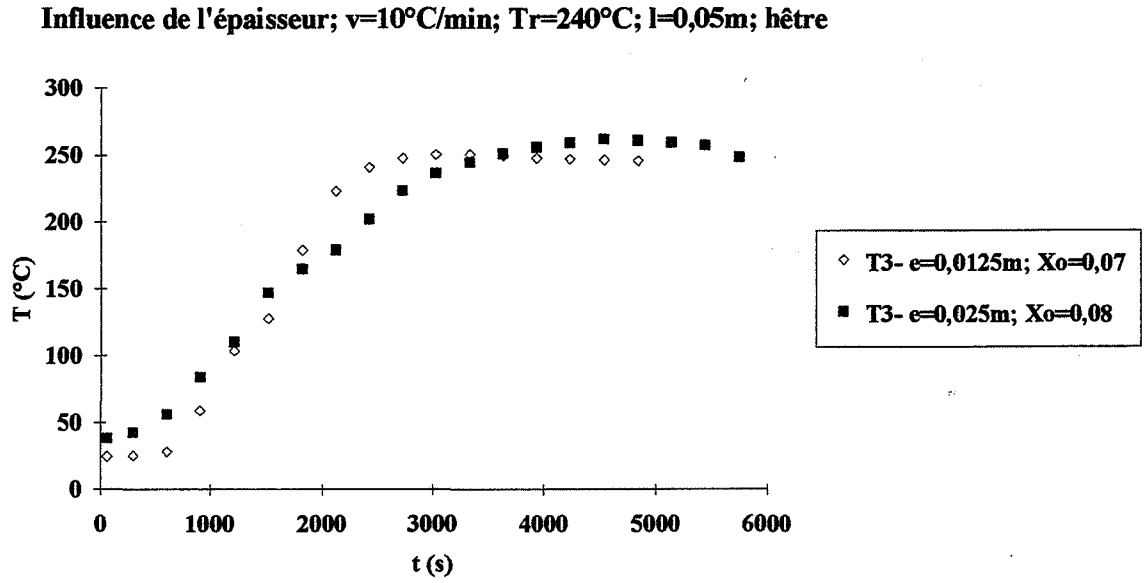


figure 38.1.c: courbes d'évolutions de la **température T3**

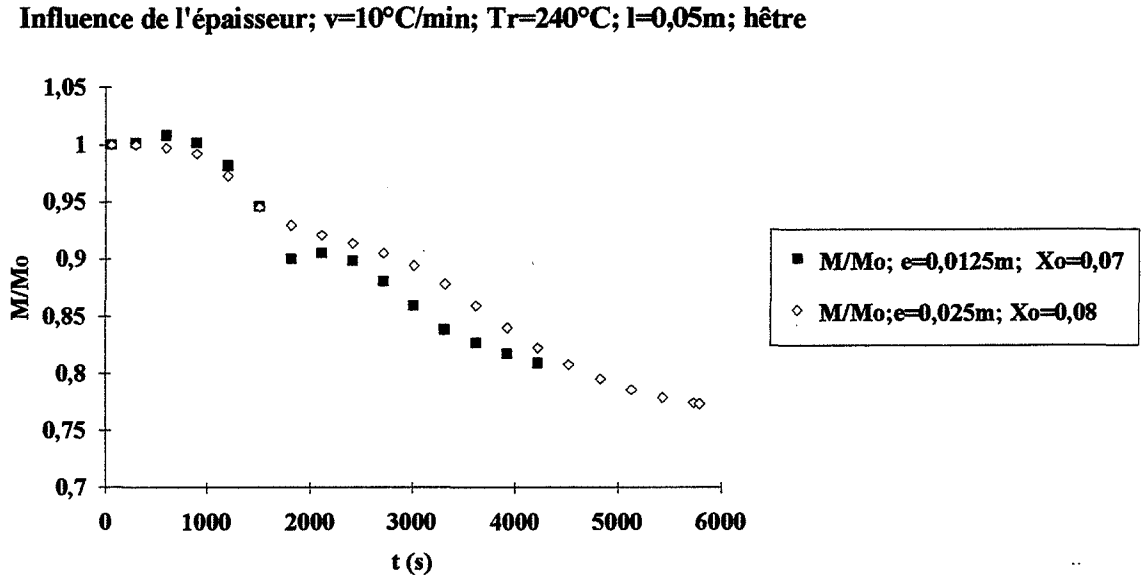


figure 38.1.d: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

figures 38.1: traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour des épaisseurs de 1,25 et 2,5 cm

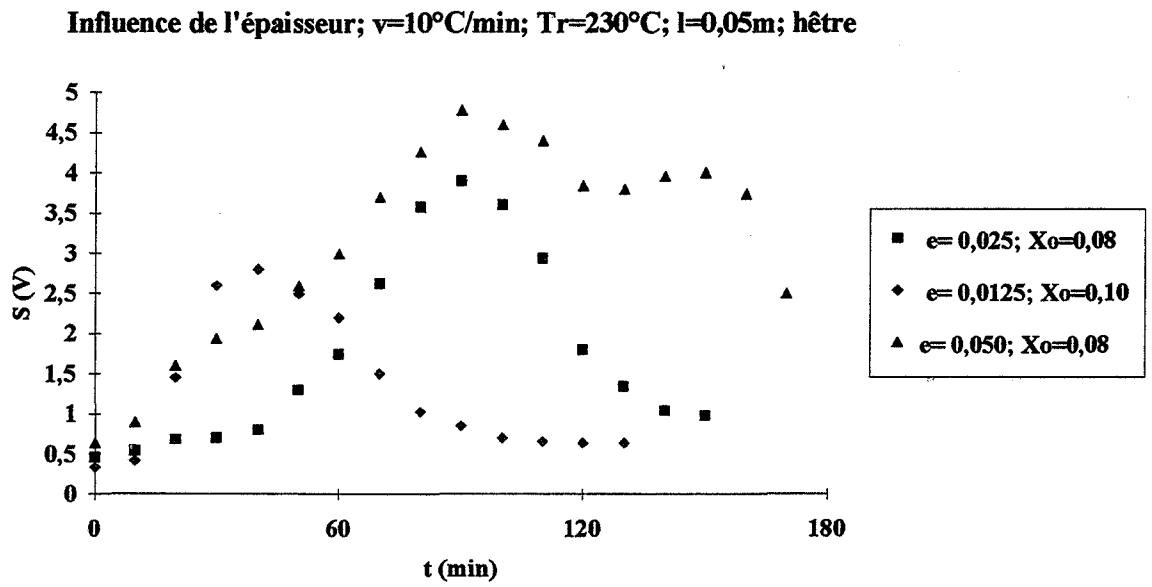


figure 38.2.a: courbes d'évolution du **signal de sortie du capteur**

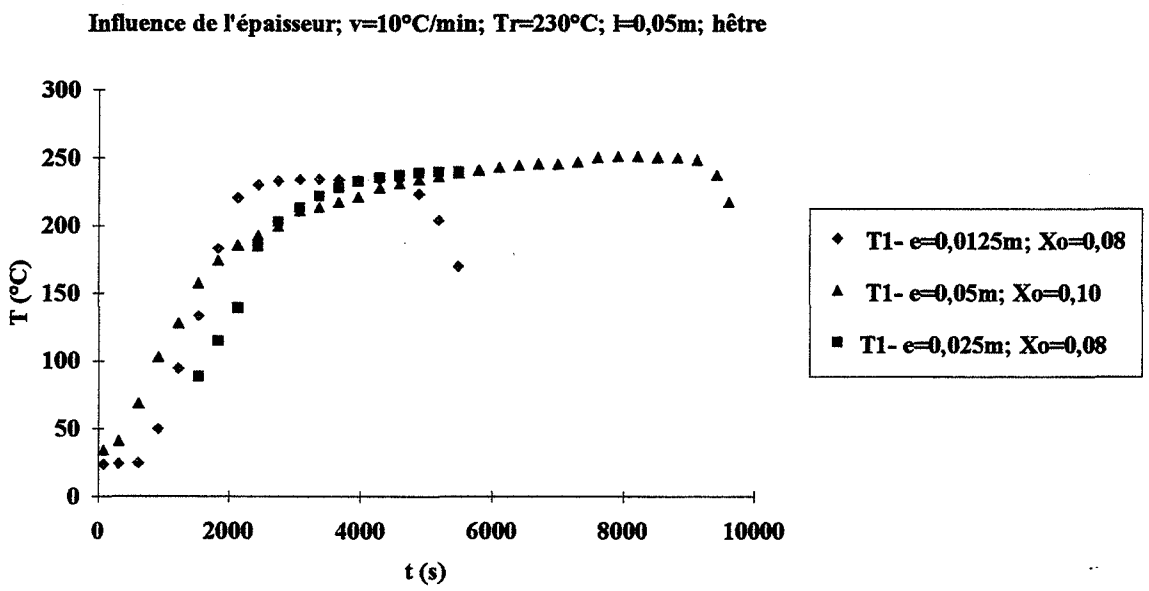


figure 38.2.b: courbes d'évolution de la **température T1**

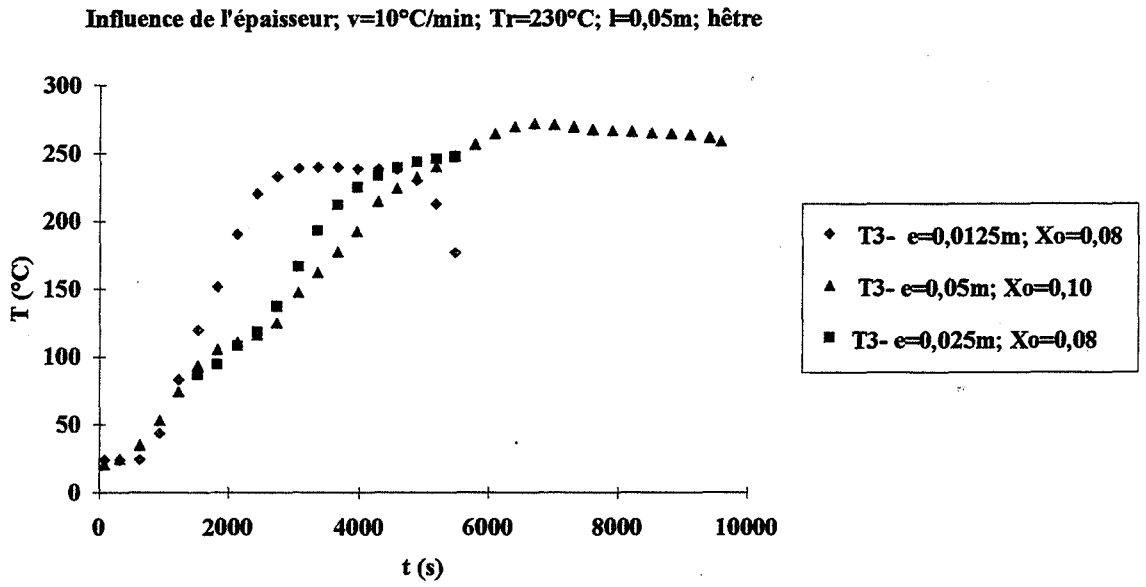


figure 38.2.c: courbes d'évolution de la **température T3**

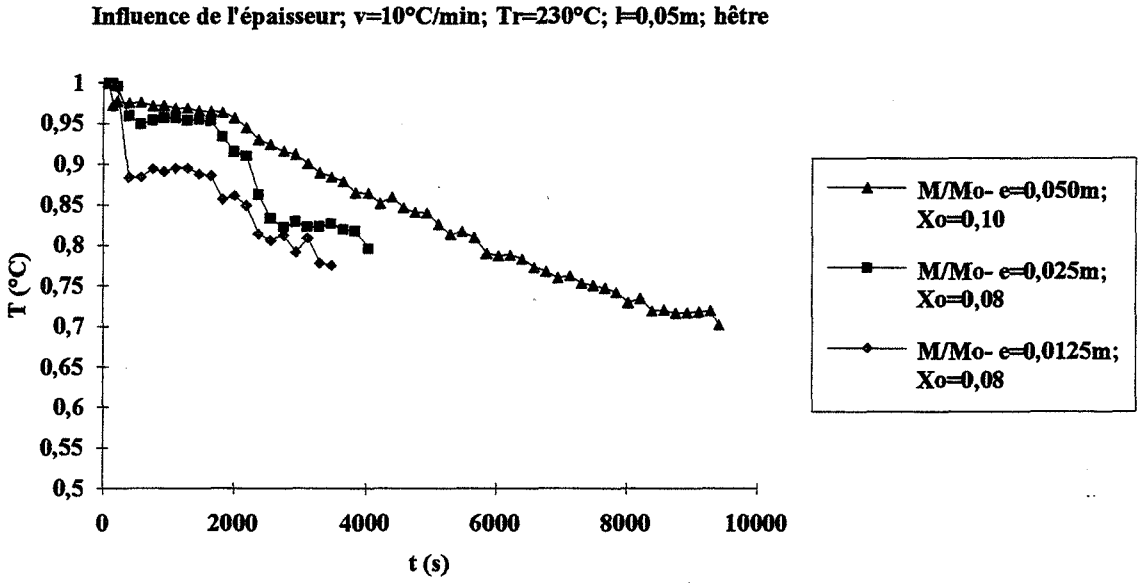


figure 38.2.d: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

figures 38.2: traitement du hêtre à 230°C pour des épaisseurs e de 1,25 ; 2,5 et 5 cm

G-II-6) influence de l'humidité initiale :

L'étude a été effectuée sur des bois secs et des bois humides qui ont été obtenus après imprègnation dans l'eau (Xo=77%) pendant quelques semaines . On constate que le capteur est insensible à la vapeur d'eau. En revanche, celle-ci sert de vecteur des gaz produits au cours de la phase de séchage (figures 39).

Dans le cas du pin, le signal présente un palier pendant la phase de séchage. Puis, après le passage à la phase anhydre, il augmente jusqu'au maximum puis diminue progressivement (figures 39.1 et 39.2).

Dans le cas du hêtre, le signal détecté pendant la phase de séchage est faible . Mais, après le passage à la phase anhydre, il augmente rapidement vers le maximum puis diminue progressivement (figure 39.3 et 39.4). On remarque cependant que ce maximum est plus faible que celui obtenu avec le hêtre sec. Ainsi, le capteur ne détecte rien pendant la phase de séchage. Ce qui confirme encore que les gaz émis par le hêtre et le pin ne sont pas identiques, du moins pendant la première phase, à cause de leur différence de composition chimique. Ainsi, la forme et l'intensité du signal varie en fonction de l'essence de bois traité.

Dans le cas du bois humide, la vitesse de dégradation ,après le passage à la phase anhydre est élevée; ce qui explique peut être la différence d'intensité du signal obtenu avec du hêtre humide et du hêtre sec; il est possible que dans le cas du hêtre humide, les constituants du bois sont directement dégradés en CO et CO_2 alors qu'avec le hêtre sec, les gaz sont émis sous forme de CO, CO_2 et CH_3COOH.

Dans tous les cas, avec une consigne fixée à 230°C dans le réacteur, le passage par un maximum est confirmé après un temps de séjour dont la durée varie selon l'essence du bois traité et son épaisseur. La diminution du signal avant la phase de refroidissement signifie que des réactions sont terminées.

Ceci est corroboré par le fait que la température au centre du bois traité diminue progressivement après le passage à ce maximum ce qui signifie que l'exothermicité des réactions diminue. Cependant, le maximum du signal du capteur est atteint plus vite à cause des phénomènes de conduction de chaleur vraisemblablement. Les variations de l'intensité du signal pendant la phase de rétification sont cohérentes avec la variation de la perte de masse.

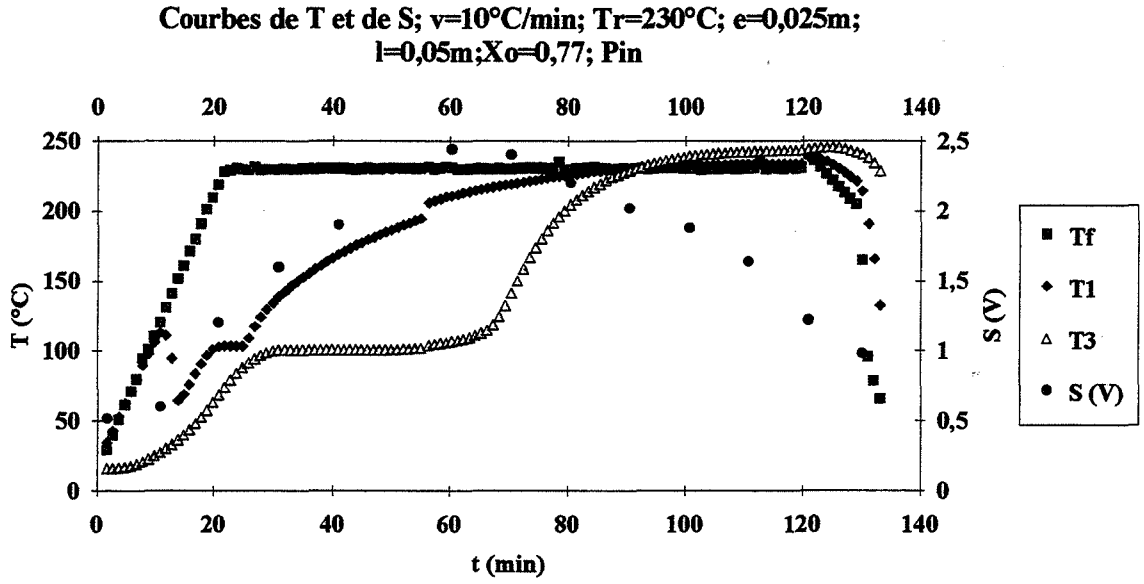


figure 39.1: courbes d'évolution des températures Tf, T1 et T3 et d'évolution du signal de sortie du capteur lors du traitement de pin humide à 230°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm et un taux d'humidité initial de 77 %

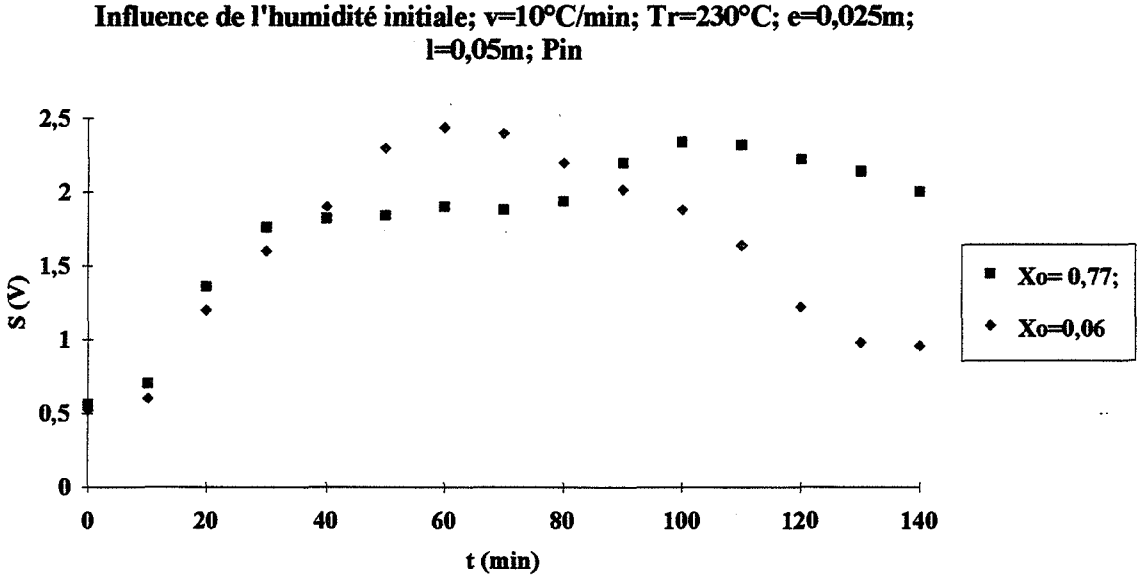


figure 39.2: courbes d'évolution du signal de sortie du capteur lors du traitement du pin à 230°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm et des taux d'humidité initiaux de 6 et 77 %

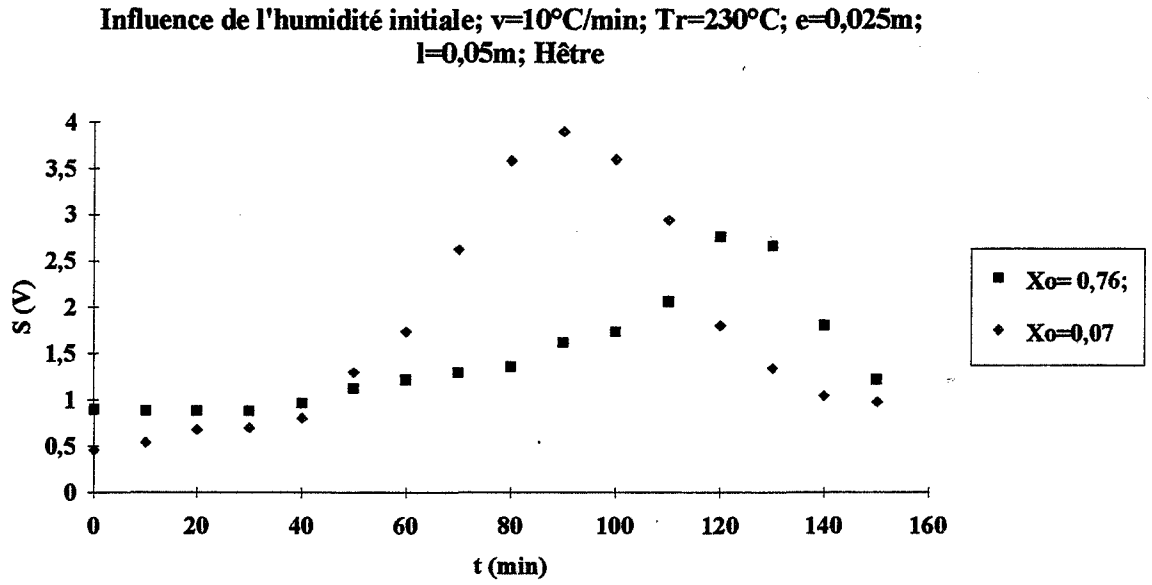


figure 39.3: courbes d'évolution du signal de sortie du capteur lors du traitement du hêtre à 230°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm et des taux d'humidité initiaux de 7 et 76 %

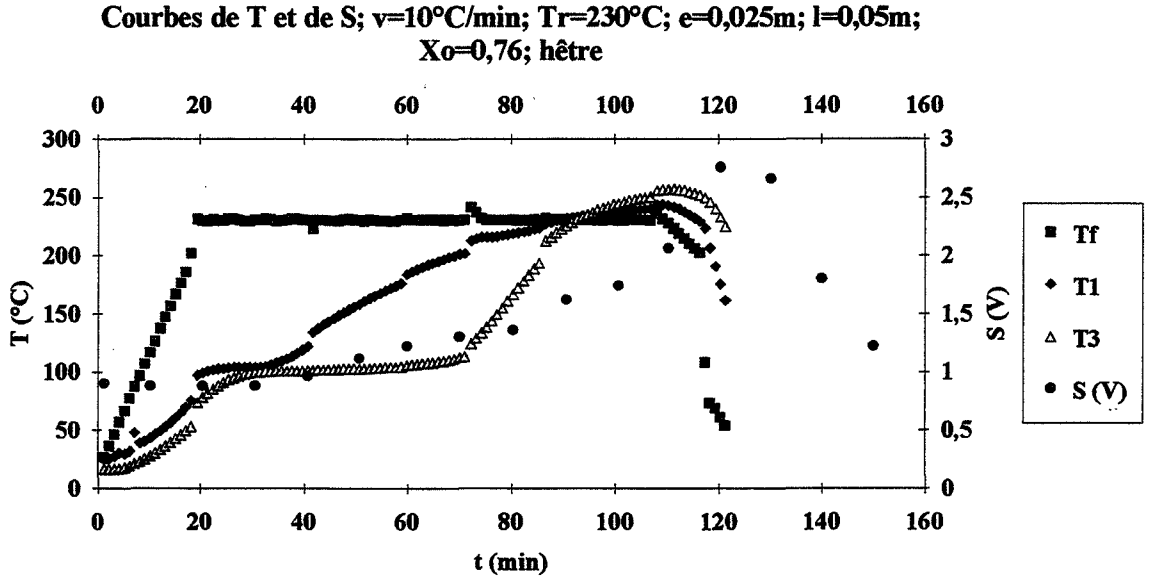


figure 39.4: courbes d'évolution des températures Tf, T1 et T3 et d'évolution du signal de sortie du capteur lors du traitement de hêtre humide à 230°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm et un taux d'humidité initial de 76 %

G-III -Explication des résultats du couplage du four avec le spectromètre et le capteur de gaz

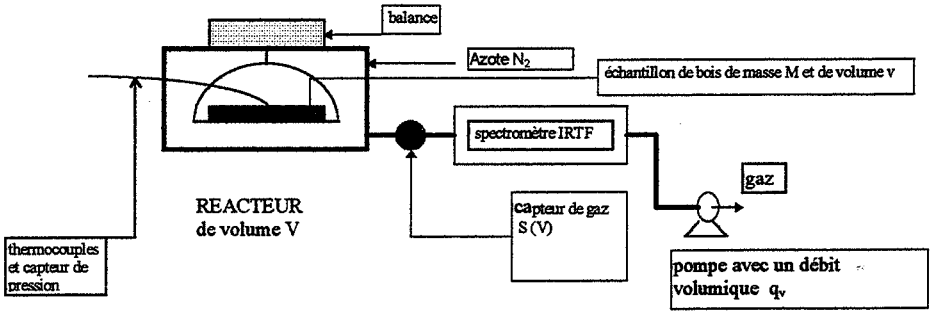


figure 40: schéma du procédé expérimental

Nous avons pris comme système l'atmosphère gazeuse du récteur (four) contenant l'échantillon à traiter; nous avons supposé que le four soit étanche ,que la viscosité soit négligeable dans le capillaire et que les phénomènes de condensation dans le réacteur et dans le capillaire soient négligeables.

Soient

$\left(-\frac{dM}{dt}\right)$: la vitesse de variation de la masse de l'échantillon (kg/s) qui est égale à vitesse de variation de la masse totale de gaz dans le réacteur;

$-\frac{dM_e}{dt}$: la vitesse de perte de masse d'eau par l'échantillon pendant la première phase;

V : le volume du réacteur (m^3);

M : la masse de l'échantillon (kg);

M_e : la masse d'eau dans le réacteur (kg);

v : le volume de l'échantillon (m^3);

ρ_t : la masse volumique totale de gaz dans le réacteur (kg/m^3);

ρ_e : la concentration d'eau dans le réacteur (kg/m^3);

ρ_G : la concentration de chaque composé dans le réacteur (kg/m^3);

ρ_0 : la masse volumique de l'échantillon anhydre (kg/m^3);

ρ_r : la masse volumique de l'échantillon au cours de la phase de rétification (kg/m^3);

$\left(\frac{\partial \rho_t}{\partial t}\right)$:la variation de la masse volumique totale de gaz dans le réacteur au cours du traitement (kg/m^3.s);

q_v : le débit volumique de la pompe (m^3/s).

L'équation de bilan de matière dans le système (phase gazeuse du réacteur) s'écrit:

$$\frac{\partial \rho_t}{\partial t} = -\rho_t \cdot \frac{q_v}{V} + \left(-\frac{dM}{dt}\right) \cdot \frac{1}{V}$$

la variation de la masse volumique totale de gaz dans le réacteur	la débit massique de gaz aspiré par la pompe	la variation de la masse totale de gaz dans le réacteur

avec,

$$-\frac{dM}{dt} = \left(\rho_0 \cdot \frac{\partial X}{\partial t} + \frac{\partial \rho_r}{\partial t}\right).v$$

$\rho_r \approx \rho_0$ pendant la phase de séchage (v étant constant)

et

$\frac{\partial \rho_r}{\partial t} \approx -k_o \cdot \exp\left(\frac{-E}{R.T}\right) \cdot \rho_r$ pendant la phase de rétification (v étant constant)

Pour l'eau, l'équation de bilan massique s'écrit:

$$\frac{\partial \rho_e}{\partial t} = -\rho_e \cdot \frac{q_v}{V} + \left(-\frac{dM_e}{dt}\right) \cdot \frac{1}{V}$$

Quand on atteint la phase anhydre, $-\frac{dM_e}{dt}$ tend vers 0, $\frac{\partial \rho_e}{\partial t}$ devient négatif et ρ_e la concentration d'eau dans le réacteur diminue; c'est la même concentration qui est dans le capillaire et qui passe par le capteur et le spectromètre.

Le passage au maximum de ρ_e se traduit par le changement de signe de $\frac{\partial \rho_e}{\partial t}$ correspondant à $\frac{\partial \rho_e}{\partial t} = 0$. Ce qui montre que ce maximum dépend de la valeur du débit

pose est de savoir si ce maximum de vitesse de perte de masse correspond au maximum de concentration d'eau qui passe par le spectromètre. Cela dépend inévitablement des valeurs du débit volumique de la pompe et du volume du réacteur.

On sait que le capteur n'est pas sensible à l'eau. Deux situations sont possibles selon le taux d'humidité dans le bois;

1. si le taux d'humidité initial du bois est faible et si $\frac{\partial \rho_r}{\partial t}$ n'est pas nul pendant la phase de séchage (dans le cas du pin par exemple), alors la fraction massique de gaz x_G n'est pas nulle et la concentration de gaz ρ_G dans le réacteur n'est pas négligeable et augmente, la dilution des gaz émis par la vapeur d'eau étant faible.
2. si le taux d'humidité initial du bois est élevé alors le taux de dilution des gaz émis par rapport à la vapeur d'eau est élevé, la fraction massique de gaz (autre que l'eau) x_G est très faible et tend vers 0. Par conséquent, $\frac{\partial \rho_G}{\partial t} = 0$ et $\rho_{Gt} \approx constante$. Ce qui explique la formation de palier lors du traitement du hêtre et du pin jusqu'au passage à l'état anhydre.

Pendant la phase de rétification, le bilan massique global dans le réacteur devient:

$$\frac{\partial \rho_G}{\partial t} = -\rho_G \cdot \frac{q_v}{V} + \left(-\frac{\partial \rho_r}{\partial t}\right) \cdot \frac{v}{V} = -\rho_G \cdot \frac{q_v}{V} + \left(-\frac{dM}{dt}\right) \cdot \frac{1}{V}$$

$\left(-\frac{dM}{dt}\right)$ étant la vitesse de variation de la masse de l'échantillon (kg/s) qui est égale à la vitesse de variartion de la masse totale de gaz dans le réacteur;

ρ_G étant la masse volumique totale des gaz dans le réacteur (kg/m^3);

Le débit massique dans le capillaire est égal à $q_m = \rho_G \cdot q_v$

L'équation de bilan précédent est applicable à chaque composé émis au cours du traitement: par exemple pour le CO, on a le bilan de matière suivant:

$$\frac{\partial \rho_{CO}}{\partial t} = -\rho_{CO} \cdot \frac{q_v}{V} + \left(-\frac{dM_{CO}}{dt}\right) \cdot \frac{1}{V}$$

$\left(-\frac{dM_{CO}}{dt}\right)$ étant la variation de la masse de CO dans le réacteur (kg/s);

ρ_{CO} étant la concentration de CO dans le réacteur (kg/m^3);

Il en est de même pour l'acide acétique CH_3COOH, le dioxyde de carbone CO_2 et l'eau H_2O. Cependant, il n'est pas possible de calculer la fraction massique de chaque composé au cours du traitement x_{co}, $x_{CH3COOH}$, x_{CO2}, x_{H2O}.

Le signal U du capteur (en V) est proportionnel à la concentration de chaque composé (kg/m^3): $U = A \cdot \rho_{composé}$

où A est une constante caractéristique du capteur qui est fonction de la température du capteur et des paramètres de calibration.

Ces équations expliquent les influences des paramètres du procédé et de l'échantillon sur la concentration de gaz qui traverse le spectromètre IRTF et le capteur de gaz.

Ces paramètres sont:

- tous les paramètres du procédé (température de traitement, vitesse de montée en température, durée du traitement, dimension de l'échantillon, essence...) qui influent sur la variation de perte de masse de l'échantillon $\left(-\frac{dM}{dt}\right)$ et qui par conséquent, influent également sur la concentration des gaz dans le réacteur ρ_G;
- le volume V du réacteur ;
- le débit volumique de la pompe q_v qui doit être faible et non nulle.

Ainsi, la taille de l'échantillon à traiter doit être choisie en fonction de ces deux paramètres pour obtenir une concentration suffisamment élevée dans le réacteur; ou inversement, la valeur du débit volumique q_v de la pompe doit être choisie en fonction des caractéristiques de l'échantillon, à une valeur V fixée.

On a vu que l'absorbance de chaque composé est directement proportionnelle à sa concentration à une longueur d'onde donnée; Par conséquent, il est possible que certains composés ne soient pas détectés parce que leurs concentrations sont trop faibles (trop dilués) dans le réacteur.

D'après les résultats expérimentaux, dans le cas du hêtre, les maximums de CO_2, CH_3COOH, CO sont atteint au même moment. Cela signifie que leurs concentrations dans le réacteur évoluent dans le même sens. On peut ainsi émettre l'hypothèse qu'ils proviennent des mêmes réactions (dégradation des hémicelluloses et thermocondensation des produits avec la lignine).

Dans le cas du pin, la cinétique d'absorbance de l'acide acétique présente deux maximums. Donc, la concentration d'acide acétique dans le réacteur présente également deux maximums. Cela peut signifier que l'émission d'acide acétique dans le réacteur se fait en deux étapes. Il en est de même pour le CO_2. Ce qui semble montrer que deux types de réactions successives ont lieu au cours du traitement du pin (résineux).

Deux interprétations sont possibles: soit la dégradation des hémicelluloses dont la composition chimique est très variables, se fait en deux temps, soit les premières productions d'acide acétique et de CO_2 proviennent de la dégradation d'autres constituants du bois résineux (résine, extractibles).

G.IV CONCLUSION:

Ces résultats montrent qu'il est possible de suivre la cinétique globale d'émission des gaz au cours du traitement de rétification du bois massif à cause de la présence du maximum pendant la phase de rétification et que les capteurs utilisés (thermocouples, capteur de gaz) sont convenables et complémentaires pour ce contrôle. En effet, pendant cette phase, les maximums des courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis détecté, de la vitese de perte de masse et du signal du capteur apparaissent au même moment.

De plus, les influences de paramètres de traitement sur les deux phases du traitement sont confirmées par l'évolution des signaux obtenus.

H - CONCLUSION :

Cette étude expérimentale sur un petit pilote à l'échelle de laboratoire (couplage du four instrumenté avec le spectromètre IRTF) nous a permis d'obtenir beaucoup d'informations qui sont nécessaires pour l'optimisation du traitement de rétification du bois massif sous gaz convectif.

Ces résultats expérimentaux nous a aidé à établir un modèle théorique que nous exposons dans la dernière partie (Chapitre III) de ce rapport. Nous avons modélisé les phénomènes prépondérants qui ont lieu au cours du traitement en supposant plusieures hypothèses simplificatrices que nous nous inspirons des résultats expérimentaux.

L'objectif de cette modélisation est d'expliquer les résultats expérimentaux et si c'est possible, de prédire ce qui devrait se passer, quantitativement. Ces études ont été menées en parallèle au cours de notre travail. Les résultats expérimentaux sont également utilisés pour valider le modèle en les comparant avec les résultats numériques.

Ce modèle est un outil d'aide pour l'expérimentation. La modélisation permet de minimiser les expériences et de les orienter. Si ce modèle est validé, il permet d'obtenir beaucoup plus de détails qu'avec les expériences: profils et évolution de l'humidité, de la pression, de la température et de la masse volumique de l'échantillon au cours du traitement. Ainsi il devient complémentaire aux expériences.

CHAPITRE III: MODELISATION

CHAPITRE III : Modélisation du traitement thermique de rétification du bois massif sous gaz convectif:

I.I - Le modèle:

Les résultats expérimentaux nous conduisent à associer dans le modèle d'une part, le phénomène de séchage à haute température et d'autre part le phénomène de rétification à partir de l'état anhydre.

Ainsi, nous avons construit ce modèle de traitement de rétification du bois à partir des modèles de séchage à haute température et des modèles de pyrolyse du bois en remarquant la première phase s'effectue sous vapeur surchauffée en non pas sous air humide comme dans le cas du séchage à haute température.

Afin de simplifier les équations et de minimiser les problèmes de résolution numérique, nous ne tenons compte que des phénomènes prépondérants.

I.I.1- les différentes hypothèses:

Nous avons considéré les hypothèses suivantes au cours de cette modélisation :

1. en raison de la dimension de l'échantillon qui a la géometrie d'une petite planche et du sens du flux de l'atmosphère gazeuse (parallèle à la direction longitudinale) , pour du bois relativement sec ($X < X_{psf}$) , les phénomènes de transfert de chaleur et d'humidité dans le sens longitudinal sont négligeables par rapport à ceux dans le sens transversal (radial et tangentiel); ce qui nous amène à établir un modèle à deux dimensions en coordonnées cartésiennes (direction radiale et tangentielle).

2. le milieu est isotrope et homogène dans ces deux directions transversales;

3. le milieu est en équilibre thermodynamique local à l'intérieur de l'échantillon et à sa surface: la température et la pression d'eau dans les différentes phases (solide, gazeuse, liquide) sont identiques; cette hypothèse permet de calculer la pression de vapeur d'eau en fonction du taux d'humidité du bois;

4. le phénomène de diffusion de vapeur d'eau dans la phase gazeuse (mélange d'air et de vapeur) dans l'échantillon est négligeable par rapport à la diffusion d'eau liquide et à la convection de vapeur d'eau;

5. la pression totale est égale à la pression de vapeur d'eau générée en négligeant la pression de l'air dans le bois, comme dans le cas du séchage à haute température sous vapeur surchauffée. Cela se justifie par le fait qu'au cours du traitement, la vapeur d'eau générée reste à l'intérieur du réacteur;

6. la pression des gaz pendant la phase de rétification est négligeable; leur dégagement se fait sans résistance;

7. les réactions de rétification sont assimilées à une réaction globale du premier ordre;

8. la pression autour de l'échantillon ne dépasse pas la pression atmosphérique (car le réacteur n'est pas étanche à cause du passage de l'axe de la balance);

9. le phénomène de retrait au cours du traitement est négligeable et le volume de l'échantillon reste constant; ce qui nous permet de raisonner en terme de masse volumique au lieu

d'utiliser la masse de l'échantillon. En réalité, le retrait n'est pas négligeable surtout si le bois est très humide.

Ce modèle dynamique comprend d'une part les équations de bilan à l'intérieur de l'échantillon (le bilan d'énergie, le bilan d'humidité, le bilan de réaction et le bilan massique global qui traduisent les phénomènes de transferts de chaleur, de masse et les réactions chimiques au cours du traitement) et les conditions aux limites convectives qui sont les équations de bilan au niveau des couches limites entre la surface de l'échantillon et l'atmosphère gazeuse (figure 41). Ce sont des bilans ponctuels.

I.I.2- La densité totale:

En considérant que le volume de l'échantillon est constant au cours du traitement et d'après la définition du taux d'humidité:

$$X = \frac{M - M_0}{M_0} \approx \frac{\rho - \rho_0}{\rho_0},$$

où

M est la masse finale de l'échantillon (kg);

M_0 est la masse de l'échantillon à l'état anhydre (kg);

ρ est la masse volumique finale de l'échantillon (kg/m^3);

ρ_0 est la masse volumique de l'échantillon anhydre (kg/m^3).

Ce qui donne l'expression de la masse volumique finale ρ (en kg/m^3) de l'échantillon :

- pendant la phase de séchage, avant que les réactions chimiques aient lieu:

$$\rho = \rho_0 \cdot X + \rho_0$$

- pendant la phase de rétification, le taux d'humidité est nul et les réactions exothermiques ont lieu après le passage à la phase anhydre. Par conséquent,

$$\rho = \rho_r \leq \rho_0$$

Ainsi, la masse volumique finale de l'échantillon au cours du traitement peut s'exprimer par:

$$\rho = \rho_0 \cdot X + \rho_r$$

où

$\rho_r = \rho_0$ jusqu'au passage à la phase anhydre;

$\rho_r < \rho_0$ pendant la phase de rétification.

La température de début des réactions varie selon les essences, elle est plus faible pour les résineux (150°C) que pour les feuillus (180°C).

I.I.3- Le bilan d'humidité:

Pendant la phase de séchage qui a lieu avant le passage à la phase anhydre, nous nous sommes inspiré de l'équation de transfert d'humidité établi par Moyne, Degiovanni et Basilico (1984, 1985) mais en admettant que le séchage se fait sous vapeur surchauffée.

Sous vapeur surchauffée, la fraction massique de vapeur dans la phase gazeuse à l'intérieur de l'échantillon est égale à 1, la fraction d'air devient nulle, la pression totale de la phase gazeuse devient nulle et la pression totale de la phase gazeuse devient égale à la pression de vapeur d'eau.

Ainsi l'équation de bilan d'humidité, d'après la loi de Fick generalisée s'écrit:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} = -div\left(\phi_{diffusion} + \Phi_{convection}\right) = -div\left(\Phi_{diffusion}\right) - div\left(\Phi_{convection}\right)$$

où

la densité de flux de diffusion de l'eau liquide est:

$$\Phi_{diffusion} = \Phi_{diffusion\ pure} + \Phi_{diffusion\ due\ à\ l'effet\ Soret} = -D_l \cdot \left(\rho_0 \cdot \nabla X + \delta_l \cdot \nabla T\right)$$

et la densité de flux de convection de l'eau à l'état liquide et de l'eau à l'état vapeur en régime de filtration sous l'effet du gradient de pression totale est donnée par:

$$\Phi_{convection} = \Phi_{convection\ de\ l'eau\ liquide} + \Phi_{convection\ de\ la\ vapeur\ d'eau}$$

$$\Phi_{convection} = -\frac{K_{rl} \cdot K}{\nu_l} \cdot \nabla P - \frac{K_{rg} \cdot K_g}{\nu_g} \nabla P$$

Et comme, la masse volumique final de l'échantillon est

$\rho = \rho_0 \cdot X + \rho_0$, le volume de l'échantillon étant constant

le bilan de transfert d'humidité devient, à cause de l'hypothèse d'isotropie et d'homogénèité (ρ_0 et D_l sont constants dans l'espace):

$$\rho_0 \cdot \frac{\partial X}{\partial t} = D_l \cdot \left(\rho_0 \cdot \nabla^2 X + \delta_l \cdot \nabla^2 T\right) + \left(\frac{K_{rl} \cdot K_l}{\nu_l} + \frac{K_{rg} \cdot K_g}{\nu_g}\right) \cdot \nabla^2 P$$

Ainsi, la variation du taux d'humidité à l'intérieur du bois au cours du traitement est due:

- au phénomène de diffusion d'eau libre et d'eau liée (Loi de Fick);
- au phénomène de thermomigration de l'eau liquide sous l'effet du gradient de température (effet Soret);
- au phénomène de convection d'eau libre et de vapeur d'eau en régime de filtration sous l'effet du gradient de pression totale (loi de Darcy).

Les valeurs du coefficient de diffusion, du coefficient de thermomigration et des perméabilités relatives en phase liquide et en phase gazeuse évoluent en fonction du taux d'humidité.

TRANSFERT DE CHALEUR ET DE MATIERES AVEC CHANGEMENT DE PHASES ENTRE UN MILIEU POREUX ET DES FLUIDES EN MOUVEMENT

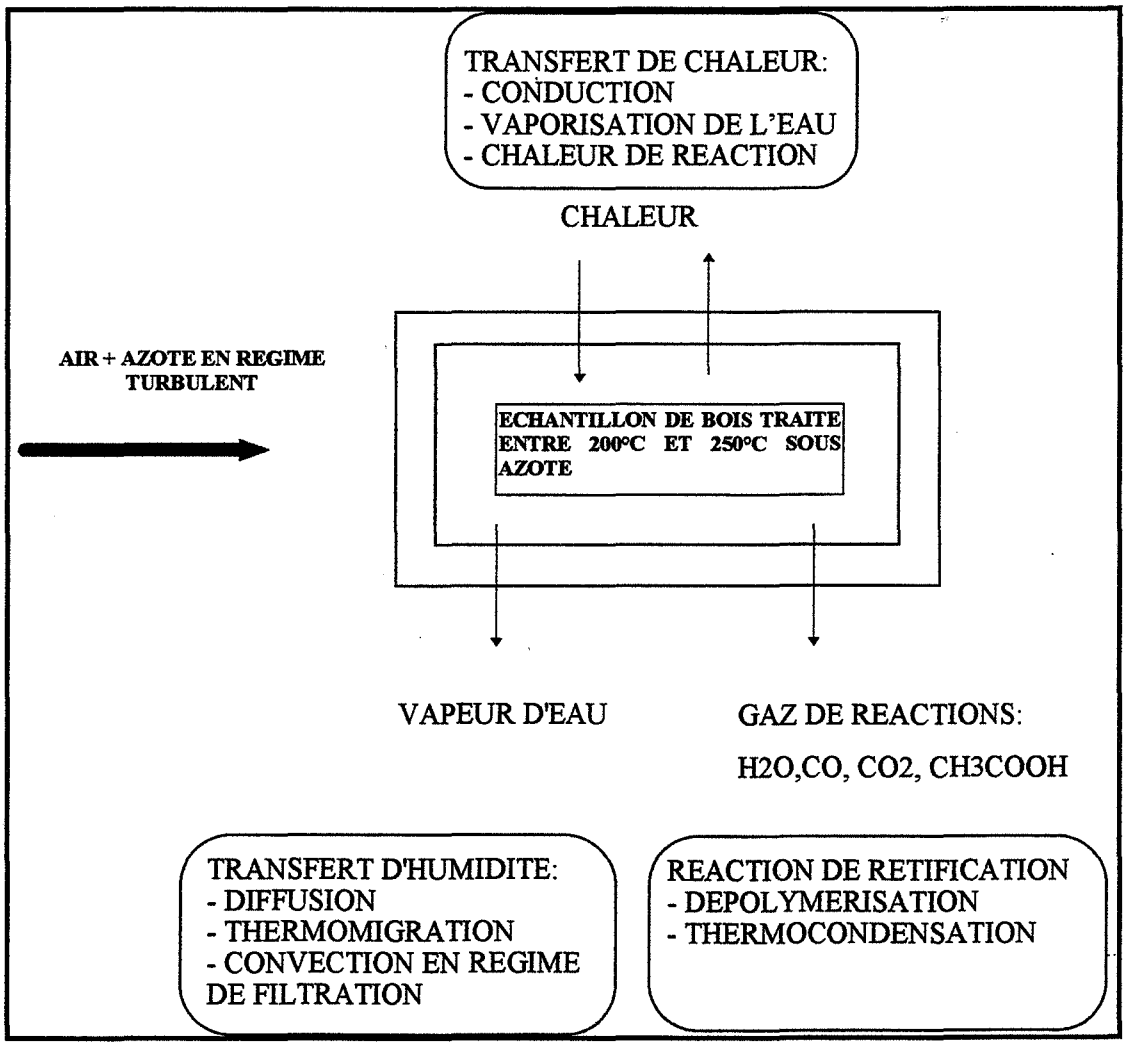


figure 41: les phénomènes prépondérants

Pour le phénomène de diffusion, la diffusion d'eau libre et liée est tenu compte dans l'expression du coefficient de diffusion D_l (en m^2/s) qui varie en fonction du taux d'humidité:

$D_l = 10^{-6}$ si X est supérieur ou égal à X_{psf} ;

$D_l = 10^{-6-A(X-X_{sf})^2}$ si X est inférieur à X_{psf} .

A étant un coefficient (N.D.)

En ce qui concerne le coefficient de thermomigration δ_l (en K^{-1}), en s'inspirant des valeurs fournies par Basilico, nous avons utilisé dans le modèle les valeurs suivantes:

$$\delta_l = 0{,}01 \cdot \left[2 - 10 \cdot \left(X - X_{psf}\right)\right]$$

$$\delta_l = 0{,}01 \cdot \left(1 + \frac{X - 0{,}1}{0{,}1}\right)$$

L'influence du phénomène de thermomigration est relativement faible par rapport aux phénomènes de diffusion d'eau liquide et de convection de vapeur d'eau.

Quant aux valeurs des perméabilités relatives, nous avons utilisé celles qui sont proposées par Spolek et Plumb (1981) et utilisées par Lartigue (1987) (voir bibliographie: Chapitre I).

L'expression de la pression de vapeur d'eau que nous avons utilisée est celle proposée par Moyne (1985). La pression de vapeur saturante de l'eau $P_{vs}(T)$ (en Pa) est calculée par:

$$P_{vs}(T) = \exp\left(25{,}270 - \frac{5123{,}2}{T}\right), \qquad \text{T étant en K}$$

Ainsi, la pression de vapeur d'eau est donnée par l'équation: $P_v = F \cdot P_{vs}(T)$

où l'activité de l'eau F (N.D.) dans le bois varie en fonction de son taux d'humidité:

$F = \frac{X}{X_{sf}}\left(2 - \frac{X}{X_{sf}}\right)$ pour $X < X_{psf}$;

$F = 1$ pour $X \geq X_{psf}$.

D'après cette équation de bilan d'humidité, si on considère la direction Ox, si $\nabla^2 P<0$, le phénomène de convection de vapeur est prépondérant devant le phénomène de vaporisation de l'eau. En revanche, si $\nabla^2 P>=0$ (concavité vers le haut), c'est la vaporisation de l'eau qui l'emporte sur la convection de vapeur. De plus, la convection d'eau liquide est négligeable devant la convection de vapeur d'eau.

I.I.4- Le bilan de réaction:

Il est difficile de tenir compte de tous les processus chimiques au cours de la rétification. Ce qui est modélisable est la cinétique globale de perte de masse au cours de la rétification qui correspond à la cinétique globale d'émission de gaz volatils ou à la cinétique globale de

dégradation des constituants du bois (hémicellulose, cellulose). Le phénomène de thermocondensation avec et de la lignine est difficile à prendre en compte.

D'après les résultats expérimentaux (Chapitre II), les réactions de rétification est assimilée à une succession de deux réactions globales simples et irréversibles du premier ordre.

Pour le hêtre, la première réaction se déroule entre 180°C et 240°C (dégradation des hémicelluloses) et la deuxième réaction au-dessus de 240°C (dégradation de la cellulose). Ce sont des réactions du type Arrhénius:

$$-\frac{d\rho_r}{dt} = k.\rho_r$$

ρ_r étant la masse volumique finale de l'échantillon (kg/m^3)

k étant la constante de vitesse qui est fonction de la température (en s^{-1})

avec

$$k = k_0 \exp\left(\frac{-E}{RT}\right), \text{ T en K}$$

on obtient ainsi le bilan ponctuel de la réaction suivant:

$$\frac{\partial \rho_r}{\partial t} = -k_0.e^{\left(\frac{-E}{RT}\right)}.\rho_r$$

T étant la température en K;

E étant l'énergie d'activation de la réaction (J/mole).

Nous avons déterminé les valeurs des paramètres cinétiques en partant des résultats des travaux antérieurs et en comparant les résultats expérimentaux avec les résultats numériques.

Il serait intéressant d'établir des équations qui permettent de déterminer l'évolution de chaque composé volatil émis au cours du traitement.

I.I.5- Le bilan d'énergie:

D'après la loi de Fourier généralisée, le bilan ponctuel d'énergie à l'intérieur de l'échantillon s'écrit:

$$\frac{\partial\left(\rho \cdot C_p \cdot T\right)}{\partial T} = -div\left(\Phi_{conduction} + \Phi_{convection}\right) - \dot{Q}_{consommation\ de\ chaleur} + \dot{Q}_{production\ de\ chaleur}$$

La densité de flux de convection de chaleur est négligeable $\Phi_{convection} \approx 0$;

La densité de flux de chaleur dû à la conduction est donnée par la loi de Fourier

$$\Phi_{conduction} = -\lambda \cdot \nabla T.$$

Pendant, la phase de séchage, la consommation de chaleur est due à la vaporisation de l'eau et il n'y a pas de production de chaleur. La vitesse de consommation de chaleur par unité de volume est:

$$\dot{Q}_{consomation\ de\ chaleur} = \left(\Delta H_v + \Delta H_s\right) \cdot \dot{M}_{eau\ vaporisé\ e}$$

où

ΔH_v est la chaleur latente de vaporisation de l'eau (J/kg);

ΔH_s est l'enthalpie de sorption de l'eau (J/kg);

$\dot{M}_{eau\ vaporisé\ e}$ est le débit massique d'eau vaporisée par unité de volume (kg/s.m^3)

avec

$$\dot{M}_{eau\ vaporisé\ e} = -div\left(\Phi_{eau\ vaporisé\ e}\right) = -div\left(-\frac{K_{rg}.K_g}{\nu_g} \cdot \nabla P\right) = \frac{K_{rg} \cdot K_g}{\nu_g} \nabla^2 P$$

Pendant la phase de rétification, la production de chaleur est due aux chaleur des réactions exothermiques de rétification:

$$\dot{Q}_{production\ de\ chaleur} = \Delta H_p \cdot \left(\frac{\partial \rho_r}{\partial t}\right)$$

avec $\frac{\partial \rho_r}{\partial t} = -k_0 . e^{\left(\frac{-E}{RT}\right)} . \rho_r$

ΔH_p (en J/kg) étant l'enthalpie des réactions exothermiques (< 0);

ρ_r (kg/m^3) étant la masse volumique de l'échantillon pendant la phase de rétification.

De plus, l'analyse dimensionnelle à partir des données experimentales montre que:

$$\rho \cdot C_p \frac{\partial T}{\partial t} \succ\succ T \cdot C_p \cdot \frac{\partial \rho}{\partial t} \succ\succ \rho \cdot T \cdot \frac{\partial C_p}{\partial t}$$

donc

$$\frac{\partial\left(\rho \cdot C_p \cdot T\right)}{\partial t} \approx \rho \cdot C_p \cdot \frac{\partial T}{\partial t}$$

Ainsi, l'équation globale du bilan d'énergie au cours du traitement s'écrit:

$$\rho \cdot Cp \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \cdot \nabla^2 T - (\Delta H_v + \Delta H_s) \cdot \frac{K_{rg} \cdot K_g}{\nu_g} \cdot \nabla^2 P + \Delta H_p \cdot \left(\frac{\partial \rho_r}{\partial t}\right)$$

Elle tient compte des phénomènes de conduction (loi de Fourier), de vaporisation de l'eau et de production de chaleur par les réactions exothermiques.

D'après cette équation, il y a vaporisation de l'eau si $\nabla^2 P >= 0$: ainsi, la variation de la pression est due à la vaporisation de l'eau quand $\nabla^2 P >= 0$. En revanche, cette variation est principalement due à la convection de vapeur en régime de filtration quand $\nabla^2 P < 0$.

Les valeurs de la conductivité thermique, de la capacité calorifique, de l'enthalpie de sorption et de l'enthalpie de vaporisation évoluent en fonction du taux d'humidité et de la température et sont celles qui sont fournies par la littérature.

I.I.6- Les conditions aux limites:

Dans le cas du traitement sous gaz convectif, il est nécessaire de tenir compte des phénomènes de transferts au niveau des couches limites entre la phase solide et la phase gazeuse (essentiellement de la vapeur d'eau) qui est en mouvement turbulent.

Au centre de l'échantillon, en raison de la symétrie, ces conditions sont:

$$\vec{\nabla} T = \vec{0}$$

$$\vec{\nabla} X = \vec{0}$$

$$\vec{\nabla} P = \vec{0}$$

Au niveau de la surface, les conditions varient en fonction de la température et du taux d'humidité. On admet que la pression totale du gaz du réacteur est égale à la pression de vapeur d'eau dans le four.

Nous avons établi les équations suivantes au niveau des couches limites entre la phase solide et la phase gazeuse en mouvement turbulent :

- pour le transfert de chaleur:

le flux de chaleur Φ_c qui traverse cette couche limite peut s'exprimer de deux façons:

$$\Phi_c = \lambda \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial x}\right) - \Delta H_v \cdot D_l \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x}\right)_{x=LX} \cdot \rho_0$$

(coté solide: conduction de chaleur et vaporisation de l'eau en surface)

$$\Phi_c = \alpha \cdot \left(T_\infty - T_{(x=LX)}\right)_0$$

(coté gaz: convection de chaleur)

d'où le bilan de transfert de chaleur au niveau de la couche limite:

$$\left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_{x=LX} = \frac{\alpha}{\lambda} \cdot \left(T_\infty - T_{(x=LX)}\right) + \frac{\Delta H_v}{\lambda} \cdot D_l \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x}\right)_{x=LX} \cdot \rho_0$$

, pendant la première phase;

$$\left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_{x=LX} = \frac{\alpha}{\lambda}\cdot\left(T_\infty - T_{(x=LX)}\right)$$, pendant la deuxième phase.

- pour le calcul de la pression:

$$P(x = LX) \approx P_{v\infty}$$

$$P(y = LY) \approx P_{v\infty},$$

$P_{v\infty}$ étant la pression de vapeur d'eau dans le domaine turbulent;

- Pour le transfert d'humidité, il est possible de l'exprimer en fonction de la pression qu'en fonction du taux d'humidité (plus conforme aux résultats expérimentaux):

la densité de flux de masse Φ_m à travers la couche limite peut également s'exprimer de deux façons:

$$\Phi_m = D_l \cdot \frac{\partial \rho}{\partial x} = D_l \cdot \rho_0 \cdot \frac{\partial X}{\partial x}$$ (du côté solide)

$$\Phi_m = \beta_0 \cdot \left(\rho_{v\infty} - \rho_{v(x=LX)}\right)$$ (du côté gaz: convection)

en considérant la vapeur d'eau comme du gaz parfait, on a:

$$PV = n.R.T_v$$

$$P.V = \frac{m}{M_v}.R.T_v$$

d'où

$$\rho_v = \frac{M_v}{R.T_v}\cdot P_v$$

m étant la masse de vapeur d'eau (kg);

M_v étant la masse molaire de la vapeur d'eau (kg/mole);

T_v la température de la vapeur d'eau (K)

donc,

$$\Phi_m = \beta_0 \cdot \frac{M_v}{R.T_v}\left(P_{v\infty} - P_{v(x=LX)}\right)$$

Moyne (1984) a utilisé les formules suivantes:

$P_v(T_b)\cdot F\left(T_b, X_{(x=LX)}\right) = P_\infty$, la pression de la vapeur d'eau dans la phase gazeuse turbulente;

$T_b = 100°C$, la température d'ébullition de l'eau sous pression atmospherique;

$P_{v\infty} = P_\infty$

Le bilan de transfert d'humidité au niveau de la couche limite devient ainsi:

$$\rho_0 \cdot D_l \cdot \left(\frac{\partial X}{\partial x}\right) = \beta_0 \cdot \rho_v \cdot \left(\frac{P_0}{P_\infty} - \frac{P(x=LX)}{P_\infty}\right)$$

avec $\rho_v = \frac{M_v \cdot P_\infty}{R \cdot T_v}$, la masse volumique de la vapeur d'eau

et $P_\infty = P_0$

P_0 : étant la pression atmospherique dans notre cas

d'où

$$\frac{\partial X}{\partial x} = \frac{\beta_0}{\rho_0 \cdot D_l} \cdot \frac{M_v \cdot P_0}{R \cdot T_v} \cdot \left(1 - \frac{P(x=LX)}{P_0}\right)$$

$$\frac{\partial X}{\partial x} = \beta_p \cdot \left(1 - \frac{P(x=LX)}{P_0}\right)$$

avec

$\beta_p = \beta_0 \cdot \frac{M_v \cdot P_0}{R \cdot T_v \cdot \rho_0 \cdot D_l}$ en $m^{-1} . s^{-1}$ (ou en kg eau / kg de matière sèche.m.s) et β_0 en m/s en admettant que la tempérture T_v est constante dans le réacteur.

Il en est de même dans la direction (Oy), au niveau de la surface:

$$\frac{\partial X}{\partial y} = \beta_p \cdot \left(1 - \frac{P(y=LY)}{P_0}\right)$$

Ainsi, pendant la phase de séchage, pour le transfert d'humidité, les équations de couches limites s'écrivent,

$$\left(\frac{\partial X}{\partial x}\right)_{x=LX} = \beta_p \cdot \left(1 - \frac{P(x=LX)}{P_\infty}\right)$$ dans la direction Ox

$$\left(\frac{\partial X}{\partial y}\right)_{y=LY} = \beta_p \cdot \left(1 - \frac{P(y=LY)}{P_\infty}\right)$$ dans la direction Oy

Et pendant la phase de rétification, comme le taux d'humidité devient nul, ces conditions aux limites deviennent:

$$\left(\frac{\partial X}{\partial x}\right)_{(x=LX)} = 0$$

I.II- RESOLUTION NUMERIQUE DES EQUATIONS:

Le système d'équations à résoudre est un système d'équations différentielles et à dérivées partielles non-linéaires. La plupart des paramètres des équations sont fonction de la température et du taux d'humidité.

Pour la résolution numérique de ces équations, nous avons utilisé le logiciel de simulation dynamique généralisé DSS2 (differential systems simulator v.2) qui a tourné sur une station SUN 3/60.

I.II.1- Le logiciel DSS2:

C'est un logiciel de simulation dynamique généralisé qui utilise le fortran-77 comme langage de programmation. Il permet d'intégrer des systèmes d'équations différentielles (ODE) à valeurs initiales et des systèmes d'équations à dérivées partielles (PDE) (Pirkle, 1987).

L'utilisateur doit spécifier 2 fichiers pour établir son programme:

- le fichier DATA qui contient les paramètres de simulation;
- le fichier *.f qui contient le programme principal avec les équations à résoudre.

Le logiciel écrit les résultats des simulations dans le fichier OUTPUT.

Le programme principal appelle successivemet trois sous-programmes:

- la subroutine INITAL: où l'on écrit toutes les conditions initiales nécessaires pour la résolution numérique;
- la subroutine DERV: où l'on écrit le système d'équations à dérivées partielles ou d'équations différentielles ordinaires à résoudre;
- la subroutine PRINT: qui écrit les paramètres de calcul, les erreurs rencontrées, les listes des subroutines rajoutées et les résultats obtenus dans le fichier OUTPUT.

Globalement, le système principal DSS se présente comme une librairie de fichiers que l'utilisateur peut appeler par des procédures de contrôles. Les variables à calculer et leur dérivées peuvent être des scalaires ou des tableaux à une, deux ou trois dimensions.

L'avantage de DSS est la disponibilité d'une librairie en fortran qui aide à la programmation et qui facilite la programmation. L'utilisateur peut créer également ses propres subroutines et les appeler dans son programme.

I.II.2- Les algorithmes de résolution numérique:

Les algorithmes d'intégration des EDO (Equations à dérivées ordinaires) sont du type Runge-Kutta. Ces 14 algorithmes fournissent des estimations explicites des erreurs de troncanture. Elles sont correctes du second ordre au cinquième ordre après correction des erreurs de trocanture et ont des formules d'estimation d'erreur basées sur des termes du Série de Taylor.

Les dérivées qui sont transmises de DERV à la subroutine d'intégration par l'intermédiaire de COMMON F doit être validé avant la sortie de DERV. Les systèmes de EDP (équation à dérivées partielles) et de mélange EDO, EDP peuvent être résolu par le système DSS en utilisant des méthodes numériques des lignes (the numérical method of lines).

Par exemple, si on considère le plan x-t (x ,t étant les variables indépendantes), le long de la ligne x constant, ce sont les valeurs de la fonction U calculer en fonction de t qu'on obtient ; d'où le nom des méthodes des lignes; en réalité, c'est une méthode d'approximation par différences finies.

En ce qui concerne l'intégration, à chaque noeud du maillage dans le domaine de x, la dérivée temporelle Ut(x,t) de U(x,t) peut être integrée par un des intégrateurs temporels de DSS qui utilisent les conditions aux limites comme contraintes.

Un exemple d'algorithme d'intégration, DSS002 qui est le plus simple est montré ci-dessous:

pour calculer la dérivée partielle Ux de la fonction U du point 1 à N, il est possible d'utiliser l'algorithme DSS002 qui est basé sur des approximations à trois points

$$U(1)_x = \frac{1}{2 \cdot DX} \cdot \left(-3 \cdot U(1) + 4 \cdot U(2) - U(3)\right) \qquad (1)$$

$$U(I)_x = \frac{1}{2 \cdot DX} \cdot \left(U(I+1) - U(I-1)\right) \qquad (2)$$

$$U(N)_x = \frac{1}{2 \cdot DX} \cdot \left(3 \cdot U(N) - 4 \cdot U(N-1) + U(N-2)\right) \qquad (3)$$

Ces équations sont correctes au deuxième ordre: en effet, la principale erreur de troncature est proportionnelle à $(DX)^2$ où DX est le pas uniforme dans la direction Ox.

La fonction U est assimilée à un polynôme du second degré et la fonction dérivée commence ainsi par un polynôme qui est équivalent à une série de Taylor tronquée:

$$U(x) = A_0 + A_1 \cdot x + A_2 \cdot x^2 \qquad (4)$$

$$U_x(x) = \frac{\partial U}{\partial x} = A_1 + 2 \cdot A_2 \cdot x \qquad (5)$$

Donc l'erreur en utilisant les différences finies pour calculer cette dérivée est nulle. En effet,

$$U_x(I) = \frac{1}{2 \cdot dx}\left(\left(A_0 + A_1 \cdot (x+dx) + A_2 \cdot (x+dx)^2\right) - \left(A_0 + A_1 \cdot (x-dx) + A_2 \cdot (x-dx)^2\right)\right) = A_1 + 2 \cdot A_2 \cdot x$$

De même, la substitution de (4) dans (3) donne:

$$U_x(N) = \frac{1}{2.dx}\left(\begin{array}{l}\left(A_0 + A_1.(x - 2\cdot dx) + A_2\cdot(x - 2\cdot dx)^2\right) - 4.\left(A_0 + A_1\cdot(x - dx) + A_2\cdot(x - dx)^2\right)\\ +3\cdot\left(A_0 + A_1\cdot x + A_2\cdot x^2\right)\end{array}\right)$$

$$U_x(N) = A_1 + 2\cdot A_2\cdot x$$

Par conséquent l'algorithme DSS002 de différence finie pour le calcul de Ux dans le domaine de x définie par les équations à est exact pour les polynômes du second ordre.

En ce qui concerne le calcul les dérivées partielles à ordre plus élevé, on effectue des différentiations successives en utilisant les mêmes algorithmes en dépit de la baisse de la précision des calculs. Les courbes d'erreur d'une dérivée seconde sont au-dessus de celles d'une dérivée première.

Ces algorithmes peuvent être classées parmi les méthodes de différences finies. Elles répresentent cependant plus d'avantages pour la résolution des équations différentielles EDO/ EDP avec leurs conditions aux limites par rapport aux méthodes classiques. Il est même possible d'effectuer des résolutions à pas variables. Elles se situent entre les méthodes de différences finies et les méthodes des éléments finis.

I.II.3- Le principe général de la résolution:

Les systèmes à EDO/EDP (équations à dérivées ordinaires et partielles) ont fondamentalement deux types de variables indépendantes qui sont la variable indépendante à valeur initiale (variable temporelle) et la variable indépendante à valeur limite (variable spatiale).

Lors de la résolution numérique, les dérivées par rapport à la variable indépendante à valeur limite (dérivées spatiales) sont d'abord remplacées par des approximations à multi-points en utilisant les algorithmes de DSS qui sont des algorithmes de différence finie centrée établie à partir des séries de Taylor tandis que les dérivées par rapport à la variable indépendante à valeur initiale, souvent appelées dérivées temporelles sont gardées dans les équations approximatives. Pour calculer les dérivées spatiales (dérivées partielles) à ordre plus élevées, on applique de façon itérative ces subroutines.

Ainsi, toutes les équations deviennent des EDOs (équations à dérivées ordinaires) car toutes les dérivées spatiales sont remplacées par des approximations algèbriques (par différence finie).

Puis ce système d'EDOs, à valeurs initiales est intégré par un intégrateur temporel à pas variables avec une contrôle automatique de l'erreur. Le choix de l'algorithme d'intégration temporelle est un élément clé dans la résolution numérique. Il existe deux types d'intégrateurs temporels: les intégrateurs explicites qui sont les 14 algorithmes de Runge-Kutta et les intégrateurs implicites avec une domaine de stabilité élargie (intégrateur de GEAR/HINDERMASH).

Nous pensons que ce logiciel est largement suffisant pour la résolution numérique de nos équations qui ont été développées en coordonnées cartésiennes même s'il n'est pas assez convivial par rapport aux autres logiciels de simulation dynamique généralisé.

I.II.4- Résolution numérique des équations du modèle:

Le système d'équations que nous avons à résoudre comporte principalement les trois équations suivantes:

$$\rho \cdot C_p \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \cdot \nabla^2 T - (\Delta H_v + \Delta H_s) \cdot \frac{K_{rg} \cdot K_g}{\nu_g} \cdot \nabla^2 P + \Delta H_p \cdot \left(\frac{\partial \rho_r}{\partial t} \right)$$

$$\rho_0 \cdot \frac{\partial X}{\partial t} = D_l \cdot (\rho_0 \cdot \nabla^2 X + \delta_l \cdot \nabla^2 T) + \left(\frac{K_{rl} \cdot K_l}{\nu_l} + \frac{K_{rg} \cdot K_g}{\nu_g} \right) \cdot \nabla^2 P$$

$$\frac{\partial \rho_{rr}}{\partial t} = -k_0 \cdot \exp\left(\frac{-E}{R \cdot (T + 273)} \right) \cdot \rho_r, \text{ T en °C}$$

Ces équations ont été développées en coordonnées cartésiennes (directions Ox et Oy). Les Laplaciens de T, X et P sont ainsi respectivement exprimés par:

$$\nabla^2 T = \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2}$$

$$\nabla^2 X = \frac{\partial^2 X}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 X}{\partial y^2}$$

$$\nabla^2 P = \frac{\partial^2 P}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 P}{\partial y^2}$$

Les détails de la résolution numérique se trouvent dans le listing du programme qui se trouve en Annexe (Annexes 15-17). Mais en bref, les étapes successives dans chaque boucle d'itération pour la résolution numérique de ces équations par la méthode explicite sont:

1. lecture des conditions initiales;
2. calcul de la température et de l'humidité;
3. calcul de la pression interne et de la densité totale;
4. calcul des dérivées partielles du premier ordre (∇T,∇P, ∇X) en utilisant les conditions initiales par les subroutines de DSS (method of line);
5. calcul des conditions aux limites (température, humidité);
6. calcul des dérivées partielles du second ordre (∇^2T,∇^2P, ∇^2X) par les subroutines de DSS;
7. assemblage des équations de EDP(équation à dérivées partielles);
8. intégration des dérivées temporelles (Runge-Kutta) dans les EDOs (équations à dérivées ordinaires);
9. écriture des valeurs calculées dans le fichier OUTPUT.

Pour nos calculs, nous avons utilisé l'algorithme DSS004 (Annexe 14) qui est constitué de formules à cinq points et qui sont correctes jusqu'au quatrième ordre. Ce choix est limité par le temps de calcul qui augmente avec la précision des approximations par différences finies qui elle-même augmente avec le nombre total de point de maillage.

Le schéma (figure 42) ci-dessous montre la façon dont chaque échantillon est maillé lors de nos calculs.

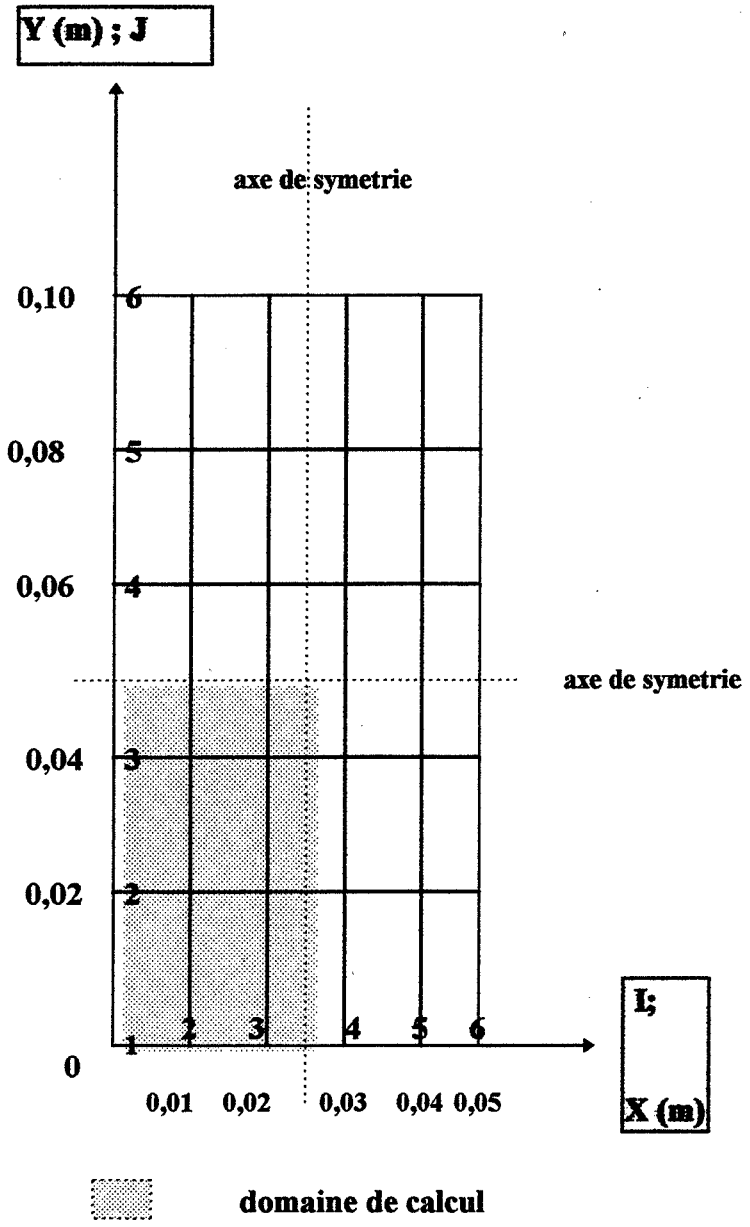


figure 42: schéma du maillage de l'échantillon

I.II.5-Les paramètres utilisés dans le modèle:

Les paramètres ont été choisis d'une part à partir des données bibliographiques et d'autre part en comparant les résultats numériques avec les résultats expérimentaux.

Symbole	signification	valeurs	Unités (UI)
alpha	coefficient de transfert thermique au niveau de la couche limite entre la surface et l'atmosphère	alpha=10 à 20	$(W/m^2.K)$
aml	coefficient de diffusion de l'eau liquide (libre ou liée)	aml= f (W)	(m^2/s)
beta0	coefficient de transfert de masse p/r à la pression au niveau de la couche limite	beta0=10	$(m^{-1}.s^{-1})$ ou (kg eau / kg MS. m .s)
bl	coefficient de thermomigration	bl= f (W)	(K^{-1})
CE	capacité calorifique de l'eau	CE=4185	(J/kg.K)
CE	capacité calorifique du bois	CB=1400	(J/kg.K)
E0	énergie d'activation de la réaction	$E0=100.10^3$	(J/mole)
HS	enthalpie de sorption de l'eau liée	HS= f (W)	(J/mole)
HV	enthalpie de vaporisation de l'eau	$HV=2500.10^3$	(J/mole)
HP	enthalpie de réaction	$HP=-50.10^4$	(J/kg)
IP		IP=0	(N.D.)
k0	constante de vitesse de la réaction	$k0=1.10^6$	(s^{-1})
Kg	perméabilité intrinsèque	$Kg=5.10^{-16}$	(m^2)
Kl	perméabilité intrinsèque	$Kl=5.10^{-16}$	(m^2)
lamb	conductivité thermique du bois	lamb=0,1	(W/m.K)
LX	épaisseur suivant (Ox)	LX=0,025	(m)
LY	largeur suivant (Oy)	LY=0,050	(m)
N	incrémentation suivant (Ox)	N=6	(N.D.)
NY	incrémentation suivant (Oy)	NY=6	(N.D.)
P0	pression atmosphérique absolue	P0=9.7.104	(Pa)
R	constante de gaz	R=8,31	(J/mole.K)

Symbole	signification	valeurs	Unités (UI)
RO0	masse volumique anhydre du bois	RO0=500	(kg/m^3)
rohan0	masse volumique anhydre du bois	rohan0=500	(kg/m^3)
T∞	température de l'atmosphère	T∞ =TE0	(°C)
TC	température de consigne de l'atmosphère du réacteur	TC=240	(°C)
TE0	température initiale de l'échantillon	Te0=12	(°C)
ug	viscosité cinématique de la phase gazeuse	ug=$1,97.10^{-5}$	(kg/m.s)
ul	viscosité cinématique de la phase liquide (eau libre ou liée)	ul=$2,8.10^{-4}$	(kg/m.s)
W0	taux d'humidité initial	W0=0,20	(kg eau/ kg MS)
Wcr	taux d'humidité critique	Wcr=0,48	(kg eau/ kg MS)
Wh	taux d'humidité au point de saturation des fibres	Wh=0,2	(kg eau/ kg MS)
Wsat	taux d'humidité de saturation	Wsat=1,31	(kg eau/ kg MS)

tableau 8:

I.II.6- Les variables utilisées dans le modèle:

symbole	signification	expression	unités
P(I,J)	pression de vapeur d'eau à l'intérieur du bois	P(x,y)	(Pa)
P1(I,J)	dérivée première de la pression p/r à x	$\frac{\partial P}{\partial x}$(x,y)	
P2(I)	dérivée seconde de la pression p/r à x	$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2}$(x,y)	
PT(I,J)	dérivée par rapport au temps de la pression		
PXX(I,J)	dérivée seconde par rapport à x de la pression	$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2}$(x,y)	
PYY(I,J)	dérivée seconde par rapport à y de la pression	$\frac{\partial^2 P}{\partial y^2}$(x,y)	

symbole	signification	expression	unités
RO(I,J)	masse volumique du bois à partir de la phase anhydre pendant la phase de rétification	$\rho_r(x,y)$	(kg/m3)
ROA(I,J)	masse volumique final du bois au cours du traitement	$\rho(x,y)$	(kg/m3)
ROT(I,J)	dérivée par rapport au temps de RO(I,J)	$\frac{\partial \rho}{\partial t}(x,y)$	
T	temps	t	(s)
TE(I,J)	température à l'intérieur du bois	T(x,y)	(°C)
TE1(I,J)	dérivée première de la température p/r à x	$\frac{\partial T}{\partial x}(x,y)$	
TE2(I)	dérivée seconde de la température p/r à x	$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}(x,y)$	
TET(I,J)	dérivée par rapport au temps de la température	$\frac{\partial T}{\partial t}(x,y)$	
TEXX(I,J)	dérivée seconde par rapport à x de la température	$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}(x,y)$	
TEYY(I,J)	dérivée seconde par rapport à y de la température	$\frac{\partial^2 T}{\partial y^2}(x,y)$	
W(I,J)	taux d'humidité dans le bois	X(x,y)	
W1(I,J)	dérivée première du taux d'humidité p/r à x	$\frac{\partial X}{\partial x}(x,y)$	
W2(I)	dérivée seconde du taux d'humidité p/r à x	$\frac{\partial^2 X}{\partial x^2}(x,y)$	
WT(I,J)	dérivée par rapport au temps du taux d'humidité	$\frac{\partial X}{\partial t}(x,y)$	
WXX(I,J)	dérivée seconde par rapport à x du taux d'humidité	$\frac{\partial^2 X}{\partial x^2}(x,y)$	
WYY(I,J)	dérivée seconde par rapport à y du taux d'humidité	$\frac{\partial^2 X}{\partial y^2}(x,y)$	

tableau 9

I.III- LES RESULTATS DU MODELE:

Avant de comparer les résultats numériques avec les résultats expérimentaux et de vérifier les hypothèses, nous avons effectué une étude de sensibilité des paramètres du modèle. Le tableau 8 et le tableau 9 montrent respectivement les symboles utilisés pour représenter les paramètres et les variables du modèle.

I.III.1- Etude de sensibilité des paramètres:

I.III.1.1) le coefficient de diffusion D_l (m^2/s) :

Quand D_l est plus élevé, l'humidité diminue plus vite, la température augmente plus vite et le gradient d'humidité est plus faible.

I.III.1.2) les perméabilités intrinsèques K_l et K_g (m^2)

L'augmentation de K_l et K_g entraîne que: la pression est plus faible, l'humidité diminue plus vite pendant la phase hygroscopique (le palier de vaporisation est plus court), le gradient de pression devient plus faible et la température monte moins vite.

I.III.1.3) le coefficient global de transfert d'humidité βp (kg eau/ kg Matière sèche. m . s ou m^{-1} . s^{-1}):

La vitesse de séchage est très sensible à la variation de βp. Quand on augmente βp , l'humidité diminue plus vite et la temperature monte plus vite après le palier de vaporisation qui est plus court, la pression à la surface diminue.

I.III.1.4) le coefficient de thermomigration δ_l (K^{-1})

Quand on diminue δ_l , l'humidité diminue moins vite et avec le terme de thermomigration dans le bilan d'humidité, l'humidité diminue deux fois plus vite.

I.III.1.5) le coefficient de transfert global α ($W/m^2.K$):

Quand on augmante α, la température monte plus vite au niveau de la surface pendant la phase de séchage et inversement pendant la phase de rétification. Il en est de même pour les températures à l'intérieur du bois.

I.III.1.6) la conductivité thermique λ (W/m.K):

L'augmentation de λ entraîne une augmentation plus rapide de la température , des gradients de température plus faibles entre la surface et le centre.

I.III.1.7) le Xsf (taux d'humidité au point de saturation des fibres):

Avec un Xsf plus élevée, le palier de vaporisation est plus long, la température monte moins vite et l'humidité diminue moins vite.

I.III.1.8) la masse volumique anhydre du bois ρ_0 (kg/m^3)

Quand la masse volumique du bois ρ_0 est plus élevée, la vitesse de séchage devient plus faible ainsi que la vitesse de montée de la température du bois: les phénomènes de transferts sont plus lents.

I.III.1.9) les paramètres de la réaction: k_0 (s^{-1}), E_0 (J/mole) , ΔH_p (J/kg)

Quand k_0 est plus faible, pendant la phase de rétification, la perte de masse la température maximale (exothermicité) sont plus faibles. Avec E_0 plus élevée, la vitesse de perte de masse est plus faible ainsi que l'exothermicité de la réaction.

A k_0 constant, plus E_0 est faible, plus on atteint vite le maximum de vitesse de perte de masse.

A E_0 constant, plus k_0 est élevée, plus on atteint vite le maximum de vitesse de perte de masse.

Quand k_0 est plus faible, la température est plus faible (exothermicité), la vitesse de perte de masse est plus faible et son maximum est atteint plus tard.

Avec une ΔH_p (<0) plus faible (en valeurs algébriques), la température au centre de l'échantillon est plus élevée, la vitesse de perte de masse est plus élevée mais la position (dans le temps) de son maximum ne change pas.

Ces informations sont très utiles pour la comparaison des résultats numériques avec les résultats expérimentaux et pour l'optimisation des paramètres.

On constate d'après les résultats des simulations que plus la valeur du paramètre est faible, plus il est sensible. C'est le cas pour D_l, K_l et K_g et le temps de calcul augmente quand on diminue leurs valeurs. Nous avons choisi de ne pas montrer toutes les courbes correspondantes, mais le tableau suivant résume les résultats de cette étude de sensibilité des paramètres du modèle. Dans la première colonne se trouve les paramètres dont on augmente les valeurs.

Résumé de l'étude de sensibilité des paramètres:

paramètres étudiés	**T (°C)**	**∇ T**	**X**	**∇ X**	**P (Pa)**	**∇ P**	$\left(\frac{-dM}{dt}\right)$
D_l (m^2/s)	augmente plus vite		diminue plus vite	plus faible		plus faible	
K_l , K_g (m^2)	augmente moins vite		diminue plus vite		plus faible	plus faible	
β ($m^{-1}.s^{-1}$) en fonction de β_0 (m/s)	augmente plus vite ; palier de vaporisation plus court ;		diminue plus vite; très sensible;	plus faible			
δ_l (K^{-1})			diminue moins vite ;				

paramètres étudiés	T (°C)	∇ T	X	∇ X	P (Pa)	∇ P	$\left(\frac{-dM}{dt}\right)$
α ($W/m^2/K$)	augmente plus vite pendant la première phase et inversement pendant la deuxième;	plus faible					
λ (W/m/K)	monte plus vite	plus faible					
Xsf	palier de vaporisation plus long ; augmente moins vite ;		diminue moins vite				
ρ_0 (kg/m^3)	augmente moins vite		diminue moins vite				
Cp_b							
k_0 (s^{-1})	exothermicité plus importante ; température maximale plus faible ;						plus élevée ; maximum atteint plus vite ;
E (J/mole)	exothermicité plus faible ;						plus faible ; maximum atteint moins vite ;
ΔHp (J/kg)	exothermicité plus importante ;						plus élevée; maximum atteint au même instant;

I.III.2- Comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques:

Mais l'objectif à atteindre est d'établir un modèle prédictif. Le modèle devient prédictif quand les résultats numériques se superposent avec les résultats expérimentaux. Pour cela, il est nécessaire d'optimiser ou d'ajuster certains paramètres (Rajohnson et al., 1994).

Le problème que pose ces ajustements des paramètres est dû à leur nombre élevé d'une part et à la variabilité du matériau bois d'autre part. C'est l'étude de sensibilité des paramètres qui nous a orienté pour effectuer ces ajustements.

En ce qui concerne les paramètres, nous avons utilisé pour la plupart ceux qui sont fournis par la littérature et puis nous avons effectué les ajustements à partir de ces valeurs en comparant le résultats numériques et les résultats expérimentaux et à la grande sensibilité de certains paramètres .

Nous avons commencé cette comparaison à partir des résultats expérimentaux obtenus sur le petit réacteur avec des petits échantillons et avec du bois relativement sec. Ces comparaisons ont été effectuées avec du hêtre, du pin sur différentes conditions de traitement (figures 43.1)

Les variables que nous avons comparées sont les températures et la masse de l'échantillon qui sont les plus fiables. En ce qui concerne la pression, il est plus difficile de faire la comparaison car la mesure de la pression interne et moins précise (risque de fuite) et plus difficile à faire, surtout quand le bois est relativement sec car dans ce cas, la pression devient plus faible et varie très rapidement. La difficulté sur cette comparaison est due à la grande variabilité du bois.

Ces résultats montrent une bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques si on tient compte de la variabilité du bois. Ce qui montre que toutes les hypothèses de départ sont vérifiées. Le modèle devient prédictif. Cependant, il est nécessaire de faire la comparaison avec des échantillons de plus grande taille (longueur, épaisseur) afin d'extrapoler le modèle. Nous avons essayé de le faire avec de l'Epicea (figure 43.1.5). Ainsi, ce modèle peut être utilisé pour l'étude des influences des paramètres de traitement et pour le contrôle et la conduite du procédé.

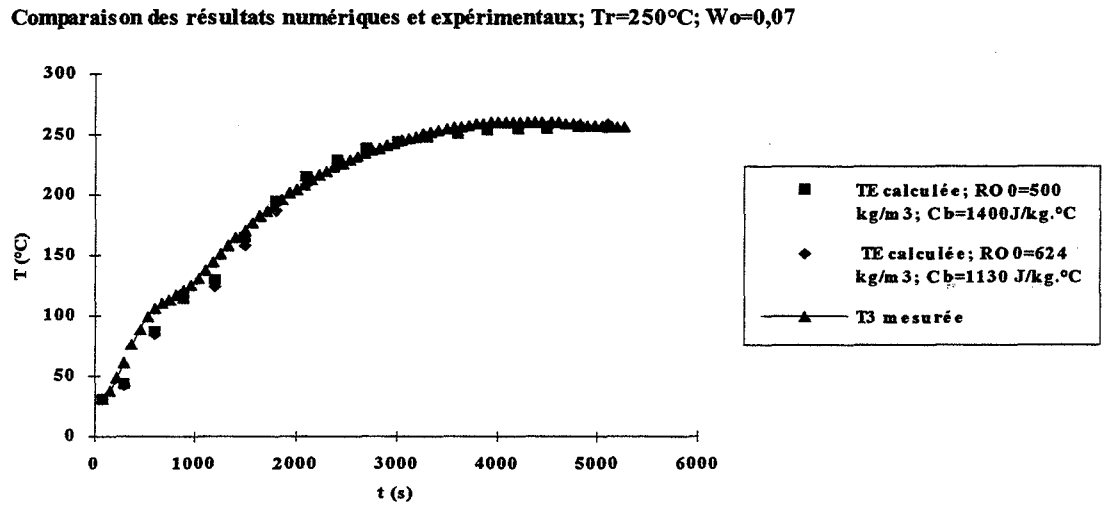


figure 43.1.1.a: comparaison entre les températures mesurées et calculées au centre de l'échantillon

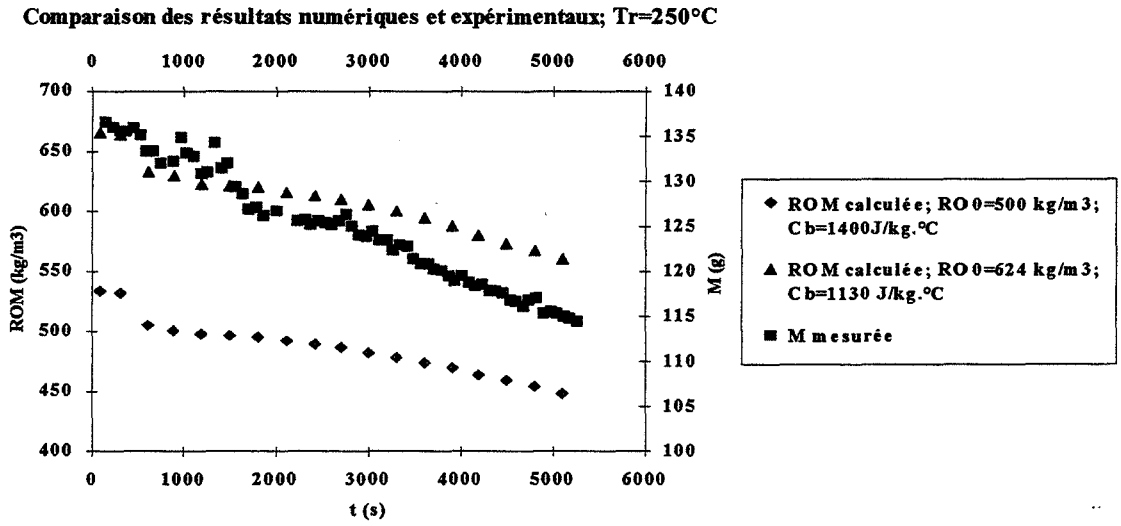


figure 43.1.1.b: courbes d'évolution de la masse mesurée et de la masse volumique moyenne calculée de l'échantillon

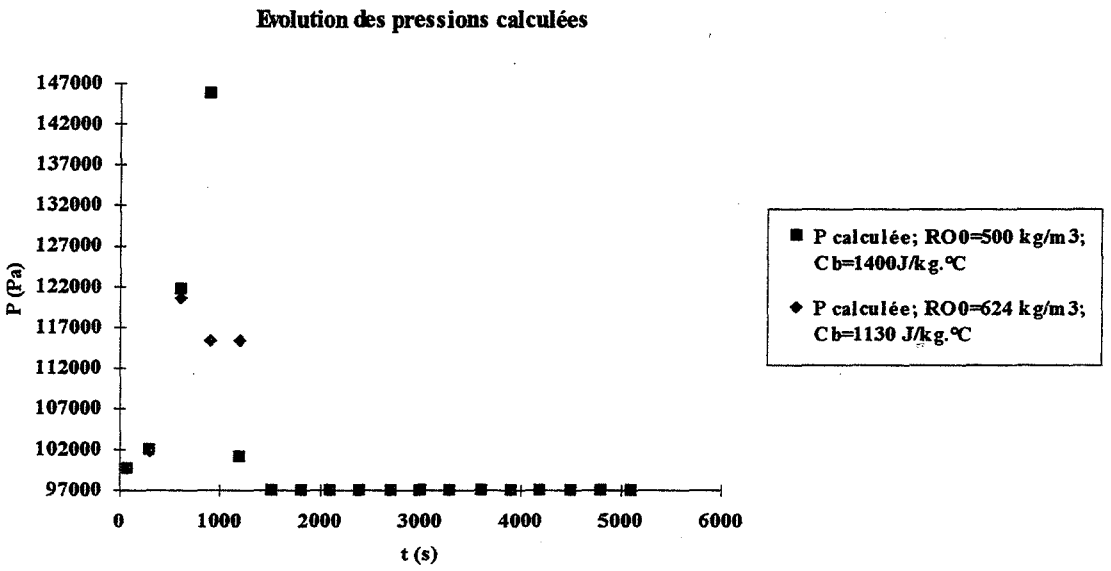


figure 43.1.1.c: courbes d'évolution des pressions calculées au centre de l'échantillon

figures 43.1.1: expérimentation et simulation du traitement d'un échantillon (pin) de 2,5 cm d'épaisseur et 5 cm de largeur, de 7% taux d'humidité initial à 250°C avec une vitesse de 16 °C/min.

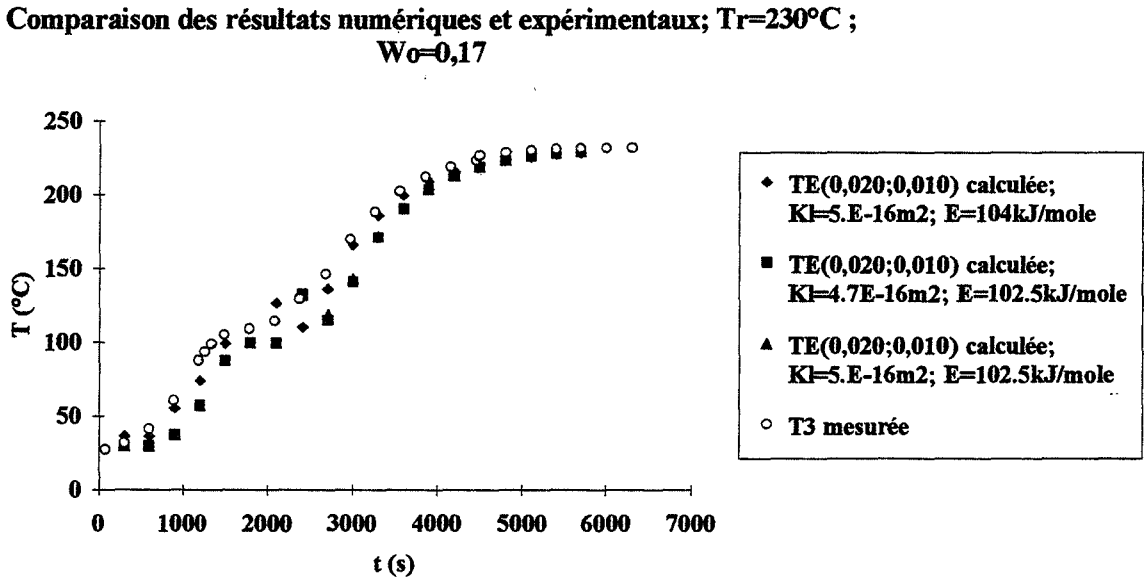


figure 43.1.2.a: comparaison entre la température mesurée et les températures calculées avec différents paramètres au centre de l'échantillon

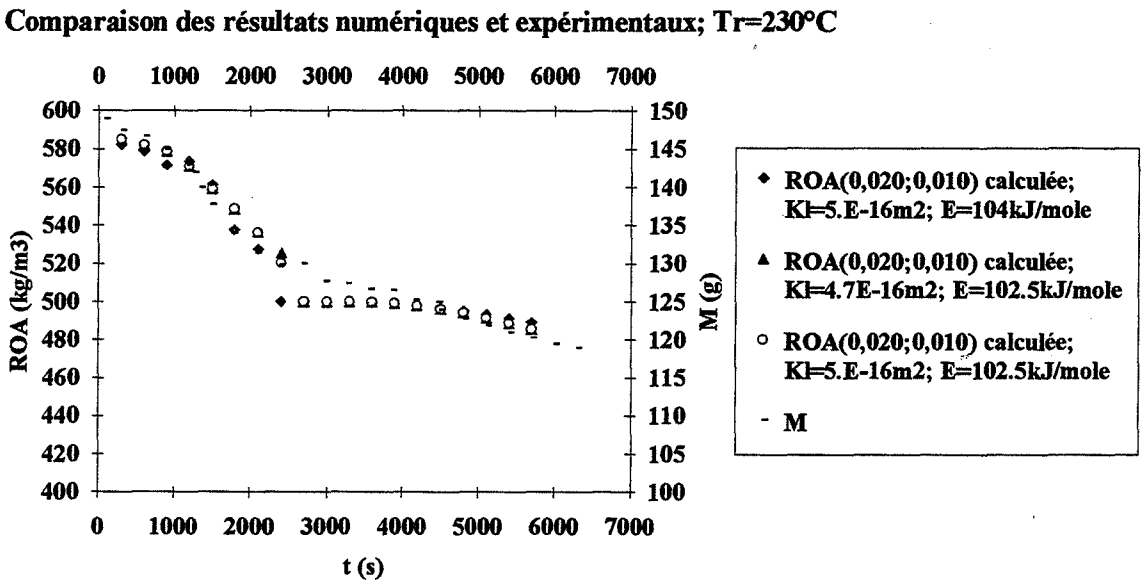


figure 43.1.2.b: comparaison entre la masse mesurée et les masses volumiques calculées avec différents paramètres

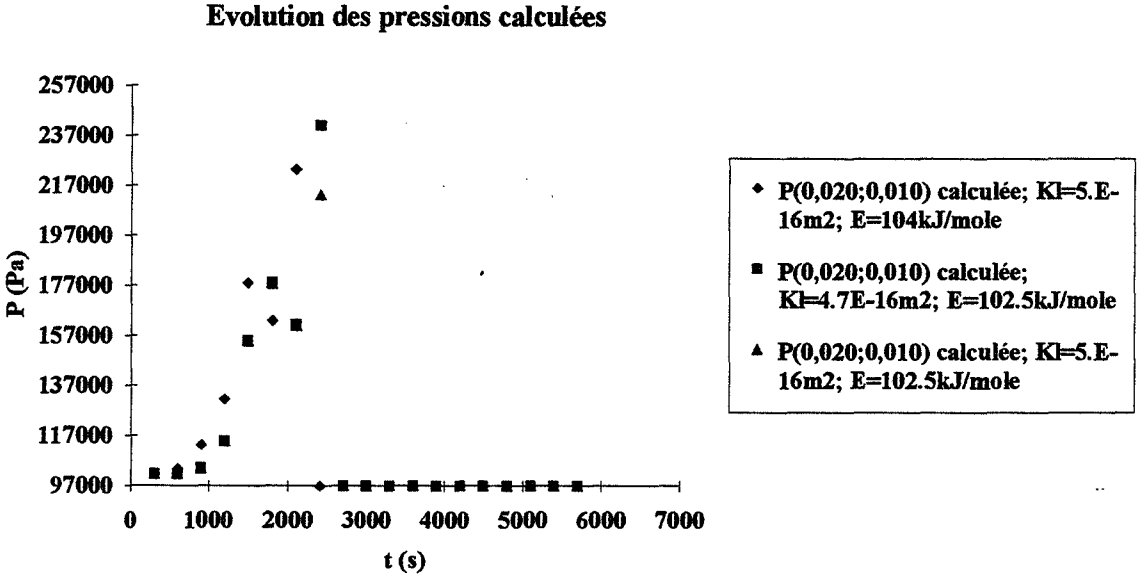


figure 43.1.2.c: courbes d'évolution des pressions calculées avec différents paramètres

figures 43.1.2: expérimentation et simulation du traitement d'un échantillon (hêtre) de 2,5 cm d'épaisseur et 5 cm de largeur, de 17% taux d'humidité initial à 230°C avec une vitesse de 10 °C/min.

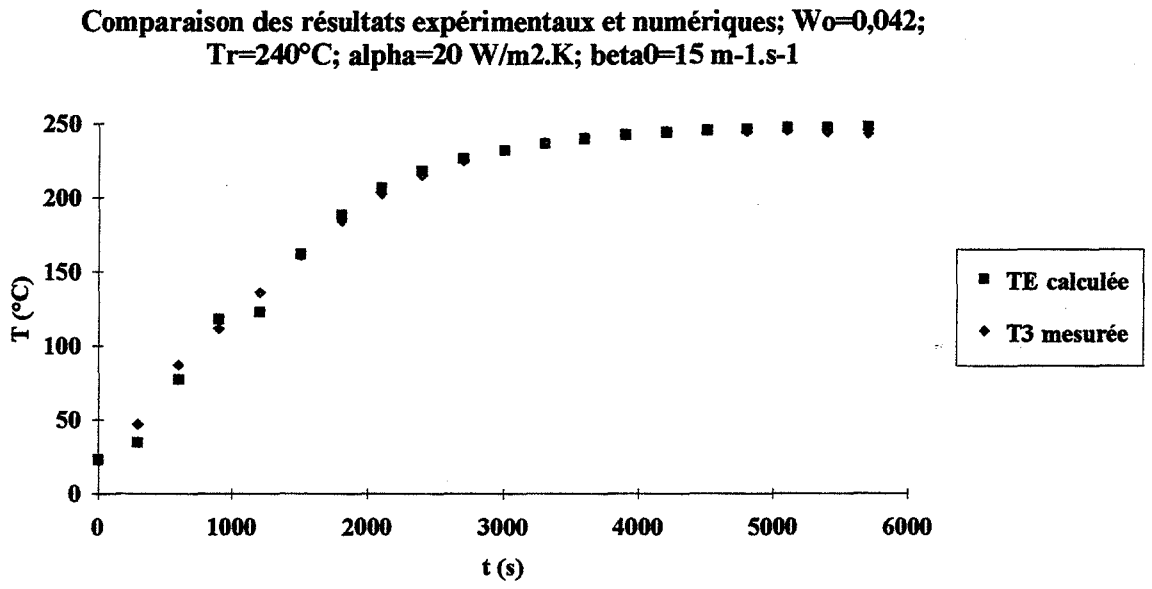


figure 43.1.3.a: comparaison entre la température mesurée et la température calculée au centre de l'échantillon en utilisant $\alpha = 20W/m^2.K$ *et* $\beta p = 15\ m^{-1}.s^{-1}$

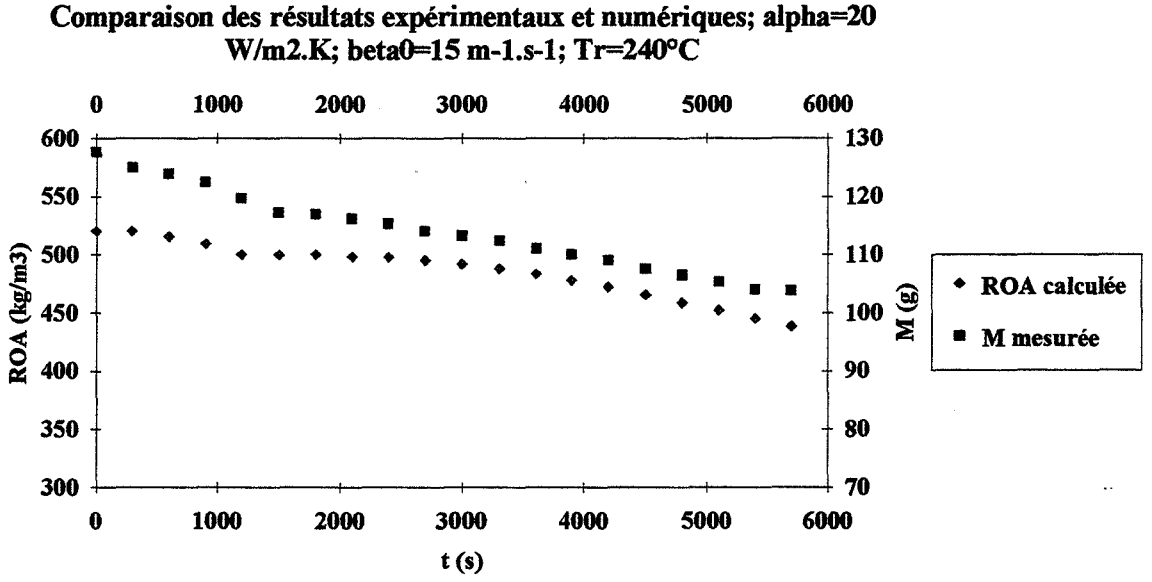


figure 43.1.3.b: comparaison entre masse mesurée et la masse volumique calculée au centre de l'échantillon en utilisant $\alpha = 20W/m^2.K$ *et* $\beta p = 15\ m^{-1}.s^{-1}$

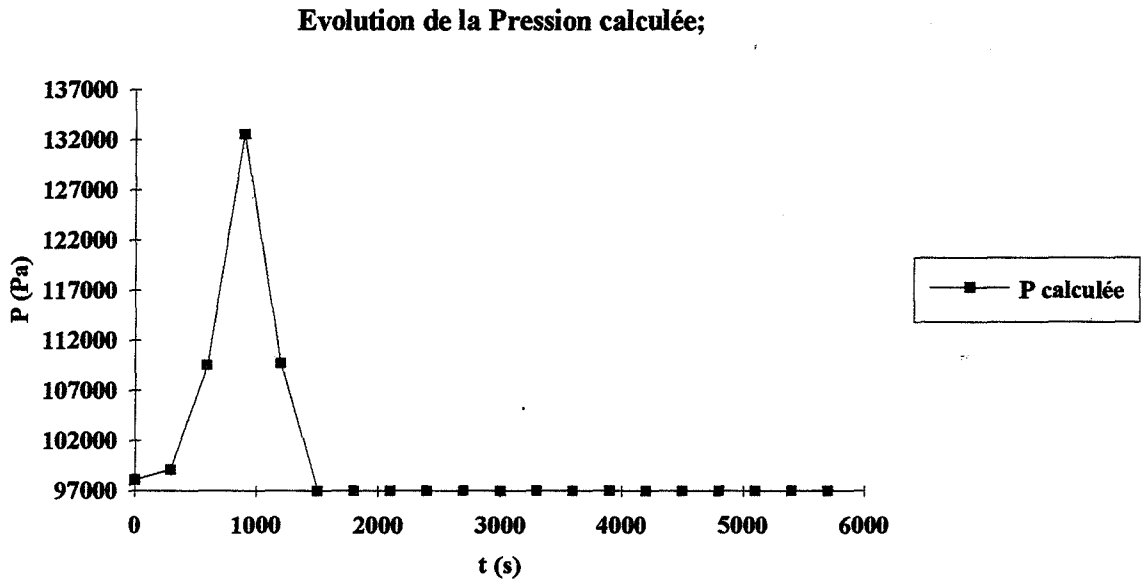


figure 43.1.3.c: courbe d'évolution de la pression calculée au centre de l'échantillon en utilisant $\alpha = 20 W/m^2.K$ *et* $\beta p = 15\ m^{-1}.s^{-1}$

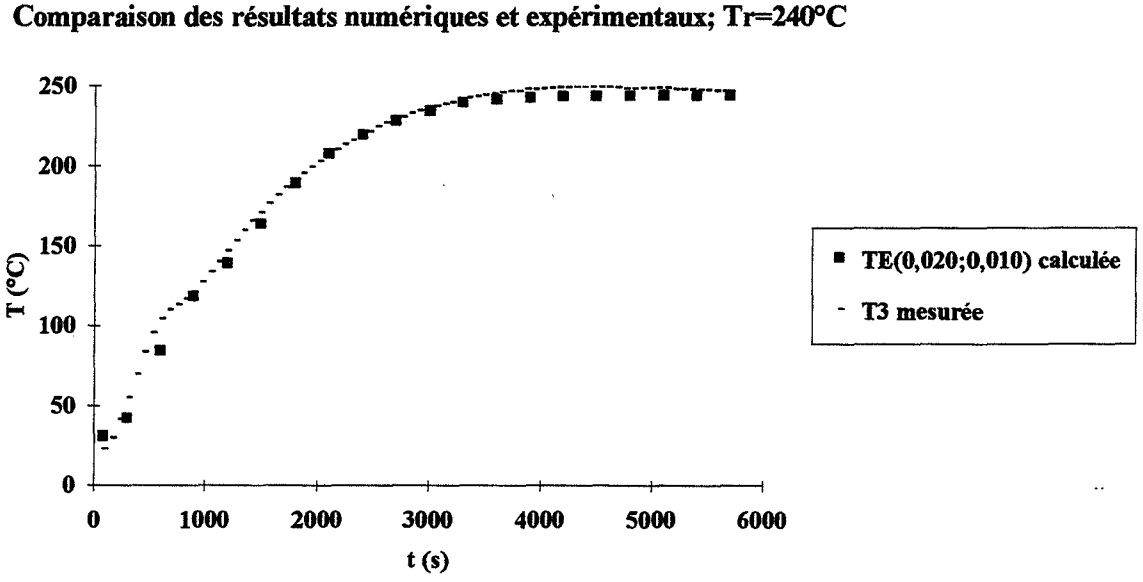


figure 43.1.3.d: comparaison entre la température mesurée et la température calculée au centre de l'échantillon en utilisant $\alpha = 15 W/m^2.K$ *et* $\beta p = 15\ m^{-1}.s^{-1}$

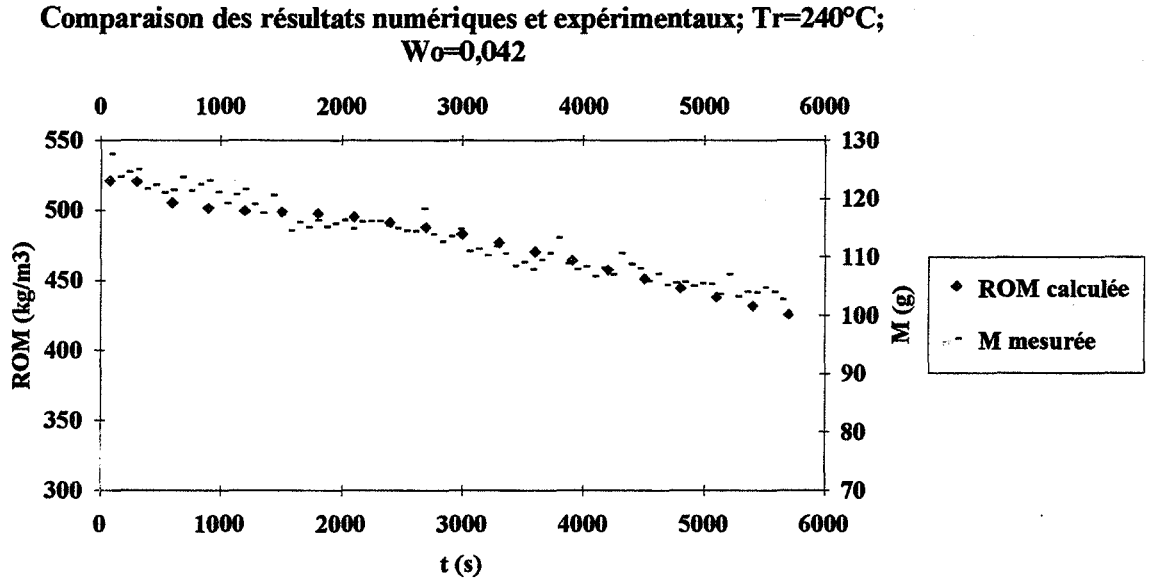


figure 43.1.3.e: comparaison entre la masse mesurée et la masse volumique calculée au centre de l'échantillon en utilisant $\alpha = 15\ W/m^2.K$ *et* $\beta p = 15\ m^{-1}.s^{-1}$

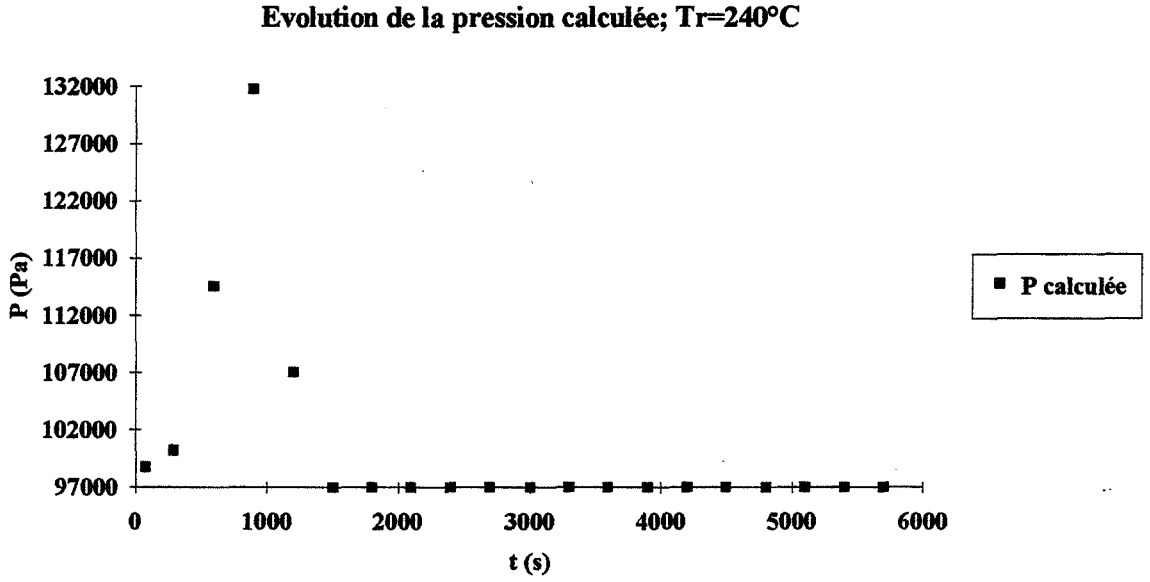


figure 43.1.3.f: courbe d'évolution de la pression calculée au centre de l'échantillon en utilisant $\alpha = 20W/m^2.K$ *et* $\beta p = 15\ m^{-1}.s^{-1}$

figures 43.1.3: expérimentation et simulation du traitement d'un échantillon (hêtre) de 2,5 cm d'épaisseur et 5 cm de largeur, de 4,2 % taux d'humidité initial à 240°C avec une vitesse de 16 °C/min.

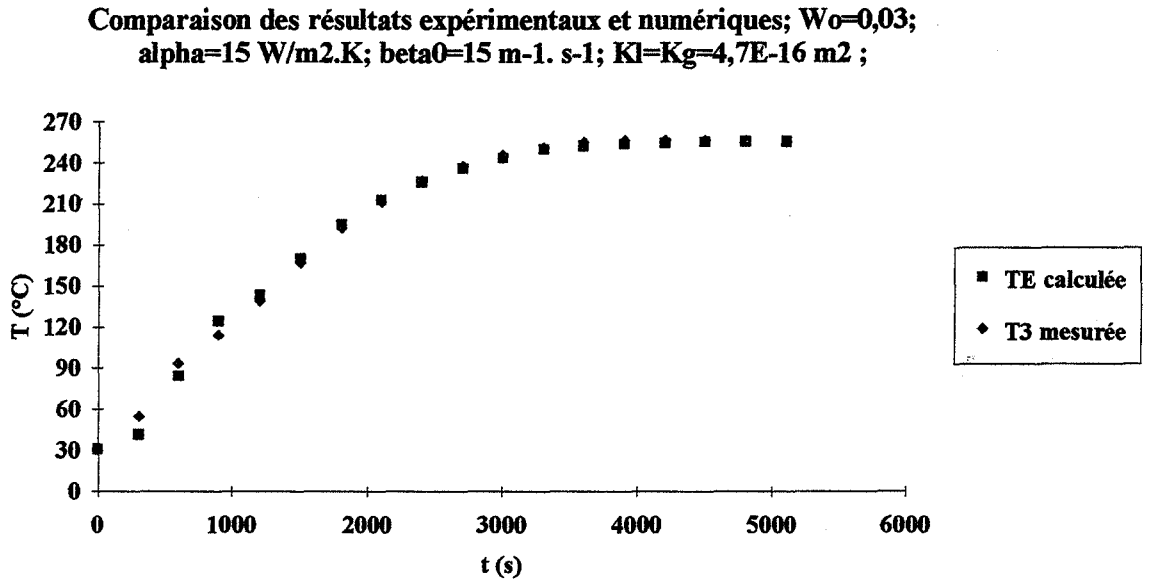


figure 43.1.4.a: comparaison entre la température mesurée et la température calculée au centre de l'échantillon en utilisant $\alpha = 15 W/m^2.K$ et $\beta p = 15\ m^{-1}.s^{-1}$

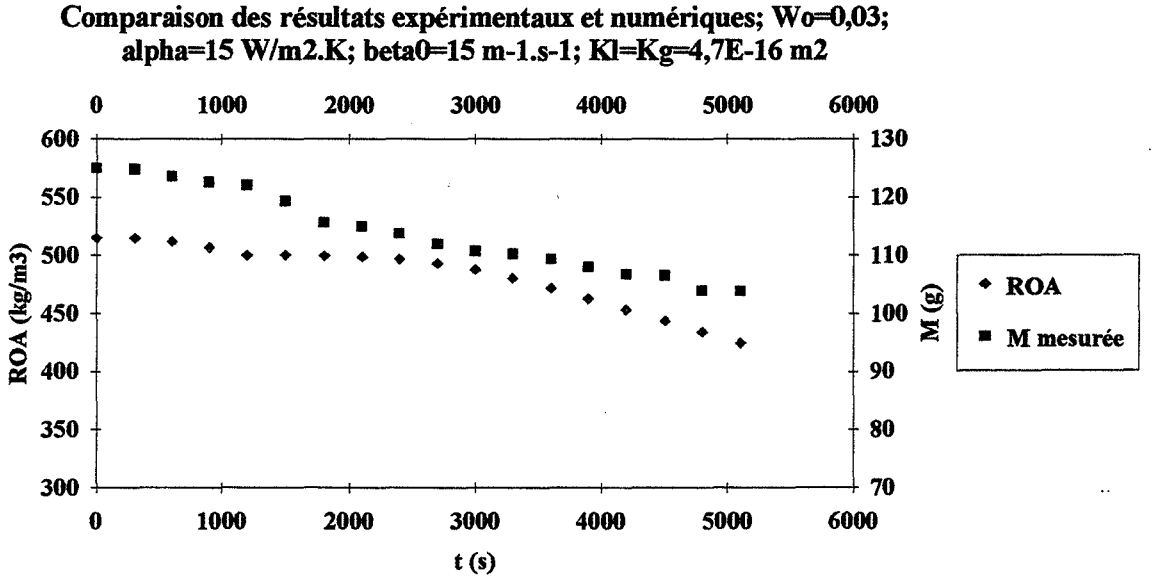


figure 43.1.4.b: comparaison entre masse mesurée et la masse volumique calculée au centre de l'échantillon en utilisant $\alpha = 15\ W/m^2.K$ et $\beta p = 15\ m^{-1}.s^{-1}$

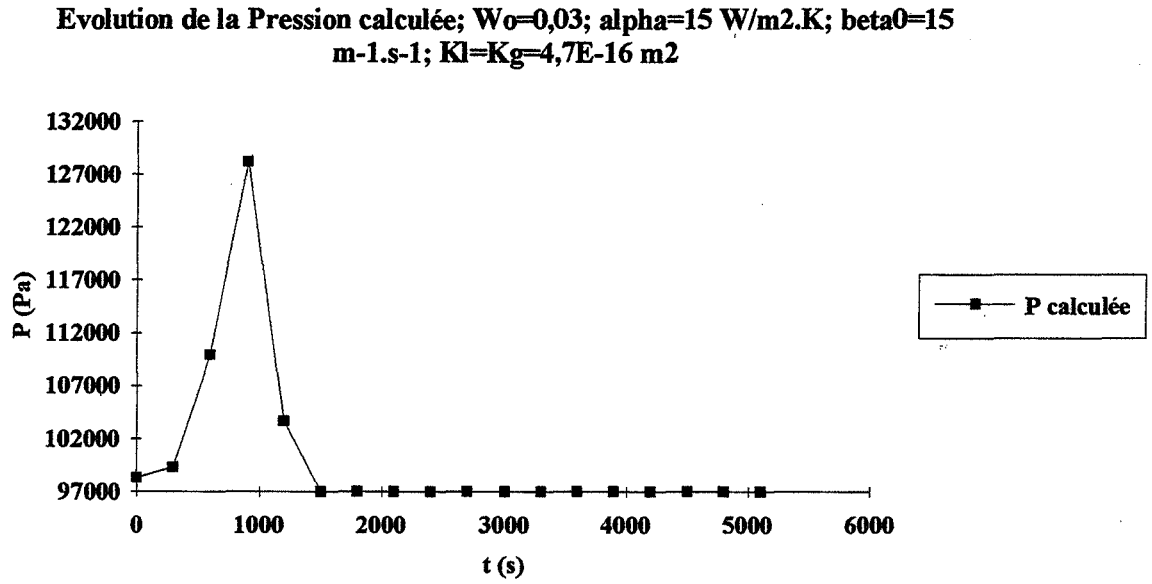


figure 43.1.4.c: courbe d'évolution de la pression calculée au centre de l'échantillon en utilisant $\alpha = 15 W/m^2.K$ *et* $\beta p = 15\ m^{-1}.s^{-1}$

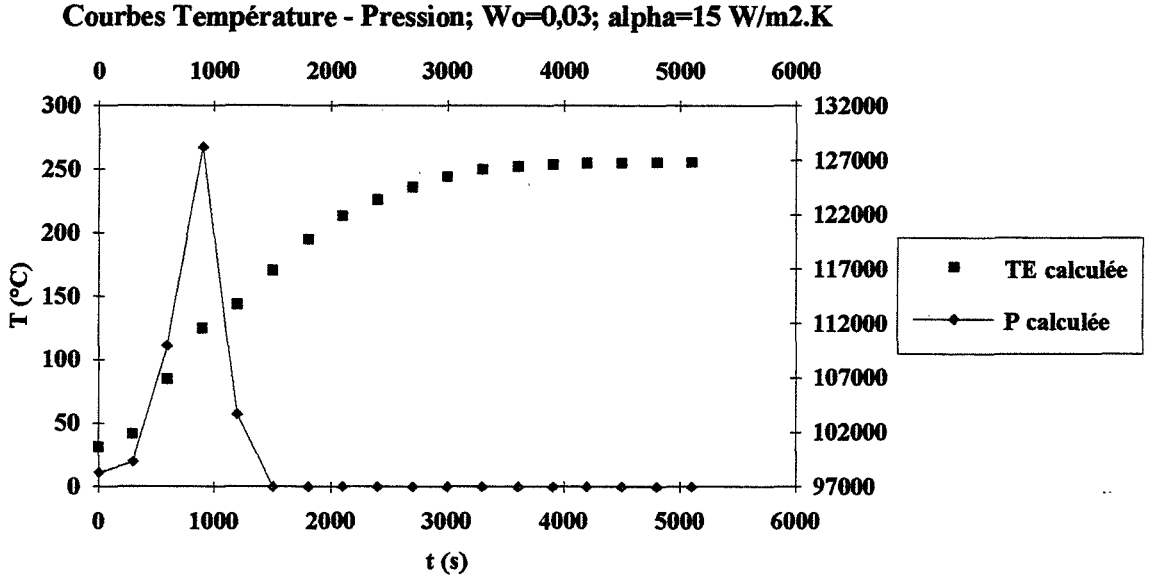


figure 43.1.4.d: courbes d'évolution de la température et de la pression calculées au centre de l'échantillon

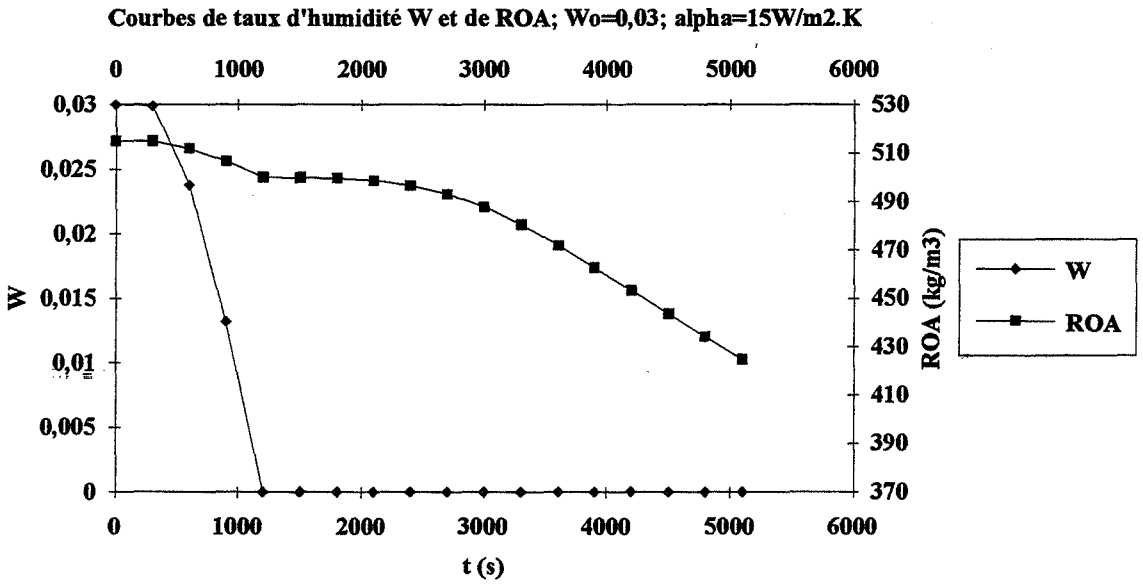


figure 43.1.4.e: courbes d'évolution de la masse volumique et du taux d'humidité initial calculés au centre de l'échantillon

figures 43.1.4: expérimentation et simulation du traitement d'un échantillon (hêtre) de 2,5 cm d'épaisseur et 5 cm de largeur, de 3 % taux d'humidité initial à 240°C avec une vitesse de 16 °C/min.

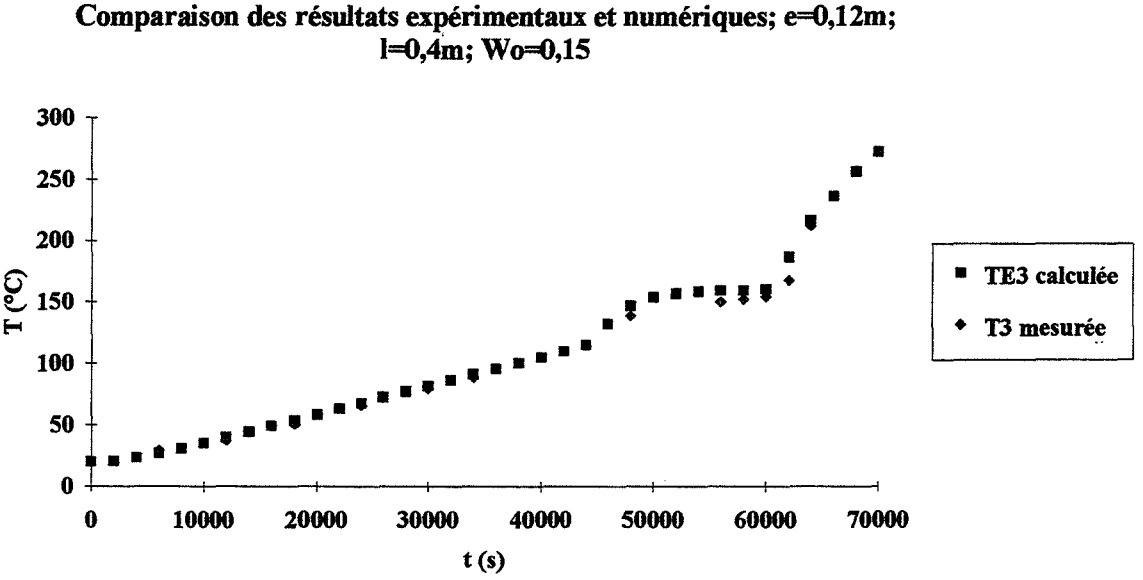


figure 43.1.5.a: comparaison entre la température mesurée et la température calculée au centre de l'échantillon en utilisant Eo=104 kJ/mole, $\alpha = 8W/m^2.K$, $\beta p = 10\ m^{-1}.s^{-1}$

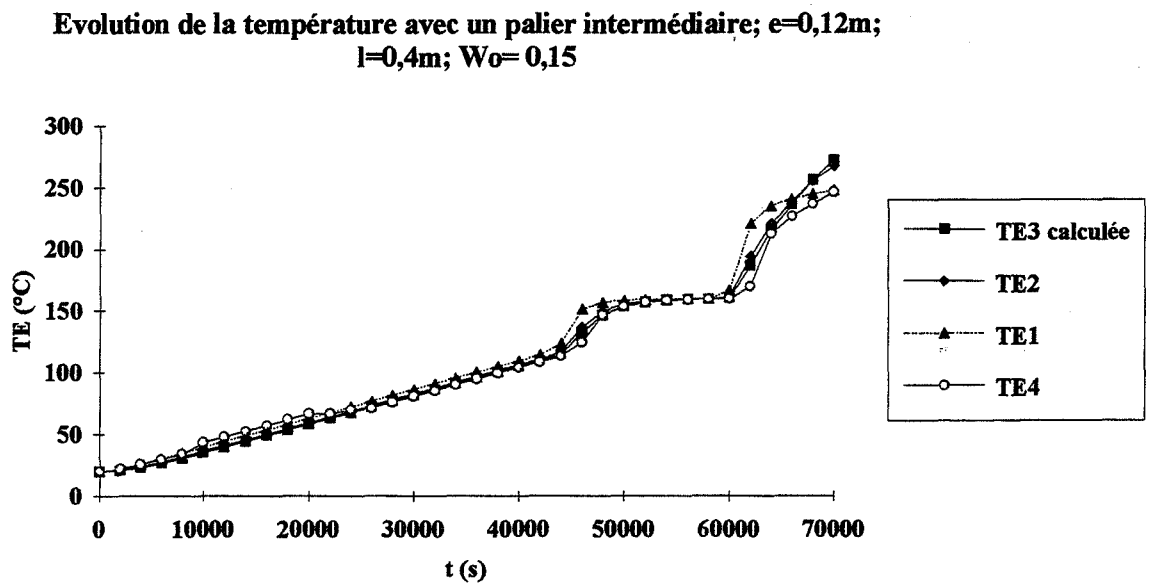


figure 43.1.5.b: courbes d'évolution des températures calculées

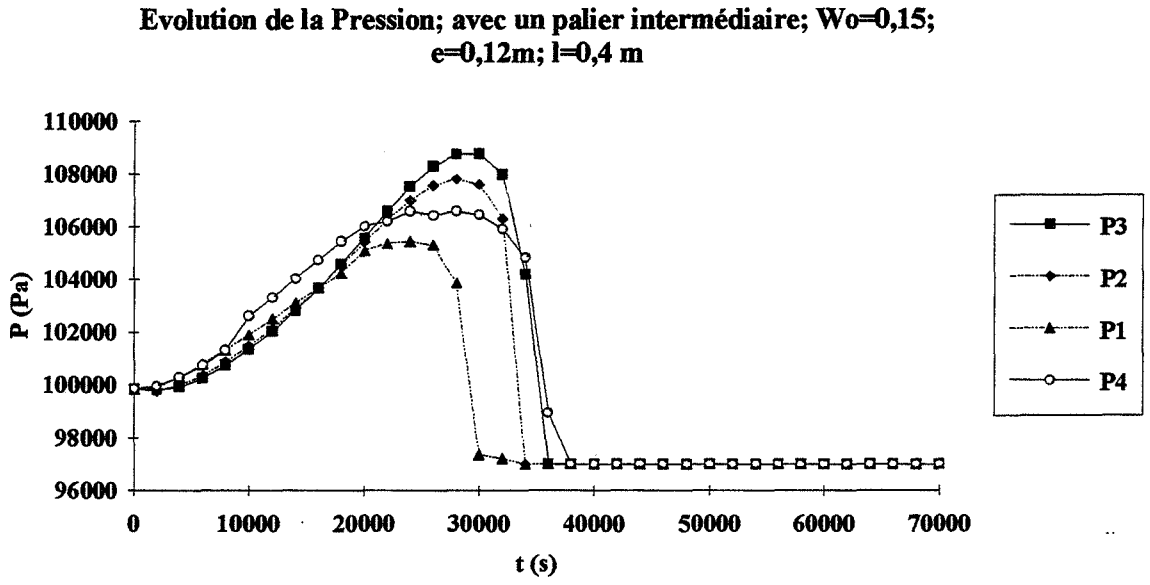


figure 43.1.5.c: courbes d'évolution des pressions calculées

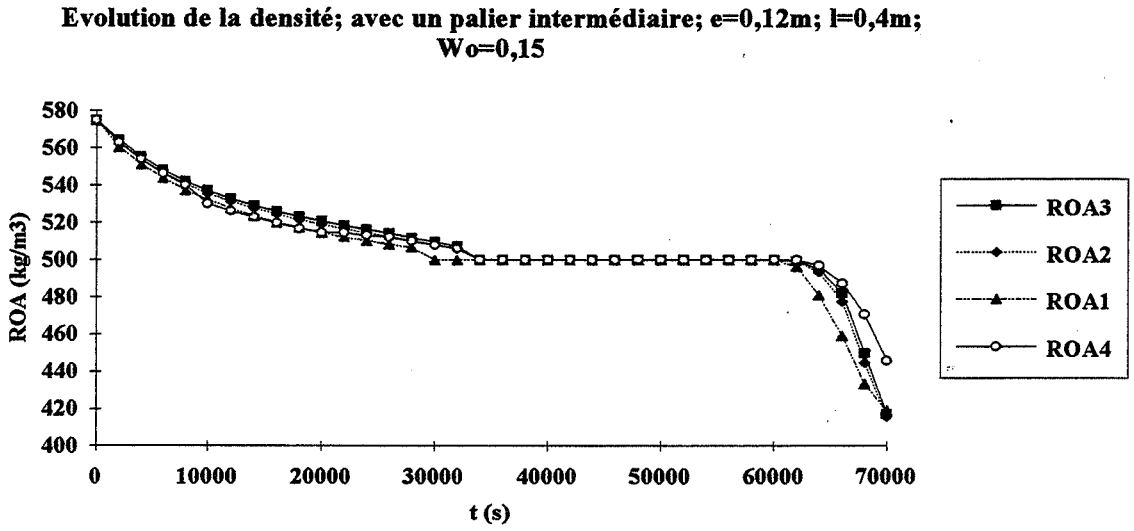


figure 43.1.5.d: courbes d'évolution des masses volumiques calculées

figures 43.1.5: expérimentation et simulation du traitement d'un échantillon (Epicéa) de 12 cm d'épaisseur et 40 cm de largeur, de 15 % taux d'humidité initial à 240°C avec une étape intermédiaire à l'échelle pilote

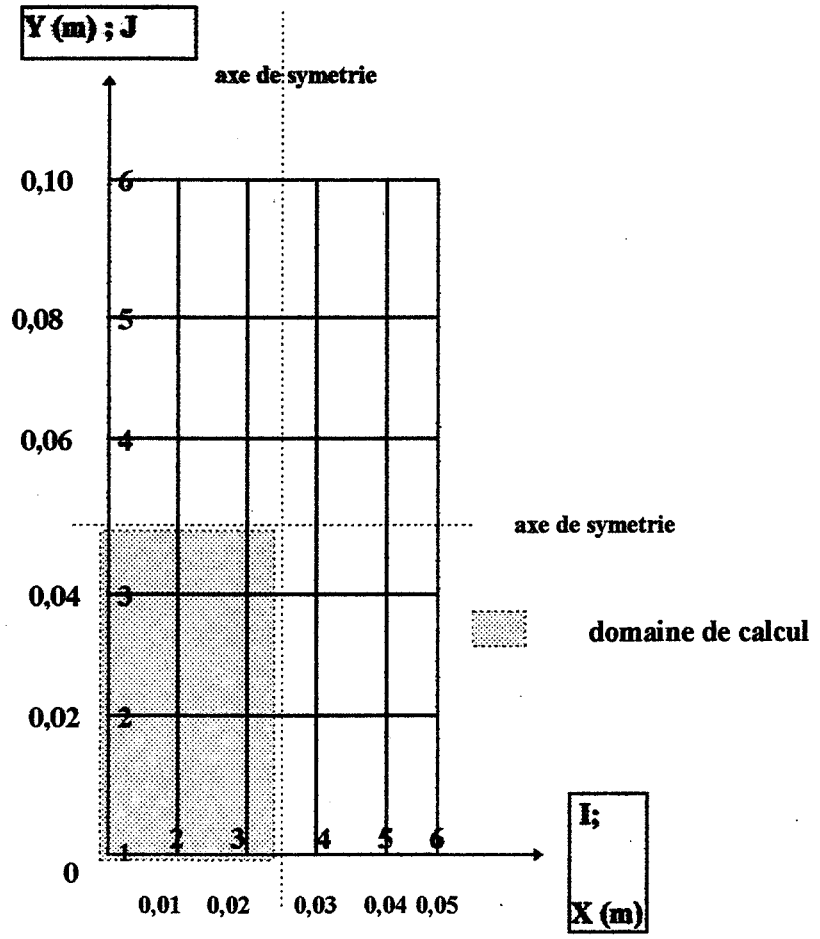


figure 44.1:schéma du maillage de l'échantillon

I.III.3- Influence des paramètres:

Les paramètres utilisés pour étudier les influences des paramètres de traitement sont ceux obtenus après la comparaison des résultats expérimentaux avec les résultats numériques; par conséquent, ce sont des paramètres relativement optimisés (voir tableau 8 et Annexes 14 à 16).

En considérant que le modèle est prédictif, cette étude complète les expériences que nous avons effectuées pour étudier les influences des paramètres de traitement.

Ce modèle permet, en effet, d'obtenir les profils de température, de pression, d'humidité et de masse volumique en coordonnées cartésiennes.

D'après le schéma du maillage de l'échantillon (figure 44.1), en raison des symétries, seulement le quart des courbes sont représentées.

Les figures 44.2, 44.3, 44.4 montrent respectivement les profils de température, de pression et de masse volumique obtenus lors de la simulation avec le modèle bi-dimensionnel (sens radial x tangentiel) d'un traitement d'un échantillon de bois (5cm x 10 cm) avec une vitesse de montée en température de 4,4°C/min. vers une température de consigne de traitement de 220°C pendant 15000 s (soit environ 4 heures). Ces profils montrent les évolutions des gradients dans l'échantillon, de la surface au centre.

Dans le cas de la température (figures 44.2), on remarque que les gradients sont d'autant plus importants que la distance par rapport à la surface (de x= 0 m à x= 0,02 m) est plus élevée. Cependant, ces gradients tendent à diminuer au cours du temps, la température de l'échantillon s'homogénéise progressivement. Et à partir du temps t= 10800 s, à cause des réactions exothermiques, le centre de l'échantillon (x= 0,02 m) commence à devenir plus chaud que la surface (x= 0 m) et ce phénomène s'intensifie de plus en plus jusqu'à 15000 s. Cela est dû d'une part, à la faible conductivité thermique du bois (λ = 0,1 W/m/K), et d'autre part, au fait que le flux de chaleur est inversé, du centre vers la surface, car le centre est devenu plus chaud et en même temps on continue à chauffer à la surface de l'échantillon; ce qui ralentit le transfert de chaleur et favorise l'accumulation de la chaleur.

En ce qui concerne les profils de pression (figures 44.3), au début (figure 44.3.1 et 44.3.2), c'est vers la surface (x= 0 m ou y= 0 m) que la pression est la plus élevée à cause des gradients de température. Cependant, ce phénomène tend à s'inverser car le taux d'humidité dans le bois diminue plus rapidement vers la surface (figure 44.4.2; 44.4.3.) ; la pression au centre de l'échantillon (x= 0.02 m) devient ainsi toujours plus élevé qu'à la surface (x= 0 m) jusqu'au moment où l'on se rapproche de la phase anhydre (t= 5400 s) à partir delaquelle la surpression à l'intérieur de l'échantillon disparaît complètement (figure 44.3.6), les températures se situent à ce moment aux alentours de 160°C à 180°C (figure 44.2.4). Nous avons considéré que la surpression due aux gaz émis autre que la vapeur d'eau est négligeable.

En ce qui concerne les profils de masse volumique (figures 44.4) , on distingue les deux phases qui sont séparées par le passage à l'état anhydre (figures 44.4.5 et 44.4.6) , la masse volumique anhydre étant de 500 kg/m^3 .On constate que, la masse volumique diminue toujours plus rapidement vers la surface pendant les deux phases et que les gradients de masses volumiques sont toujours plus importants vers le centre de l'échantillon que vers la surface. Cependant, à cause de l'inversion du sens du flux de chaleur, il existe un moment où la masse

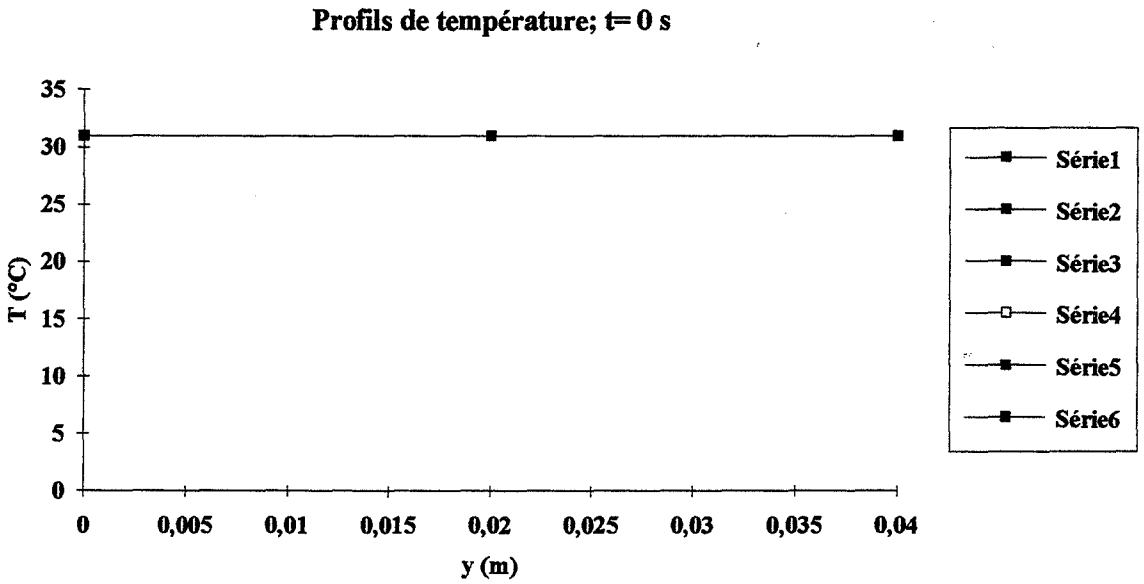


figure 44.2.1: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 0 s**

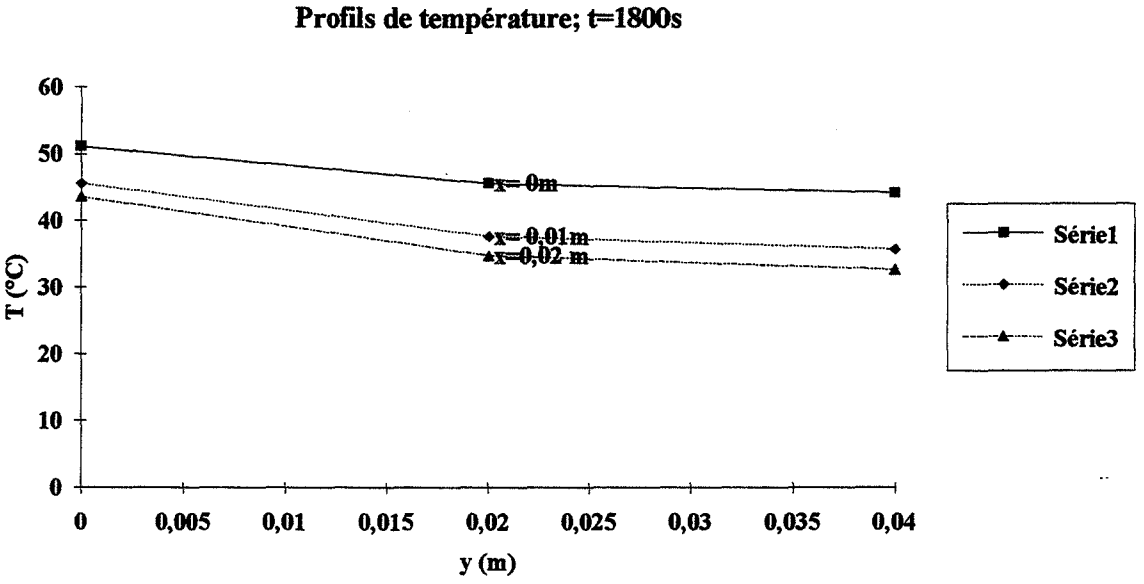


figure 44.2.2: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 1800 s**

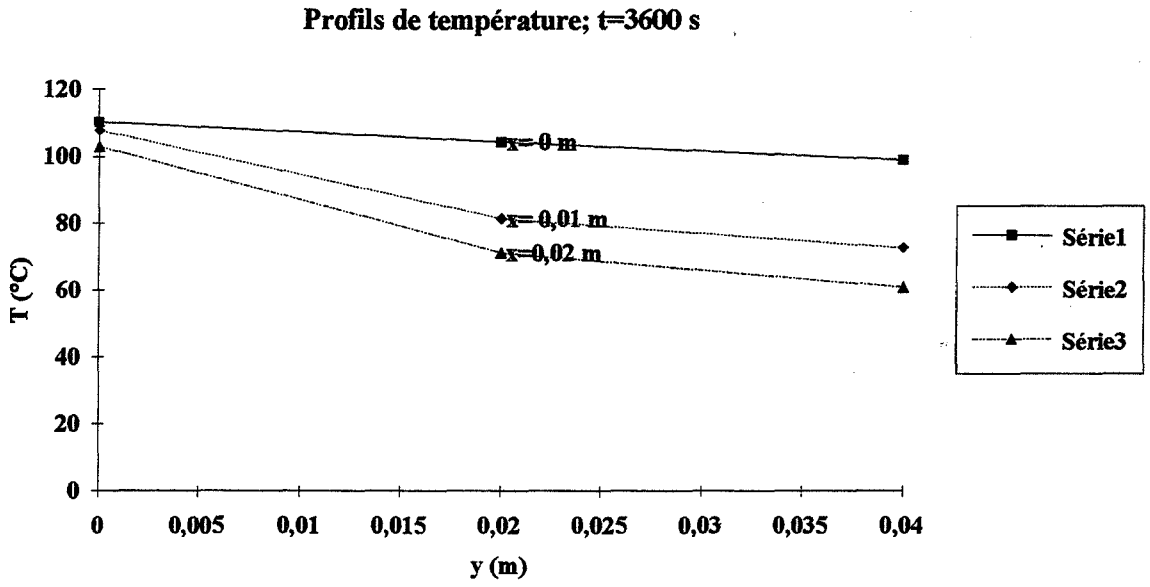


figure 44.2.3: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 3600 s**

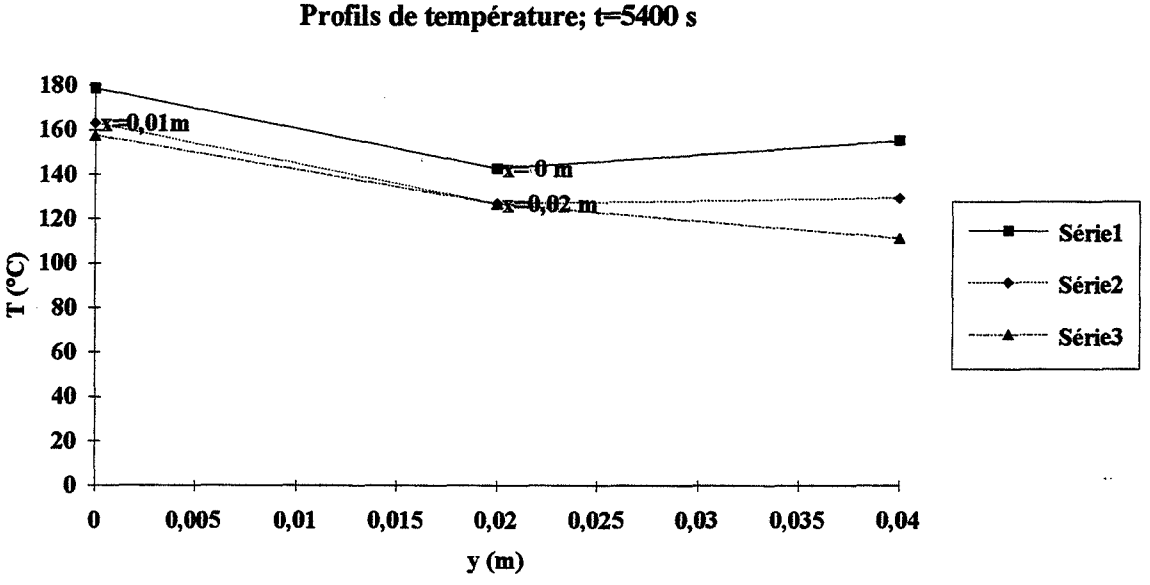


figure 44.2.4: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 5400 s**

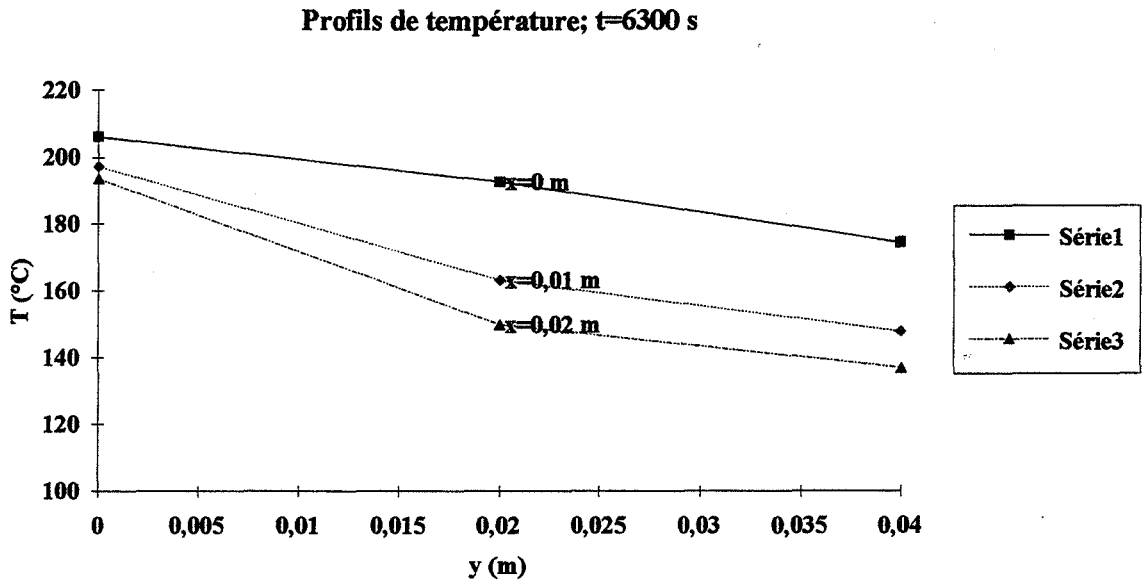


figure 44.2.5: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 6300 s**

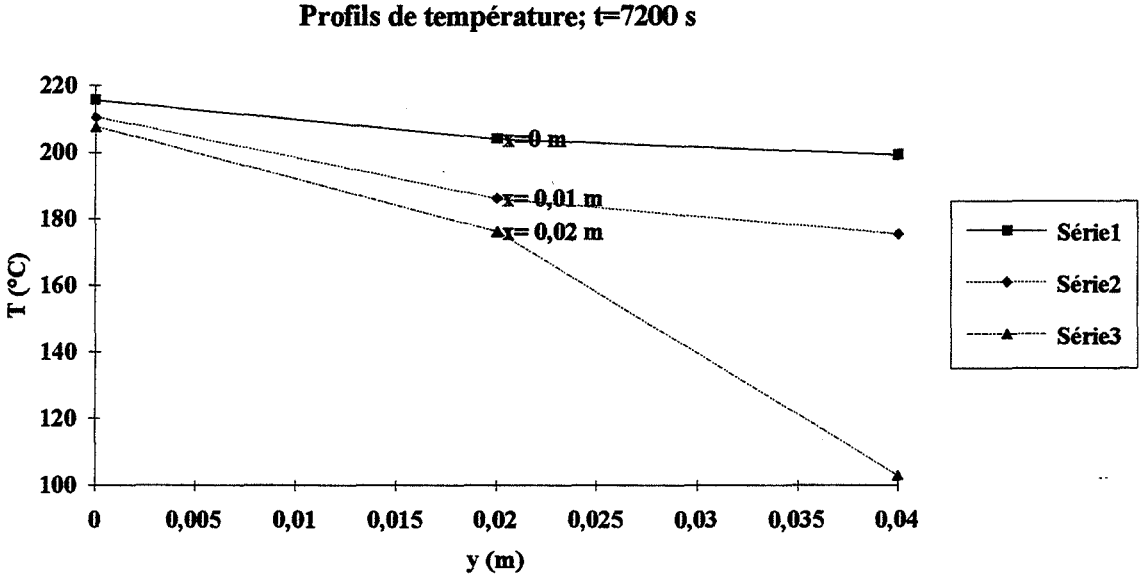


figure 44.2.6: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 7200 s**

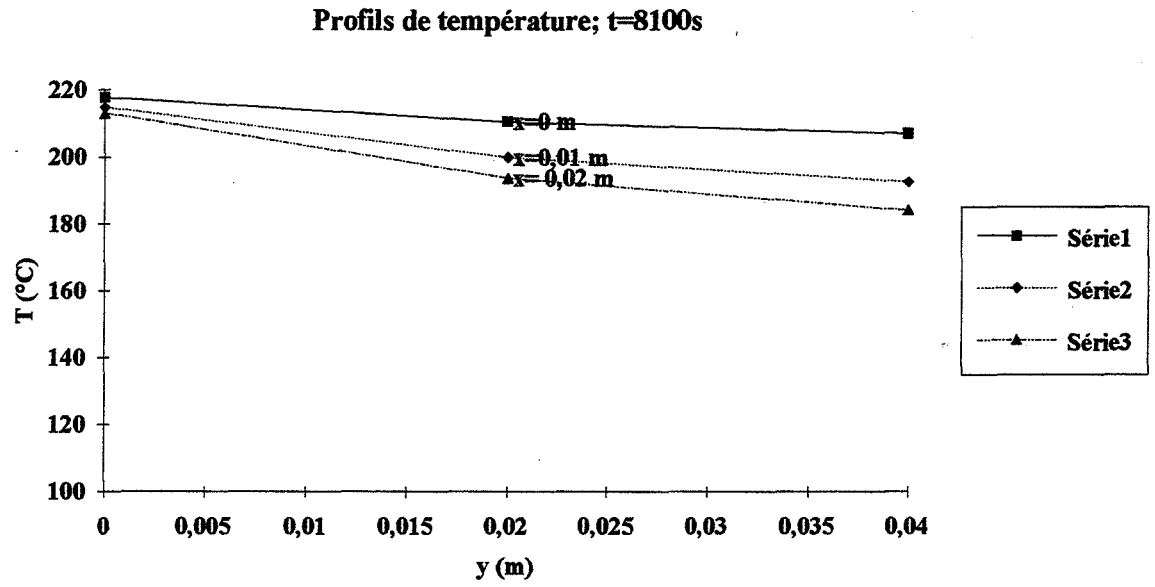


figure 44.2.7: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 8100 s**

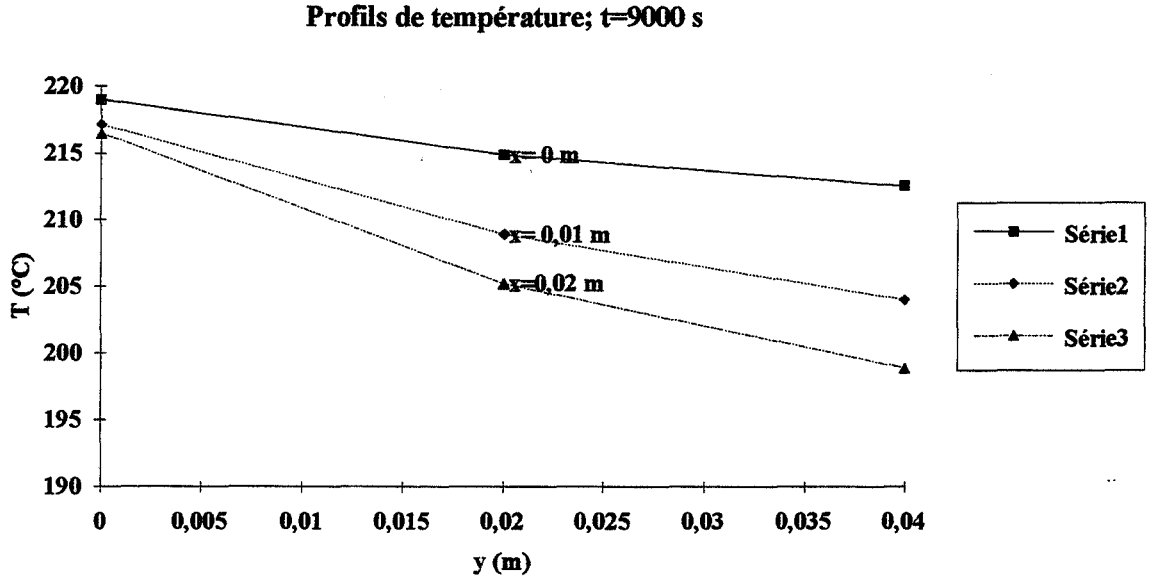


figure 44.2.8: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 9000 s**

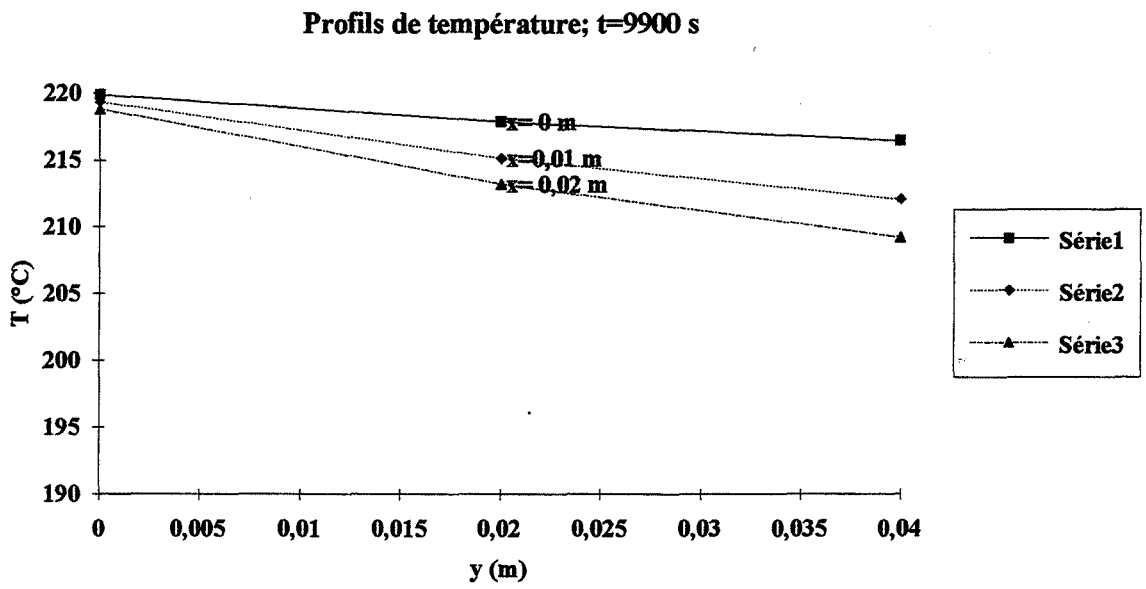


figure 44.2.9: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 9900 s**

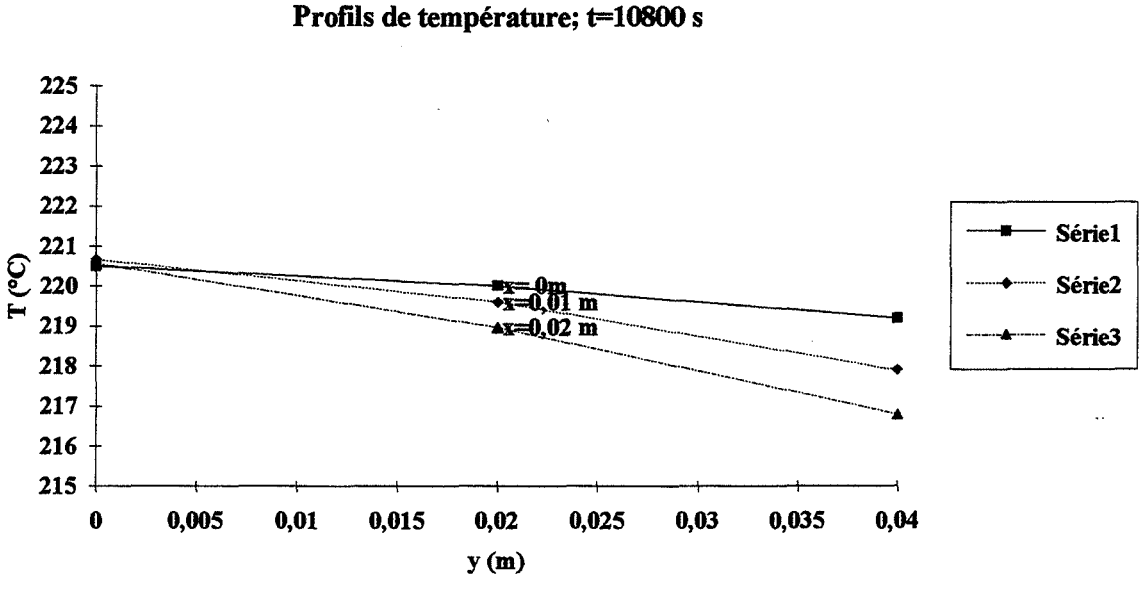


figure 44.2.10: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 10800 s**

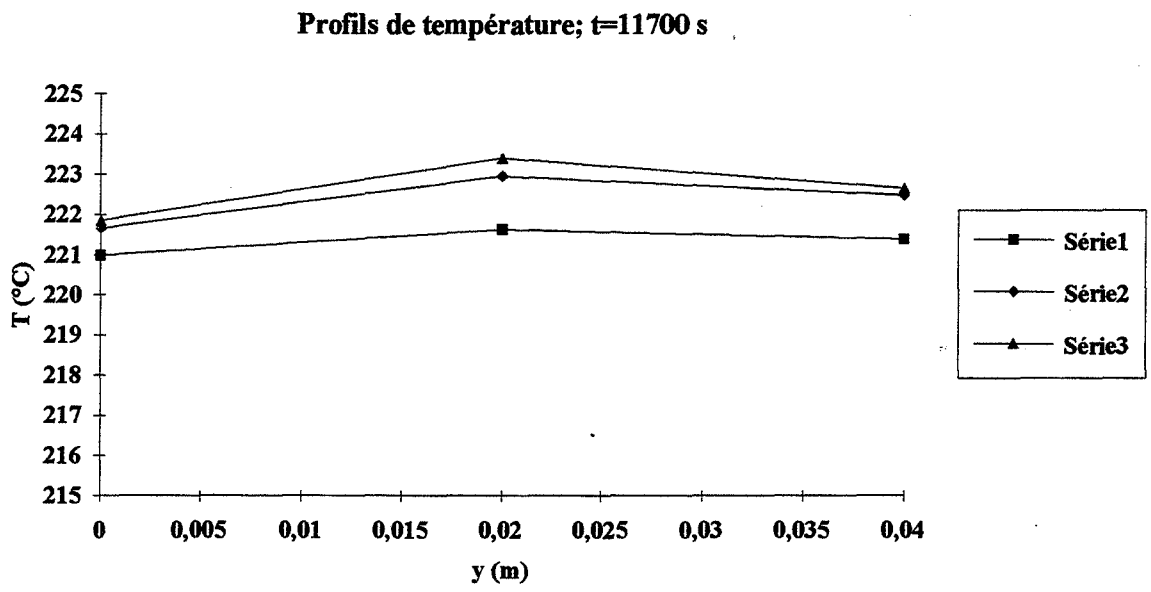


figure 44.2.11: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 11700 s**

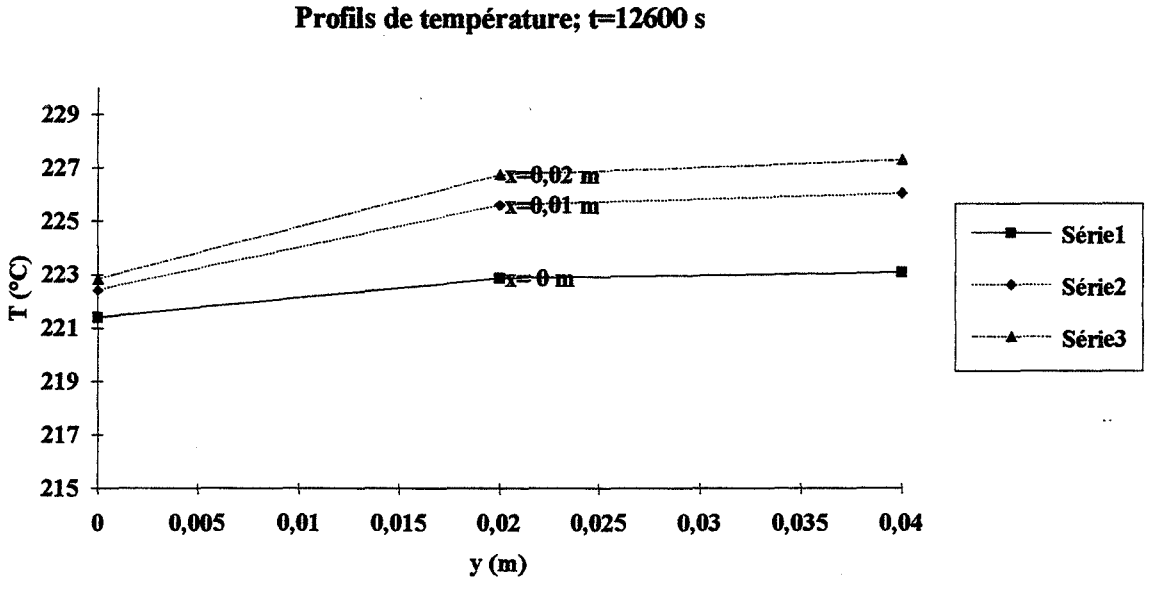


figure 44.2.12: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 12600 s**

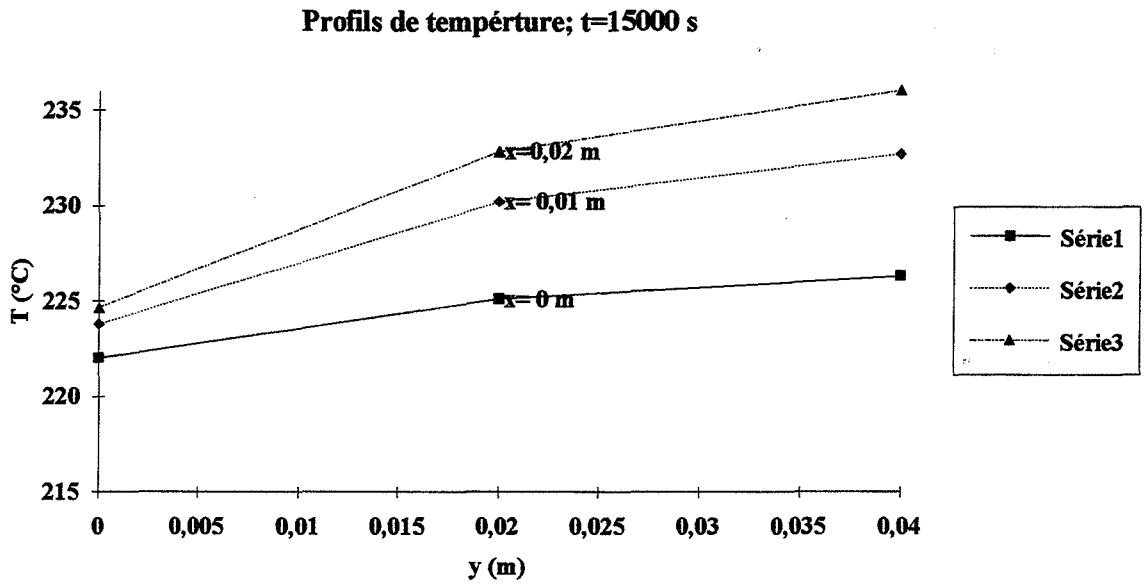


figure 44.2.13: profils de **température** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 15000 s**

figures 44.2: Profils de température dans un échantillon traité à 220°C avec une vitesse v de 4,4°C/min. pour une épaisseur de 5 cm et une largeur de 10 cm dans les sens de la largeur et de l'épaisseur pour t=0 à 15000 s

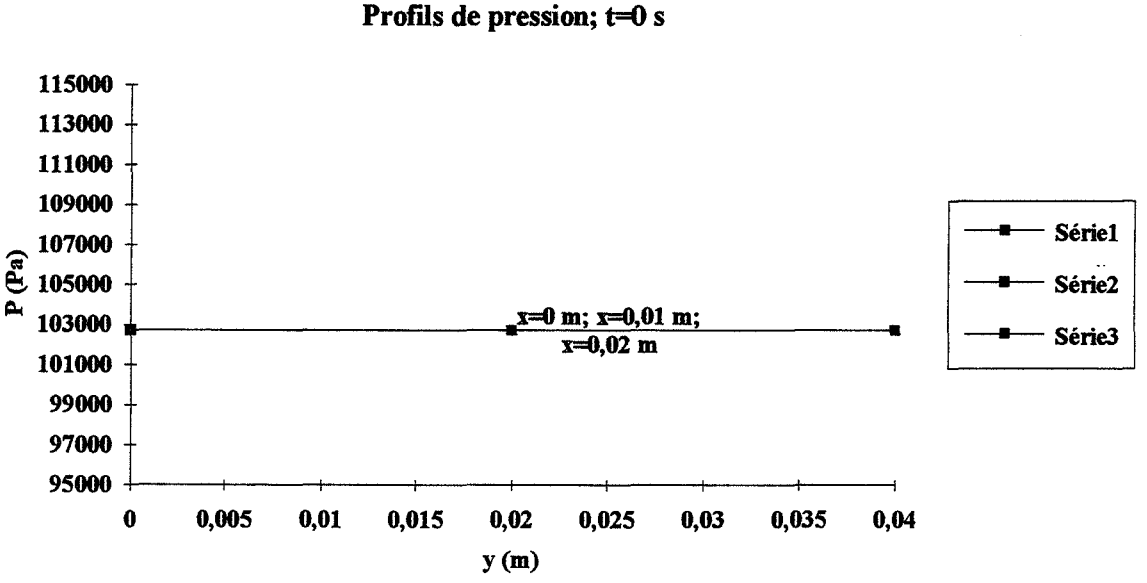


figure 44.3.1: profils de **pression** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 0 s**

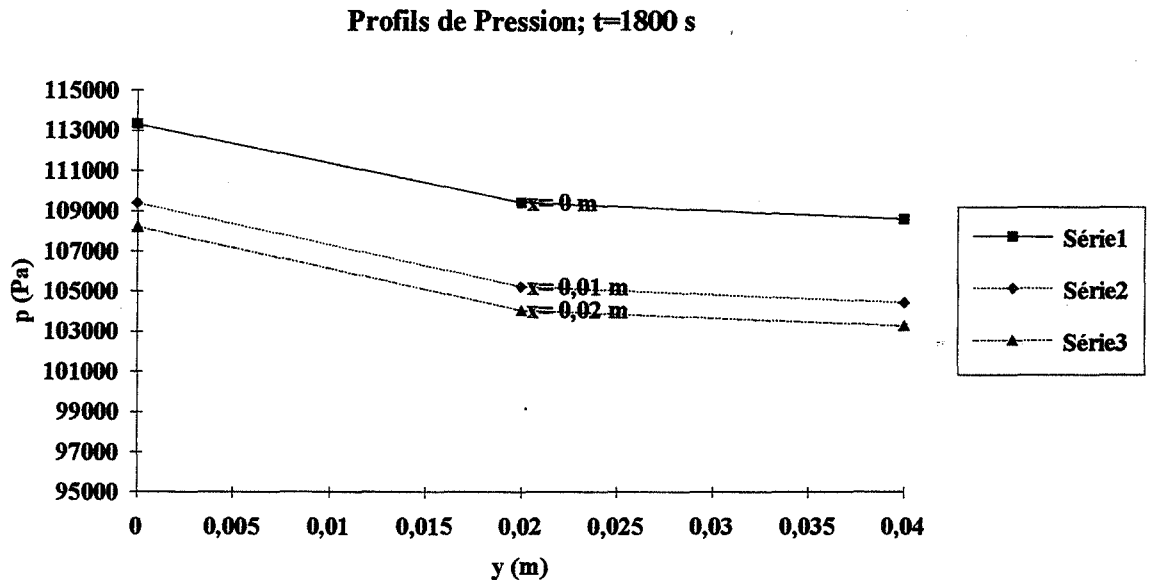


figure 44.3.2: profils de **pression** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 1800 s**

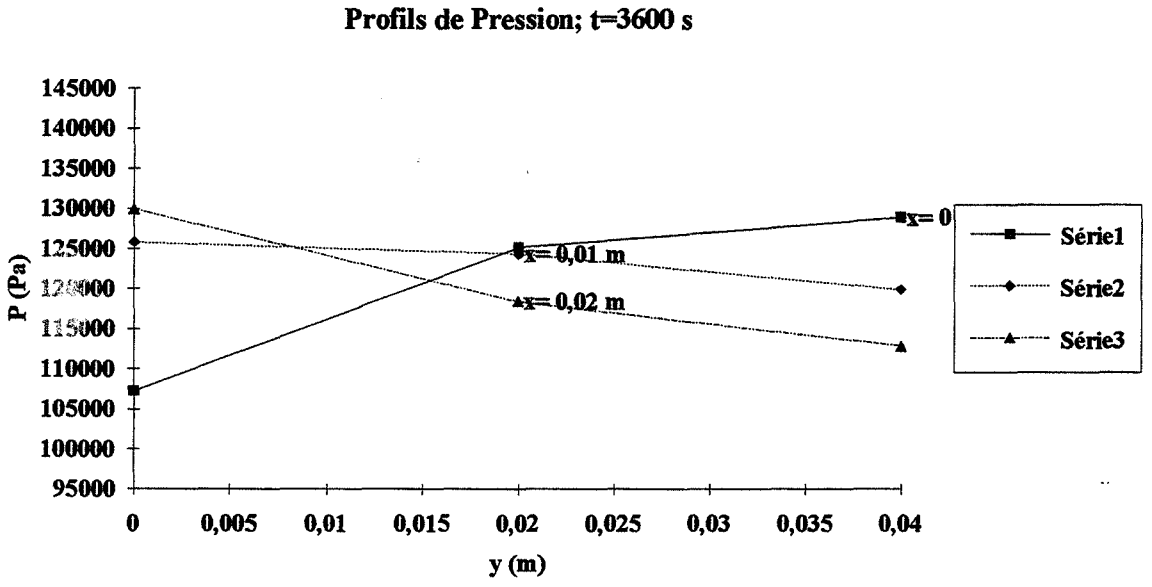


figure 44.3.3: profils de **pression** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 3600 s**

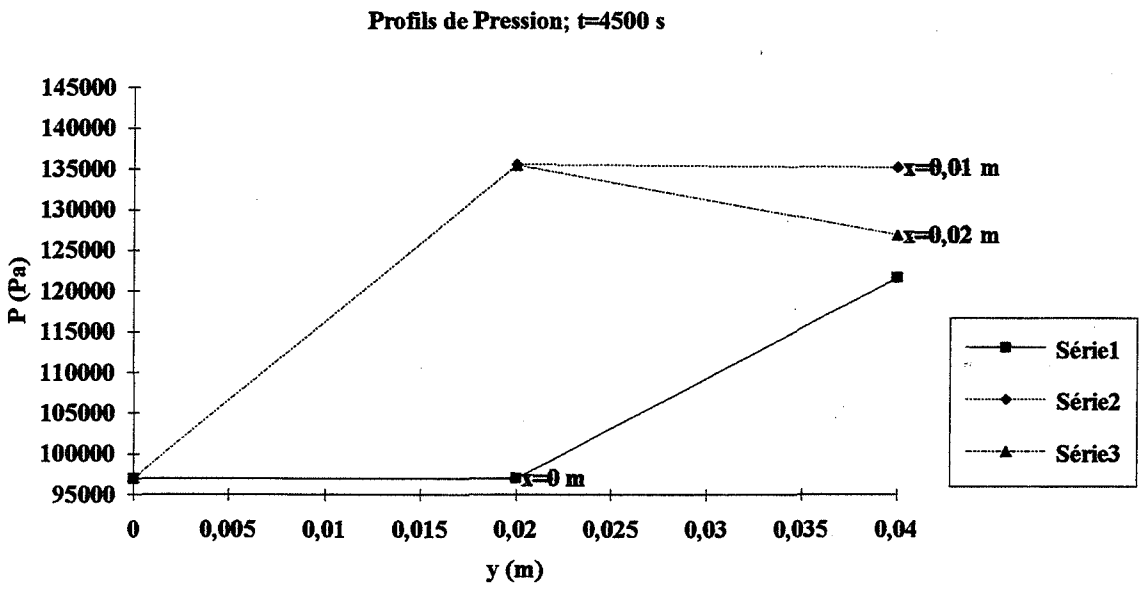


figure 44.3.4: profils de **pression** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 4500 s**

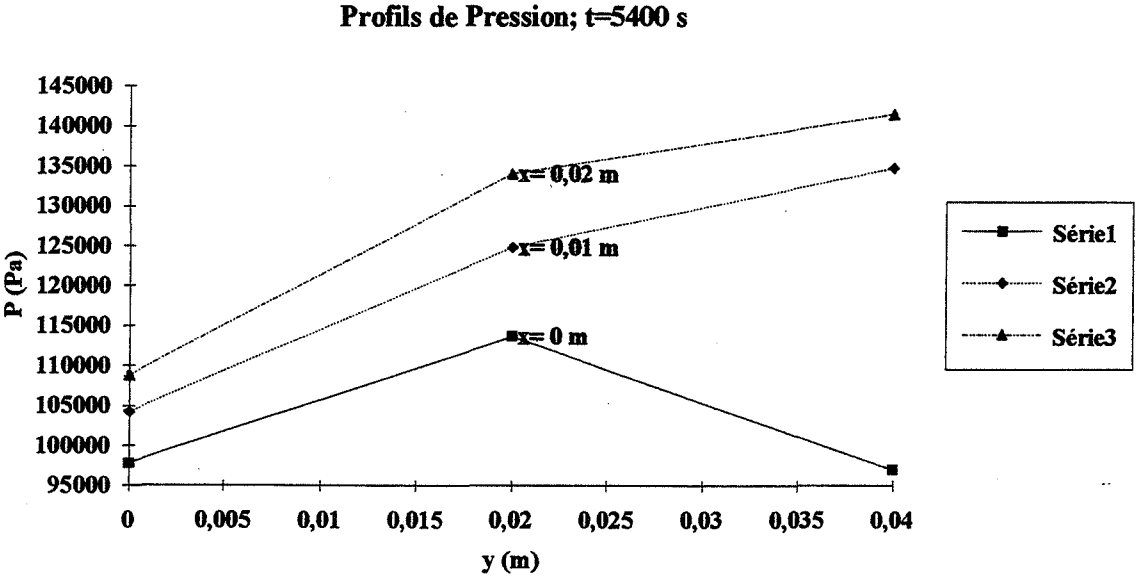


figure 44.3.5: profils de **pression** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 5400 s**

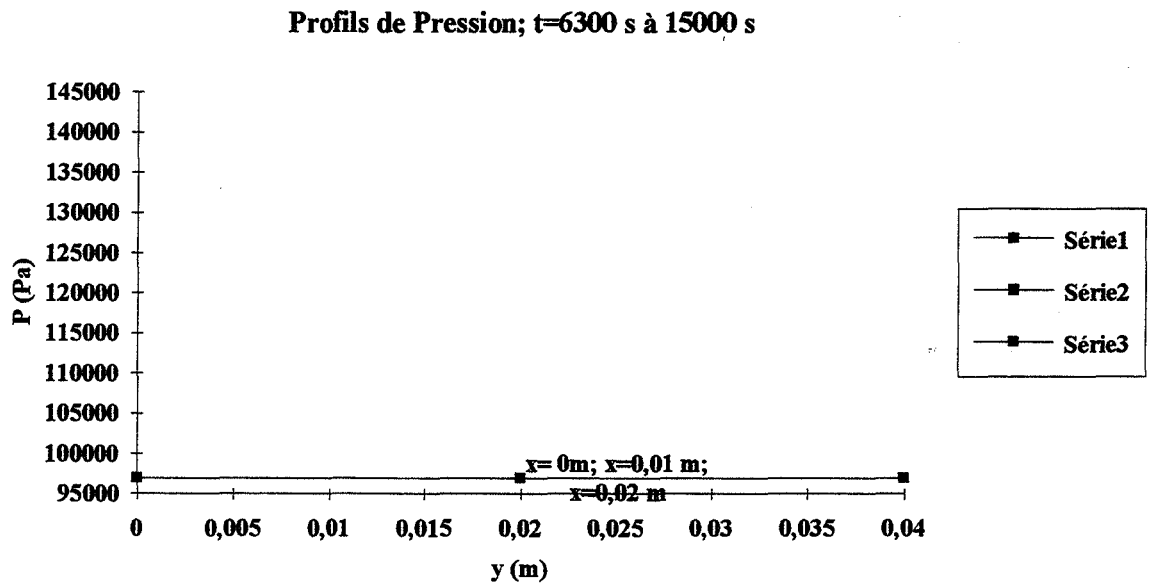


figure 44.3.6: profils de pression *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à partir de* t= 6300 s

figures 44.3: Profils de pression dans un échantillon traité à 220°C avec une vitesse v de 4,4°C/min. pour une épaisseur de 5 cm et une largeur de 10 cm dans les sens de la largeur et de l'épaisseur pour t=0 à 15000 s

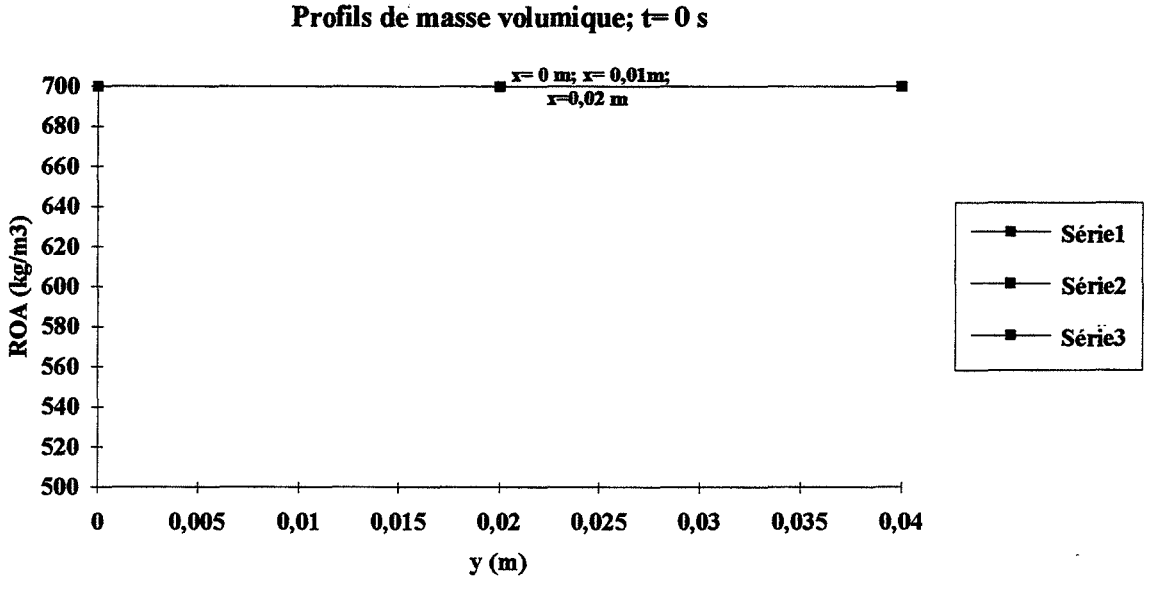


figure 44.4.1: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 0 s

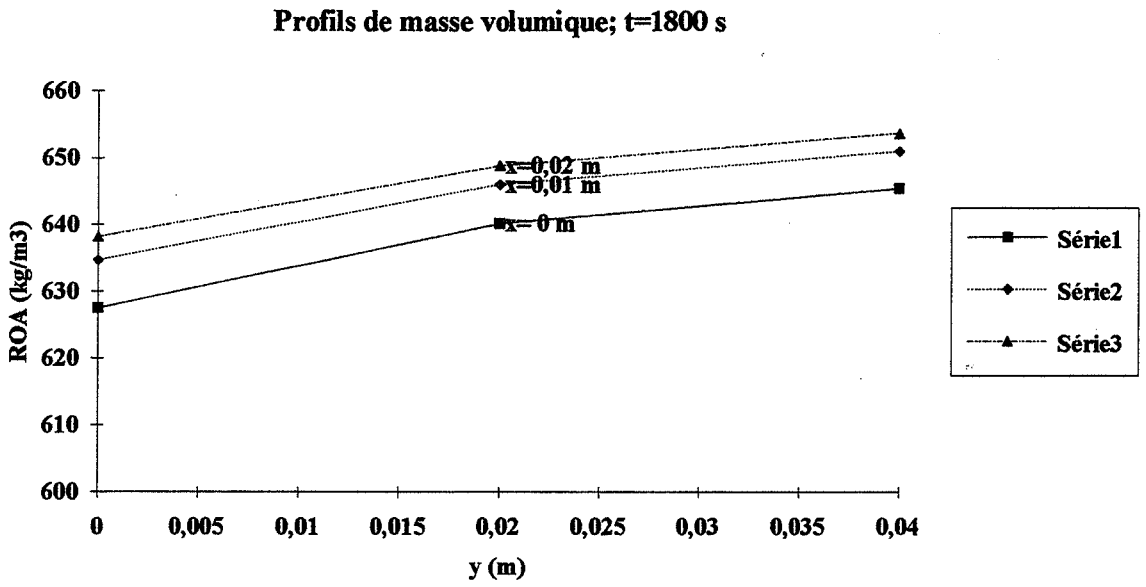


figure 44.4.2: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 1800 s

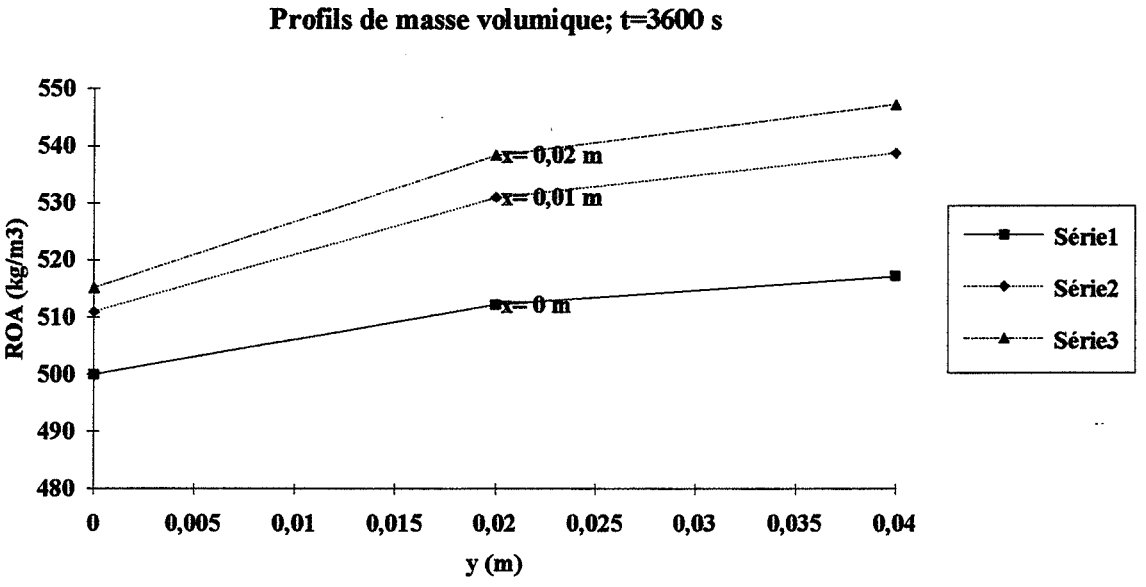


figure 44.4.3: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 3600 s

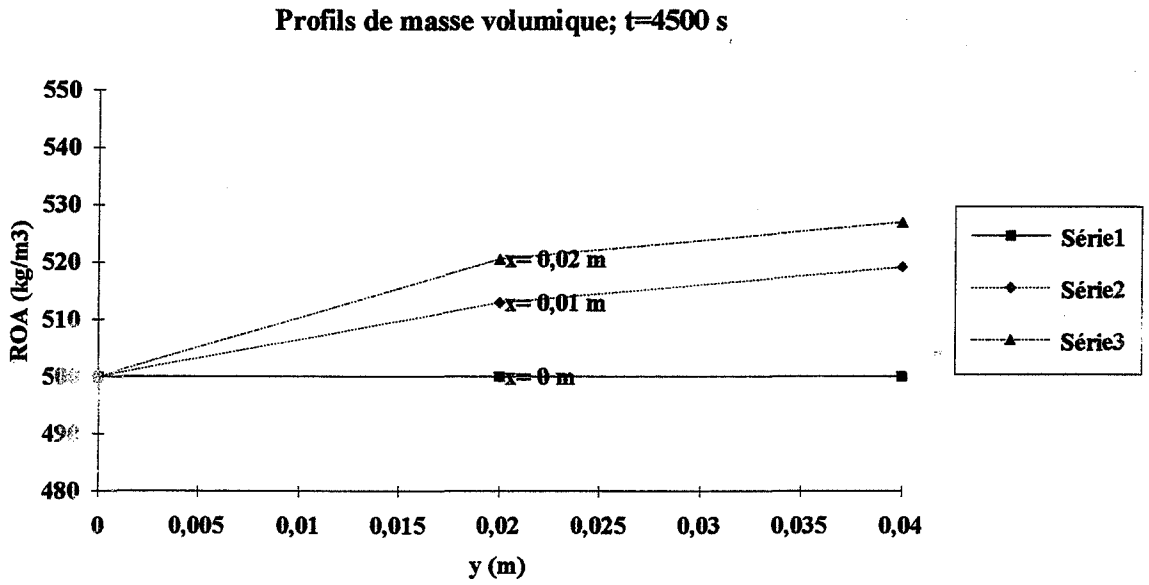


figure 44.4.4: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 4500 s

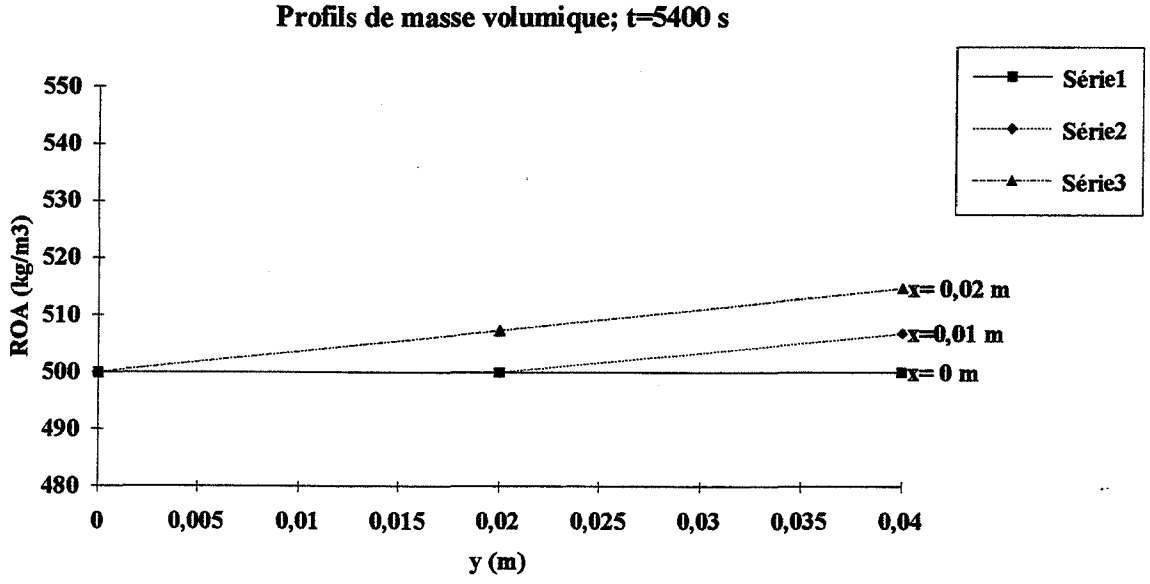


figure 44.4.5: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 5400 s

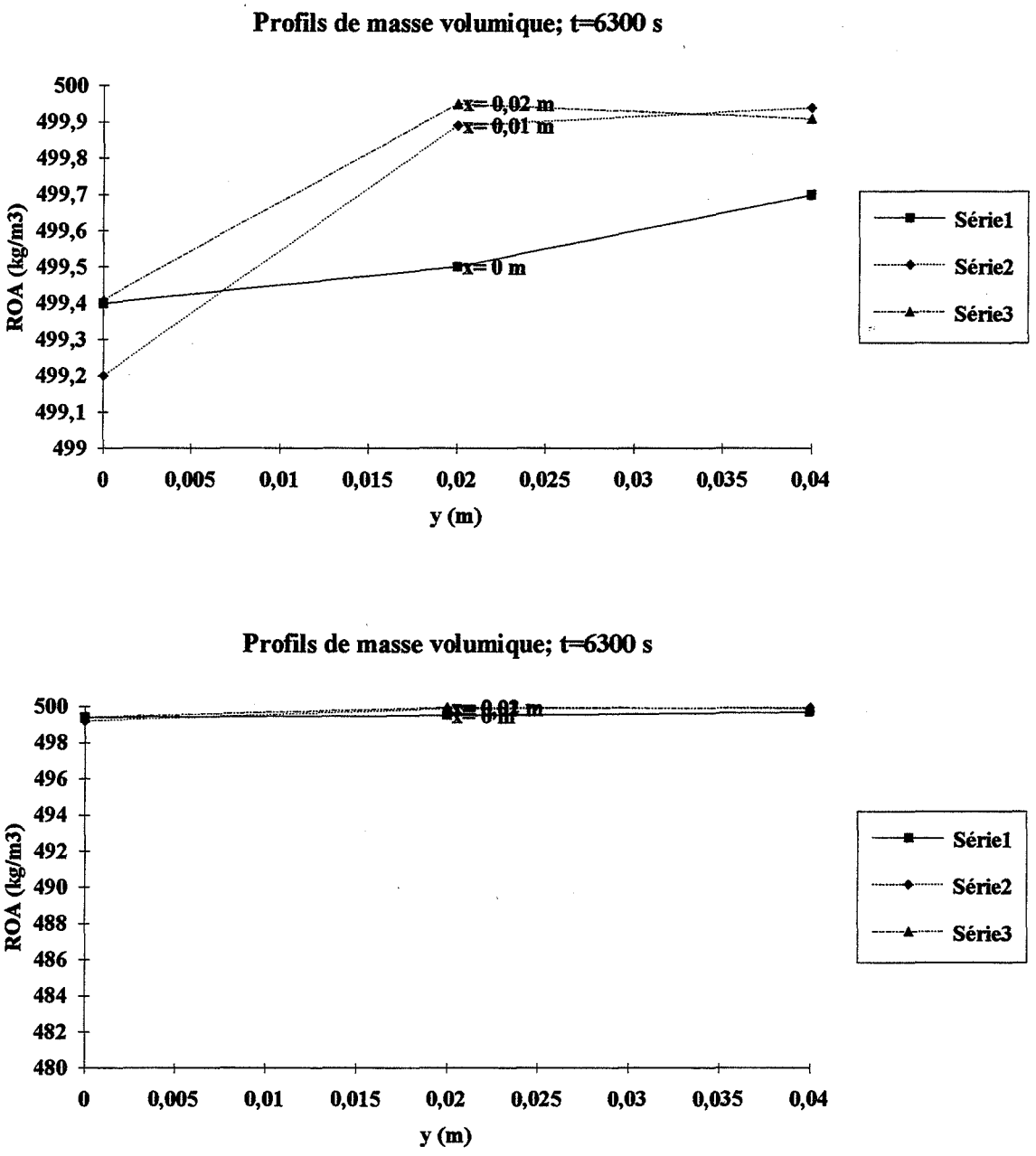


figure 44.4.6: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 6300 s

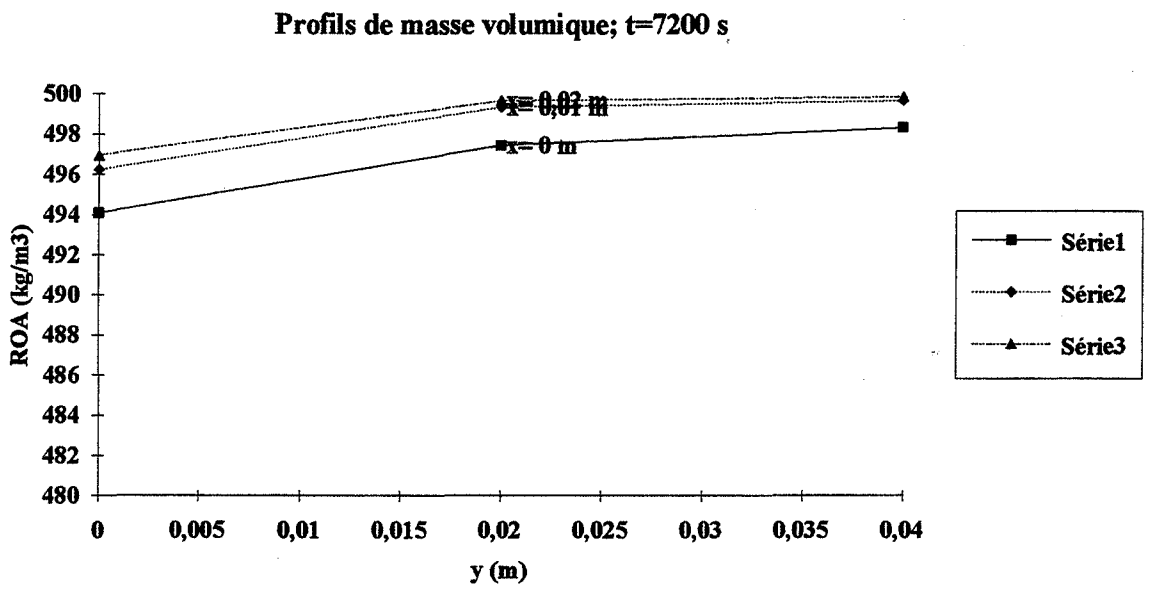


figure 44.4.7: profils de **masse volumique** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 7200 s**

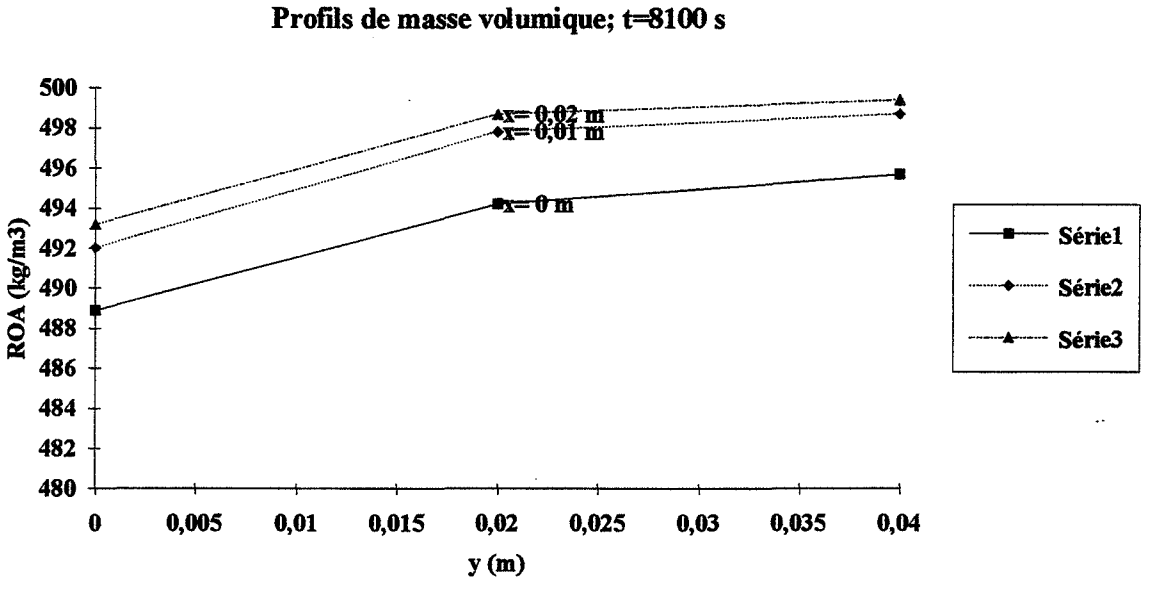


figure 44.4.8: profils de **masse volumique** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 8100 s**

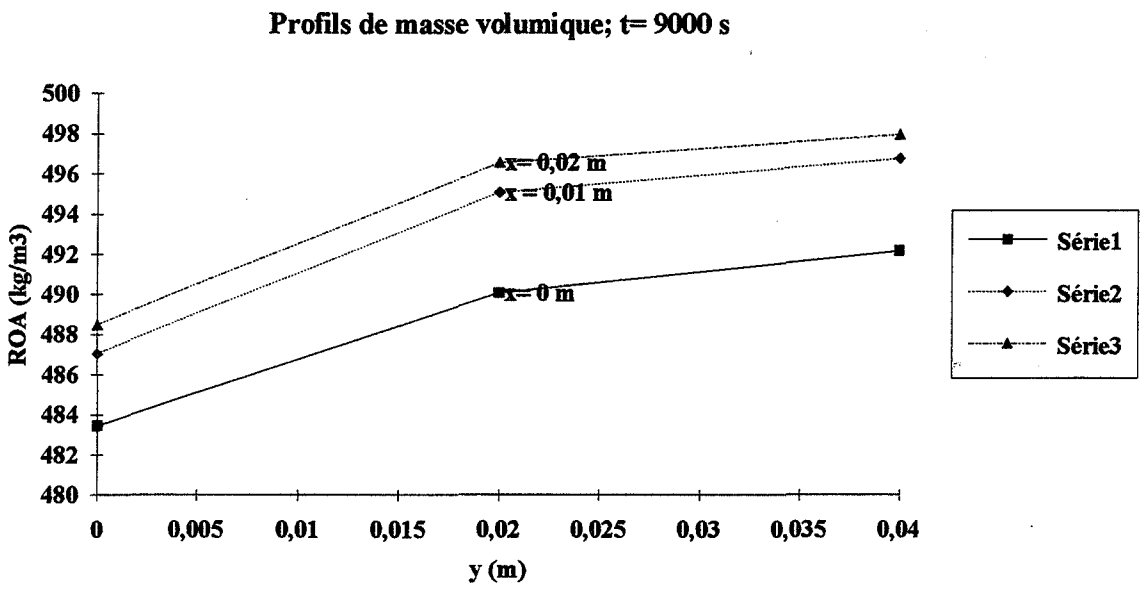


figure 44.4.9: profils de **masse volumique** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 9000 s**

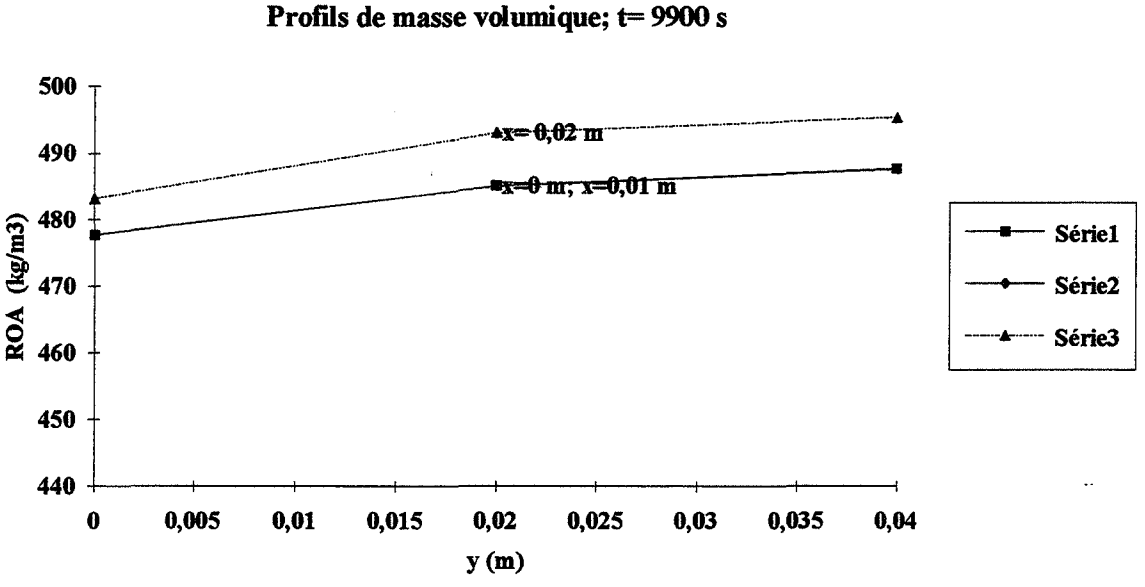


figure 44.4.10: profils de **masse volumique** *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* **t= 9900 s**

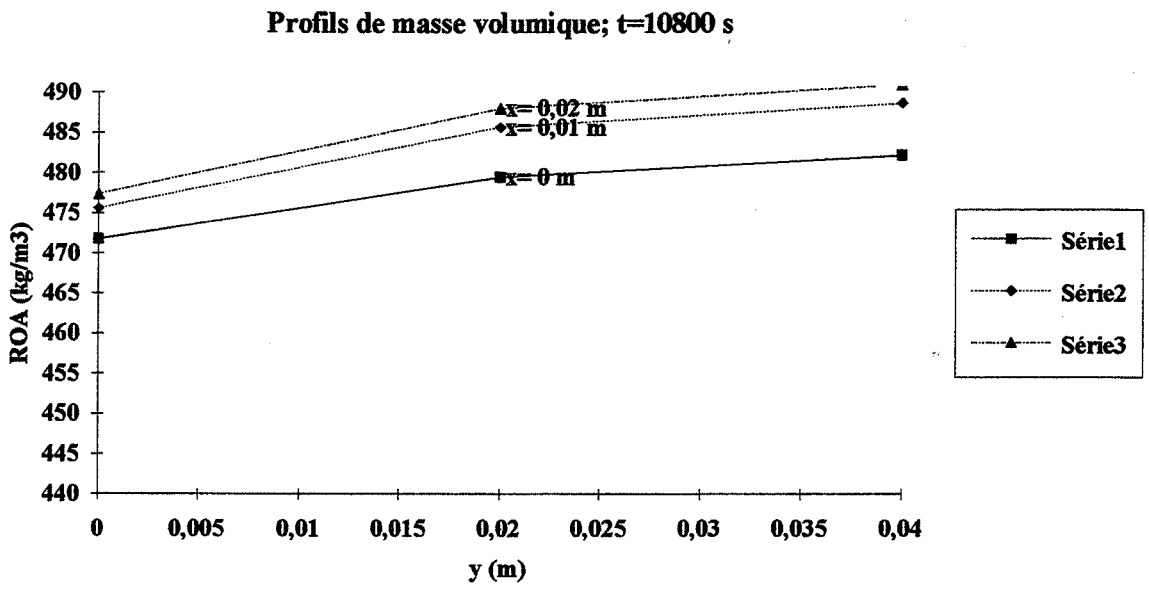


figure 44.4.11: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 10800 s

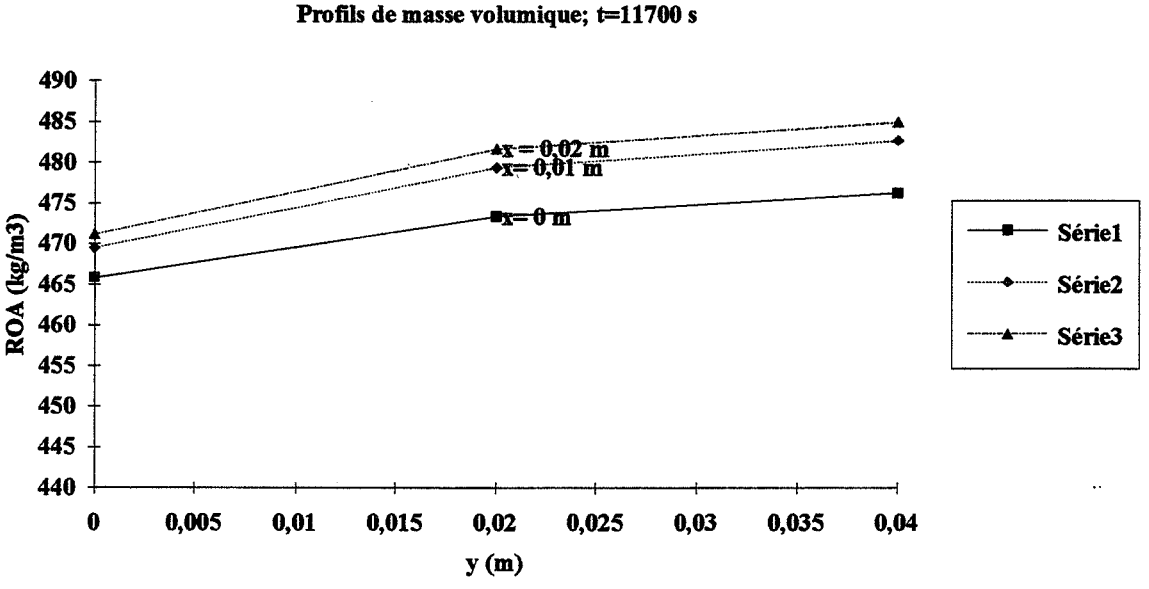


figure 44.4.12: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 11700 s

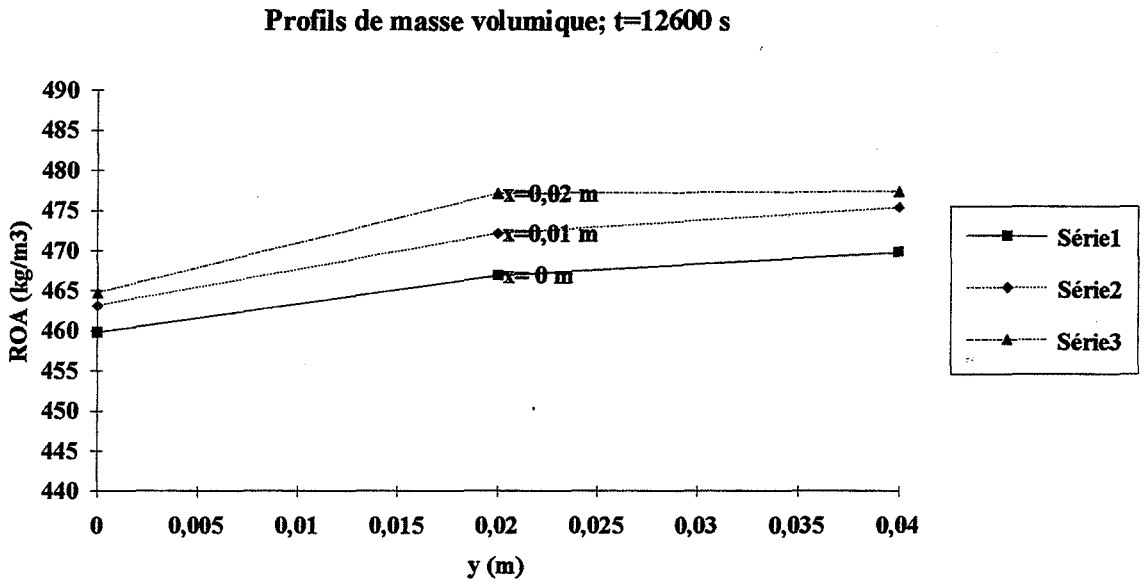


figure 44.4.13: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 12600 s

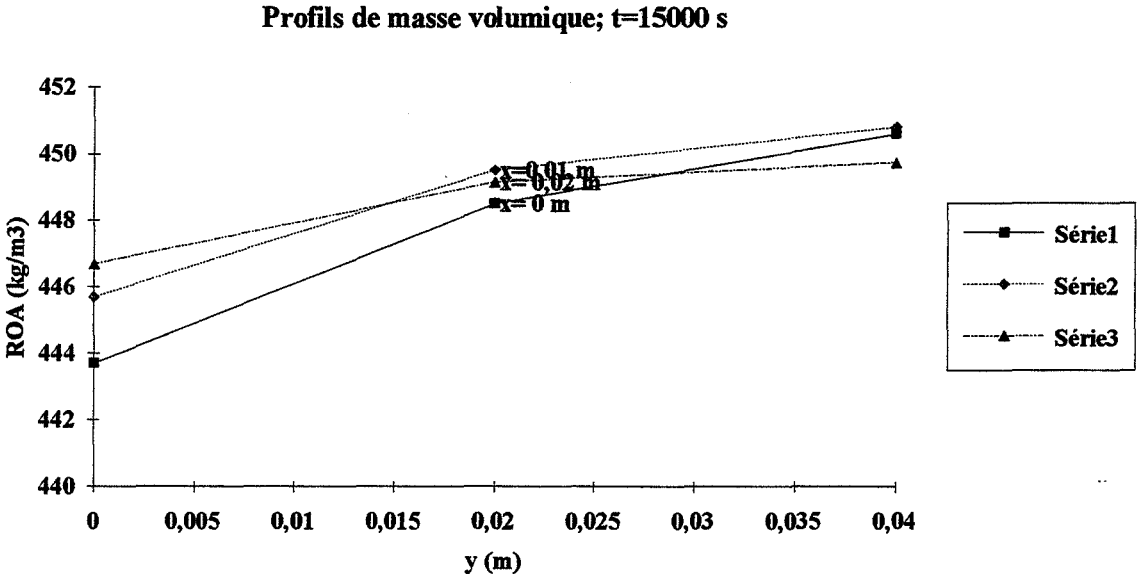


figure 44.4.14: profils de masse volumique *en fonction de l'épaisseur x et de la largeur y à* t= 15000 s

figures 44.4: Profils de masse volumique dans un échantillon traité à 220°C avec une vitesse v de 4,4°C/min. pour une épaisseur de 5 cm et une largeur de 10 cm dans les sens de la largeur et de l'épaisseur pour t=0 à 15000 s

volumique commence également à devenir plus faible au centre qu'à la surface (figure 44.4.14) et cela se vérifie expérimentalement avec l'obtention d'une couleur plus foncée qui aboutit rapidement à la formation de charbon au centre de l'échantillon si le traitement n'est pas contrôlé.

I.III.3.1) influence de la température de traitement:

La vitesse de perte de masse pendant la phase de rétification augmente avec la température de traitement. Plus cette température est élevée, plus le gradient de température est élevé pendant la phase de rétification (figures 45).

I.III.3.2) influence de la vitesse de montée en température v:

Afin de complèter l'étude experimentale, nous avons choisi des conditions de simulations différentes des conditions expérimentales.

Les figures 46.1, 46.2, 46.3 montrent respectivement la comparaison des profils de température, de pression et de masse volumique obtenus lors des simulations, de 40% de taux d'humidité initial des traitement d'échantillons de (5 cm x 10 cm, dans le sens transversal) à 220 °C avec des vitesses de montée en température de 1,4 et 4,4 °C/min.

On constate que, les températures (figures 46.1) à l'intérieur de l'échantillon avec laquelle la vitesse de montée en température est plus élevée montent plus vite et que leurs gradients sont toujours plus importants. De plus, l'inversion du sens du flux de chaleur commence plus tôt (figure 46.1.9).

D'après ces simulations, on constate également que l'augmentation de la vitesse de montée en température entraîne l'augmentation plus rapide de la surpression de vapeur d'eau à l'intérieur de l'échantillon et des gradients de pression plus élevés (figures 46.2). La phase anhydre qui correspond à la disparition des surpressions internes est atteinte à t =6300 s avec une vitesse de montée en température de 4,4 °C/min. (figure 46.2.5) alors qu'elle ne l'est qu' à 9900 s avec une vitesse de montée en température de 1,4 °C/min. (figure 46.2.9).

De plus, le taux d'humidité diminue plus vite et les gradients de masse volumique sont plus élevés quand on augmente la vitesse de montée en température (figures 46.3, 46.4 et 46.5).

Ce qui montre bien que l'augmentation de la vitesse de montée en température accélère la phase de séchage mais intensifie les gradients de température, de pression, d'humidité et de masse volumique. Le choix de la vitesse de montée en température joue des rôles importants sur la rapidité et l'homogénéité du traitement.

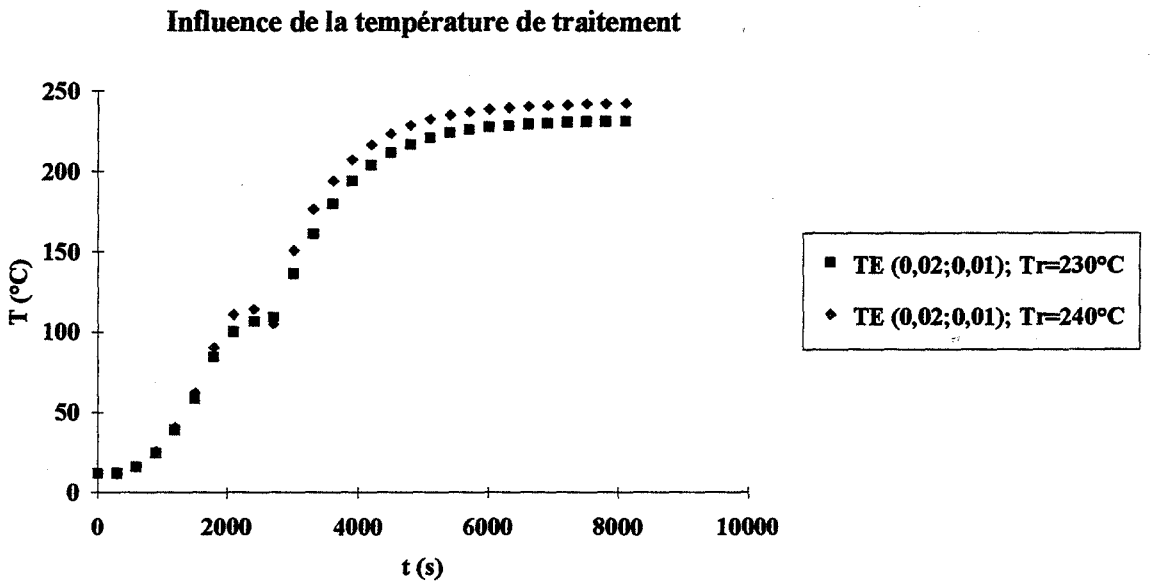


figure 42.a: courbes d'évolution de la température T3

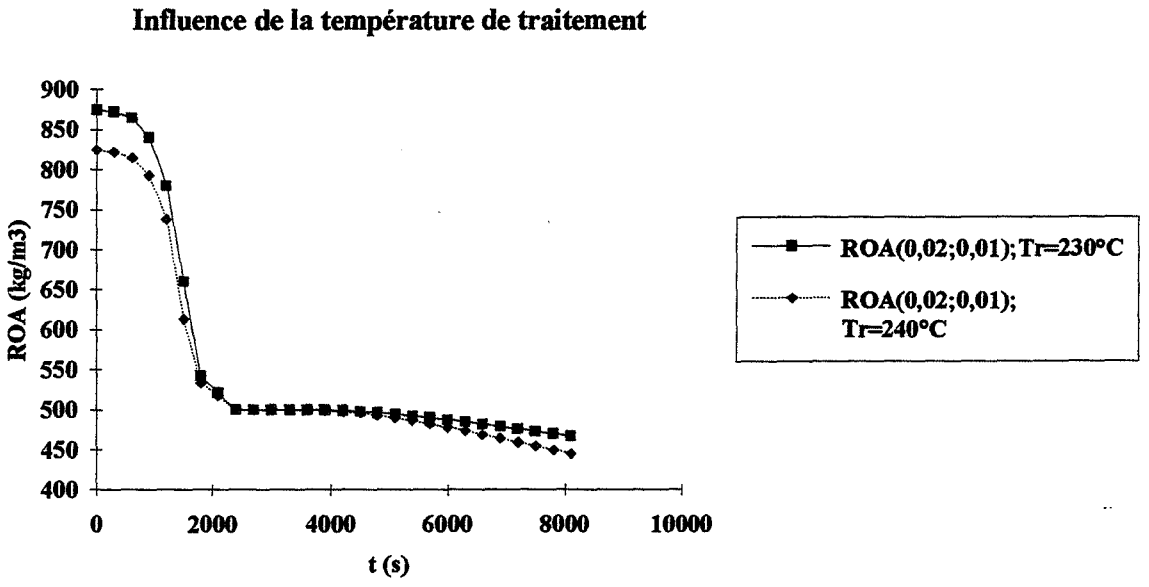


figure 42.b: courbes d'évolution de la masse volumique ROA3

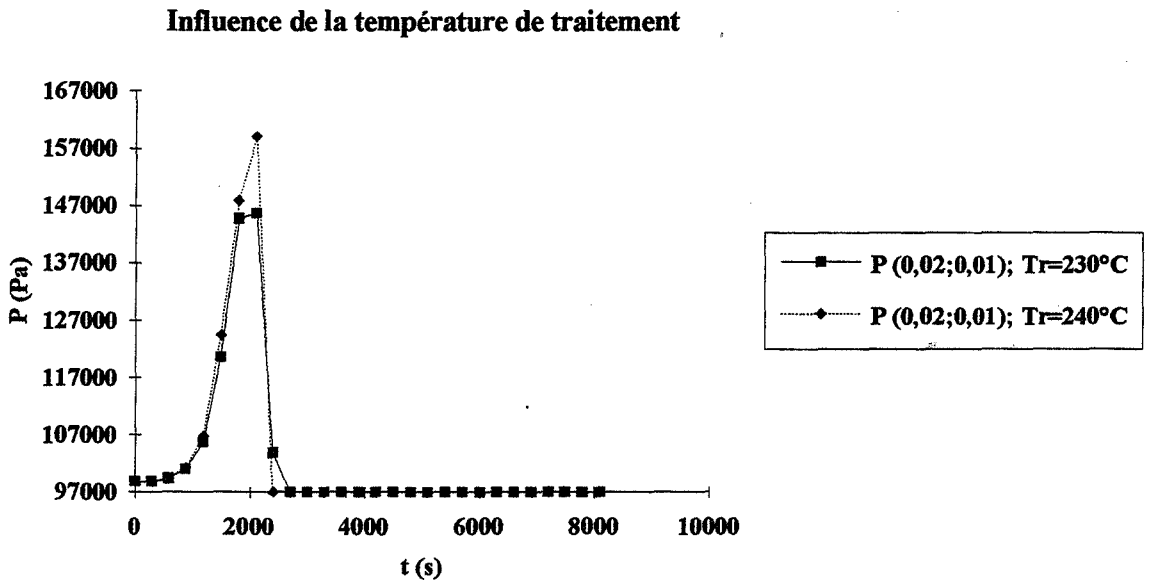


figure 42.c: courbes d'évolution de la pression interne P

figures 42: traitement d'un échantillon à 230 et 240°C avec une vitesse de 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm et une largeur de 5 cm

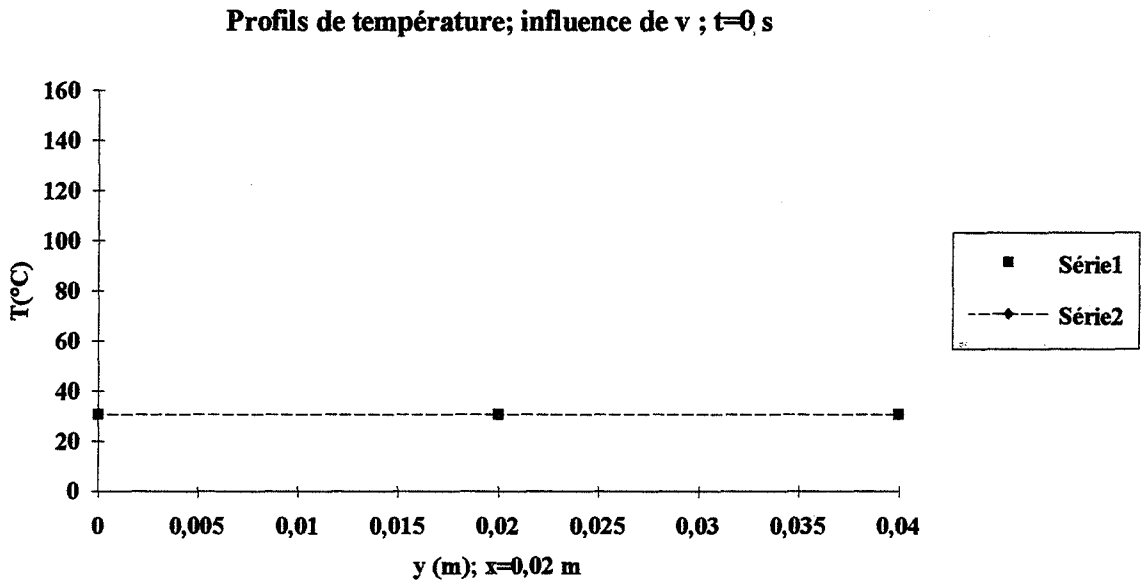


figure 46.1.1: profils de **température** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=0 s**

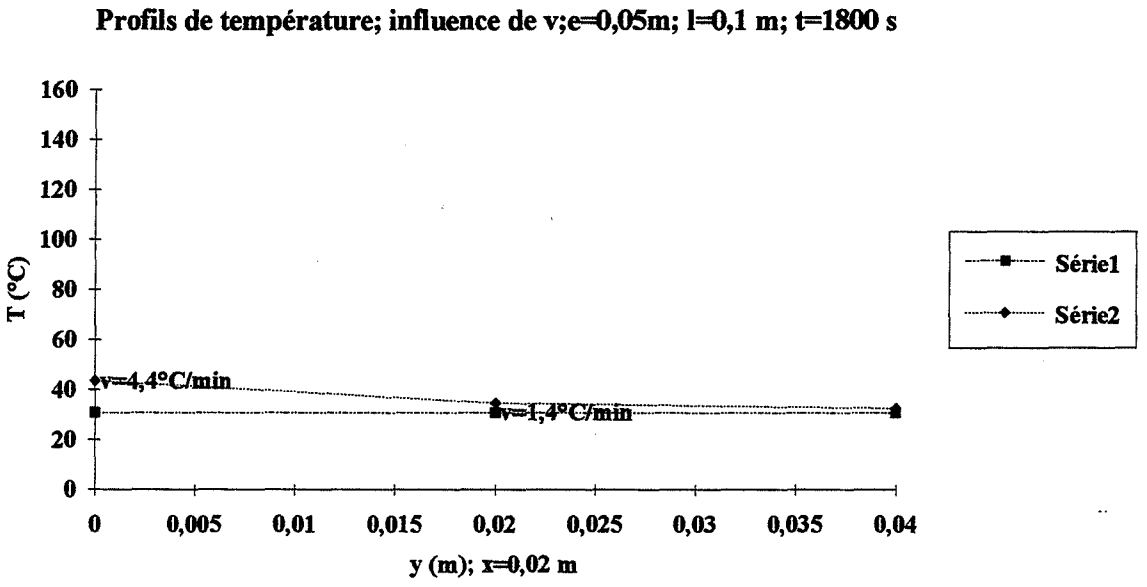


figure 46.1.2: profils de **température** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=1800 s**

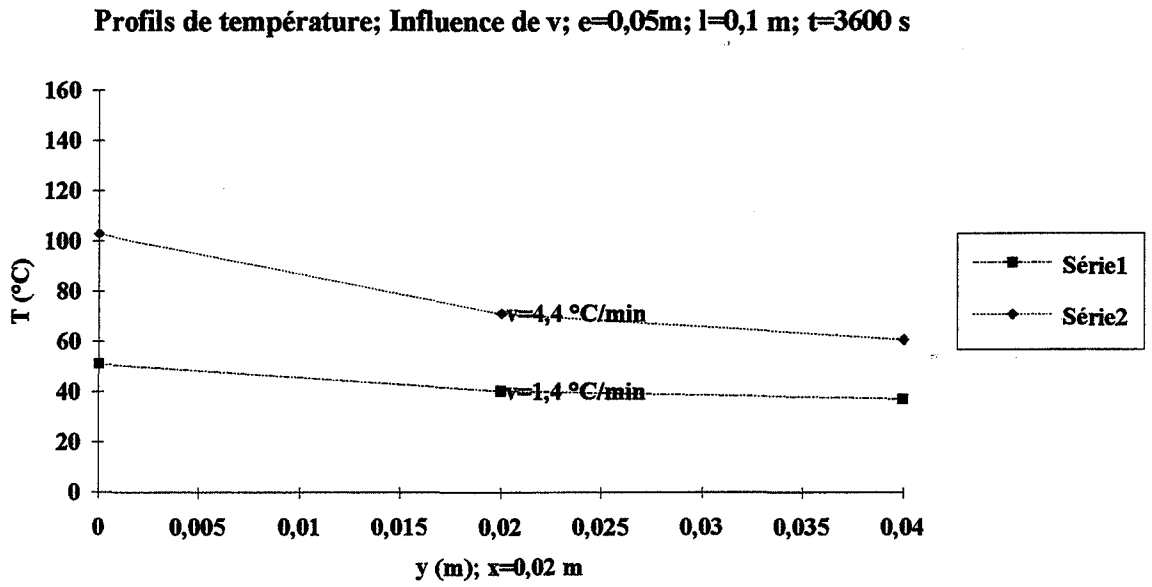


figure 46.1.3: profils de **température** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=3600 s**

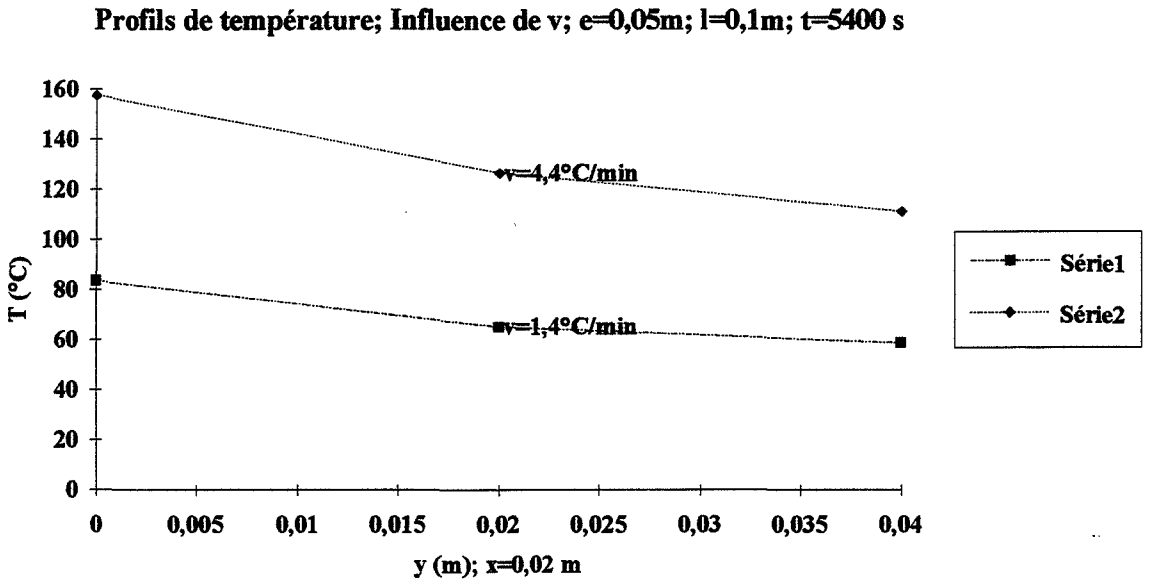


figure 46.1.4: profils de **température** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=5400 s**

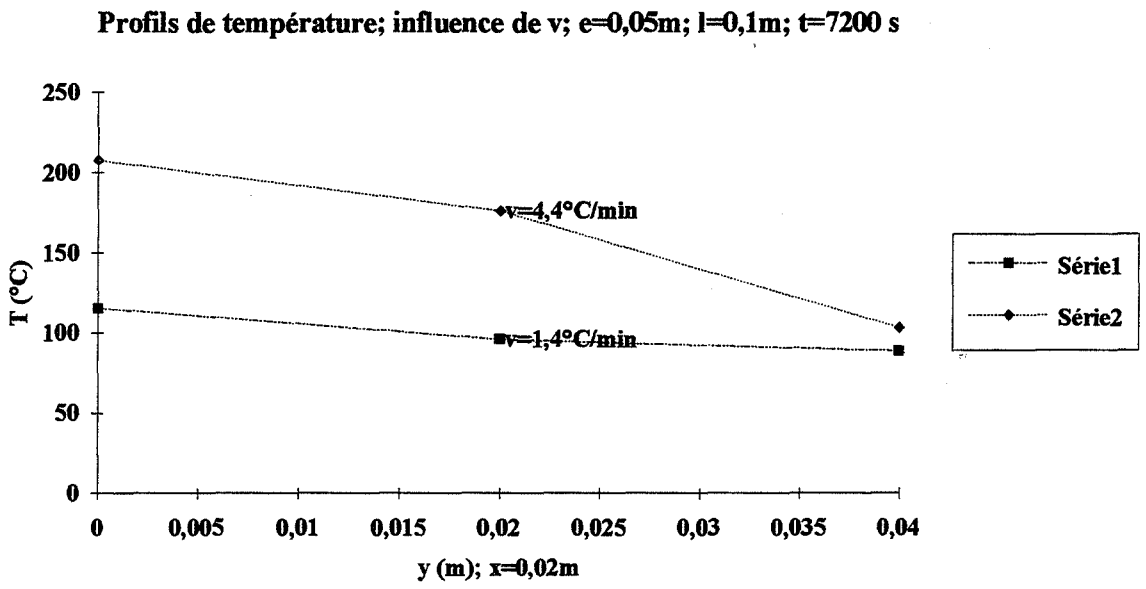


figure 46.1.5: profils de **température** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=7200 s**

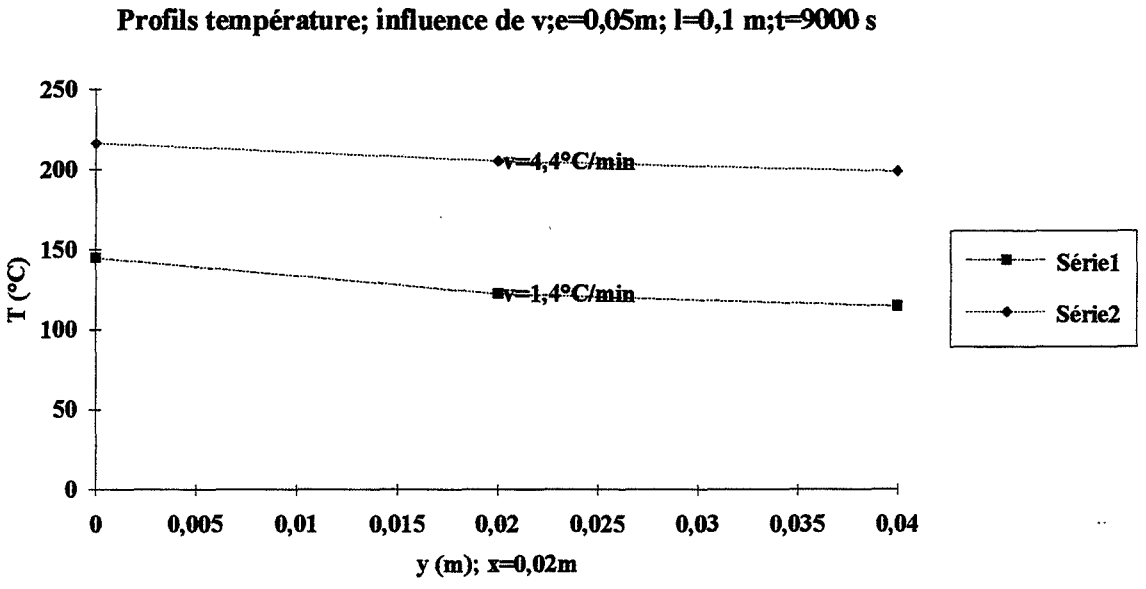


figure 46.1.6: profils de **température** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=9000 s**

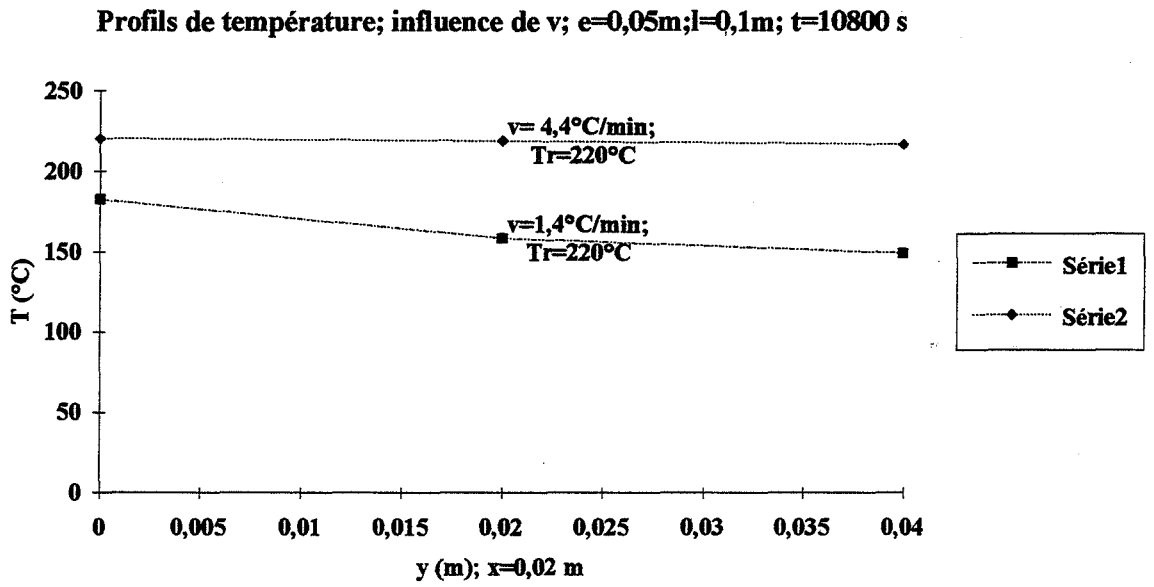


figure 46.1.7: profils de <u>température</u> *au centre dans le sens de la largeur à* <u>t=10800 s</u>

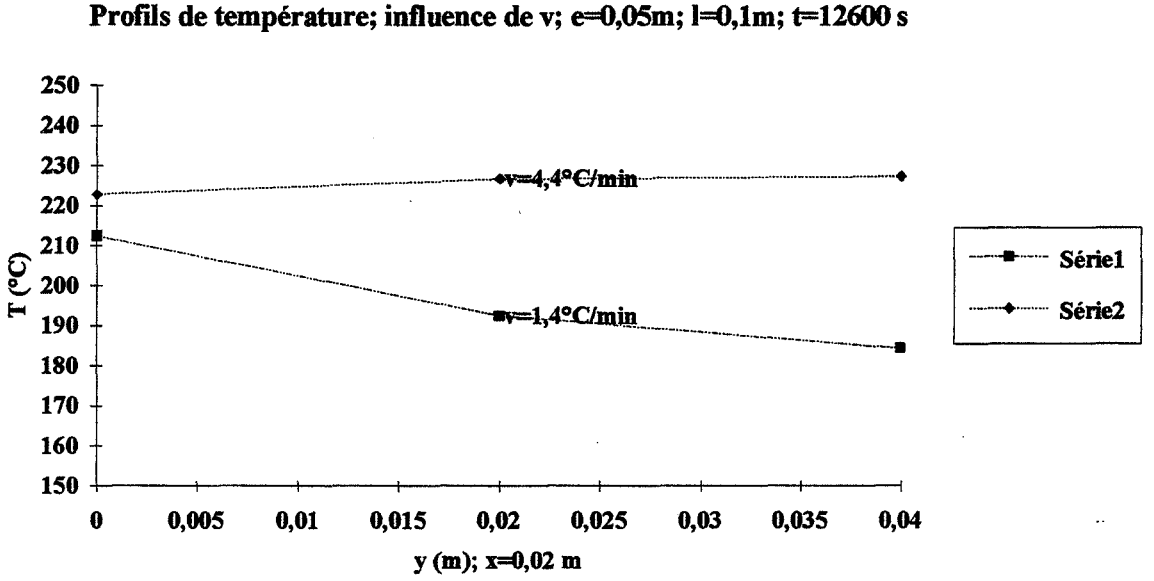


figure 46.1.8: profils de <u>température</u> *au centre dans le sens de la largeur à* <u>t=12600 s</u>

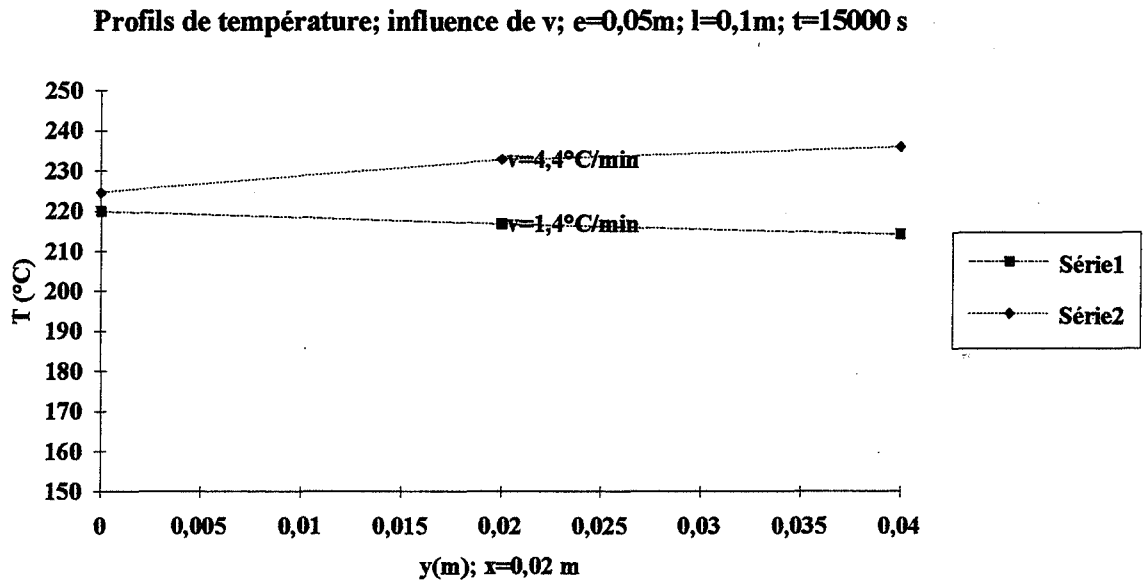


figure 46.1.9: profils de **température** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=15000 s**

figures 46.1: profils de température pour des échantillons traités à 220°C avec des vitesses de montée en température v de 1,4 et 4,4°C/min. pour une épaisseur de 5 cm et une largeur de 10 cm

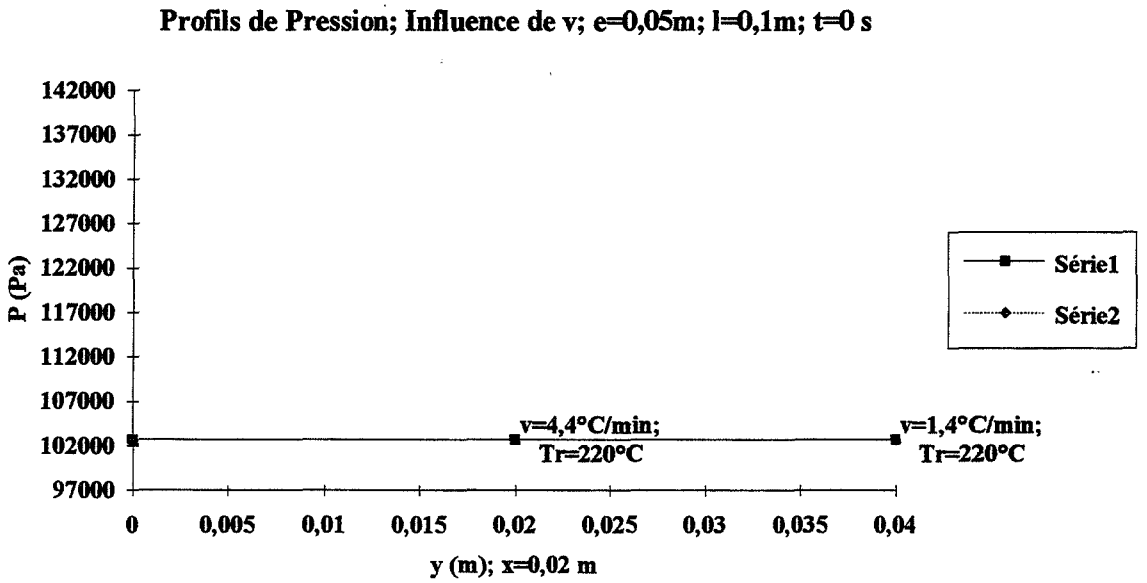


figure 46.2.1: profils de **pression** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=0 s**

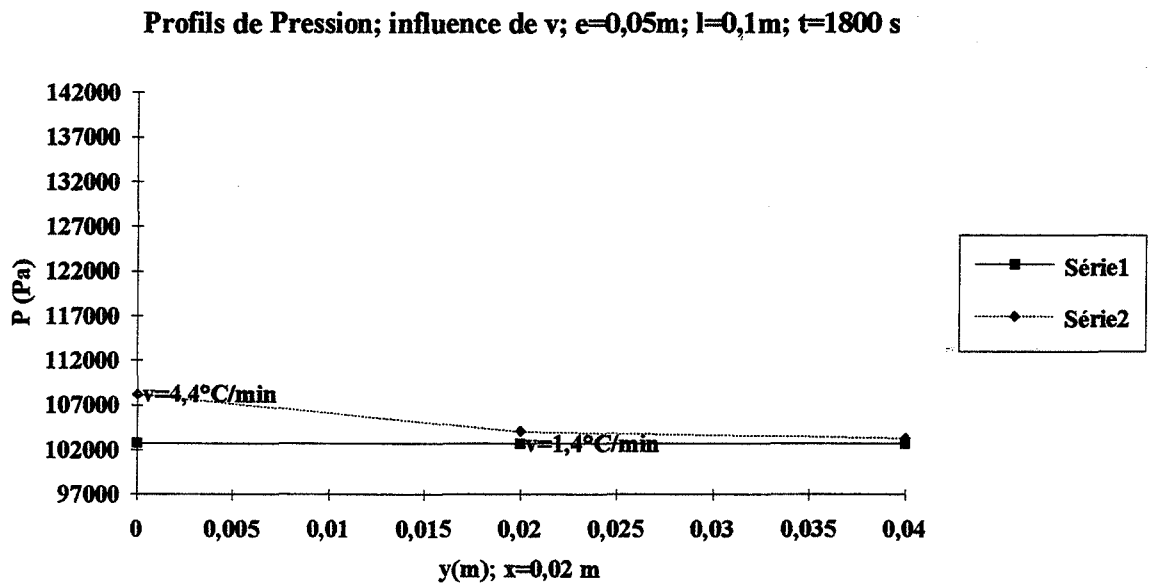


figure 46.2.2: profils de **pression** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=1800 s**

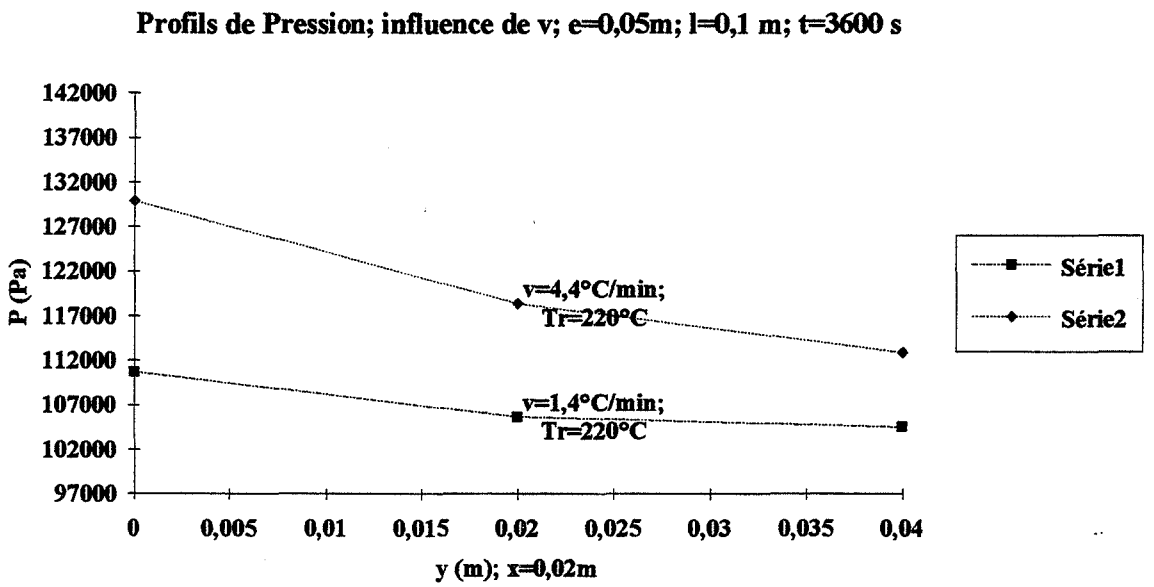


figure 46.2.3: profils de **pression** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=3600 s**

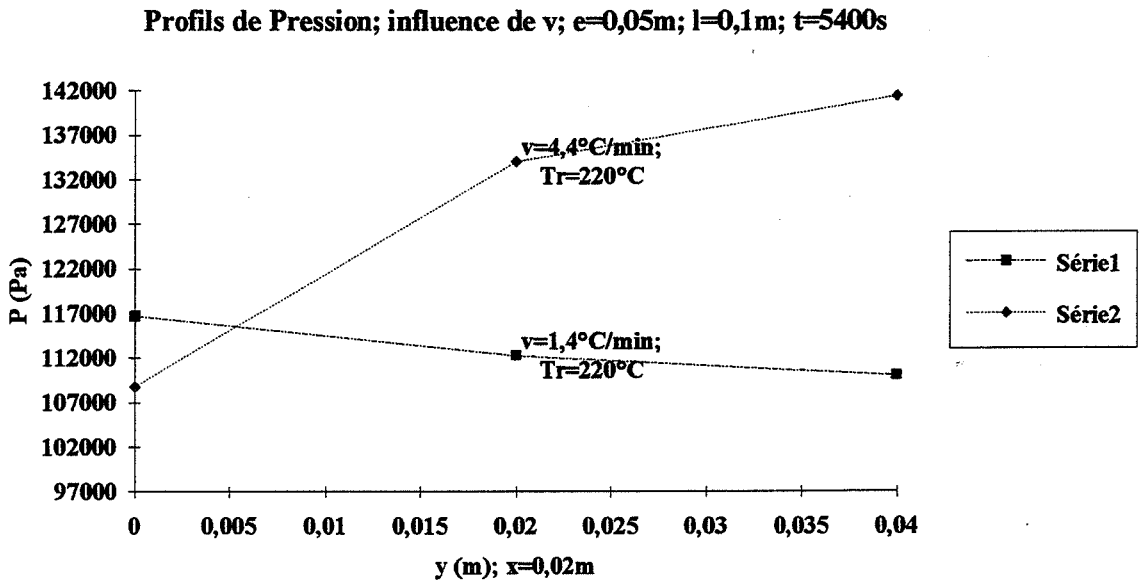


figure 46.2.4: profils de **pression** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=5400 s**

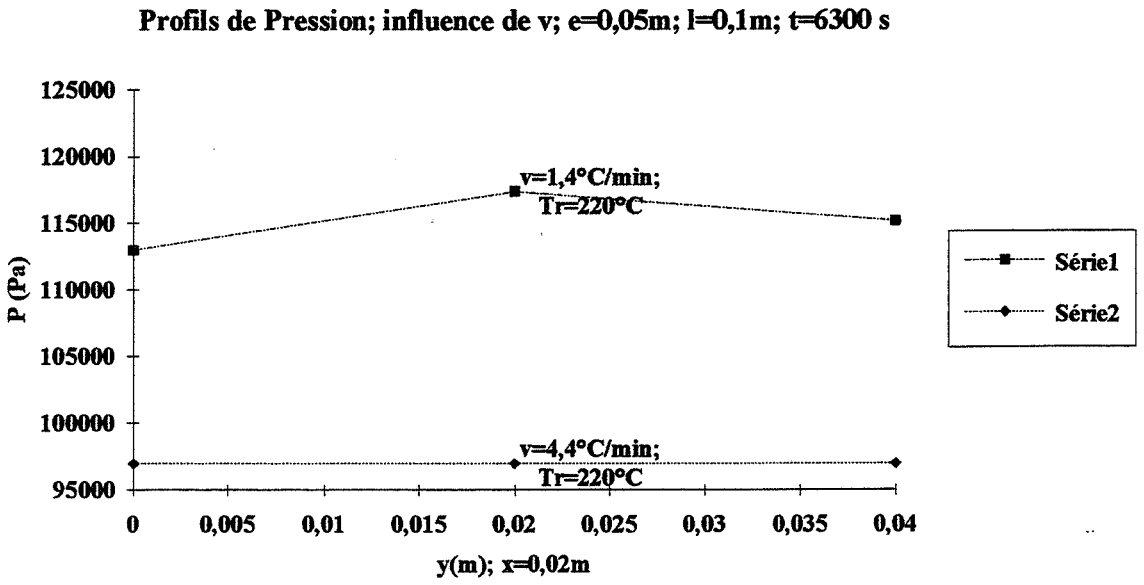


figure 46.2.5: profils de **pression** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=6300 s**

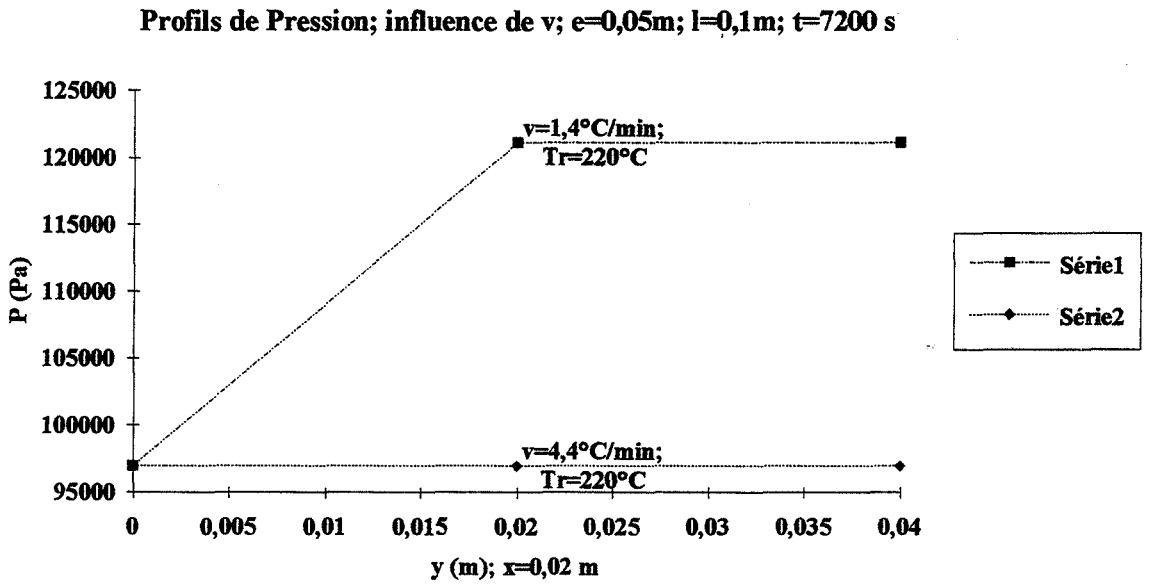


figure 46.2.6: profils de **pression** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=7200 s**

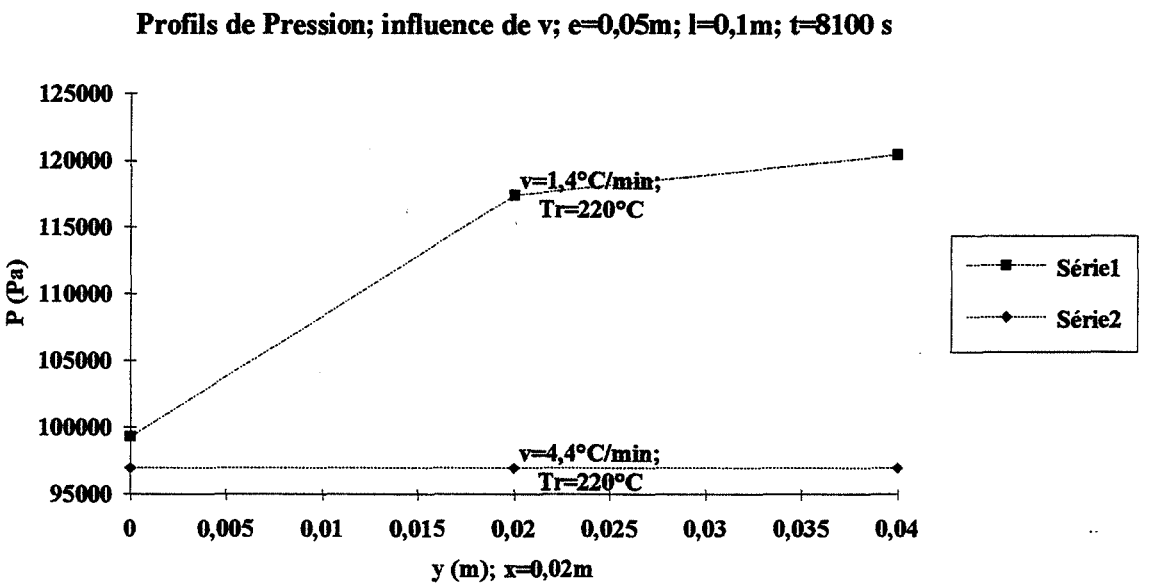


figure 46.2.7: profils de **pression** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=8100 s**

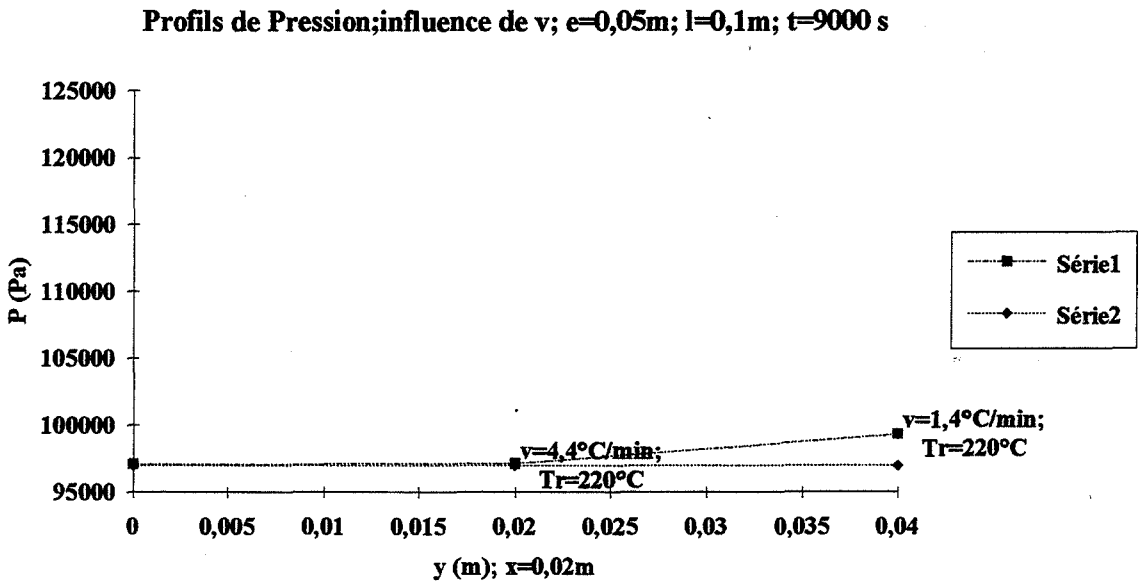


figure 46.2.8: profils de pression *au centre dans le sens de la largeur à* t=9000 s

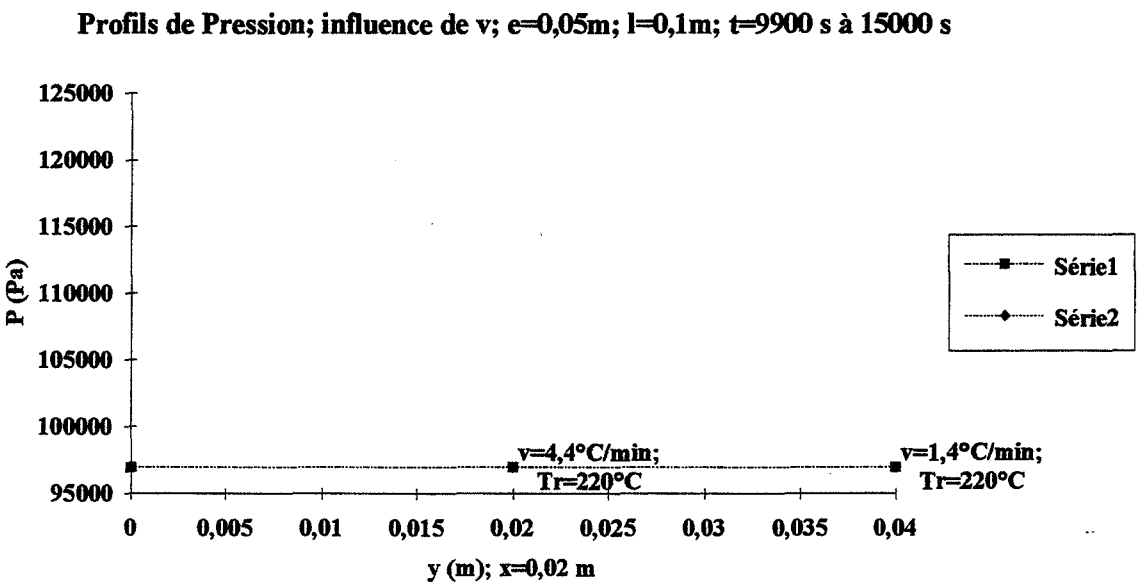


figure 46.2.9: profils de pression *au centre dans le sens de la largeur à partir de* t=9900 s

figures 46.2: profils de pression pour des échantillons traités à 220°C avec des vitesses de montée en température v de 1,4 et 4,4°C/min. pour une épaisseur de 5 cm et une largeur de 10 cm

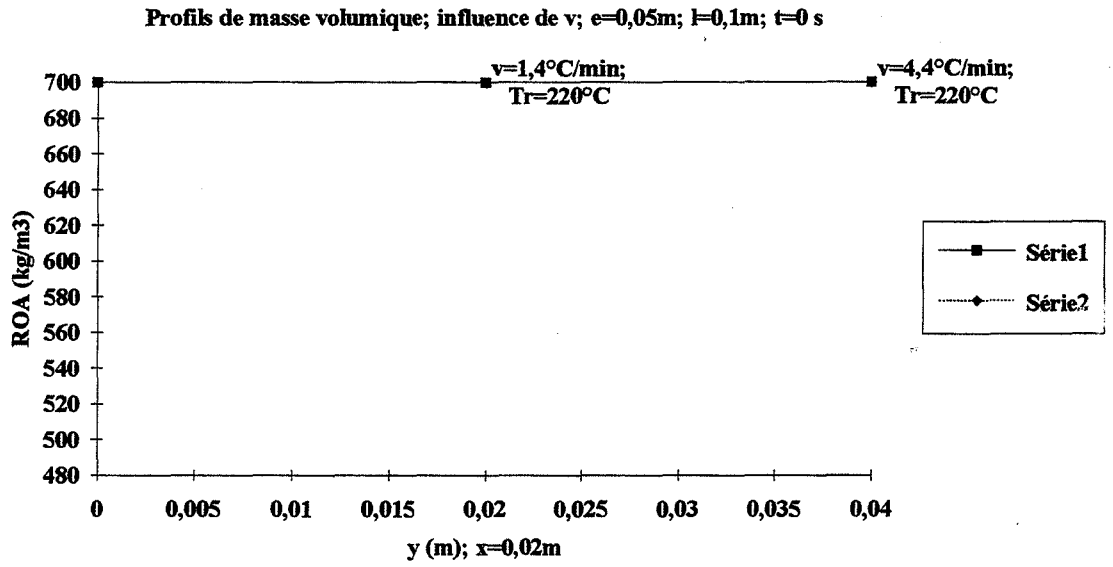


figure 46.3.1: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=0 s

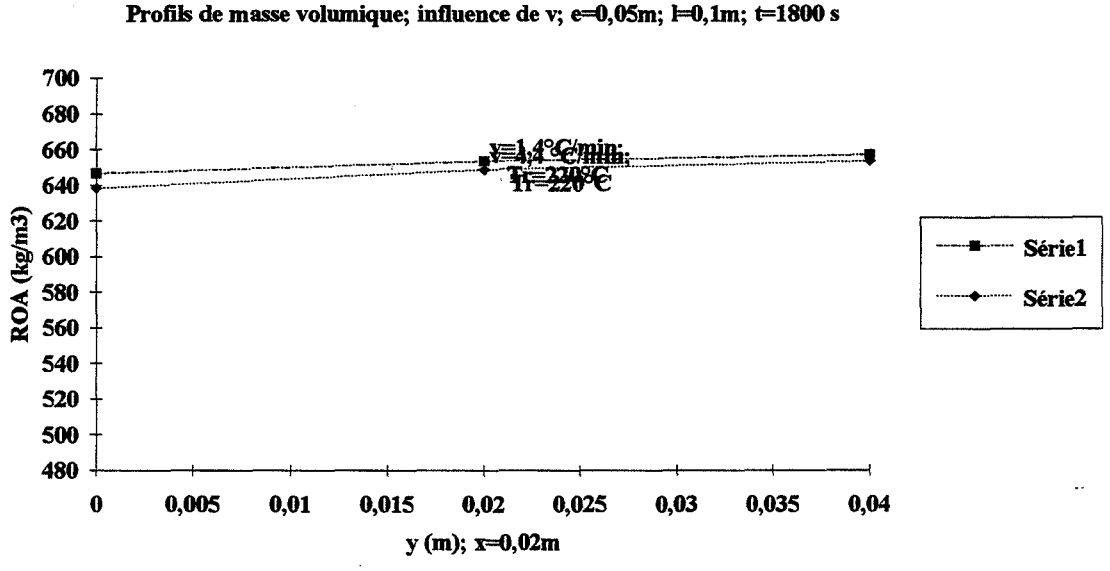


figure 46.3.2: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=1800 s

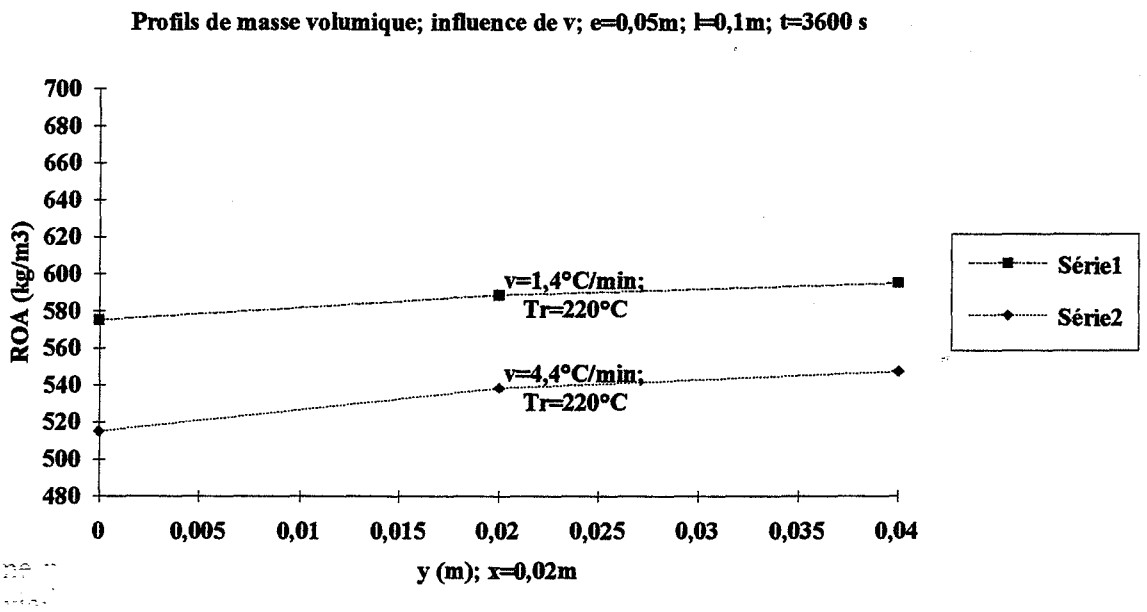


figure 46.3.3: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=3600 s

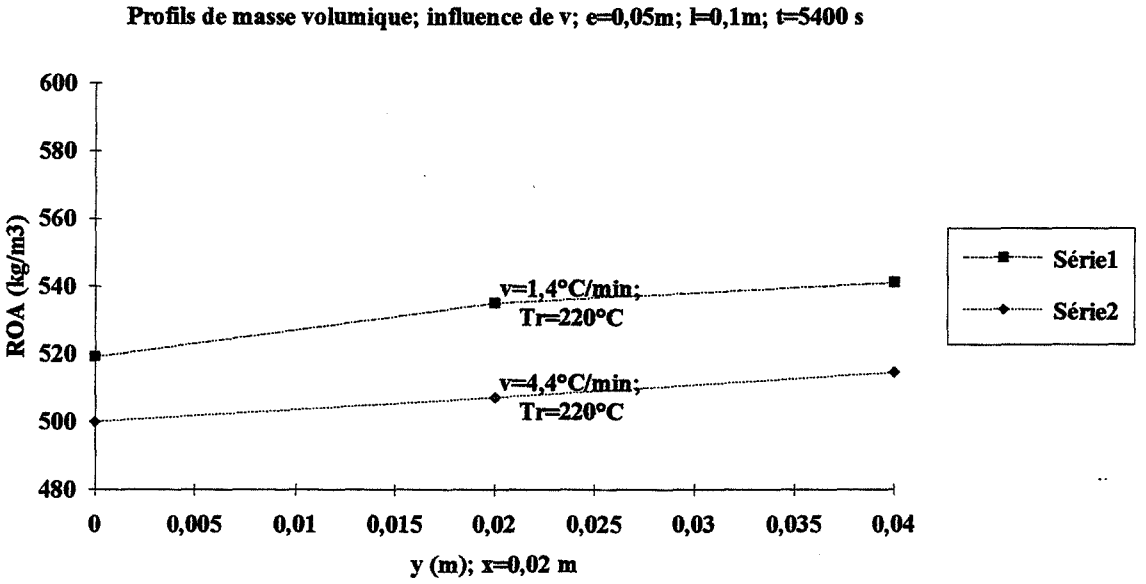


figure 46.3.4: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=5400 s

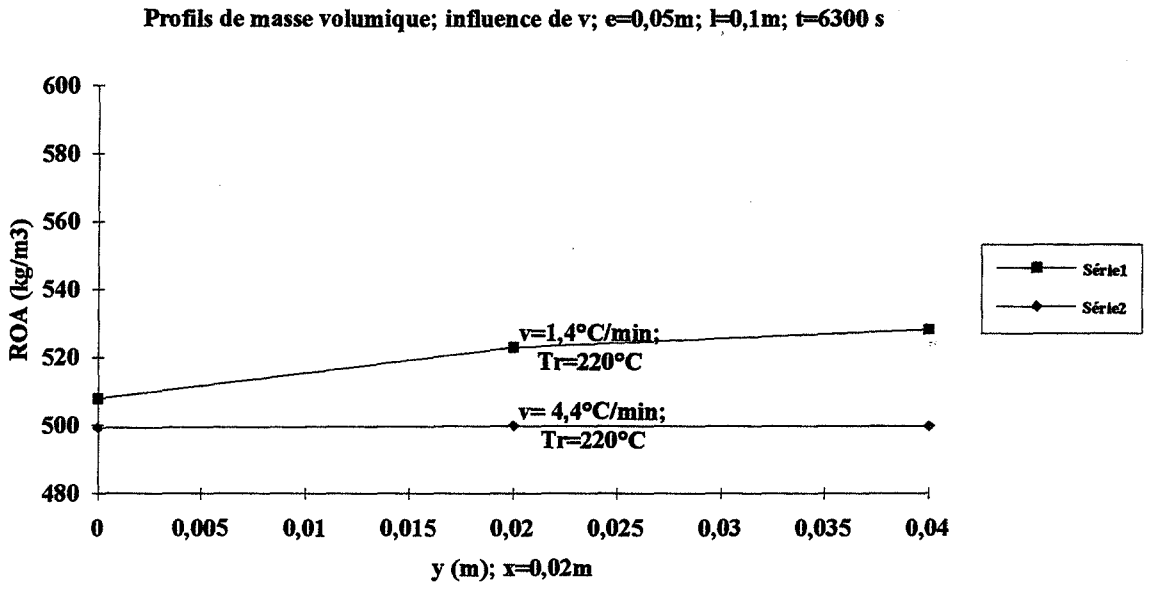


figure 46.3.5: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=6300 s

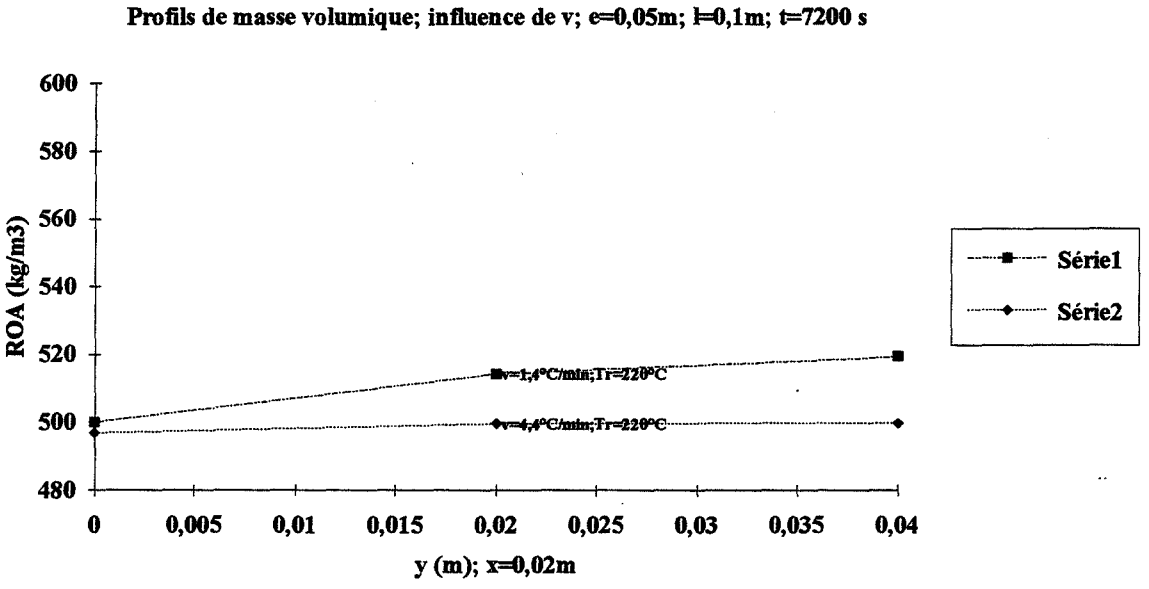


figure 46.3.6: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=7200 s

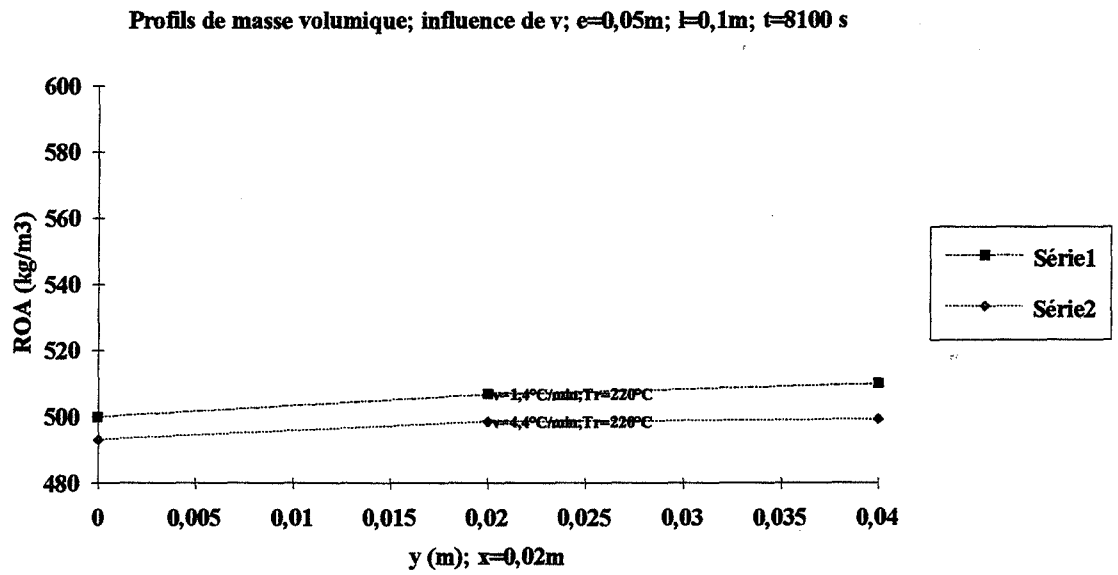


figure 46.3.7: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=8100 s

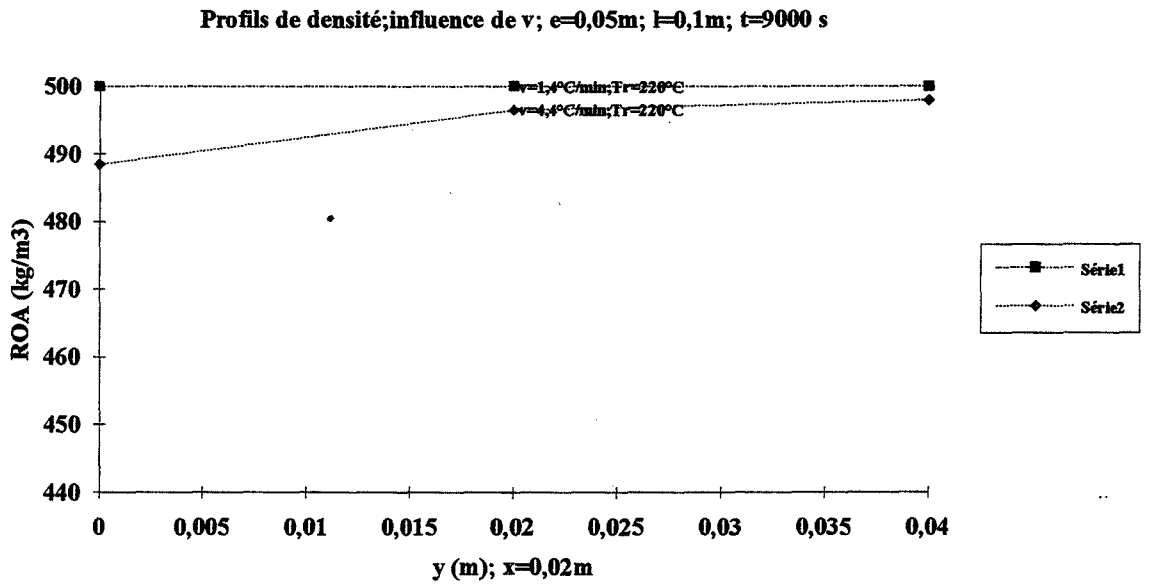


figure 46.3.8: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=9000 s

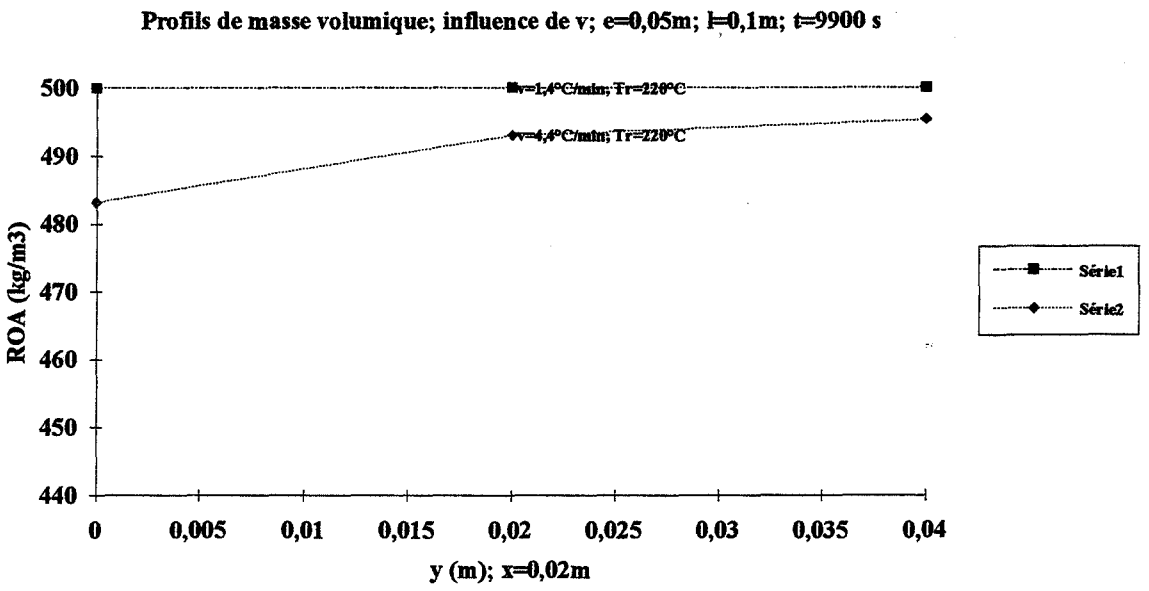


figure 46.3.9: profils de **masse volumique** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=9900 s**

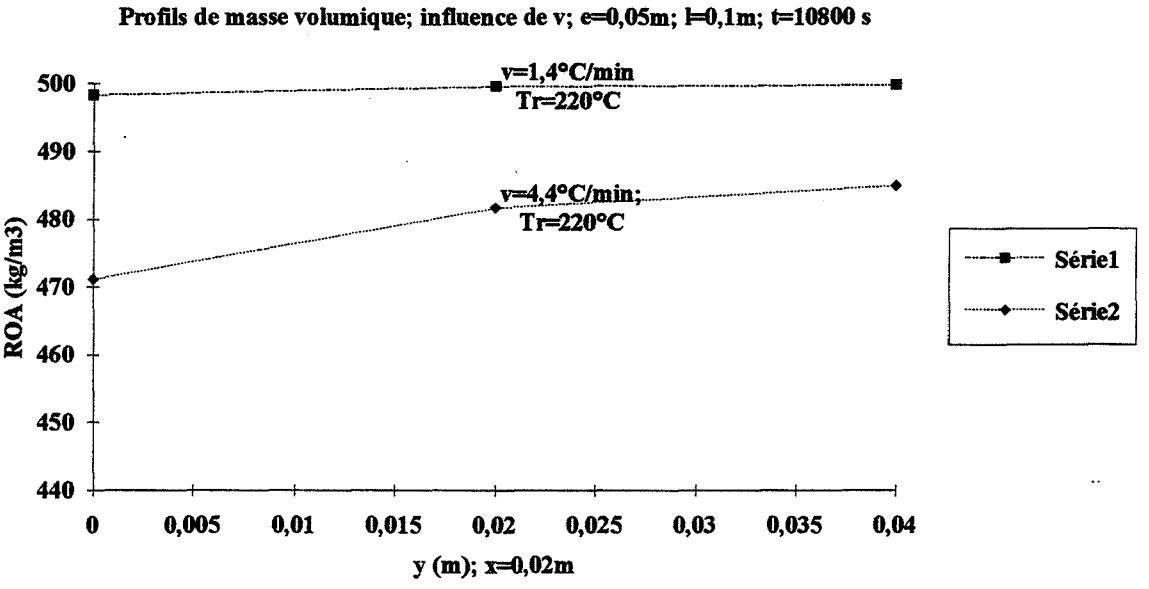


figure 46.3.10: profils de **masse volumique** *au centre dans le sens de la largeur à* **t=10800 s**

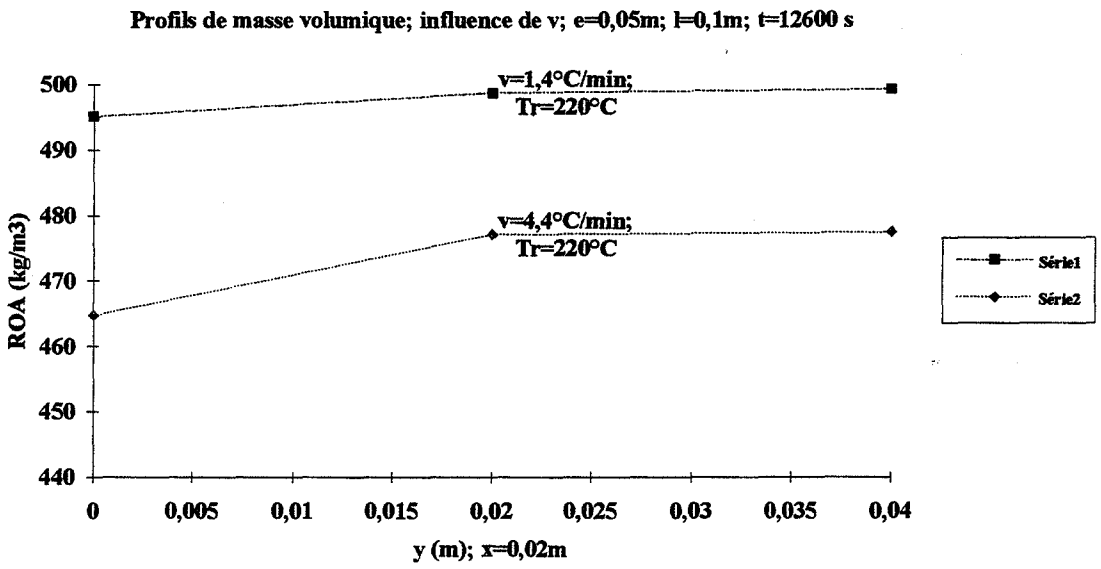


figure 46.3.11: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=12600 s

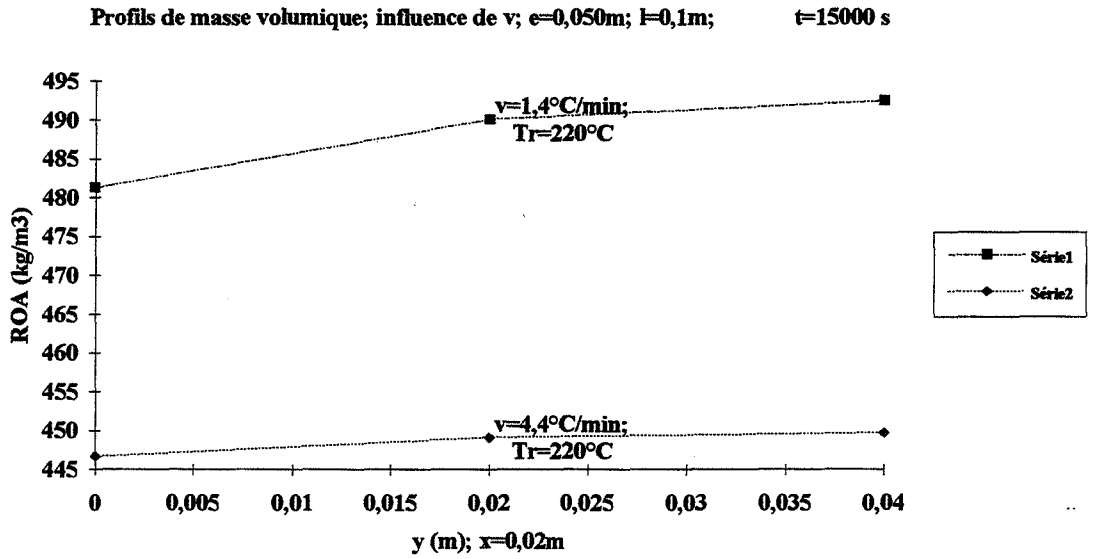


figure 46.3.12: profils de masse volumique *au centre dans le sens de la largeur à* t=15000 s

figures 46.3: profils de masse volumique pour des échantillons traités à 220°C avec des vitesses de montée en température v de 1,4 et 4,4°C/min. pour une épaisseur de 5 cm et une largeur de 10 cm

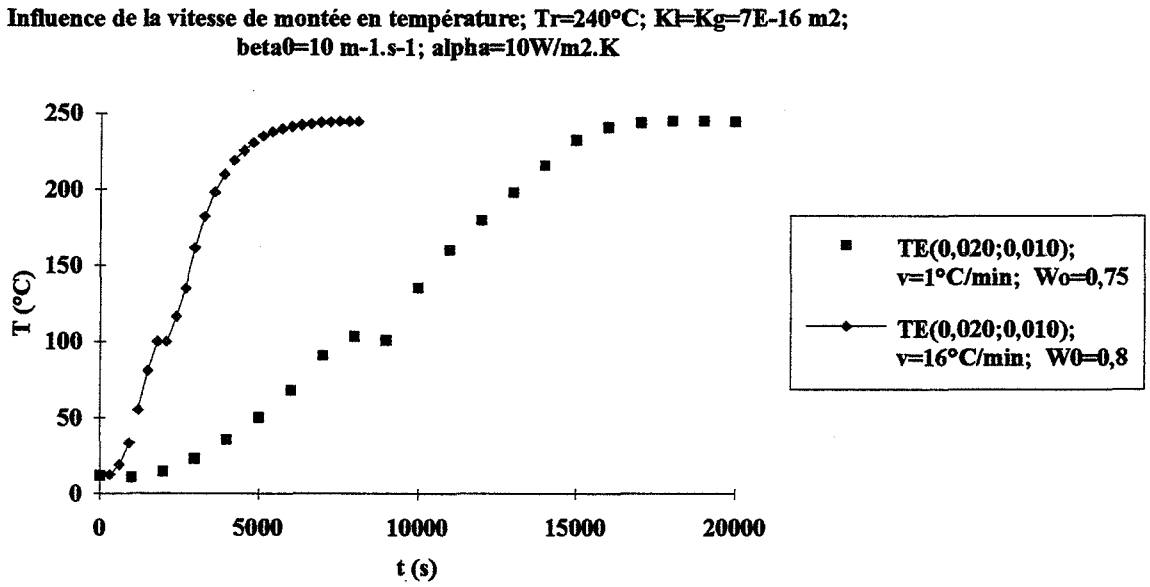


figure 46.4.1: courbes d'évolution de la **température** *au centre de l'échantillon*

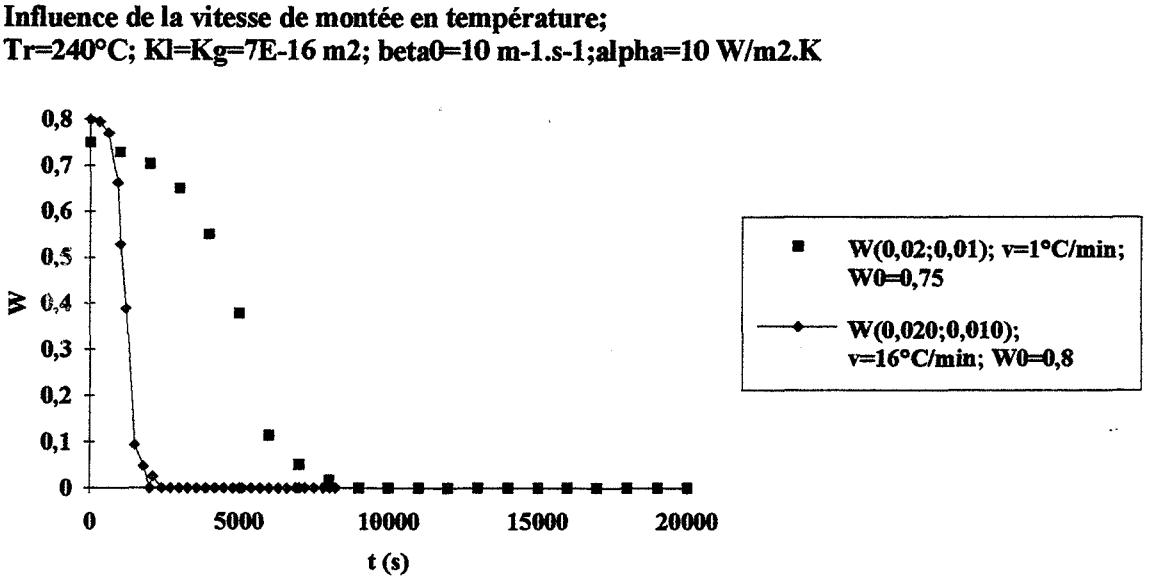


figure 46.4.2: courbes d'évolution **du taux d'humidité** *au centre de l'échantillon*

Influence de la vitesse de montée en température;
Tr=240°C; Kl=Kg=7E-16 m2; beta0=10 m-1.s-1; alpha=10 W/m2.K

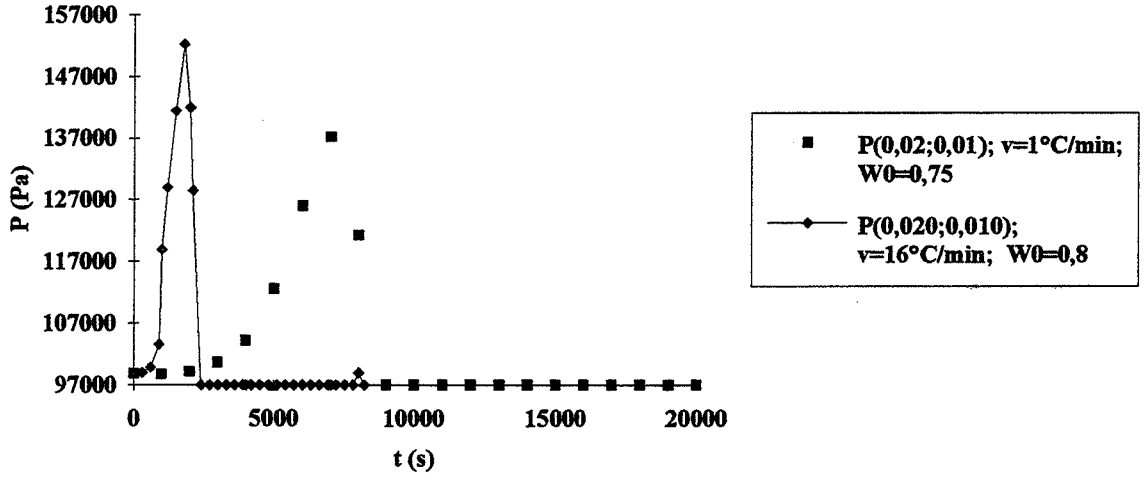


figure 46.4.3: courbes d'évolution de la <u>pression</u> *au centre de l'échantillon*

Influence de la vitesse de montée en température; Tr= 240°C;
Kl=Kg=7E-16 m2; beta0=10 m-1.s-1; alpha=10 W/m2.K

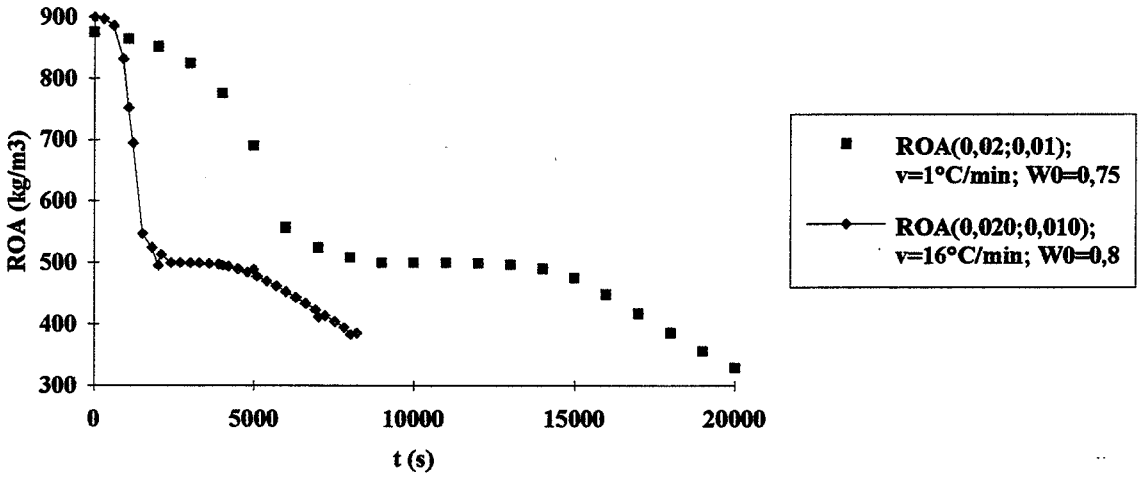


figure 46.4.4: courbes d'évolution de la <u>masse volumique</u> *au centre de l'échantillon*

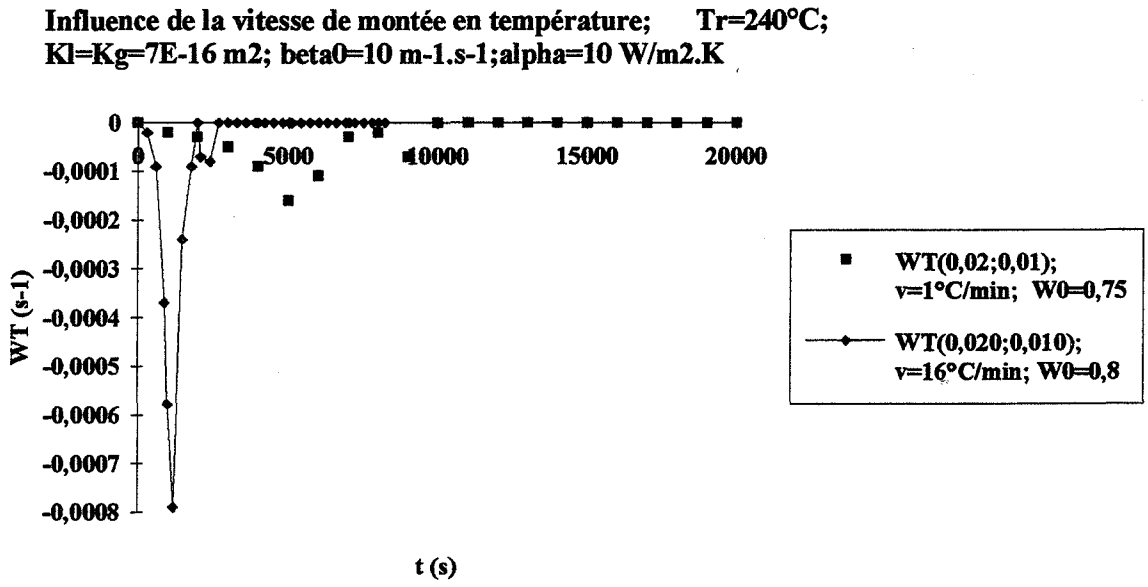


figure 46.4.5: courbes d'évolution de la vitesse de <u>variation du taux d'humidité</u> *au centre*

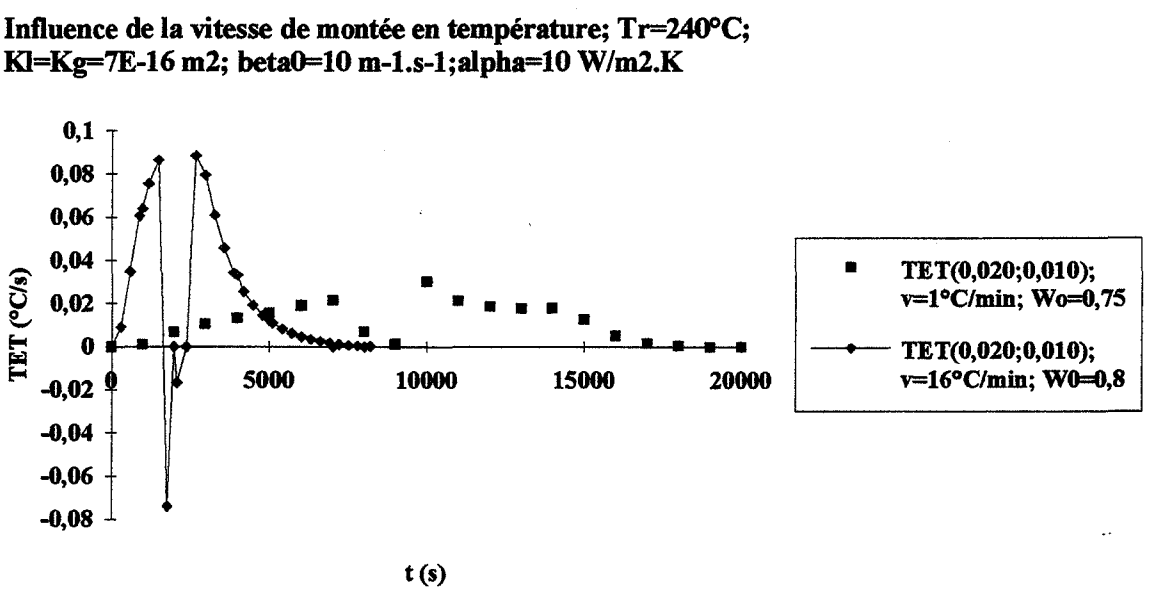


figure 46.4.6: courbes d'évolution de <u>la vitesse de variation de la température</u> *au centre*

<u>figures 46.4: Courbes d'évolution de TE, W, P, ROA,WT, TET sur des échantillons traités à 240°C avec des vitesses de montée en température de 1°C/min. et 16 °C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm et une largeur de 5 cm</u>

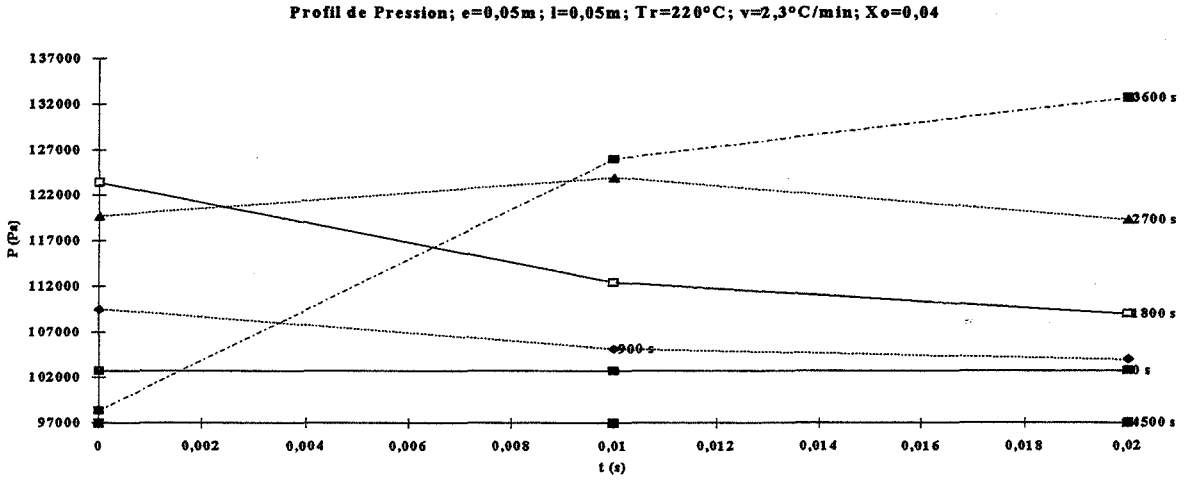


figure 46.5.1: évolution du profil de pression à x=2 cm et y variables en fonction du temps lors de la simulation du traitement d'un échantillon de 5 cm d'épaisseur et 5 cm de largeur à 220°C avec une vitesse de 2,3°C/min.

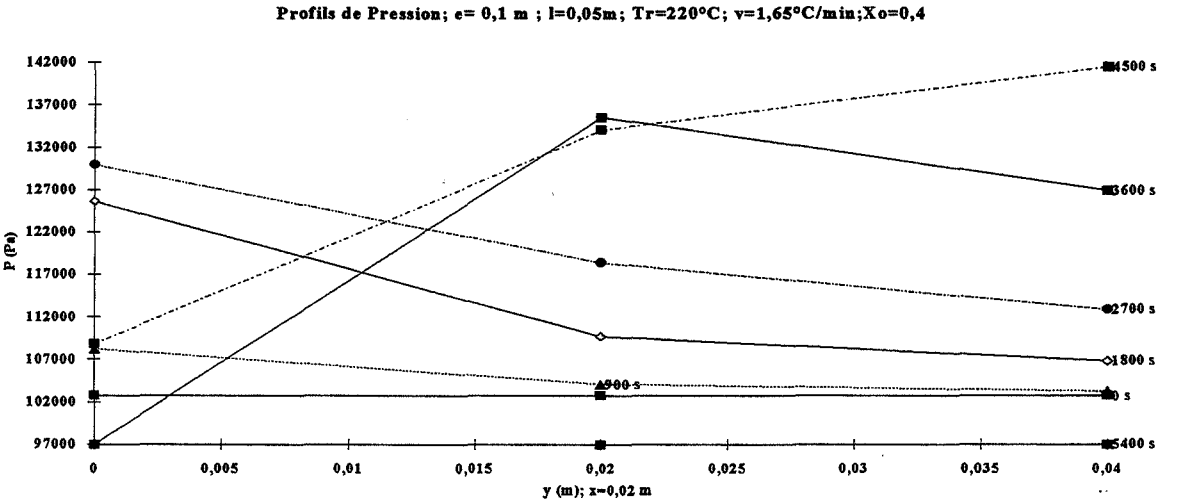


figure 46.5.2: évolution du profil de pression à x=2 cm et y variables en fonction du temps lors de la simulation du traitement d'un échantillon de 5 cm d'épaisseur et 10 cm de largeur à 220°C avec une vitesse de 1.65°C/min.

I.III.3.3) Influence du taux d'humidité initial de l'échantillon:

Les figures 47.1 montrent les résultats des simulations de traitements d'échantillons de taux d'humidité initiaux différents à 240°C avec une vitesse de montée en température de 1°C/min. tandis que les figures 47.2 montrent les résultats des simulations de traitements d'échantillons de taux d'humidité initiaux différents à 240°C avec une vitesse de montée en température de 16 °C/min.

La valeur maximale de la pression absolue au centre de l'échantillon dépend du taux d'humidité initial, mais aussi de la vitesse de montée en température (figure 47.1.2 et figure 47.2.3); ce maximum est atteint plus vite quand le taux d'humidité initial est plus faible et les écarts entre les temps nécessaires pour atteindre ce maximum augmentent avec la vitesse de montée en température. Ces phénomènes sont directement liés à l'évolution du taux d'humidité dans l'échantillon (figures 47.1.3;47.1.5 et figures 47.2.2; 47.2.5). Les figures 47.1.5 et 47.2.5 montrent les évolutions de vitesse de variation WT du taux d'humidité (vitesse de séchage) au centre de l'échantillon. On constate que les courbes de vitesse de séchage présentent des maximums (en valeur absolue) comme les courbes d'évolution de la pression et la valeur de ce maximum augmente avec le taux d'humidité initial; en y ajoutant l'effet de la vitesse de montée en température dans l'échantillon TET (figures 47.1.1 et figure 47.2.1), on peut expliquer l'évolution des pressions internes. La pression dépend à la fois du taux d'humidité et de la température.

L'existence de palier autour de 100 °C sur les courbes de température est dû au phénomène de vaporisation de l'eau et correspond à la première diminution de TET (figures 47.1.1 et 47.2.1), car c'est un phénomène endothermique. De plus, la longueur du palier de vaporisation augmente également avec l'humidité initiale.

La vitesse de séchage diminue quand l'humidité initiale est plus faible. De plus, plus l'humidité est faible, plus on a besoin d'énergie pour la vaporisation de l'eau liée ; d'où la nécessité de l'introduction de l'enthalpie de sorption.

Les effets du taux d'humidité initial sur la deuxième phase est plus nette quand la vitesse de montée en température est plus élevée (figure 47.2.4 et 47.2.5); en effet, l'état anhydre est atteint plus vite quand le taux d'humidité initial est plus faible et par suite, la masse volumique diminue plus vite . Ce qui ne fait que confirmer les résultats expérimentaux.

Influence de l'humidité initiale; v=1°C/min;Tr=240°C;
Kl=Kg=7E-16 m2; beta0=10 m-1.s-1; alpha=10 W/m2.K

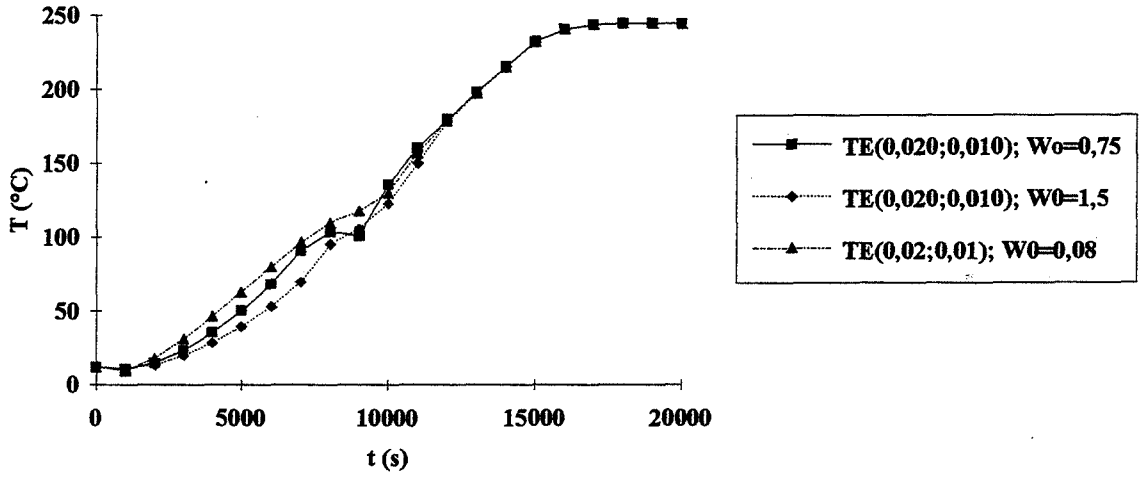


figure 47.1.1: courbes d'évolution de la température au centre de l'échantillon

Influence de l'humidité initiale; v=1°C/min; Tr=240°C;
Kl=Kg=7E-16 m2; beta0=10 m-1.s-1; alpha=10 W/m2.K

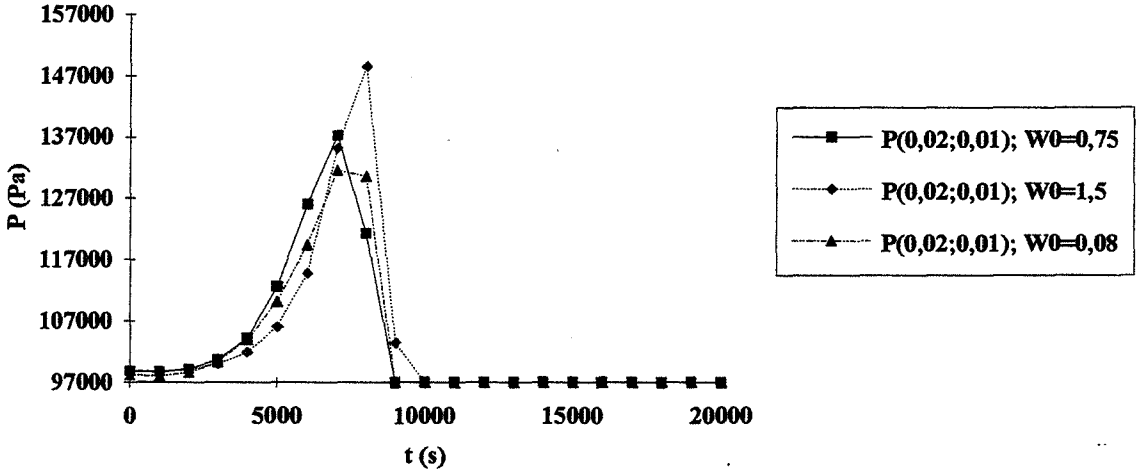


figure 47.1.2: courbes d'évolution de la pression au centre de l'échantillon

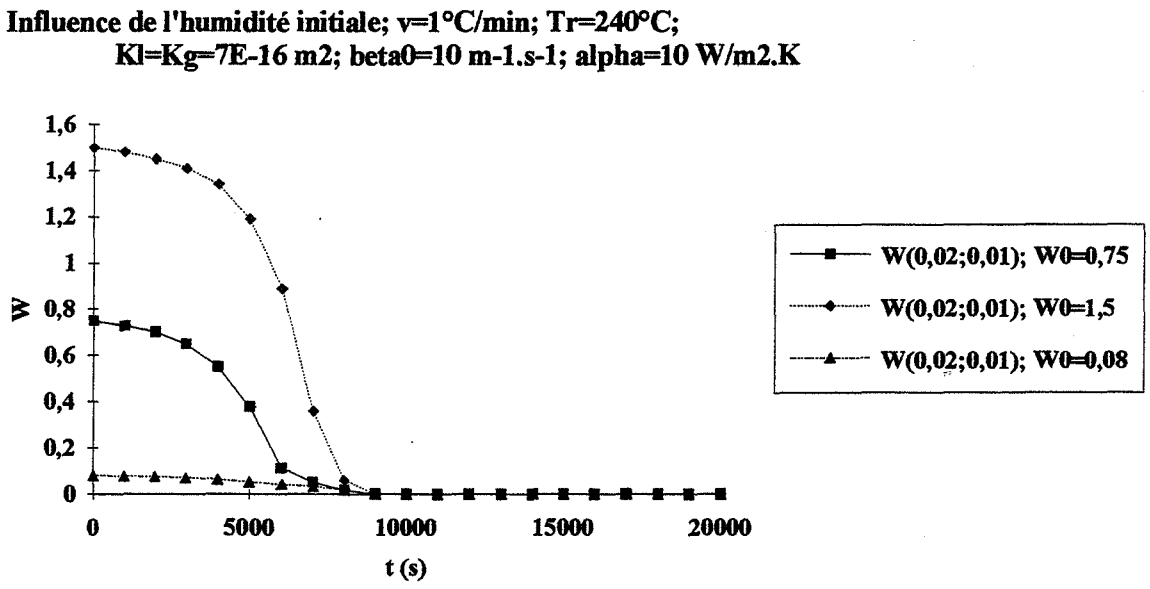


figure 47.1.3: courbes d'évolution du taux d'humidité *au centre de l'échantillon*

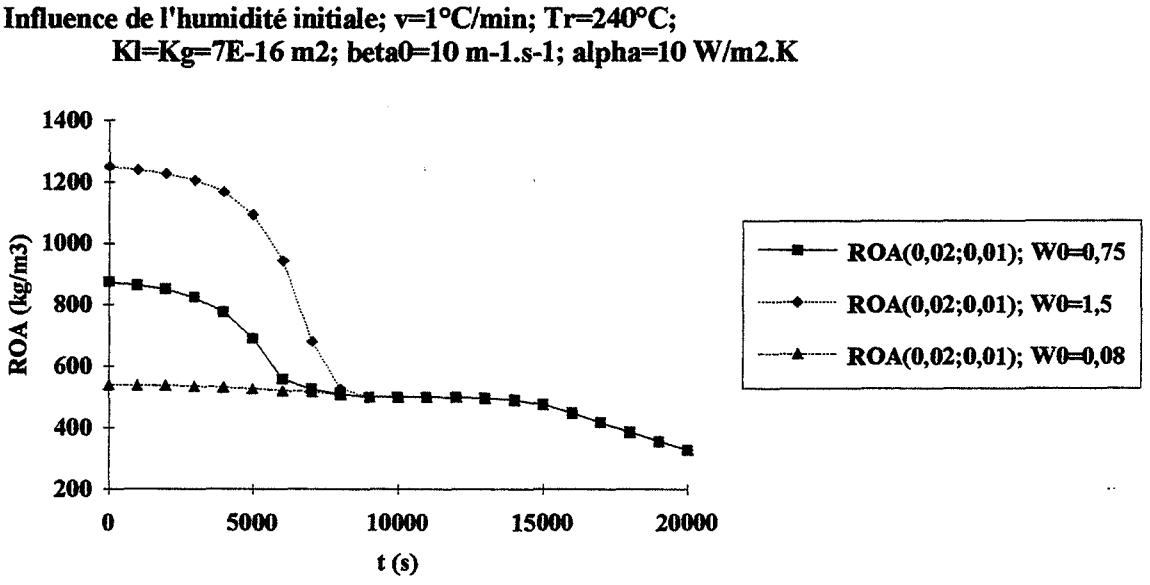


figure 47.1.4: courbes d'évolution de la masse volumique *au centre de l'échantillon*

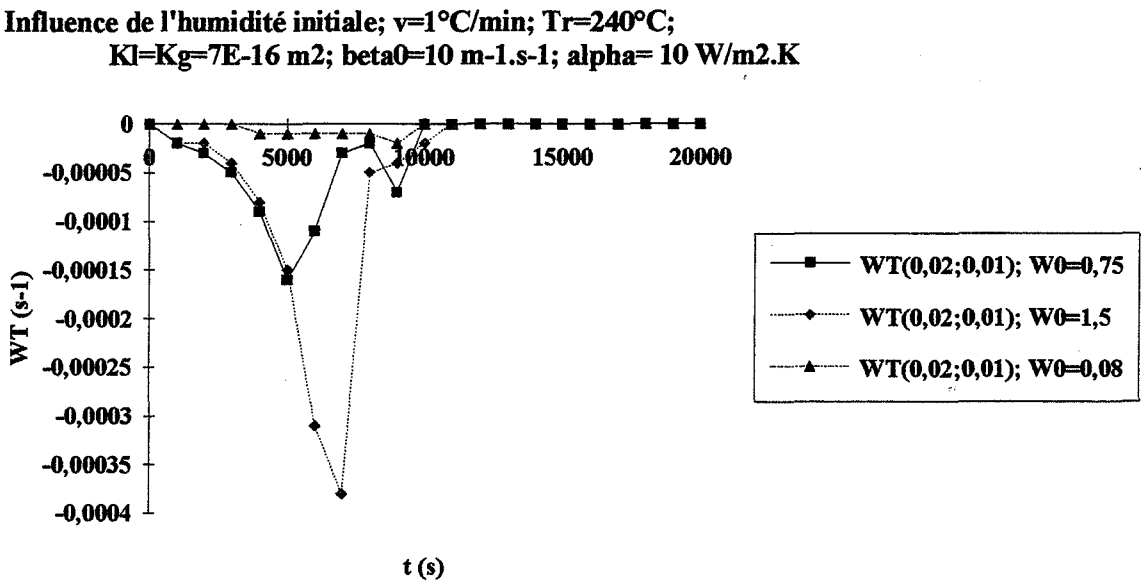


figure 47.1.5: courbes d'évolution de la vitesse de variation du taux d'humidité *au centre de l'échantillon*

figures 47.1: simulations de traitements d'échantillons ayant des taux d'humidité initiaux de 8%, 75% et 150% à 240°C avec une vitesse de 1°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm et une largeur de 5 cm

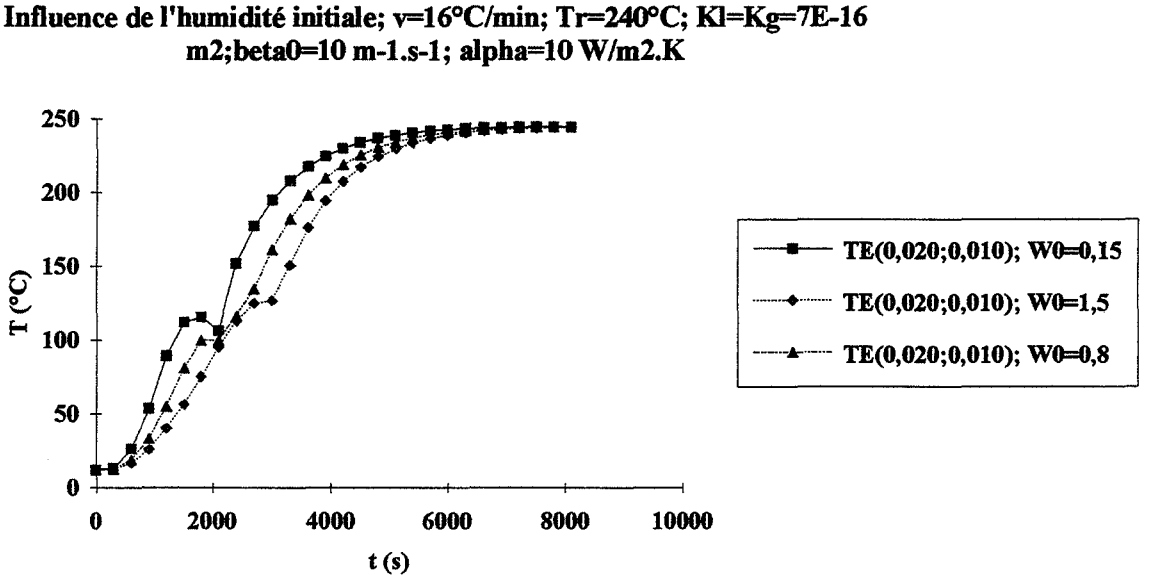


figure 47.2.1: courbes d'évolution de la température *au centre de l'échantillon*

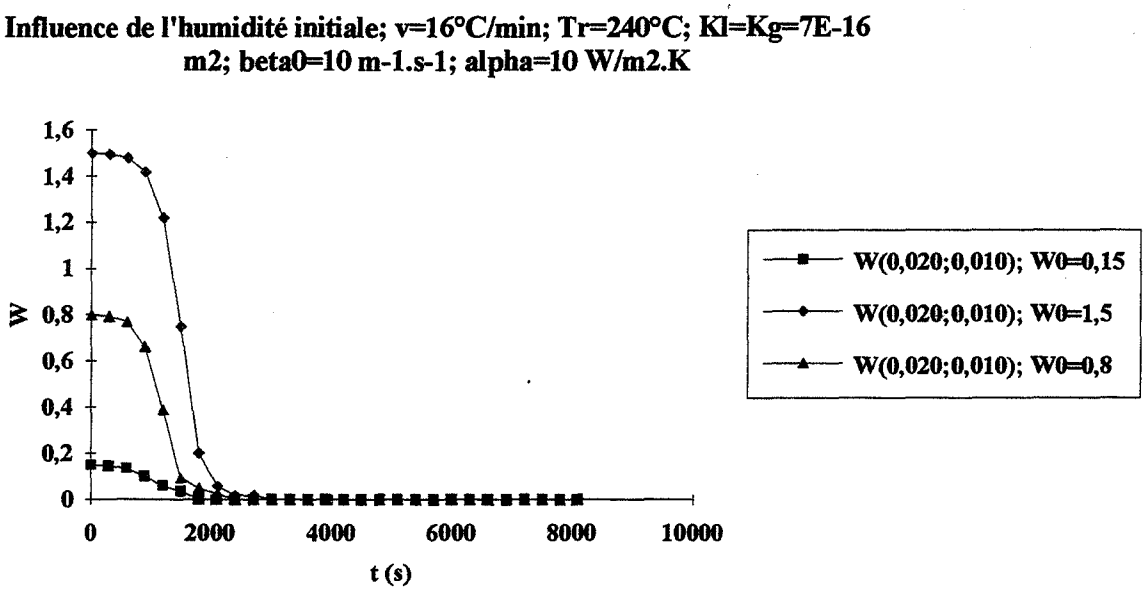


figure 47.2.2: courbes d'évolution du **taux d'humidité** *au centre de l'échantillon*

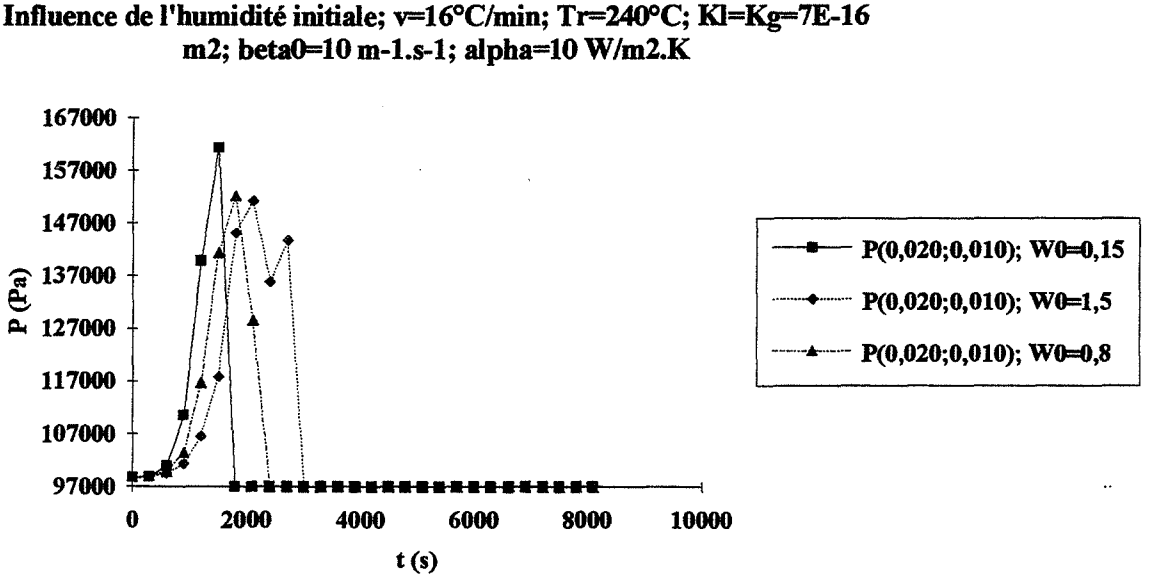


figure 47.2.3: courbes d'évolution de la **pression** *au centre de l'échantillon*

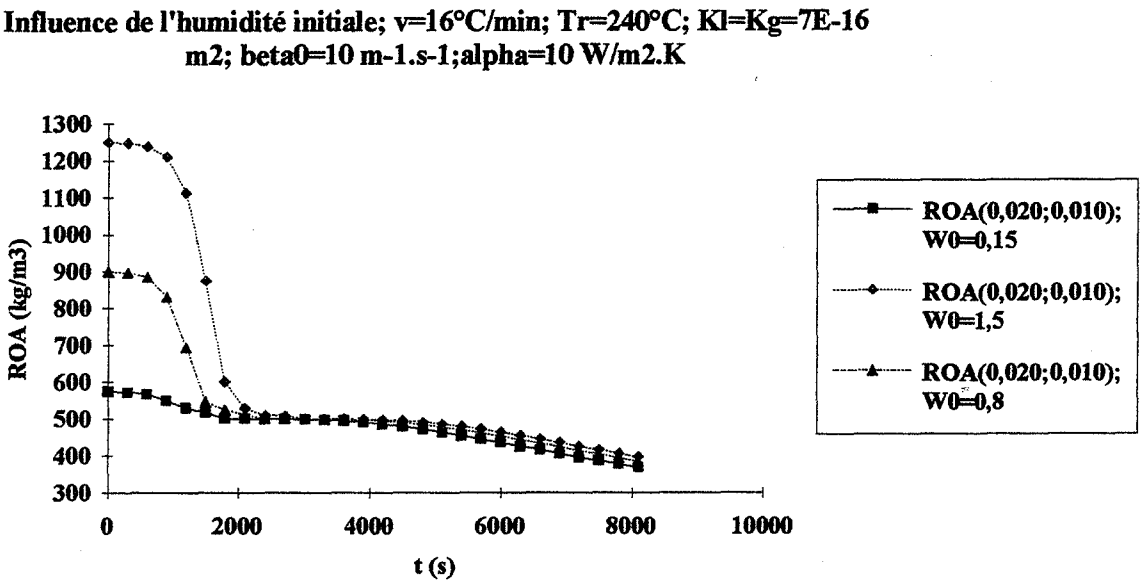


figure 47.2.4: courbes d'évolution de la masse volumique *au centre de l'échantillon*

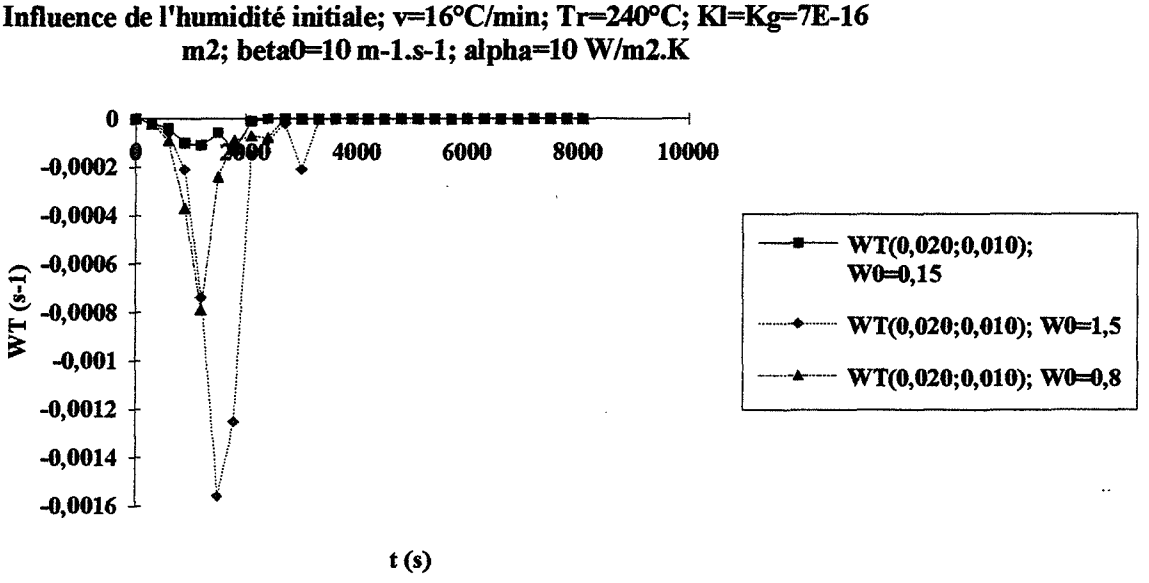


figure 47.2.5: courbes d'évolution de la vitesse de variation du taux d'humidité *au centre de l'échantillon*

figures 47.2: simulations de traitements d'échantillons ayant des taux d'humidité initiaux de 8, 15 et 150 % à 240°C avec une vitesse de 16°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm et une largeur de 5 cm

I.III.3.4) Influence de l'épaisseur de l'échantillon:

Les figures 48.1, 48.2, 48.3 montrent respectivement les profils de température, de pression et de masse volumique obtenus lors des simulations de traitements d'échantillons de 5 cm d'épaisseur et de largeurs différentes, de 40 % de taux d'humidité initiaux à 220°C avec une faible vitesse de montée en température de 2,3 °C/min.

Les figures 48.1 montrent que la température à l'intérieur d'un échantillon de plus faible largeur augmente plus vite et que les gradients de température augmentent avec la largeur de l'échantillon. Ce qui est dû principalement au phénomène de conduction de chaleur dans le bois qui est caractérisé par une faible valeur de la conductivité thermique. De plus, le phénomène d'inversion du sens du flux de chaleur commence plus tôt avec un échantillon de plus faible épaisseur (figure 48.1.5).

D'après les figures 48.2, les gradients de pression augmentent également avec l'épaisseur de l'échantillon même si la vitesse de montée en température est faible (2.3 °C/min.). Il en est de même pour la masse volumique (figures 48.3) aussi bien pendant la première que pendant la deuxième phase.

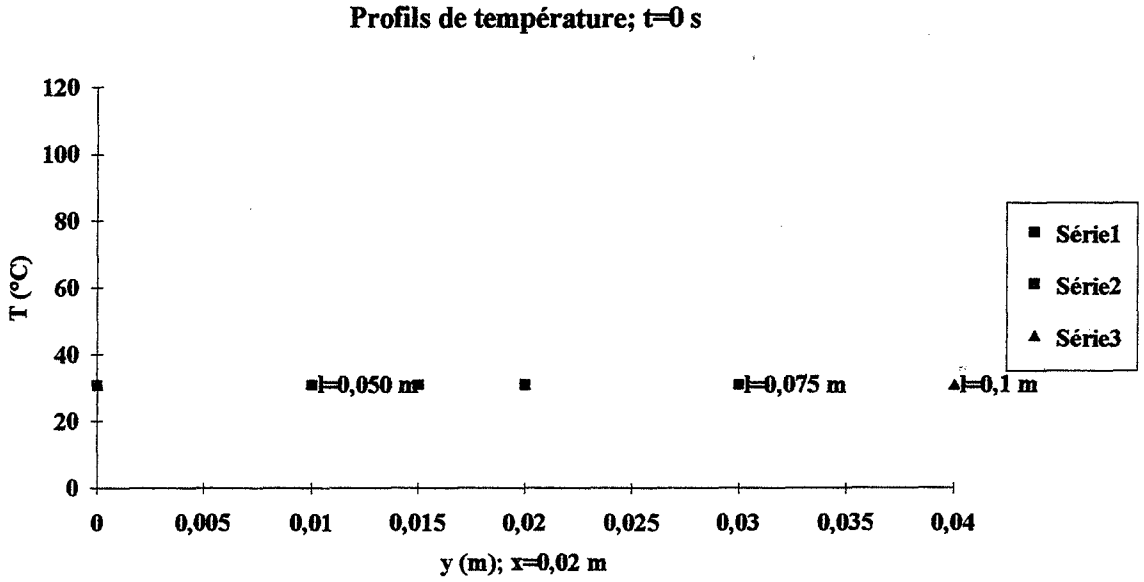


figure 48.1.1: profils de **température** *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* **t= 0 s**

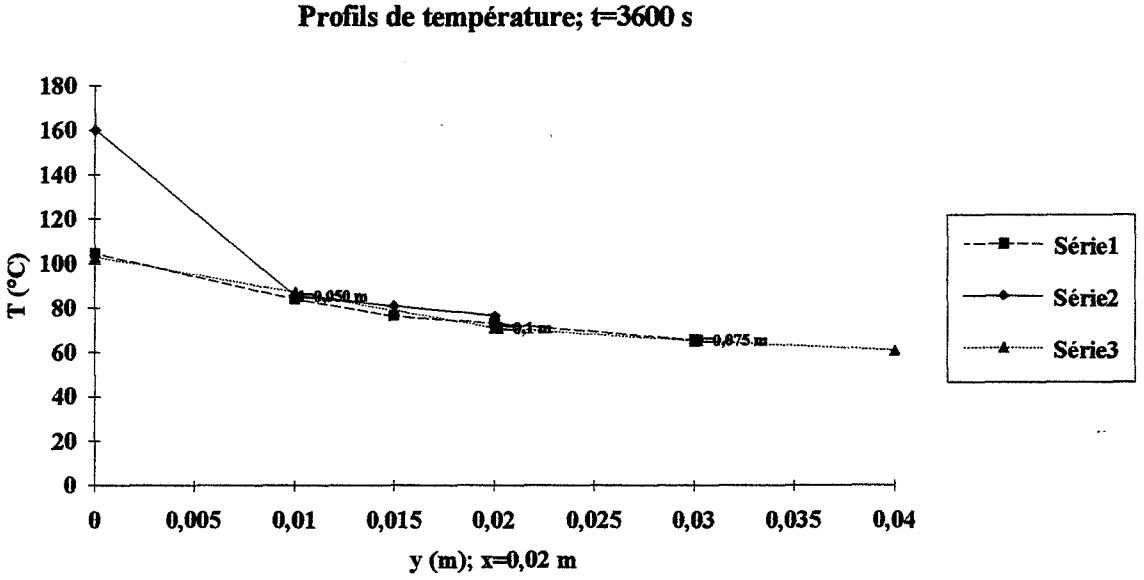


figure 48.1.2: profils de **température** *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* **t= 3600 s**

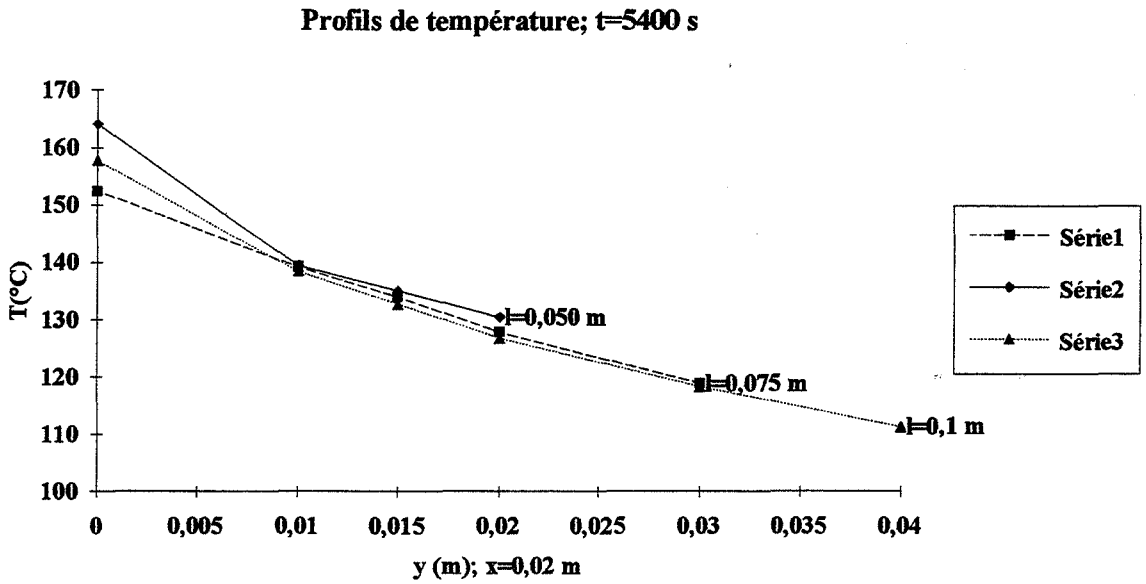


figure 48.1.3: profils de température *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 5400 s

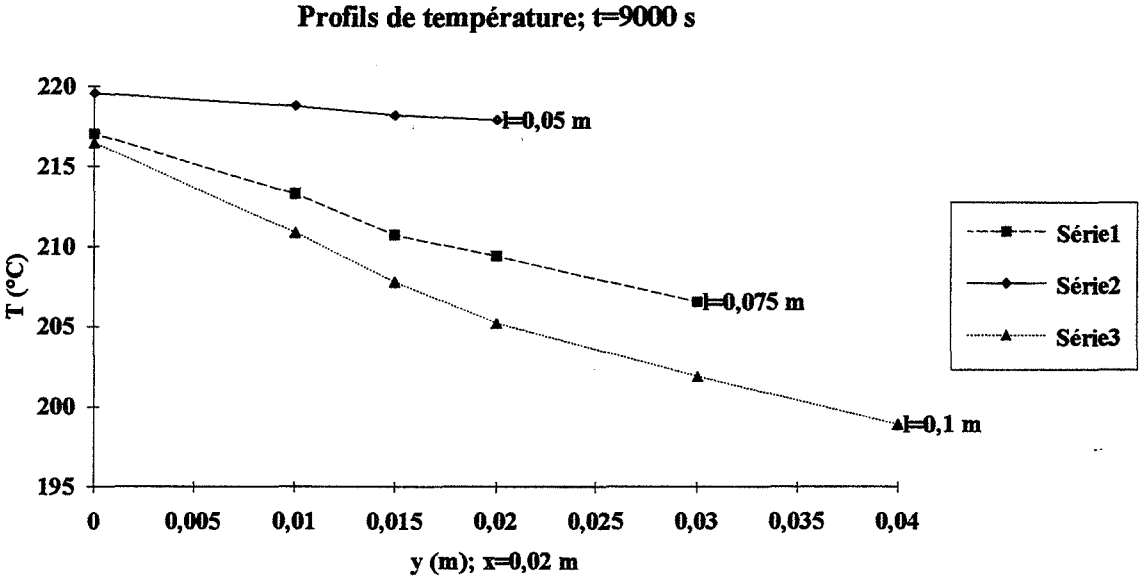


figure 48.1.4: profils de température *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 9000 s

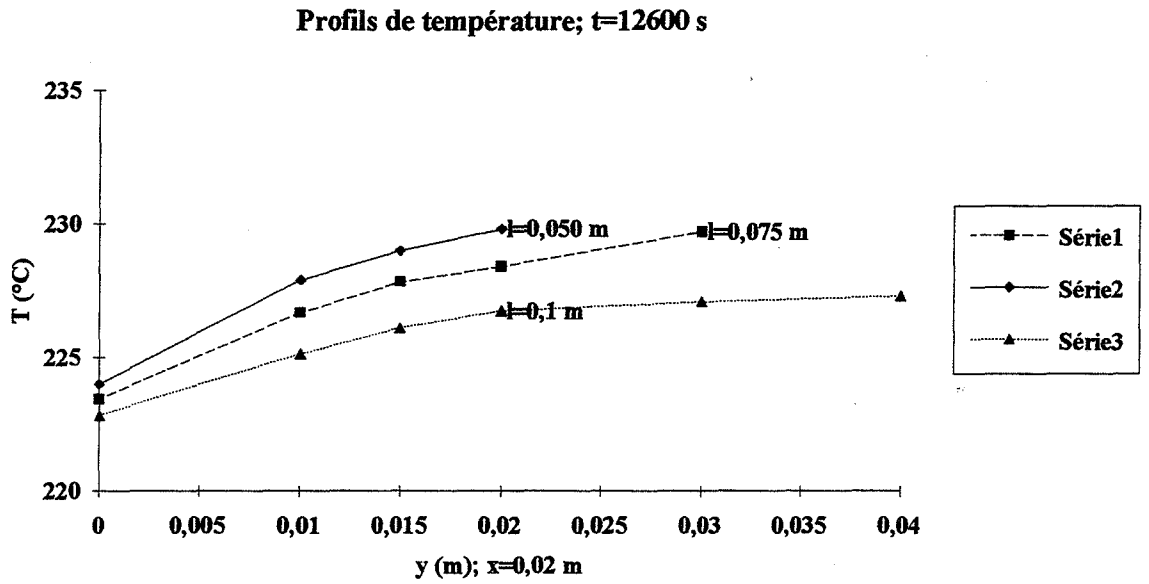


figure 48.1.5: profils de **température** *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* **t=12600 s**

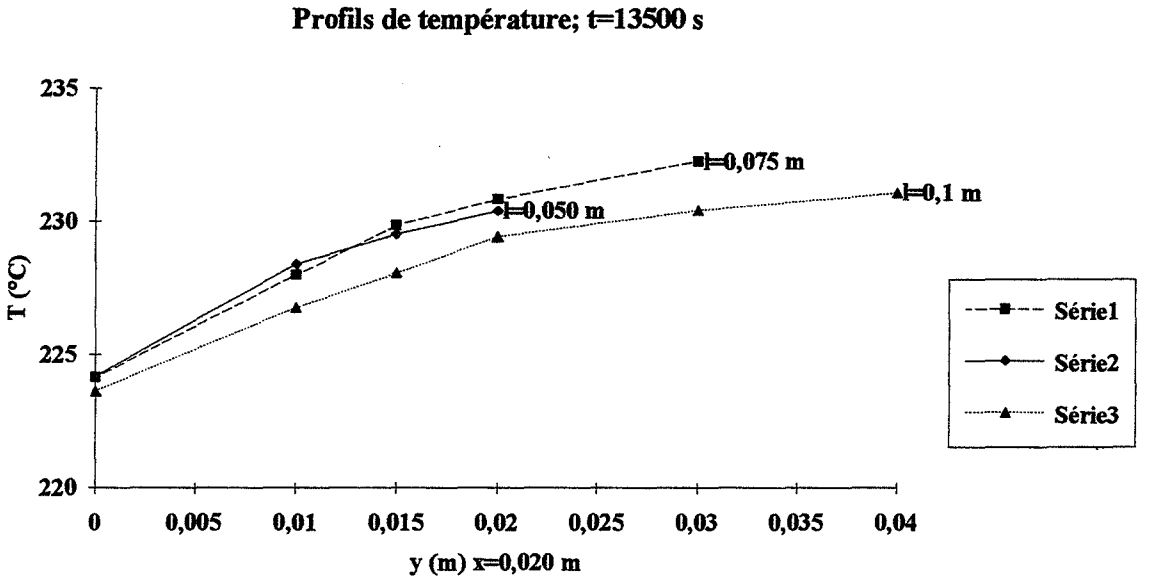


figure 48.1.6: profils de **température** *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* **t=13500 s**

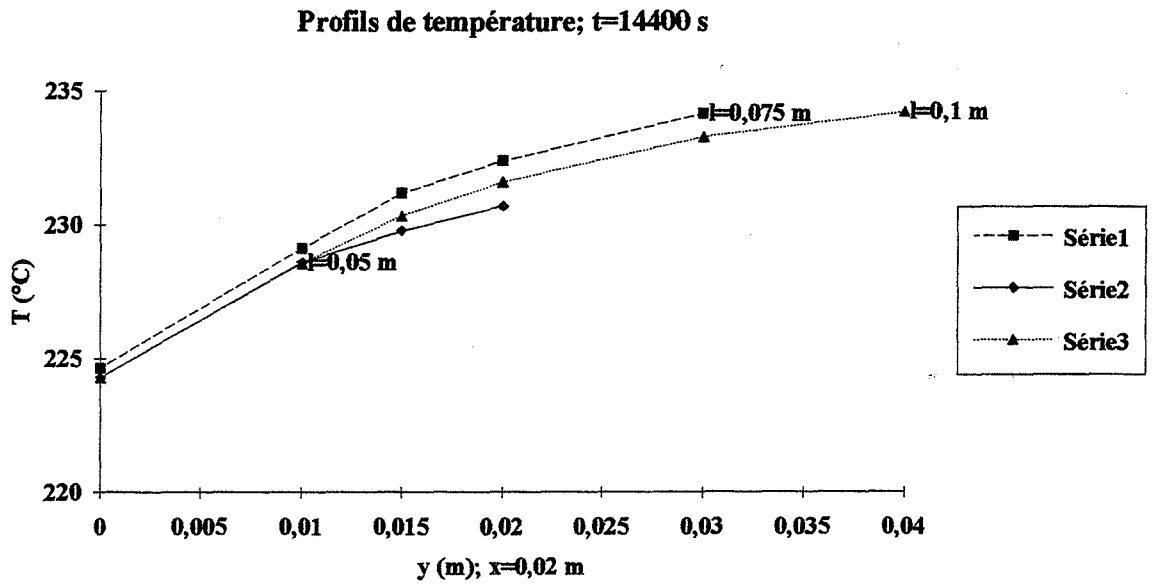


figure 48.1.7: profils de **température** *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables)* **à t= 14400 s**

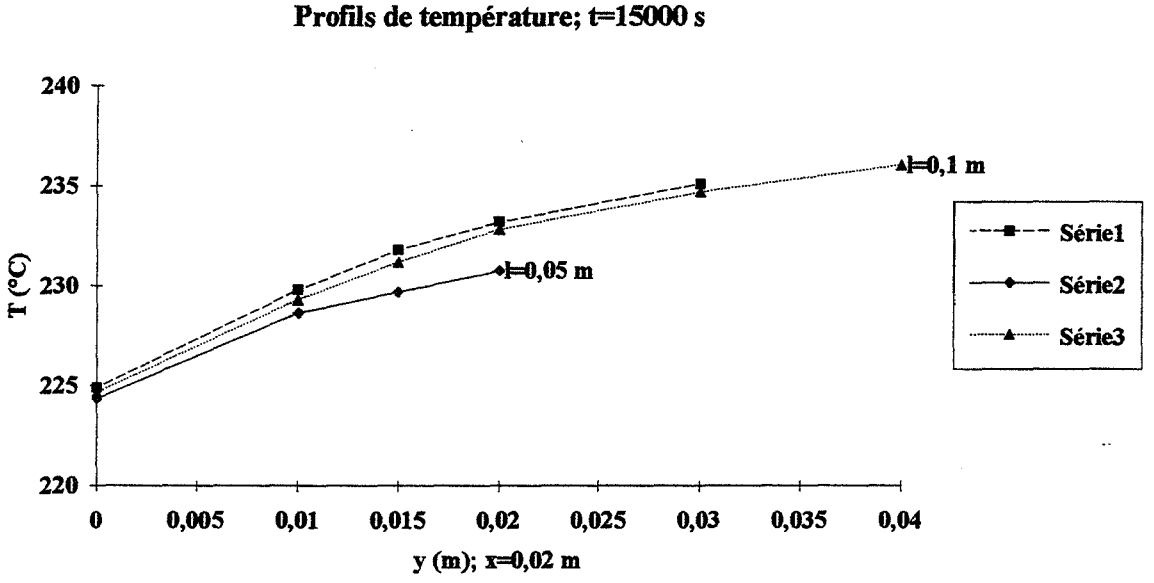


figure 48.1.8: profils de **température** *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* **t= 15000 s**

figures 48.1: Comparaison des profils de température obtenus lors des simulations de traitements d'échantillons de 5 cm d'épaisseur et de 2,5 cm, 7,5 cm et 10 cm de largeur de taux d'humidité initiaux de 40% à 220°C avec une vitesse de 2,3°C/min.

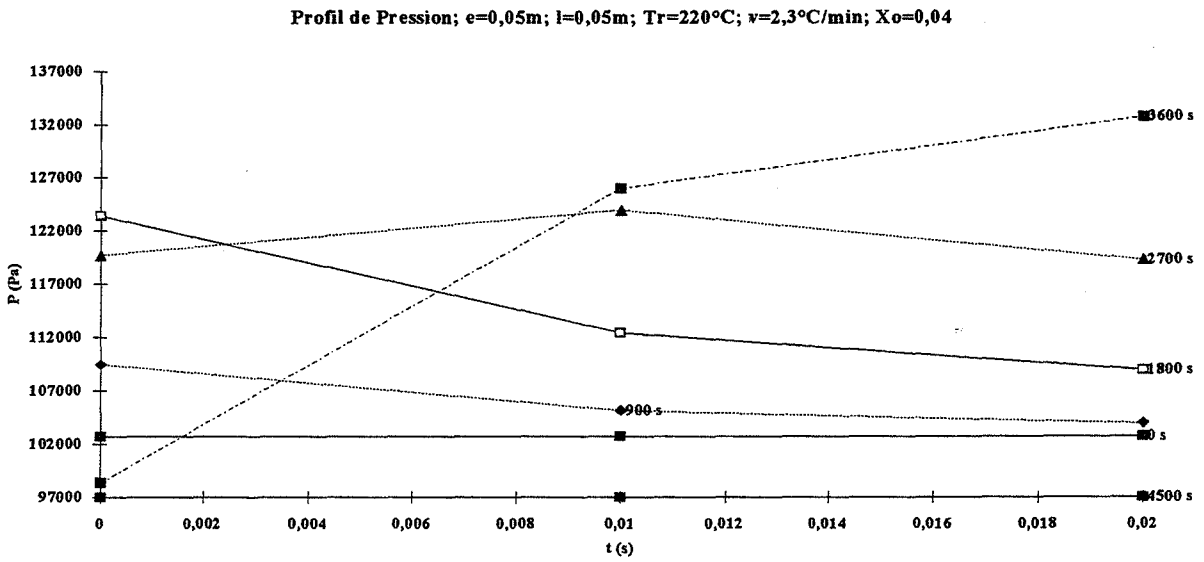


figure 48.2.1: évolution du profil de pression en fonction du temps au centre (x=2 cm) dans le sens du largeur (y variables) lors de la simulation du traitement d'un échantillon de 5 cm d'épaisseur, de 5cm de largeur et de 40% de taux d'humidité initial à 220°C avec une vitesse de 2,3 °C/min.

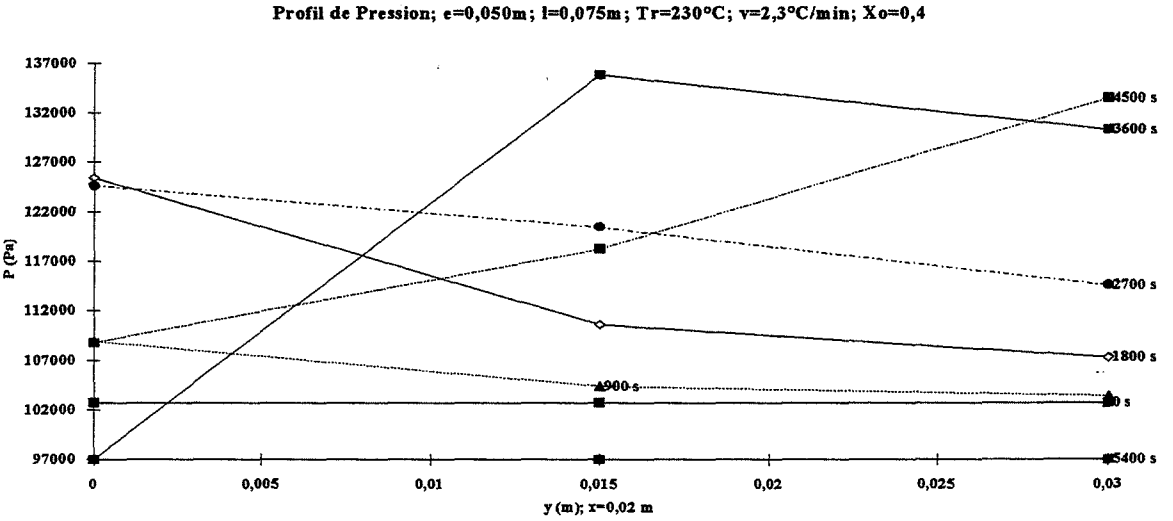


figure 48.2.2: évolution du profil de pression en fonction du temps au centre (x=2 cm) dans le sens du largeur (y variables) lors de la simulation du traitement d'un échantillon de 5 cm d'épaisseur, de 7,5 cm de largeur et de 40% de taux d'humidité initial à 220°C avec une vitesse de 2,3 °C/min.

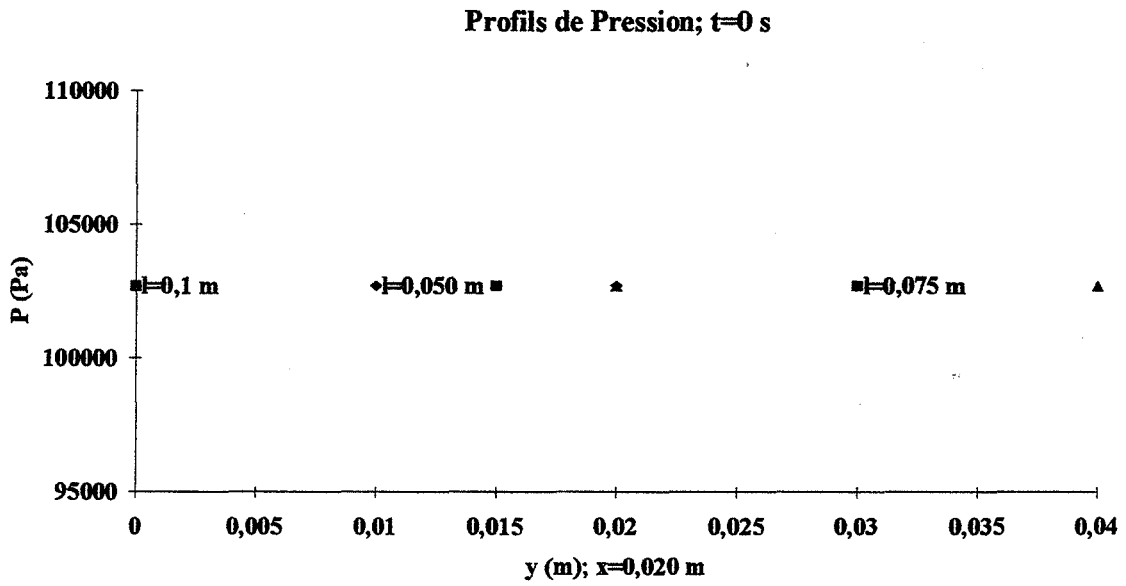


figure 48.2.3: profils de pression *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t=0 s

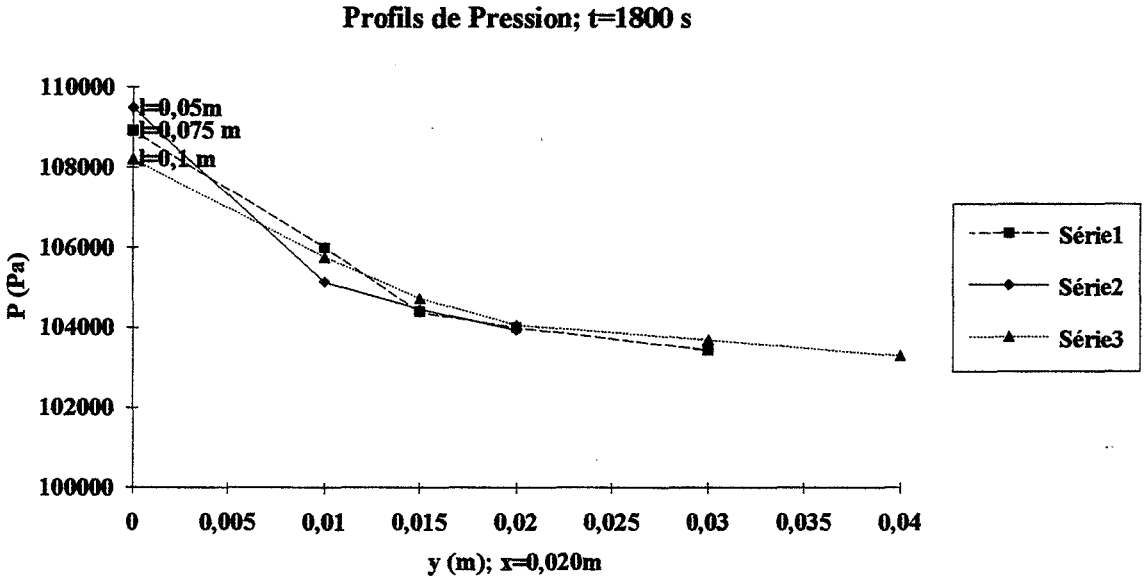


figure 48.2.4: profils de pression *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t=1800 s

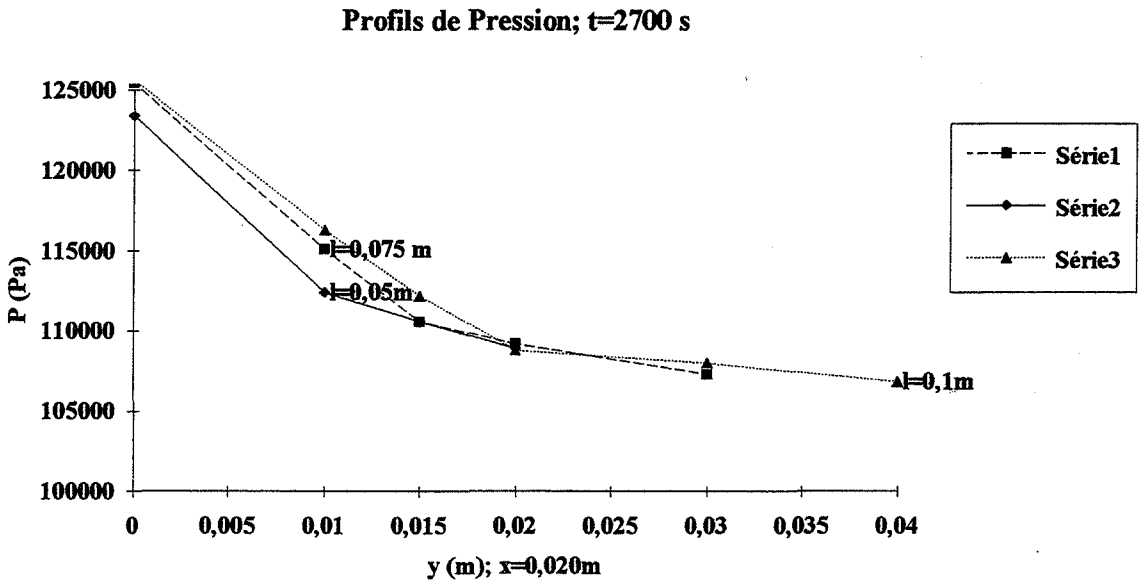


figure 48.2.5: profils de pression *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 2700 s

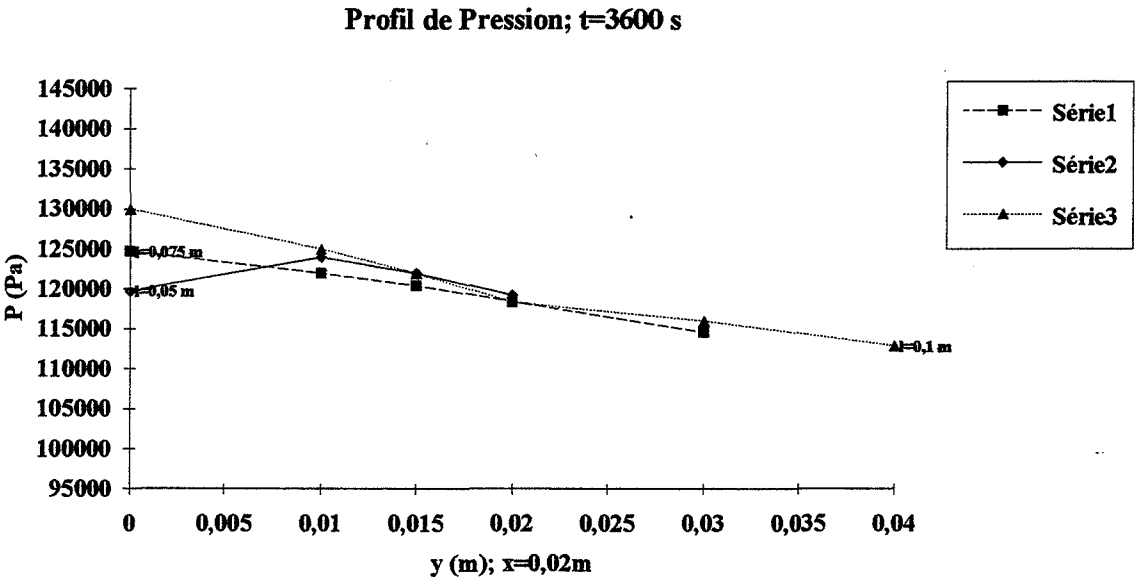


figure 48.2.6 : profils de pression *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 3600 s

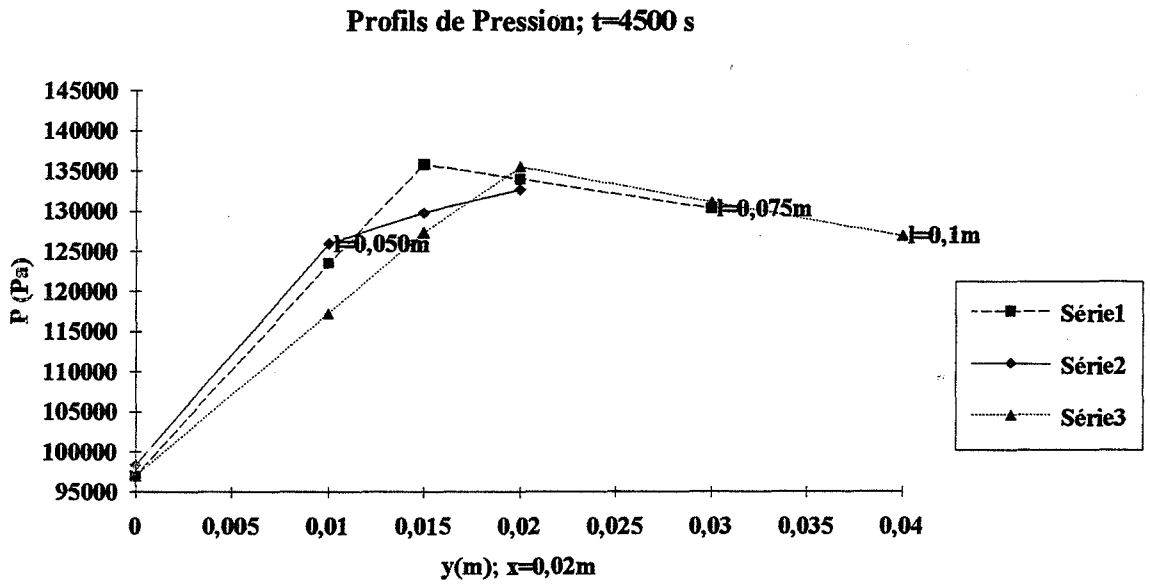


figure 48.2.7: profils de pression *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 4500 s

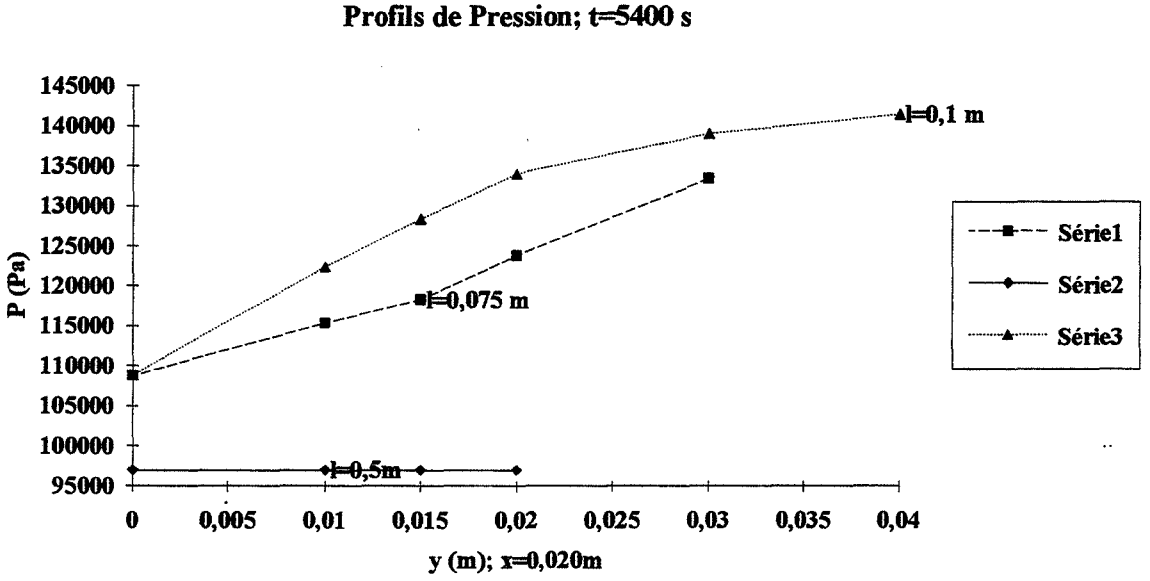


figure 48.2.8: profils de pression *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 5400 s

figures 48.2: Comparaison des profils de pression obtenus lors des simulations de traitements d'échantillons de 5 cm d'épaisseur et de 2,5 cm, 7,5 cm et 10 cm de largeur de taux d'humidité initiaux de 40% à 220°C avec une vitesse de 2,3°C/min.

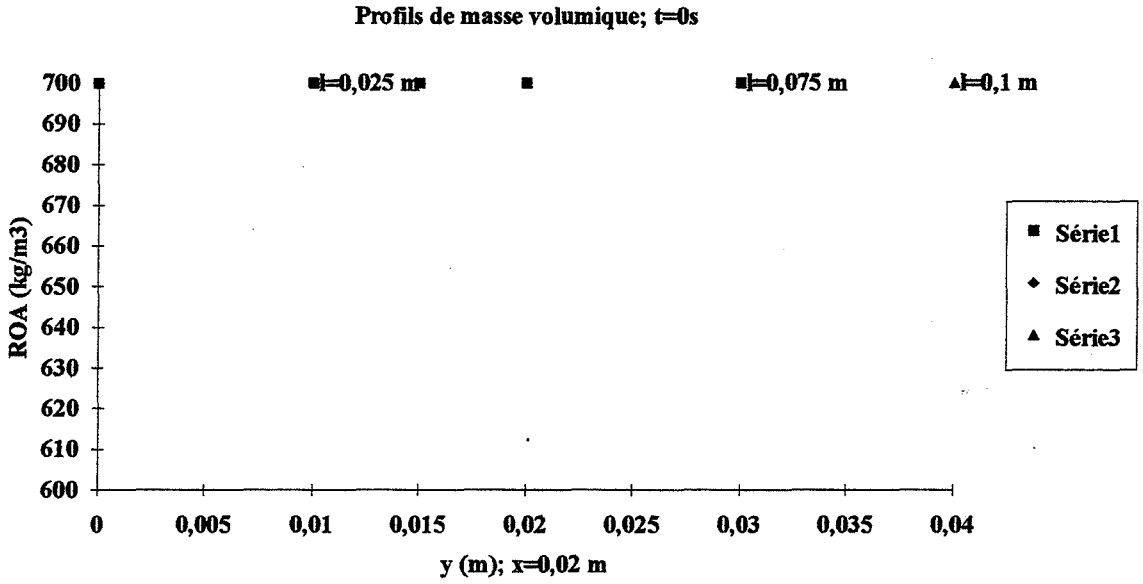


figure 48.3.1: profils de masse volumique *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 0 s

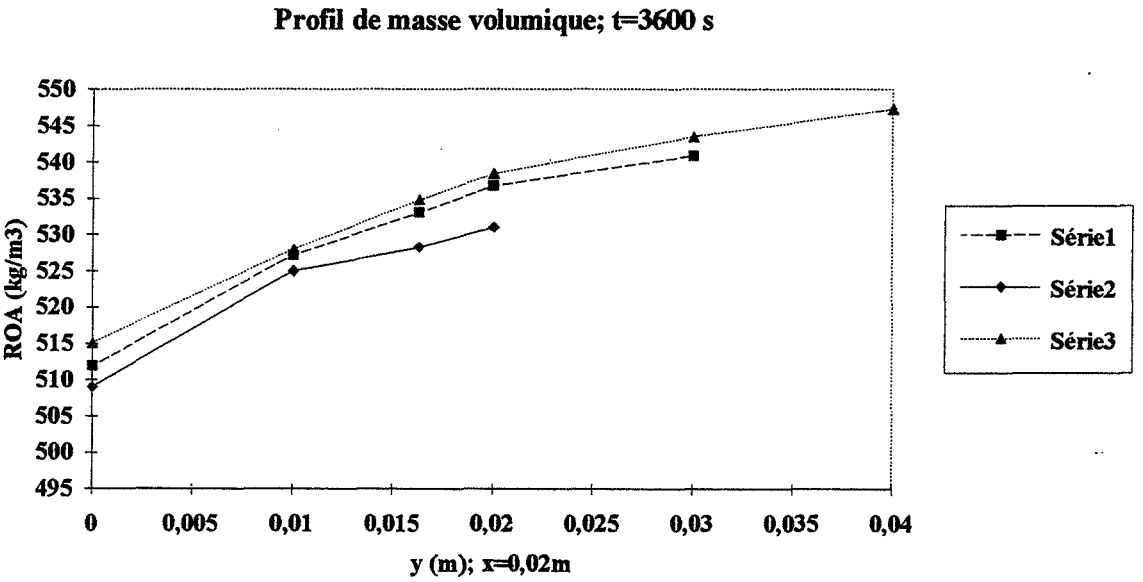


figure 48.3.2 profils de masse volumique *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 3600 s

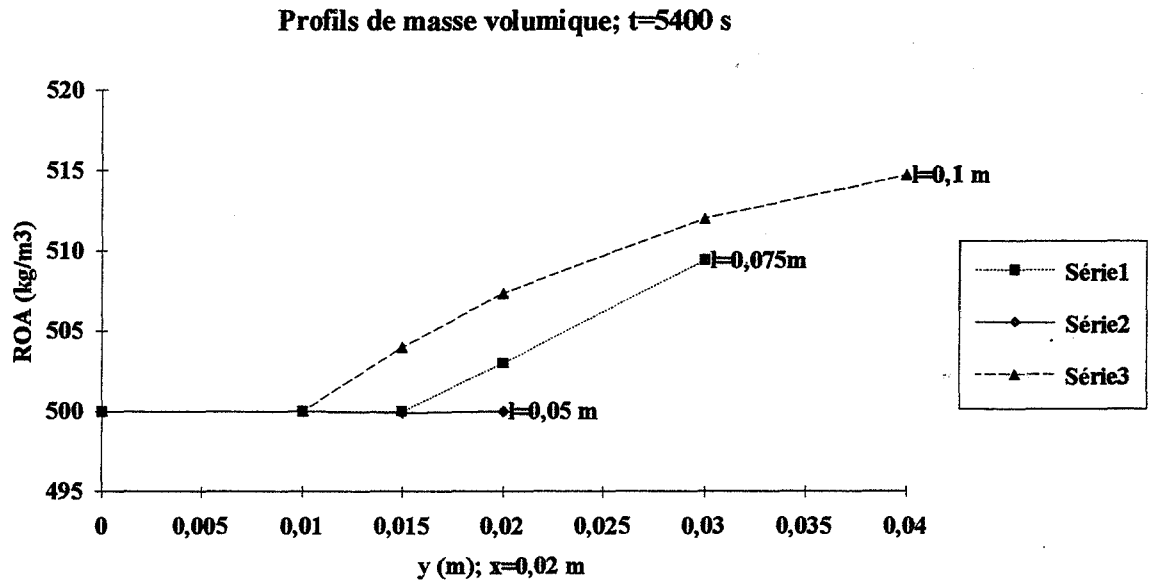


figure 48.3.3 profils de masse volumique *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 5400 s

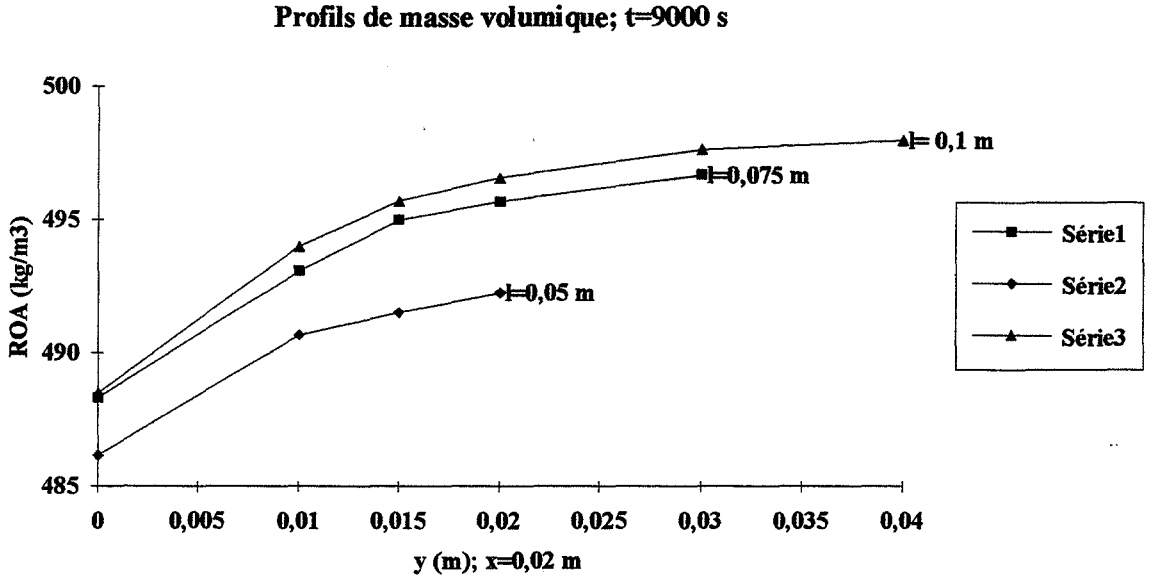


figure 48.3.4 profils de masse volumique *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 9000 s

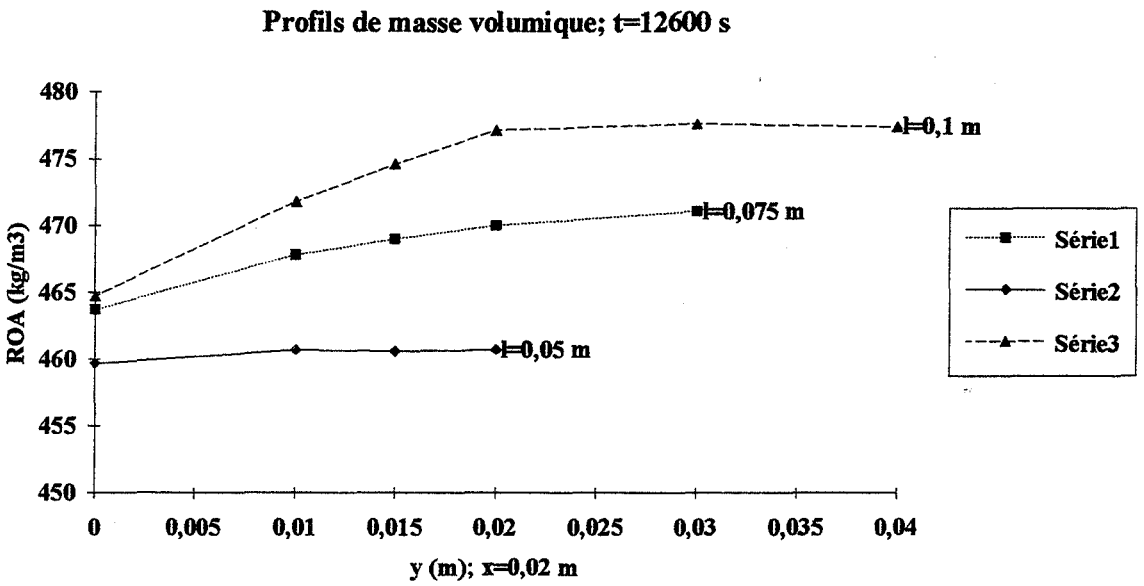


figure 48.3.5 profils de masse volumique *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 12600 s

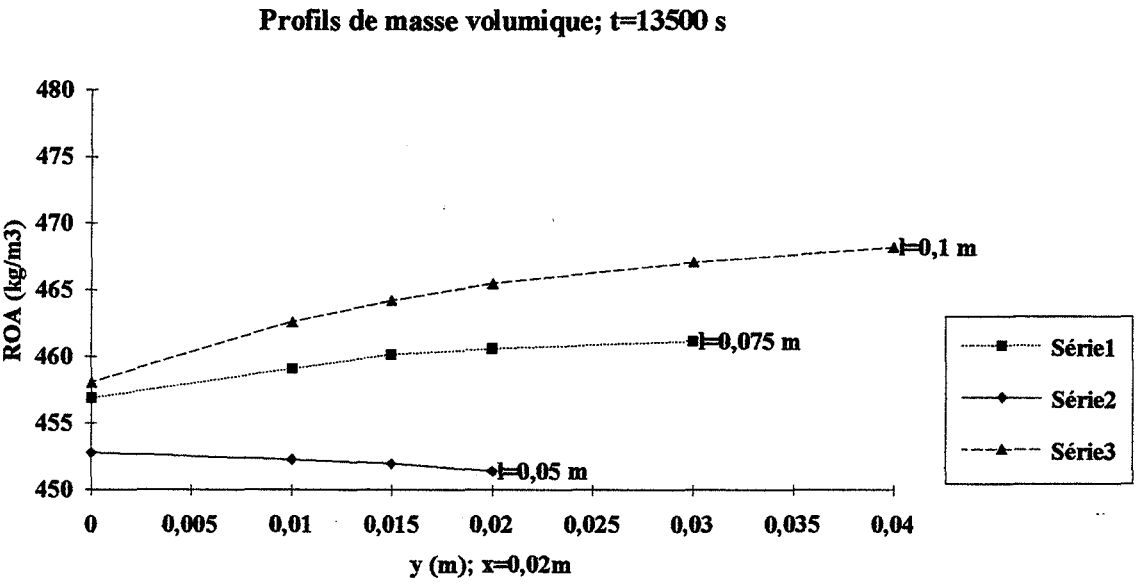


figure 48.3.6 profils de masse volumique *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 13500 s

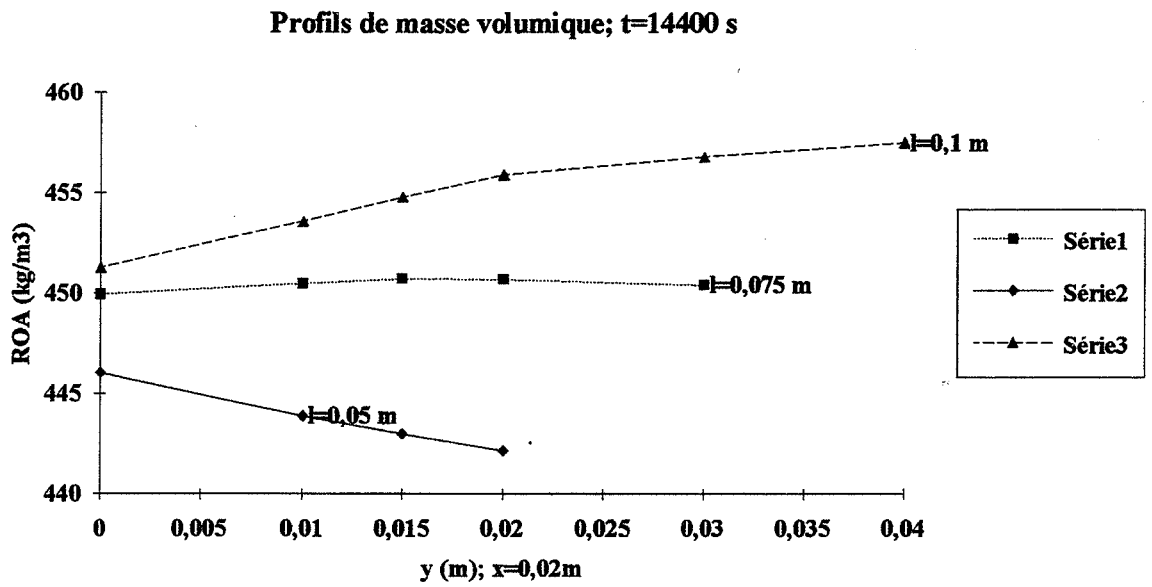


figure 48.3.7 profils de masse volumique *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 14400 s

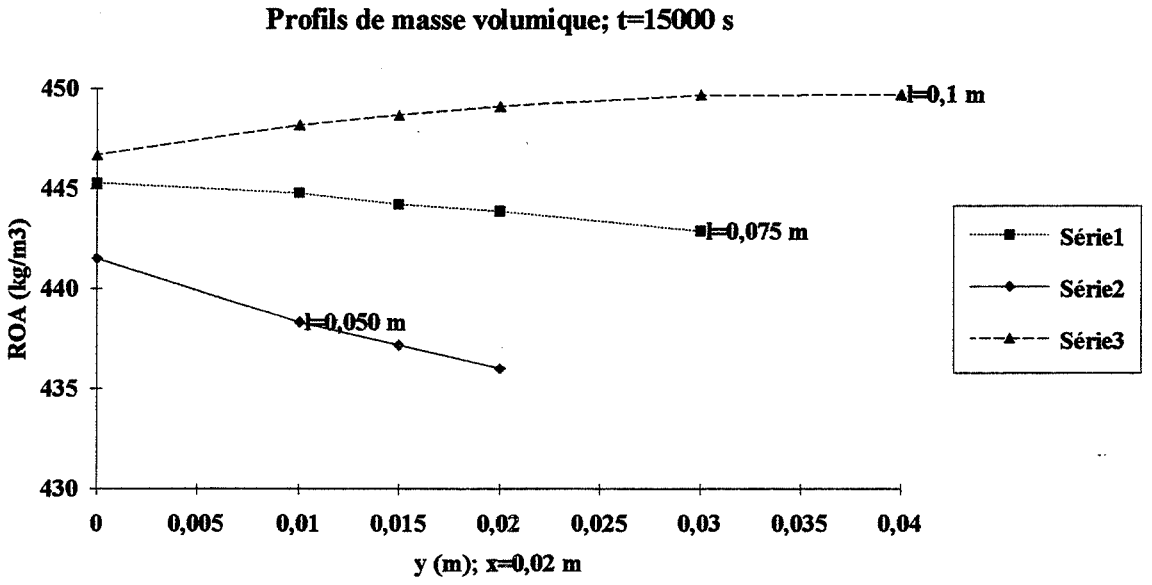


figure 48.3.8 profils de masse volumique *au centre (x=2 cm) et dans le sens de la largeur (y variables) à* t= 15000 s

figures 48.3: Comparaison des profils de masse volumique obtenus lors des simulations de traitements d'échantillons de 5 cm d'épaisseur et de 2,5 cm, 7,5 cm et 10 cm de largeur de taux d'humidité initial de 40% à 220°C avec une vitesse de 2,3°C/min.

Le tableau suivant résume les influences des différents paramètres de traitement (taille de l'échantillon, température de traitement, vitesse de montée en température, taux d'humidité initial) dont on augmente les valeurs.

Résumé de l'étude de l'influence des paramètres de traitement:

Paramètres étudiés	T (°C)	∇T	X	∇X	P (Pa)	∇P	$\left(\frac{-dM}{\partial t}\right)$
LX, LY (m)	augmente moins vite	plus important	diminue moins vite	plus important	diminue moins vite	plus important	maximum atteint plus tard
X_0	palier de vaporisation plus long	plus élevé	la vitesse de séchage augmente; diminue plus vite;		devient plus élevée	devient plus élevé	plus faible pendant la deuxième phase
v (°C/s)	augmente plus vite	plus élevé	diminue plus vite	plus élevé	monte plus vite vers un maximum; plus élevée;	devient plus élevé	maximum plus élevée et atteint plus vite
T (°C)	augmente plus vite	plus important pendant la deuxième phase	diminue plus vite				augmente ; maximum atteint plus vite;
t (s)		diminue pendant la deuxième phase					passe par un maximum

Ainsi, ces études permettent d'une part d'ajuster les paramètres du modèle et d'autre part d'étudier les influences des paramètres de traitement tels que:

- la température de traitement
- la durée de traitement
- la vitesse de montée en température
- l'épaisseur de l'échantillon
- l'humidité initiale

- l'essence du bois

On retrouve les tendances obtenues lors des études expérimentales. D'où l'importance de ce modèle pour étudier les influences des paramètres.

I.III.4- Application de ce modèle pour le contrôle du procédé:

De nombreux auteurs ont travaillé sur l'utilisation d'un modèle pour le contrôle d'un procédé de traitement thermique.

Alvarez G. et al. (1994) ont étudié la simulation et le contrôle d'un procédé de réfrigération des fruits et légumes dans une palette. Cette étude leur ont permis de choisir les deux points critiques à contrôler: le point le plus chaud et le point le plus froid. Ils proposent l'utilisation de leur modèle en tant que capteur-logiciel en ligne permettant de prédire le comportement du produit.

Richalet J. (1994) a analysé la possibilité d'utilisation d'un modèle prédictif pour le contrôle d'un procédé. Il insiste sur l'importance de cet outil pour l'optimisation de la production en tenant compte des contraintes sur les paramètres du procédé.

Watanabe et al. (1994) proposent une méthode d'optimisation du transfert de chaleur lors de stérilisation à l'intérieur d'une conduite cylindrique à l'aide d'un modèle qui permet de prédire les températures du produit pendant la phase de montée en température et pendant la phase de refroidissement.

Mezerette (et al., 1992) présentent la composition et la toxicité des effluents de pyrolyse. Ils constatent que la pyrolyse de l'épicea (résineux) favorise la formation d'hydrocarbures et de goudrons tandis que la pyrolyse du chêne (feuillu) favorise l'émission de composés acides. Les procédés à combustion partielle génère davantage de gaz non condensable. Plusieures voies sont envisageables pour le traitement et la valorisation des effluents de la pyrolyse (la condensation, l'épuration par voie biologique, l'electrofiltration) mais le traitement thermique est le plus efficace il permet d'améliorer les rendements de production et de réduire considérablement les quantités de polluant émises.

Ce contrôle de la température est utile pendant la phase de rétification. En effet, à cause des réactions exothermiques, le contrôle de la température est nécessaire afin d'éviter l'emballement vers la température de pyrolyse qui est d'ailleurs plus polluante; ce contrôle est ainsi un des moyens permettant de contrôler la qualité du produit final dont la température est le principal facteur (figures 50.1 et 50.2).

Comme le procédé est géré par un système d'équations différentielles non-linéaires , nous avons choisi une commande non-linéaire adaptatif L/A en boucle fermée (figure 49). Malgré sa simplicité, cette commande est suffisamment robuste pour assurer la régulation autour de la température de rétification comme le montre les résultats des simulations (figures 50).

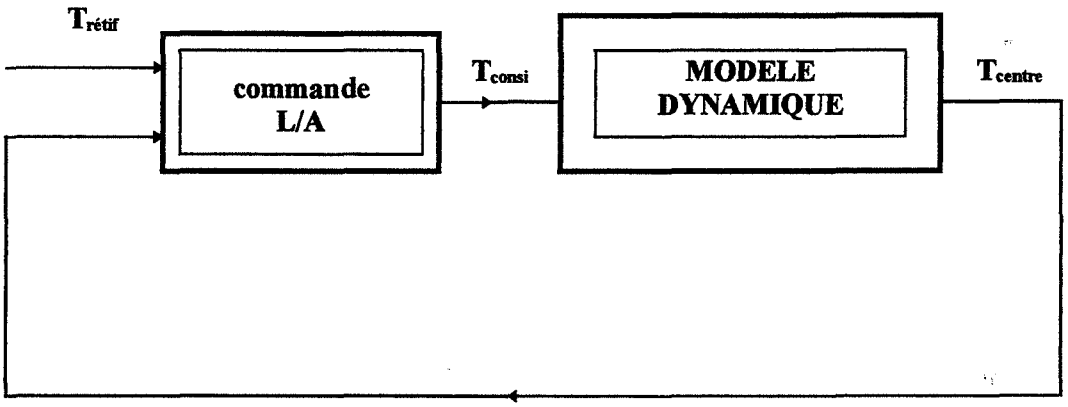


figure 49: schéma de la régulation de la température du bois

L'équation de cette commande non-linéaire s'écrit , après identification des paramètres par simulation:

$$T_{consi} = \left(T_{retif} - 8 - \frac{7 \cdot (LX - 0{,}025)}{0{,}125} \right) \cdot \left(\frac{T_{retif}}{T_{centre}} \right)$$

où

T_{retif}	est la température de traitement (°C)
T_{centre}	est la température au centre de l'échantillon (°C)
T_{cons}	est la température de consigne du réacteur (°C)
LX	est l'épaisseur de l'échantillon (m)

Cette équation est de la forme:

$$u(t) = u_0 \cdot \left(\frac{\hat{y}}{y_m} \right)^k$$

avec

$k = 1$

$\hat{y} = T_{retif}$

$y_m = T_{centre}$

$$u_0 = \left(T_{retif} - 8 - \frac{7 \cdot (LX - 0{,}025)}{0{,}125} \right).$$

De plus, en l'intégrant dans le modèle, elle permet de choisir au préalable la température de consigne correspondant à une température de rétification donnée en fonction des caractéristiques du bois (essence, épaisseur,...)

Nous avons fait intervenir cette épaisseur dans l'expression de u_0 qui est une constante et qui est ainsi fonction de la température de consigne de traitement et de l'épaisseur de l'échantillon à traiter..

Dans ce type de régulateur, nous avons choisi comme variable d'état la température au centre du bois (point le plus froid pendant la première phase et le plus chaud pendant la deuxième phase) et comme variable de commande la température de l'atmosphère gazeuse du four: c'est une régulation monovariable. L'épaisseur de l'échantillon (ou sa largeur) influe beaucoup sur l'évolution de la température au centre de l'échantillon. Ce qui justifie encore la nécessité du contrôle de cette température (figures 50.3 à 50.5).

Cette régulation doit être déclenchée seulement quand la température au centre du bois est proche de la température de rétification qui est la température de consigne. Ce qui implique

que les autres paramètres jouent des rôles moins importants. C'est la raison pour laquelle nous avons effectué les simulations avec du bois anhydre.

Il serait intéressant de vérifier ces résultats des simulations expérimentalement en intégrant cette équation de commande dans le programme d'acquisition et de conduite du procédé sur le petit reacteur et sur des petits échantillons d'abord.

Nous avons choisi ce type de commande à cause de la forme exponentielle de la réaction exothermique et de la non-linéarité de l'équation de transfert de chaleur. Si la durée du palier de rétification est très courte, il faut anticiper cette régulation à cause de l'inertie du bois (phénomène de transfert) qui implique un temps de réponse plus ou moins long selon l'épaisseur de l'échantillon. Un des avantages de cette commande est la facilité de l'identification des paramètres u_0, k, par rapport aux autres types de commande PID par exemple, où les paramètres à déterminer sont plus nombreux.

Un autre avantage est la robustesse, même si les paramètres ne sont pas optimisés. L'écart avec la température de consigne est de l'ordre de 1 à 2°C suivant l'épaisseur de l'échantillon, alors qu'en absence de régulation, la température risque de s'emballer, ce qui entraînerait une dégradation importante de la qualité du produit final.

Cette régulation de la température est complémentaire au contrôle qui est réalisé grâce à l'utilisation d'un capteur de gaz. Celle-ci permet en effet de déterminer le temps de séjour ou plus précisément la durée du palier de rétification car ce capteur de gaz permet de suivre l'évolution globale de la phase de rétification.

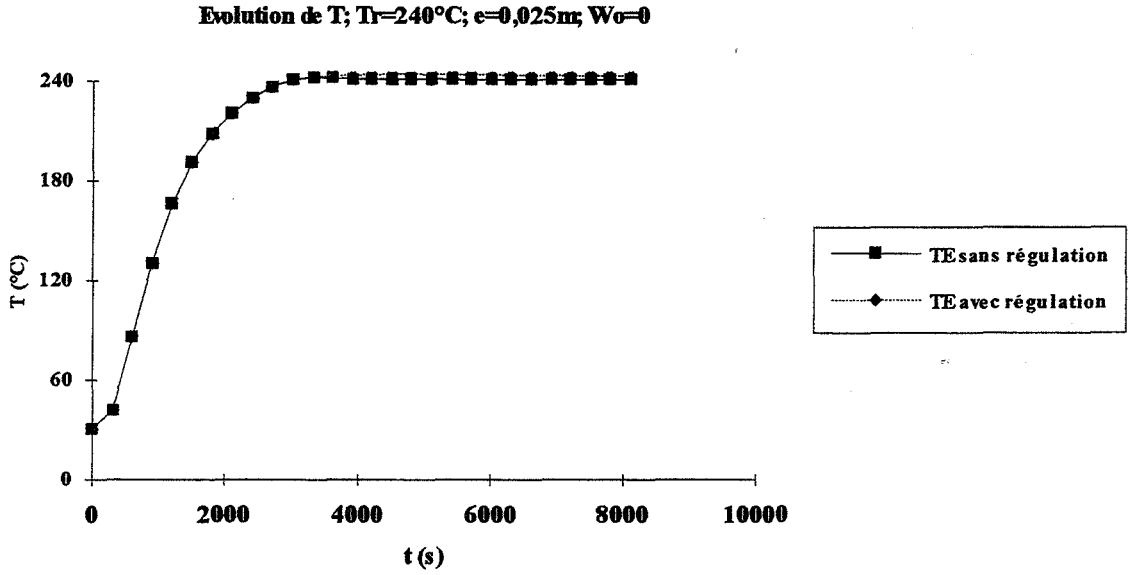


figure 50.1.a: courbes d'évolution de <u>la température</u> *au centre de l'échantillon (variable d'état)*

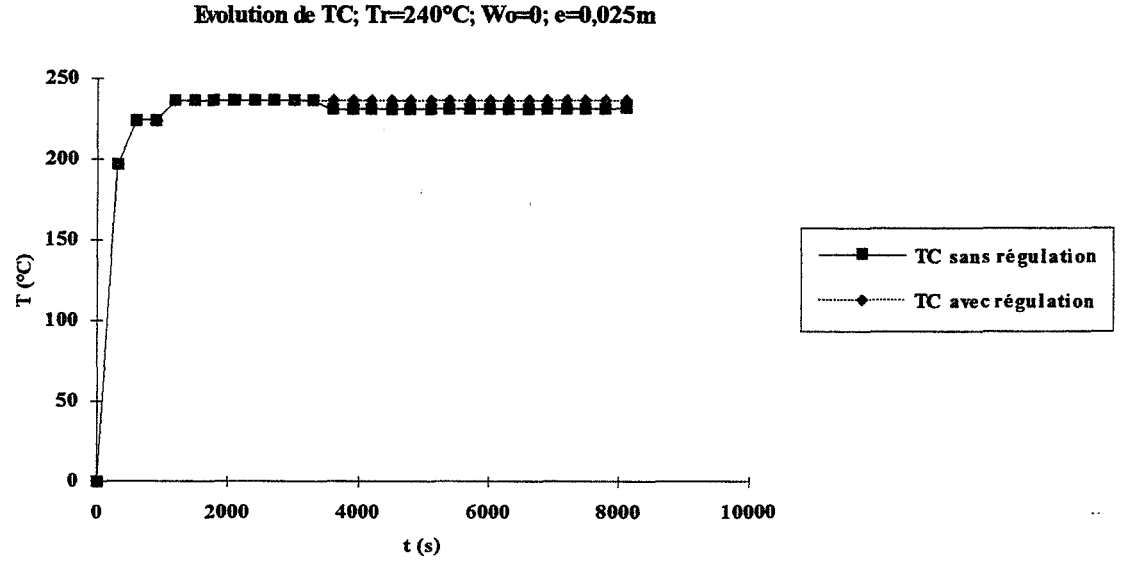


figure 50.1.b: courbes d'évolution de la <u>température de consigne</u> *(variable de commande)*

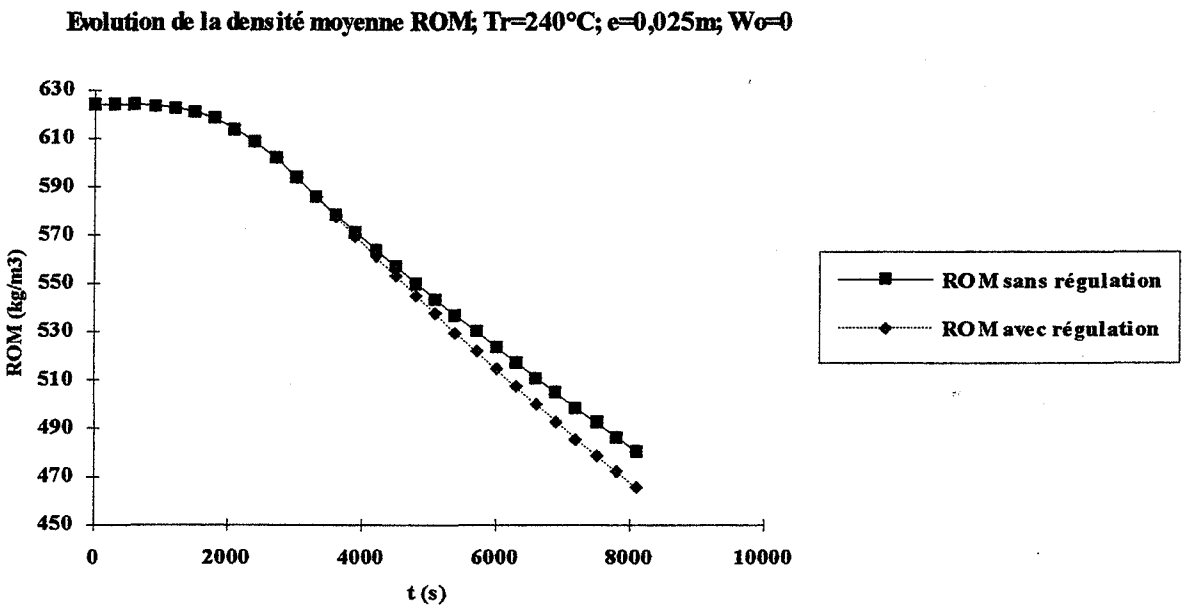


figure 50.1.c: courbes d'évolution de la masse volumique moyenne *de l'échantillon*

figures 50.1: simulations du contrôle du traitement d'un échantillon sec de 2,5 cm d'épaisseur et 5 cm de largeur à 240°C

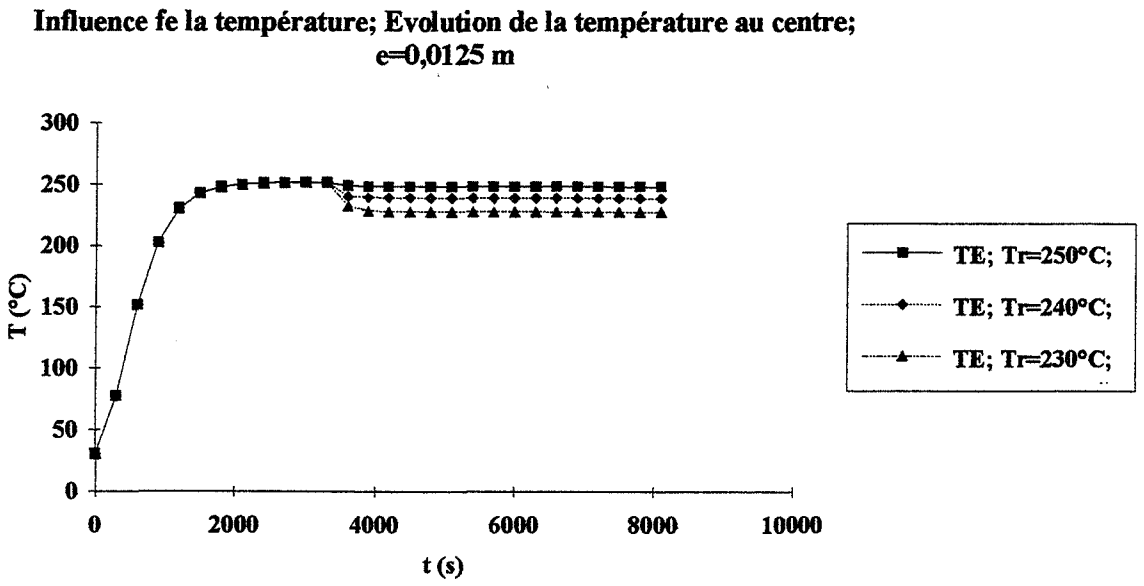


figure 50.2.a: courbes d'évolution de la température *au centre de l'échantillon (variable d'état)*

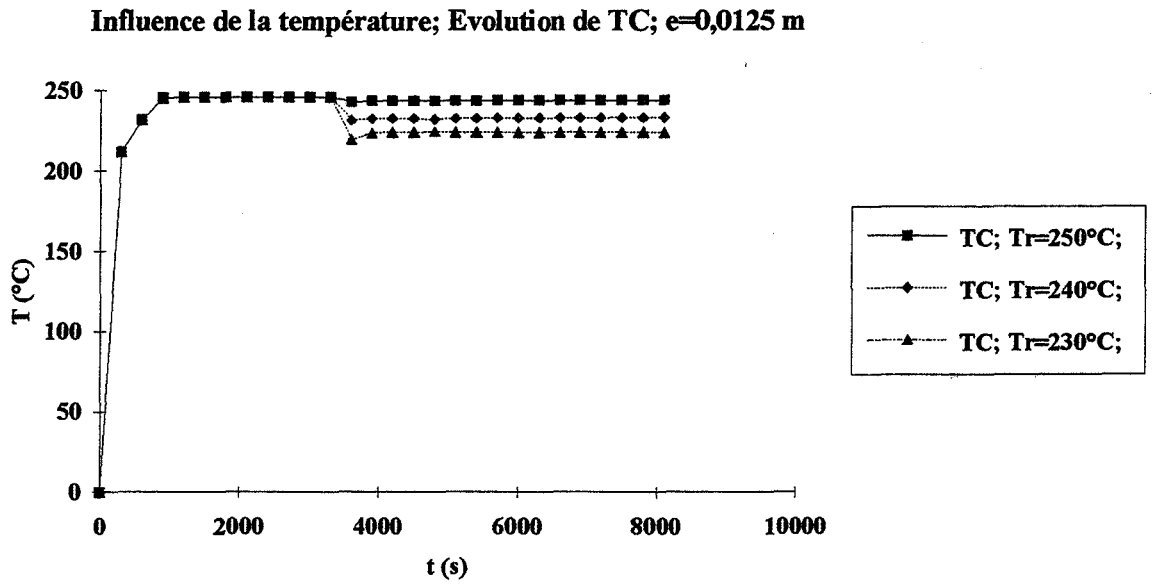


figure 50.2.b: courbes d'évolution de la **température de consigne** *(variable de commande)*

figures 50.2: simulations du contrôle des traitements d'échantillons secs de 1,25 cm d'épaisseur et 5 cm de largeur à 230, 240 et 250°C

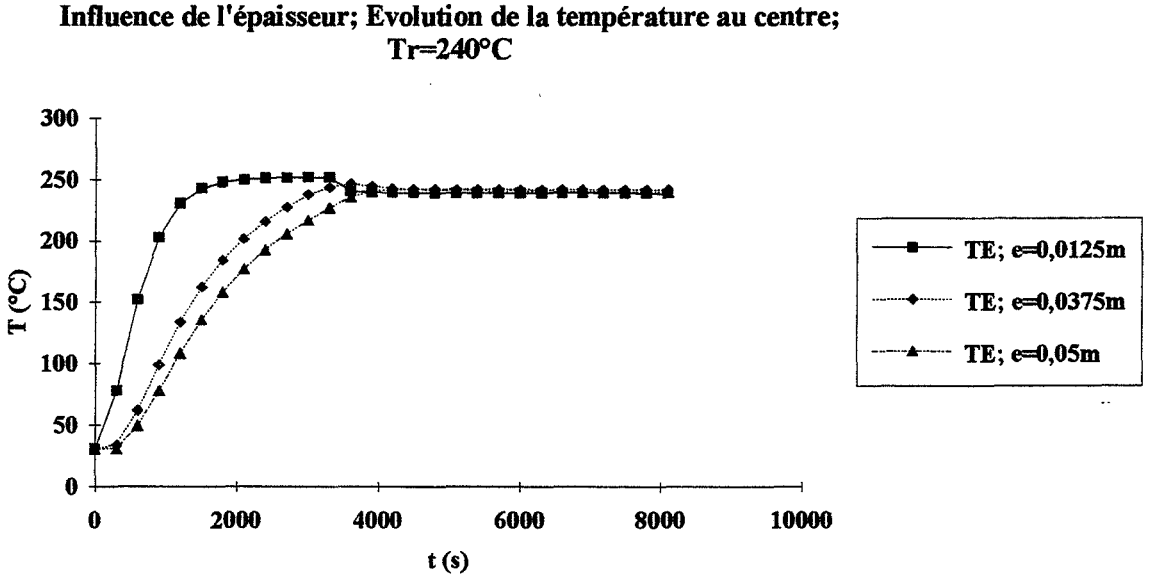


figure 50.3.a: courbes d'évolution de la **température** *au centre de l'échantillon (variable d'état)*

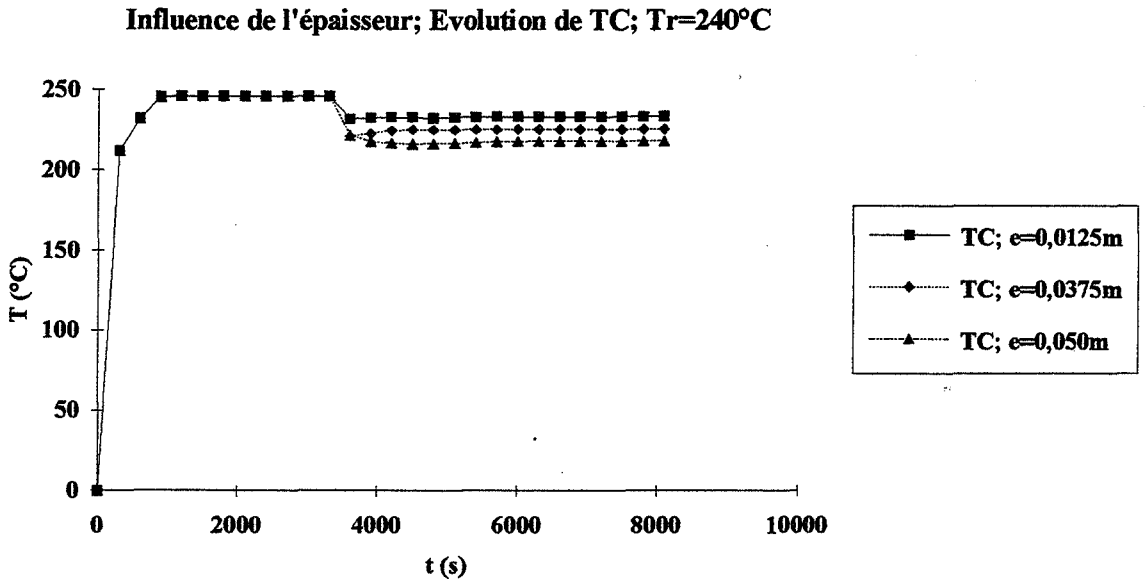


figure 50.3.b: courbes d'évolution de la température de consigne *(variable de commande)*

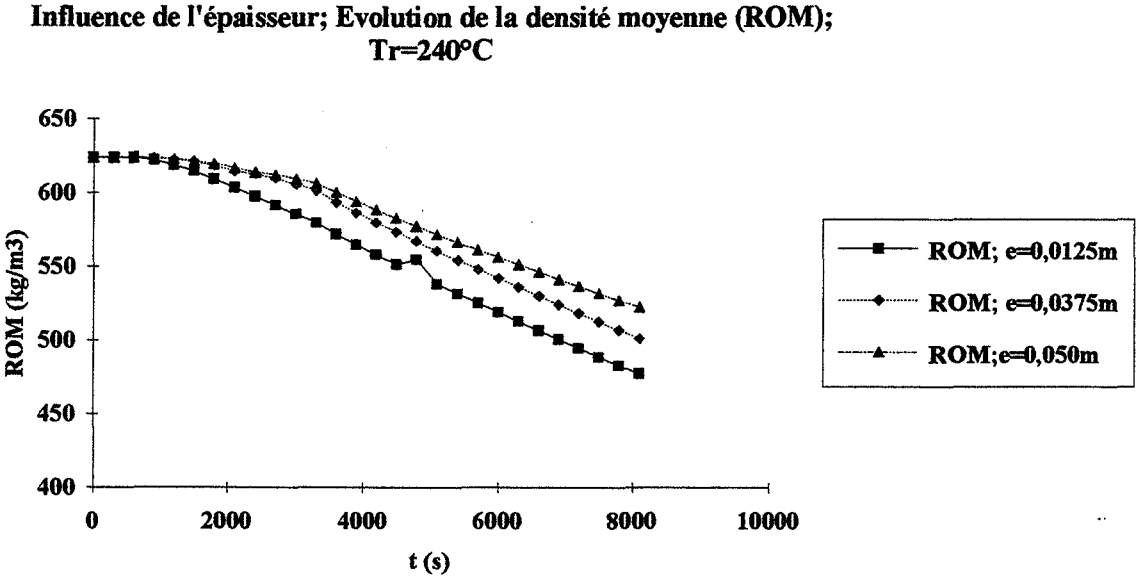


figure 50.3.c: courbes d'évolution de la masse volumique moyenne *de l'échantillon*

figures 50.3: simulations du contrôle des traitements d'échantillons secs de 1,25 cm, 3,75 cm et 5 cm d'épaisseur et 5 cm de largeur à 240°C

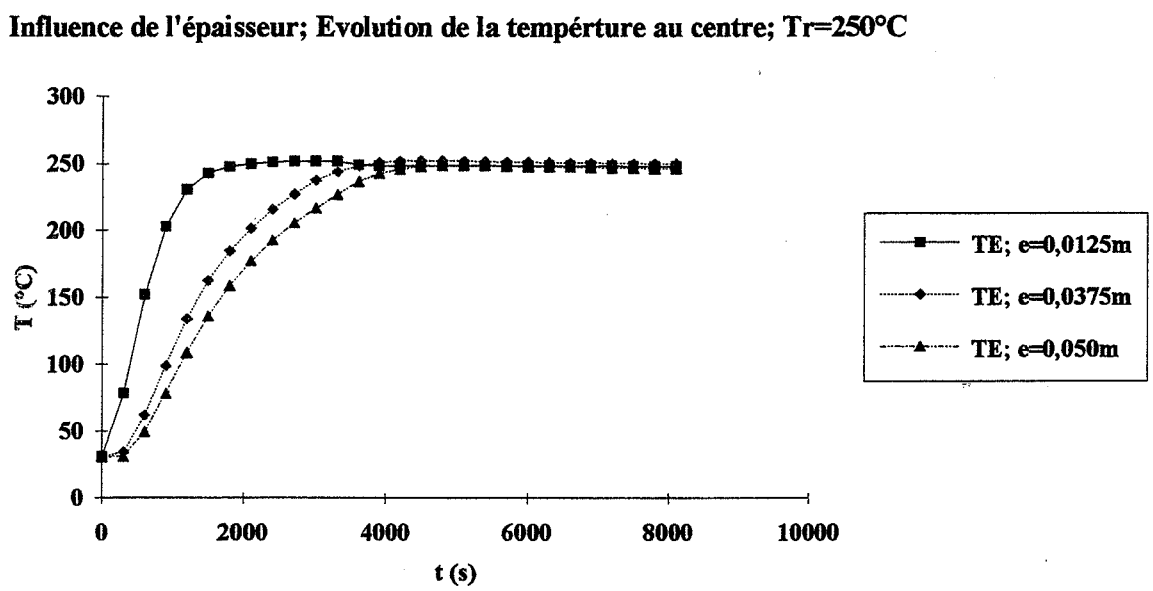


figure 50.4.a: courbes d'évolution de la **température** *au centre de l'échantillon (variable d'état)*

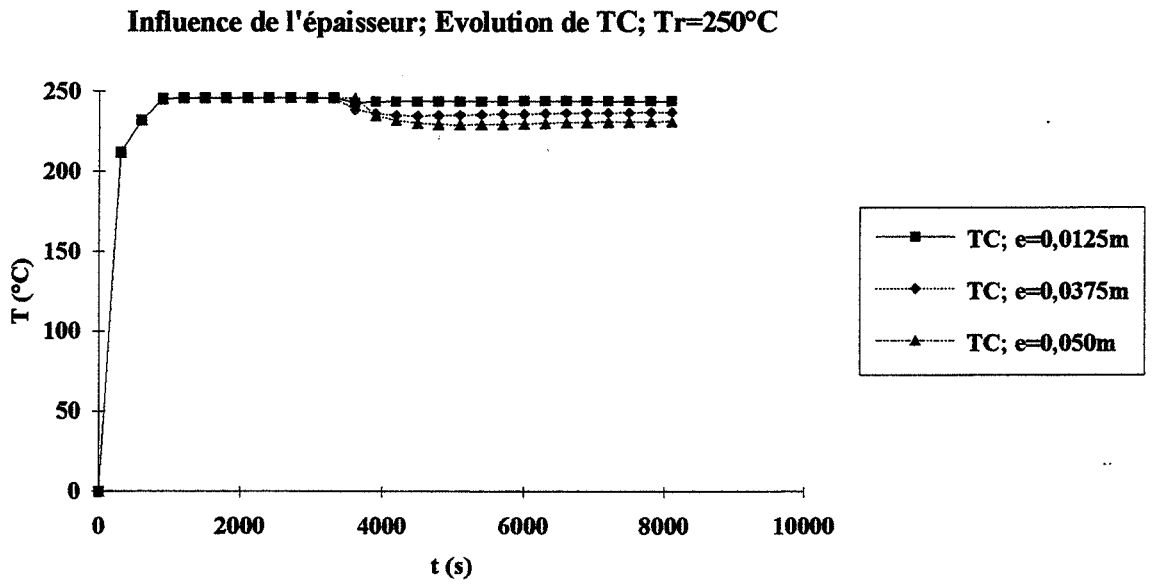


figure 50.4.b: courbes d'évolution de la **température de consigne** *(variable de commande)*

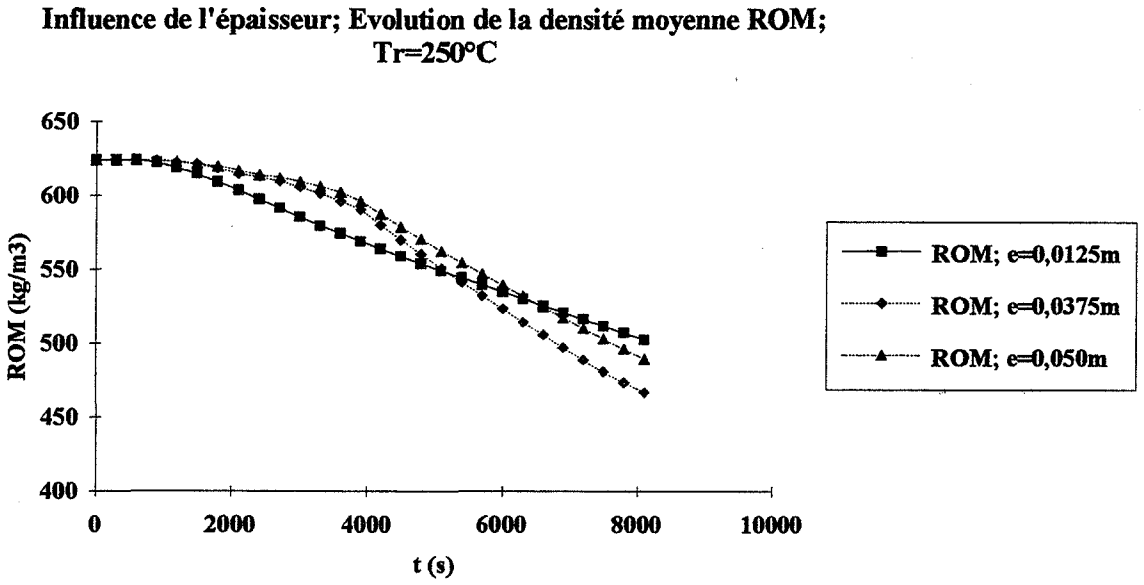


figure 50.4.c: courbes d'évolution de la masse volumique moyenne *de l'échantillon*

figures 50.4: simulations du contrôle des traitements d'échantillons secs de 1,25 cm, 3,75 cm et 5 cm d'épaisseur et 5 cm de largeur à 250°C

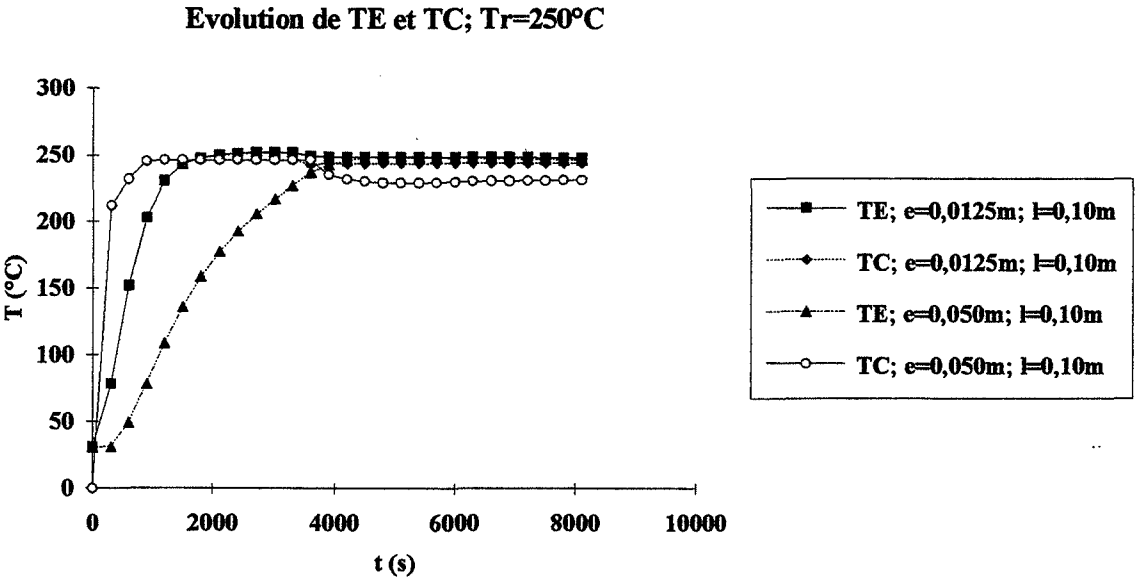


figure 50.5.a: courbes d'évolution de la température *au centre de l'échantillon (variable d'état) et de la température de consigne (variable de commande)*

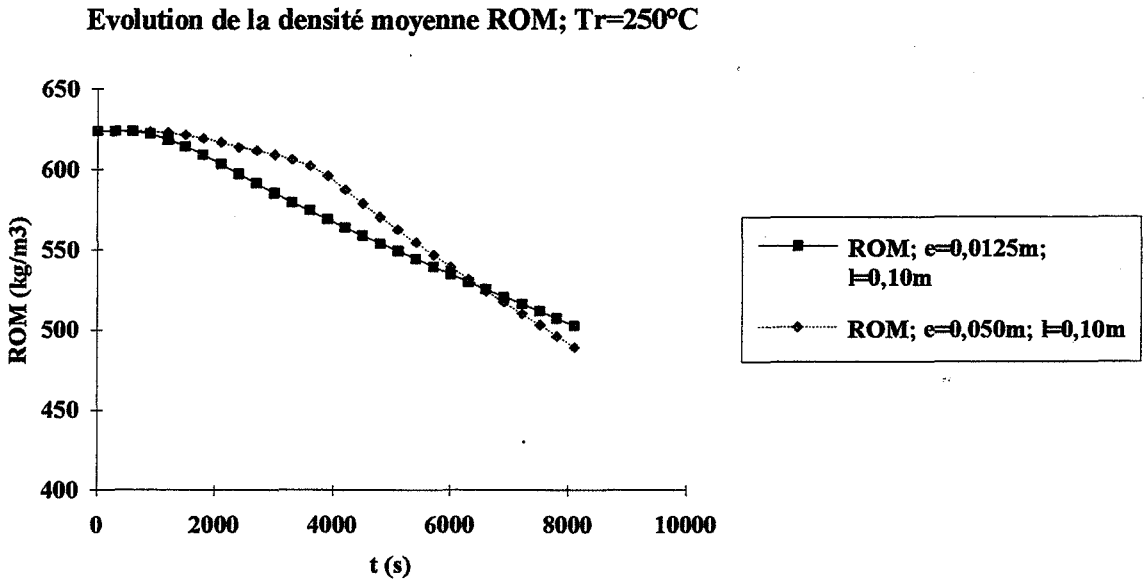


figure 50.5.b: courbes d'évolution de la masse volumique moyenne

figures 50.5: simulations du contrôle des traitements d'échantillons secs de 1,25 cm et 5 cm d'épaisseur et 10 cm de largeur à 250°C

I. IV CONCLUSION:

L'utilisation du logiciel DSS2 qui est un logiciel de simulation dynamique nous a permis de résoudre numériquement le système d'équations non linéaires établies du modèle de connaissance régissant le procédé de rétification du bois massif sous gaz convectif.

Ce modèle met en évidence l'interdépendance entre les différents paramètres de traitement et en particulier entre le transfert de masse et le transfert de chaleur.

Les résultats de ce modèle confirment les résultats expérimentaux: influence des paramètres du bois à traiter et des paramètres du procédé. Nous l'avons validé sur des échantillons courts (15 cm). Il faudrait vérifier avec des échantillons plus longs.

Avec du bois humide, cette validation doit être confirmée en ajustant les paramètres avec les hypothèses qui ont été posées (modèle bi-dimensionnel: radial x tangentiel). En fait, c'est le transfert d'humidité dans un long échantillon humide qui nécessite un modèle tridimensionnel (radial x tangentiel x longitudinal).

La validation du modèle nécessite un temps très long, de nombreuses simulations à cause du nombre élevé des paramètres, nécessite également le choix des paramètres à optimiser.

Ce modèle constitue une aide pour l'optimisation du traitement pour choisir les paramètres du procédé (température, durée, vitesse de montée en température) en fonction des échantillons à traiter (dimension, essence, humidité initiale) et en fonction des propriétés physico-chimiques qu'on veut obtenir. Cependant, la qualité du produit final ne peut être évalué qu'expérimentalement (biodégradabilité, hygroscopie, stabilité dimensionnelle). Ainsi ce modèle n'est pas complet pour l'optimisation car il faudrait établir expérimentalement des corrélations entre ces propriétés physico-chimiques et les conditions de traitement.

CONCLUSION

CONCLUSION:

Au cours de ce travail, notre objectif est de répondre à la question comment maîtriser le procédé de rétification du bois massif en vue de son optimisation.

Aussi avons-nous mené d'une part une étude expérimentale et d'autre part la modélisation du traitement.

L'étude expérimentale a permis de mettre en évidence:

- que le traitement comporte deux phases: la phase de séchage et la phase de rétification;
- l'évolution de la pression interne de l'échantillon traité au cours du traitement;
- l'influence des paramètres de traitement qui sont d'une part la température de traitement, la durée du traitement, la vitesse de montée en température, les étapes intermédiaires et d'autre part l'humidité initiale, l'épaisseur et l'essence de l'échantillon, sur l'évolution des températures à l'intérieur de l'échantillon et sur la cinétique de perte de masse;
- l'influence des paramètres de traitement sur les cinétiques d'émission de gaz par l'échantillon au cours du traitement;
- la possibilité de contrôler le procédé en utilisant un capteur de gaz et des thermocouples;
- l'existence , pendant la phase de rétification, d'un maximum commun sur l'évolution de la vitesse de perte de masse, les cinétiques d'absorbance des composés émis et l'évolution du signal de sortie du capteur de gaz utilisé.

Le modèle de connaissance que nous avons établi a permis:

- d'expliquer les phénomènes prépondérants au cours du processus de rétification;
- de prédire le traitement;
- d'obtenir des profils de température, d'humidité, de pression et de masse volumique à l'intérieur d'un échantillon; ce qui est assez difficile à réaliser expérimentalement.

Il est utilisable pour l'étude des influences des paramètres du traitement , pour le contrôle de la température à l'intérieur de l'échantillon et surtout pour la détermination du mode de conduite optimale du procédé (température de traitement, durée du traitement, vitesse de montée en température).

Les échantillons utilisés et les dispositifs expérimentaux (four instrumenté, couplage four-spectromètre IRTF, association four- spectromètre IRTF- capteur de gaz) nous a permis d'étudier simultanément et en continu les phénomènes de transferts de chaleur, d'humidité et d'émission de composés gazeux au cours du traitement de rétification du bois massif.

Les résultats expérimentaux corroborés par les résultats numériques montrent que ces dispositifs expérimentaux reflètent assez bien le procédé à l'échelle pilote ou sémi-industrielle; il reste à compléter ce travail par l'étude des effets éventuels du refroidissement du four, de la vitesse de circulation de l'atmosphère gazeuse.

Il serait également intéressant si c'est possible, de suivre en continu l'évolution des propriétés mécaniques soit expérimentalement, soit par le moyen de la modélisation.

D'après les résultats expérimentaux et les résultats numériques, la vitesse de montée en température, la température de traitement, sa durée d'une part et l'humidité initiale, l'épaisseur et l'essence du bois d'autre part , conditionnent la vitesse de séchage, la vitesse et le dégré d'avancement des réactions et l'homogénéité du traitement dont dépendent les propriétés du produit final.

Les résultats expérimentaux montrent des bonnes corrélations entre la cinétique de perte de masse, la cinétique d'émission des gaz et l'évolution du signal du capteur.

L'étude des cinétiques de perte de masse et de l'évolution du signal du capteur de gaz ont permis des études quantitatives tandis que l'étude des évolutions de l'absorbance des composés émis nous a permis des études qualitatives et sémi-quantitatives.

En ce qui concerne la modélisation du traitement sous gaz convectif, les résultats sont satisfaisants mais ce modèle peut être amélioré en optimisant certains paramètres en particulier ceux des cinétiques de réactions qui varient en fonction des essences du bois. Ce modèle pourrait être utilisé pour la prédiction du traitement et par conséquent, pour son optimisation.

A l'état des connaissances actuelles, il est nécessaire d'établir des corrélations entre les paramètres de traitement et les propriétés physico-chimiques du bois traité (hygroscopicité, stabilité dimensionelle, biodégradabilité, couleur) par des études statistiques.

Nous avons établi également un modèle bi-dimensionnel pour le traitement sous micro-onde (Annexe 17: programme n°3); cependant, il n'a pas pu être validé expérimentalement sur du bois massif relativement sec surlquel nous avons consacré nos études. Les résultats que nous avons obtenus démontrent qu'il est préférable de coupler le traitement sous micro-onde avec le traitement sous gaz convectif. Beaucoup de travaux restent à effectuer pour la détermination des paramètres. Des voies sont ouvertes pour le traitement de bois humide...

Les résultats montrent la complémentarité entre l'étude expérimentale et la modélisation du traitement et leurs utilités dans la compréhension et la maîtrise des phénomènes prépondérants intervenant au cours de ce traitement thermique de rétification du bois massif.

Les objectifs fixés ont été atteint, du moins, à une petite échelle sur un procédé simple et moderne. La plupart des éléments nécessaires pour l'extrapolation vers une dimension plus grande sont préparés (modèle, contrôle).

Nous remarquons que ce procédé simple peut être appliqué à beaucoup d'autres produits différents du bois (produits alimentaires, produits pharmaceutiques) afin d'étudier simultanément les phenomènes de transferts (chaleur, masse) et l'émission des composés gazeux détectables par le spectromètre IRTF.

Enfin, pour terminer, nous signalons que nous avons effectué ce travail non pas en tant que spécialiste du bois mais en utilisant les outils du génie des procédés.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES:

- **Agrawal**, Kinetics of reactions involved in pyrolysis of cellulose I. The three reaction model Can. J. Chem. Eng., 66, 403-412, 1988, cité par Balci, 1993.
- **Alvarez G., G. Trystram** , Control strategy of the refrigeration process: fruit and vegetables conditionned in a Pallet , Proceedings of the ACOFOP III Symposium, Paris,36, 265-272, Elsevier Science Publishers, October 1994.
- **Alves S.S. et Figueiredo J.L.**, Kinetics of cellulose pyrolysis modelled by three consecutive first order reactions,1989.
- **Alves A. et J.L. Figueiredo J.L.**, A model for pyrolysis of wet wood, Chemical Engineering Science, vol.44, n.12, p.2861-2869, 1989.
- **Amar S., Shakourzadeh K., Capart R., Gelus M.**, Simple mathematical model for the Solvolysis of cylindrical pine-wood samples, Applied Energy, 48, 137-148, 1994.
- **Avat F.**, Nature et rôle des extractibles dans la rétification du bois. DEA EMSE. St-Etienne, 1989.
- **Avat**, Contribution à l'étude des traitements thermiques du bois jusqu'à 300°C: transformations chimiques et caractérisations physico-chimiques, thèse de doctorat , EMSE, 1993.
- **Back E.L. , Salmen N.L.**, glass transition of wood components hold implications for molding and pulping processes, Tappi, vol. 65, n.7,1982.
- **Back E.L.**, The rate of isothermal heat evolution between 150 and 230°C of lignocellulosic sheet materials in an air stream, Holzforschung, vol.44, n.3, 1990.
- **Balci S., Dogu T., Yucel H.**, Pyrolysis kinetics of lignocellulosic materials, Ind. Eng. Chem. Res., 32, 2573-2579, 1993.
- **Basilico,** Le séchage convectif à haute température du bois massif, thèse INPL, Université de Nancy, 1985.
- **Beall F.C., Eickner H.W.**, Thermal degradation of wood components: a review of the litterature, 1970.
- **Bilbao**, Thermal decomposition of lignocellulosic materials: influence of the chemical composition; thermochemica Acta, 143, 293-298,1989.
- **Böhnke**, Etude expérimentale et theorique des traitements thermiques du bois. Caractérisation physico-mécaniques des bois traités, thèse de doctorat , EMSE, 1992.
- **Bonneau P.**, Modélisation du séchage d'un matériau hétérogène: Application à un bois résineux, Thèse Université Bordeaux I, 1991.
- **Booker R.E. et J.M. Evans**, The effect of drying schedule on the radial permeability of pinus radiata, Holz als Roh und Werkstaoff, 52, 150-156, 1994.
- **Booker**, Changes in transverse wood permeability during the drying of Dacrydium eupressinum and Pinus radiata. New zeland Journal of forestry science, 20 (2), 231-244,1990.
- **Bourgois J., Janin G., Guyonnet R.**, La mesure de couleur: Une méthode d'Etude et d'Optimisation des transformations chimiques du bois thermolysé, Holzforschung, 45, 377-382, 1991.
- **Bradley R.S.**, Polymolecular adsorbed films. Part II: The general theory of the condensation of vapours on finely divided solids, J. of the Chemical Society, 1799-1804, 1936 (cité par Lartigue).
- **Bramhall G.**, Sorption diffusion in the drying of solids, Fiber Science and Technology, 11, 291-303,1978.

- **Bramhall G.**, Fick's law and bound-water diffusion, Wood Science , 1976, 8,153-161, 1979.
- **Broido A.**, Kinetics of solid-phase cellulose pyrolysis, in Thermal Analysis, ed. Hans. G. Wiedemann, 19-35, Birkkhauer, Basel, 1972.
- **Brunauer, Emmett et Teller**, 1938, cité par Basilico, 1985.
- **Cabradilla K. E, Zeronian S.H.**, Influence of crystallinity on thermal properties of cellulose, in Thermal Analysis, ed. Hans. G. Wiedemann, 73-96, Birkkhauer, Basel, 1972.
- **Carrasco F.**, Thermo-mechano-chemical preatreatment of wood in a process development unit, Wood science and technology, 26, 413-428, 1992.
- **Chen P., Pei D. C. T.**, A mathematical model of drying processes, Int. J. Heat Mass Transfer, 32,2, 297-310, 1989.
- **Christiansen A.W.**, Effect of overdrying of Yellow-Poplar veneer on physical properties and bonding, Holz als Roh- und Werkstoff, 52, 139-149,1994.
- **Comstock**, directional permeability of softwoods, Wood and fiber 1,4,283-289, 1970.
- **Comstock G.L.**, Moisture diffusion coefficient in wood as calculated from adsorption, desorption and steady state data, Forest Products J., 97-103, March 1963 (cité par Bonneau P., 1991).
- **Dirol D., Guyonnet R.**, The improvement of wood durability by retification process, Report prepared for the 24 Annual Meeting of the international research group on wood preservation, Sweden, 1993.
- **Deglise X., Richard C., Rolin A., François H.**, Fast pyrolysis/ Gasification of lignocellulosic materials at short residence time, 1 st E.C. Conference, Applied science publishers Ltd, London, p.548- 553, 1981.
- **Dunlap**, The specific heat of wood, U.S. Dep. Agr. Bull , n.110 (cité par Basilico, 1985).
- **Engelhardt F.**, Untersuchungen Über die Wasserdampfsorption durch Buchenholz im Temperaturbereich von 110 bei 170 °C. Holz als Roh und Werkstoff, 37, 99-112, 1979. (cité par Basilico, 1985) .
- **Eickner H.W.**, Basic research on pyrolysis and combustion of wood. Forest Prod. J., 12, 194-199, 1962.
- **Faix O., Fortmann I., Bremmer J., Meier D.**, Thermal degradation products of wood: gas chromatographic separation and mass specrometric characterization of polysaccharide derived products, Holz als Roh- und Werkstoff , 49, 213-219, Springer-Verlag ,1991.
- **Faix O., Fortmann I., Bremmer J., Meier D.**, Thermal degradation products of wood: a collection of electron impact mass spectra of polysaccharide derived products, Holz als Roh- und Werkstoff , 49, 299-304, Springer-Verlag 1991.
- **Fang. P. et G. D. McGinnis**, Flash pyrolysis of hollocellulose from loblolly pine bark, in Thermal Analysis, ed. Hans. G. Wiedemann, 39-47, Birkkhauer, Basel, 1972.
- **Fengel et Wegener,** Wood chemistry. Ultrastructure. Reactions: Influence of temperature. ed. Walter de Gruyter, Berlin -New York ,319 -344, 1984.
- **Ferry**, 1970 (cité par Hillis 1978).
- **Funaoka A, Shibata M., Kako T., Abe I.**, Wood processing and utilisation, Ed. Ellis Horwood limited, 207-212, 1989.
- **Funaoka,** Condensation of lignin during heating of wood, Wood science and Technology, 24, 277-288,1990.
- **Goring D. A.I.**, Thermal sofening of lignin, hemicellulose and cellulose, 49 th Annual Meeting of the Technical Section, Pulp and Paper Magazine of Canada, 1963.
- **Hillis W.E. and Rozsa A.N.**, the softening temperatures of wood, Holzforschung, 1978.

- **Hsiang-cheng Kung**, A mathematical model of wood pyrolysis, Combustion and flame, 18, 185-195,1972.
- **Kansa E.J., Perlee H.E., Chaiken R.F.**, Mathematic model of wood pyrolysis including internal forced convection, Combustion and Flame 29,311-324,1977 .
- **Kandpal J.B., Maheshwari R.C.**, Thermochemical conversion of biomass to charcoal: collection and characterization of byproduct, Fuel science and technology INT'L., 12,1, 75-83, 1994.
- **Koch P.**, Utilization of the southern pines. Vol.I. USDA Forest service, Agriculture Handbook ,n.420, 326-328,1972 .
- **Kollmann et Côté**, Principles of wood science and technology, Springer Verlag, Berlin, 1968.
- **Kollmann et Schneider**, Über das Sorptionsverhalten warmebehandelter Höltzer, Holz Roh- Werkst, 21, 77-85, 1963 (cité par Christiansen, 1994).
- **Kollmann et Fengel**, Änderungen der chemischen Zusammensetzung von Holz durch thermische Behandlung. Holz Roh- Werkst., 23, 461-468, 1965 . (cité par Christiansen, 1994)
- **Langmuir**, 1918, cité par Basilico,1985.
- **Lapierre C. and Monties B.**, Differential calorimetric study of Pine and Poplar lignins between 300 and 525°K, J. of Applied Polymer Science, 32, 4561-4572, 1986.
- **Lartigue**, Mécanismes élémentaires mis en jeu lors du séchage du pin maritime, thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, 1987.
- **Luikov**, Heat and mass transfer in capillary porous bodies, Pergamon Press, 1966.
- **Luikov A. V.**, Int. J. of Heat and Mass Transfer, 18,1-14, 1975.
- **Martin et al**, Upgrading of softwood quality using high temperature drying; a new optimal process, IUFRO,1989 .
- **Mezerette C., Girard P., Vergnet A.M.**, Aspects environementaux liés à la pyrolyse de la biomase, Revue Bois et Forêts des Tropiques, n.232, 2ème trimestre 1992.
- **MacLean J.D.**, Rate of disintegration of wood under different heating conditions. Proc. Ann. Meet. Am. Wood-Preserv. Assoc. , 47, 155-169, 1951.
- **Ménez P.**, La spectroscopie infrarouge, Analusis, 15,10, 1987.
- **Michell A.J.**, FTIR spectroscopic studies of the reactions of wood and of lignin model compounds with inorganic agents, Wood science and technology,27,69-80,1993.
- **Mitchell P.H.**, Irreversible property changes of small loblolly pine specimens heated in air, nitrogen or oxygen. Wood Fiber Sci. , 20, 3, 320-335, 1988.
- **Mosnier S. et P. Perré**, Séchage du bois sous-vide avec apports radiatifs, CEE, 9 ème colloque Université industrie, Les techniques electriques et la qualité du séchage, Bordeaux, 1994.
- **Moyne C. et Degiovanni A.**, Importance of gas phase momentum equation in drying above the boiling point water, Proc. of 4th International Drying Symposium, 119-126, Kyoto,1984.
- **Moyne**, Influence of total pressure gradient in gazeous phase on drying with particular reference to wood, 7th International heat transfer conference, Munich, 1982.
- **Mulder M., Pureveev M., Boon J.**, An analytical pyrolysis mass spectrometric study of Eucryphia cordifolia wood decayed by white-rot and brown-rot fungi, Journal of Analytical and Applied Pyrolysis,19, 175-191, 1991, Elsevier Science Publishers B. V., Amsterdam .
- **Murphy**, Thermal decomposition of natural cellulose in vacuo. J. Polymer Sci. , 58, 649-655, 1962 (cité par Beall, 1970).

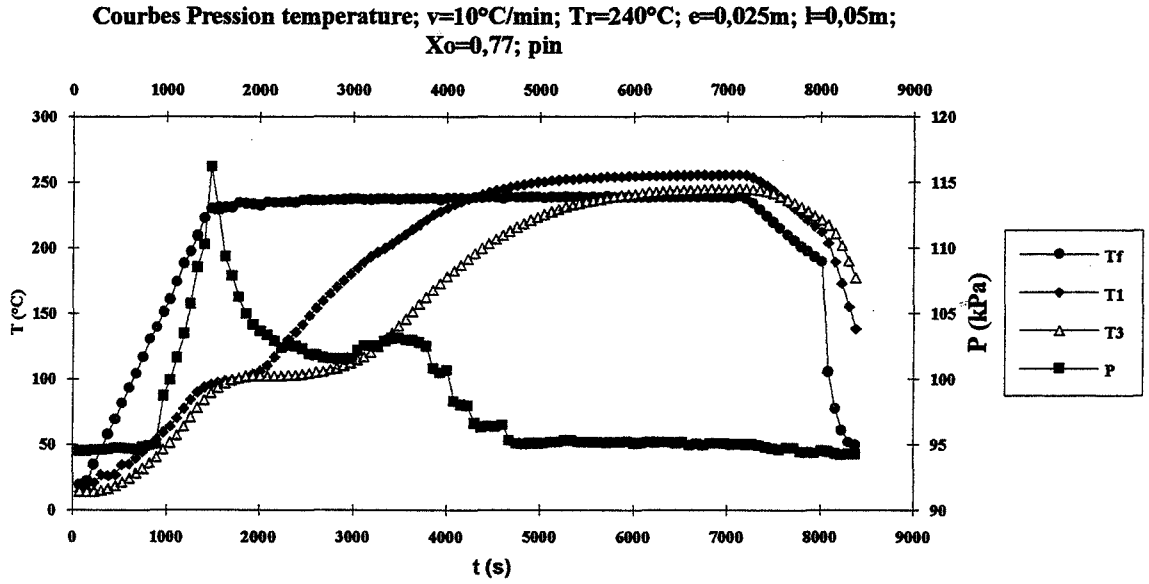
- **Nada A.,** Infrared spectroscopic characteristics of bagasse cresol lignin , Polymer degradation and stability, 43, 55-59,1994.
- **Nelson R.M.,** A model for the sorption of water vapor by cellulosic materials, Wood and Fiber Science, 15,1, 8-22, 1983 (cité par Lartigue).
- **Nordin** , Wood: chemistry, ultrastructure, reactions, Ed. Walter de Gruyter, 1973 (cité par Fengel).
- **Northway R.** , Moisture profiles and wood temperature during very high temperature drying of Pinus radiata explain lack of degrade, IUFRO, International wood drying symposium, pp 24-28, 1989.
- **Noves A. H., Fernandez-Golfin Seco J.I.,** Practical evaluation and operation of superheated steam drying process with different softwoods and hardwoods, Holz als Roh und Werkstoff, 52, 135-138, 1994.
- **Olson J.R., Chang S.J., Wang P.C.,** Nuclear magnetic resonance imaging: a noninvasive analysis of moisture distributions in white oak lumber, Can. J. For. Res. vol. 20, 586-591,1990.
- **Ouelhazi N., Arnaud G., Fohr J.P.,** A two-dimensional study of wood plank drying. The effect of gaseous pressure below boiling point. Transport in porous media,7,39-61, Kluwer Academic Press,1992.
- **Panow et Nester** , Some moisture content, temperature, time relationships for individual timber specimens during high temperature drying, Queensland Dept. of forestry Res., note 39, 1984.
- **Panow et Nester,** Drying end point determination during high temperature drying. Forest Prod. J. 35(10), 51-55, 1985.
- **Pastorova I., Arisz P.W., Boon J.J.,** Preservation of D-glucose-oligosaccharides in cellulose chars., Carbohydrate Res. , 248, 151-165, Elsevier Science Publishers ,1993.
- **Pastorova I., Botto R.E., Arisz P.W., Boon J.J.,** Cellulose char structure: a combined analytical Py-GC-MS, FTIR and NMR study, Carbohydrate Research, 262, 27-47, Elsevier Science Publishers, 1994.
- **Pastorova I., Oudemans T.F.M., Boon J.J.,** Experimental polysaccharide chars and their fingerprints in charred archaeological food residues, Anal. Appl. Pyrolysis, 25, 63-75, Elsevier Science Publishers, 1993.
- **Peralta N.P., Skaar C.,** Experiments on steady-state nonisothermal moisture movement in wood, Wood and Fiber Science, 25 (2),124-135, 1993.
- **Perlin A.S.,** Thermal decarboxylation of uronic acides. Can. J. Chem.,30, 278-290, 1952 (cité par Christiansen).
- **Pettersen R. C.,** The chemical composition of wood in R; Rowell ed. The chemistry of solid wood. American chemical society,in Chemistry Series, Washignton, 57-126, 1984.
- **Pirkle J.C.,** DSS/2 a transportable fortran 77 code for systems of ordinary and one, two and three-dimensional partial differential equations, Simulation Conference, Montreal, July1987.
- **Pyle D.L., Zaror C.A.,** Heat transfer and kinetics in the low temperature pyrolysis of solids, Chemical Engineering Science, 39, 1, 147-158, 1984.
- **Quarles L.S., Milota, M.R.,** Influence of kiln temperature and density on the performance of in-line moisture meters, Forest Products Journal, 41,5,61-65, 1991.
- **Rajohnson J.R., Guyonnet R., Guilhot B.,** Etude expérimentale et modélisation de la retification du bois, 9 ème Colloque CEE, Les techniques électriques et la qualité du séchage, Bordeaux, Juin 1994.

- **Rajohnson J.R., Guyonnet R., Guilhot B.,** Experimental study and modeling of the wood retification, Proceedings of the ACOFOP III Symposium, Paris,36, 227-234, Elsevier Science Publishers, October 1994.
- **Rajohnson J.R., Guyonnet R., Guilhot B.,** Etude expérimentale et modélisation de la retification du bois, Récents progrès en génie des procédés,9, 42, 423-428, Lavoisier Technique et documentation, Lyon, Septembre 1995.
- **Ramiah M.V., Goring D.A.I.,** Some dilatometric measurements of the thermal decomposition of cellulose, hemicellulose and lignin. Cellul. Chem. Technol. ,1, 3, 277-285, 1967.
- **Razafindrakoto J.C., Valentin G.,** Problèmes rhéologiques dans la modélisation du séchage d'un bois résineux, Rheology of anisotropic materials, Edition CEPADUES, Toulouse, 543-559, 1986.
- **Richalet J.,** Model based predictive control, Proceedings of the ACOFOP III Symposium, Paris,36, 253-264, Elsevier Science Publishers, October 1994.
- **Roberts A.F. et Clough G.,** Thermal decomposition of wood in an inert atmosphere, Ninth symposium international on combustion, The combustion institute, Pittsburgh,1963.
- **Roberts A.F.,** A review of kinetics data for the pyrolysis of wood and related substances, Combustion and Flame, 14, 261-272, 1970.
- **Rowell R.M.,** Steam or heat fixation of compressed wood, Wood and Fiber Science, 25 (3), 224-235, 1993.
- **Runkel et Wilke,** Zur kenntnis des thermoplastischen verhaltens von holz. Zweite mittelung. Holz Roh- Werkst., 9, 260-270,1951.
- **Samolada et Vasalos,** A kinetic approach to the flash pyrolysis of Biomass in a fluidized bed reactor, Fuel, 70, 883-889, 1991, (cité par Balci,1993).
- **Schaffer,** Effect of pyrolytic temperatures on the longitudinal strengh of dry Douglas-fir, Journal of testing and evaluation, 4, 319-329, 1973.
- **Schubert W.M.,** The chemistry of carbonyl groups, Interscience, New York, 676-760, 1972.
- **Seborg R.M., Tarkow H., Stamm A.J.,** Effect of heat upon the dimensionnal stabilization of wood. J. Forest Prod. Res. Soc.,3 , 3, 59-67, 1953.
- **Shafizadeh F.,** Carbohydr. Res., Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, 42,39, 1975.
- **Shafizadeh F. , Peter P.S. Chin,** Pyrolytic production and decomposition of 1,6-anhydro-3,4-dideoxy-β-D-glycero-hex-3-enopyranos-2-ulose, Carbohydrate Research, 46, 149-154, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, 1976.
- **Shafizadeh,** Introduction to pyrolysis of biomass, J. Anal. Appl. Pyrolysis, 3, 283-305, 1982.
- **Shafizadeh,**The chemistry of solid wood, Pyrolysis and Combustion, 489-507, 1984.
- **Shimizu K., Teratani F., Hashi M., Muzazakik, Mokuzai Gakkaishi,** 17, 456-463,1972.
- **Siau J.F.,** Flow in wood, Syracuse Wood Science, New York,1971 (cité par Lartigue, 1987).
- **Simpson W.,** Determination of fiber saturation point in whole wood using differential scanning calorimetry, vol.25, n.4, 91, Wood science and Technology, 1980.
- **Simpson W.,** Determination and use of moisture diffusion coefficient to characterize drying of northern red oak , Wood science and technology,27, 409-420, 1993.
- **Skaar,** Effect of high temperature on the rate of degradation and reduction in hygroscopicity of wood. Proc. of Research Conference , Madison, 1976.

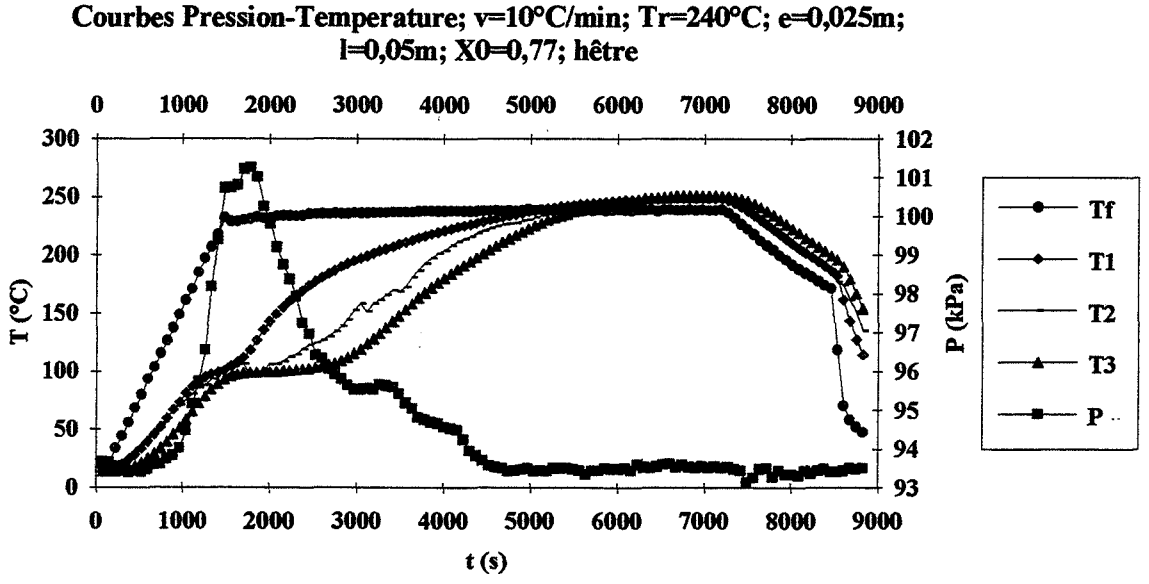
- **Spolek G.A.et Plumb O.A.**,Capillary pressure in softwoods, Wood Science and Technology,15,3, 189-199,1981.
- **Stamm A., Burr H., Kline A.**, Staybwood... heat stabilized wood. Ind. Eng. Chem., 38, 630-634, 1946, cité par Christiansen,1994.
- **Stamm,** Thermal degradation of wood and cellulose, Ind. Eng. Chem., 3, 414-417,1956.
- **Stamm,** Bound-water diffusion into wood in the fiber direction, 1959.
- **Stamm A.J.** , Movement of fluids in wood part II, Diffusion, Wood Science and Technology, 1, 205-230, 1967.
- **Tang et Neil,** Effect of flame retardants on pyrolysis and combustion of alpha-cellulose, J. Poly. Sci., Part C, 6: 65-81, 1964.
- **Tang W. K.,** Effect of inorganic salts on pyrolysis of wood, alpha-cellulose and lignin determined by dynamic thermogravimetry. U.S. Forest Serv. Res. Pap. Lab., Madison, 1967.
- **Taylor F.,** moisture gradients in poles dried at high temperature, Forest Prod. J. 41 , 5, 36-38, 1991.
- **Vinden P.,** Optimization of light organic solvent preservative (LOSP) treatment of radiata pine. Proceedings of the 26th New Zealand wood preservers association annual conference, 87-104, 1985 (cité par Booker, 1994).
- **Vovelle,** Comparative study of the calculation techniques used for determination of kinetic parameters of wood and cellulose degradation from TGA, 1985.
- **Wagenaar B.M. , Prins W., Swaaij W.P.M.,** Flash pyrolysis kinetics of pine wood, Fuel Processing Technology, 36, 291-298, Elsevier Science Publishers, 1993.
- **Watanabe H., Xie L., Mihori T.** , An on line control for the optimal sterilization of a cylindrical packaged conduction-heated food with unknown surface heat transfer coefficients and unknown thermal diffusivity, Proceedings of the ACOFOP III Symposium, Paris,36, 375-380, Elsevier Science Publishers, October 1994.
- **Whitaker,** Simultaneous heat, mass and momentum transfer in porous media: a theory of drying, Advances in heat transfer , vol.13, Academic Press, new York, 1977.
- **Winandy E.J. , Morrell J.J.,** Relationship between incipient decay, strengh, and chemical composition of douglas-fir heartwood, Wood and Fiber Science, 25,3, 278-288, 1993.

ANNEXES

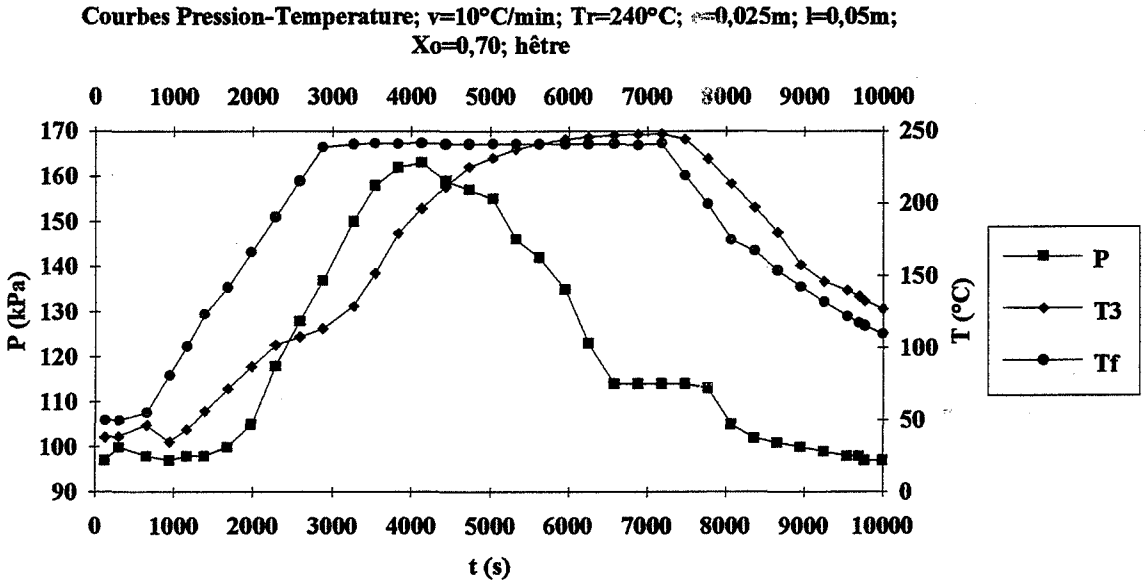
Annexe 1: L'évolution de la pression interne du bois au cours du traitement de rétification:



Annexe 1.1: traitement du pin à 240°C avec une vitesse de 10°C/ min. pour une taille de (2,5 cm x 5 cm x 15 cm)



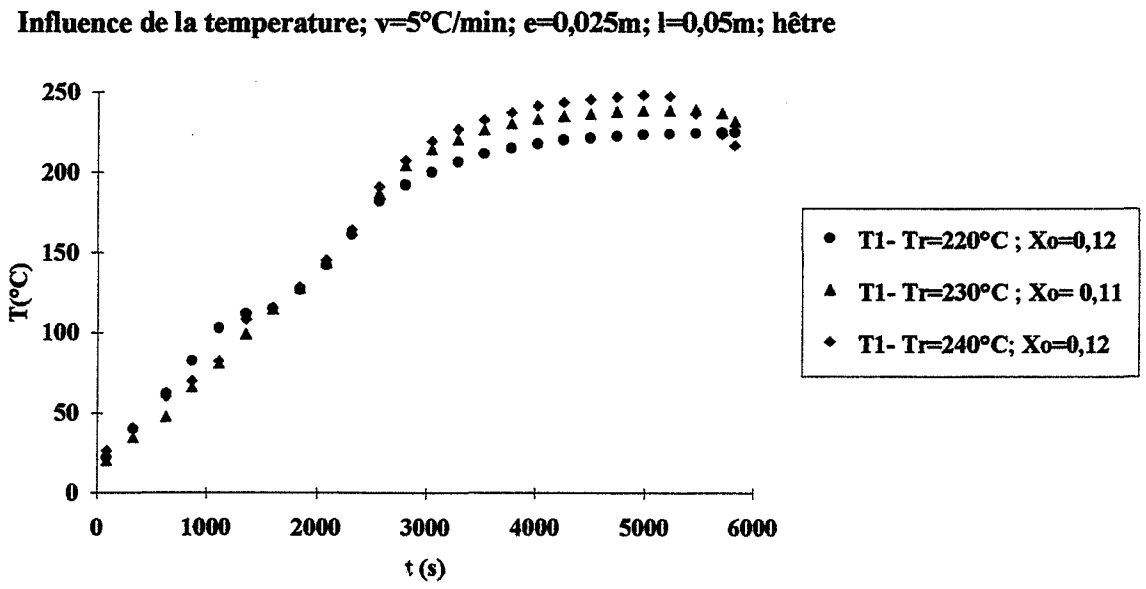
Annexe 1.2.a: traitement du hêtre à 240°C *avec une vitesse de* 10°C/ min. *pour une taille de* (2,5 cm x 5 cm x 15 cm)



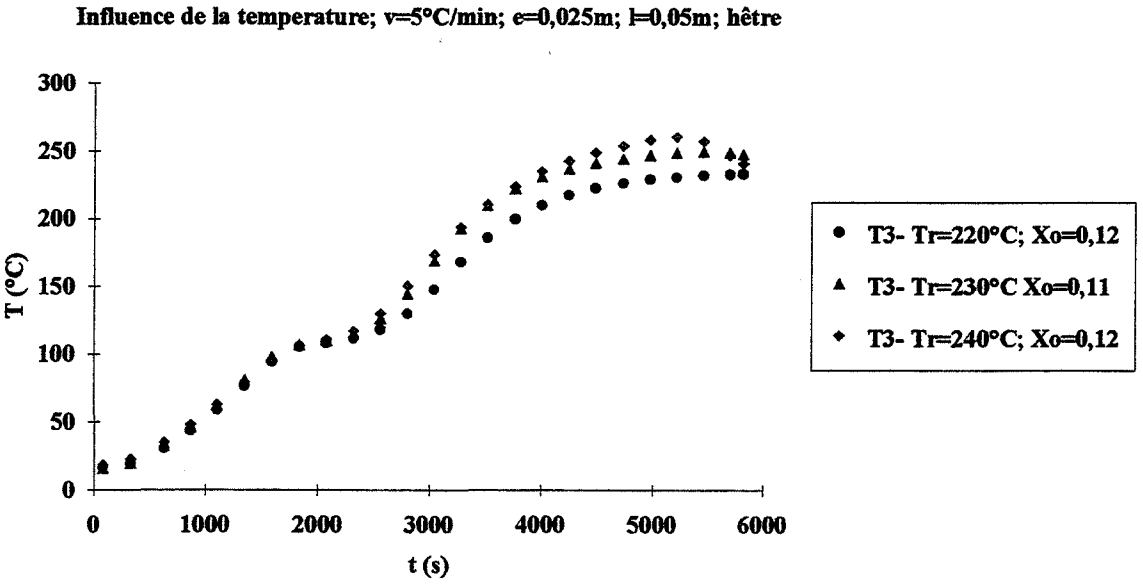
Annexe 1.2.b: traitement du **hêtre à 240°C** *avec une vitesse de* **10°C/min.** *pour une taille de* **(2,5 cm x 5 cm x 15 cm)**

Annexes 1.2: résultats expérimentaux avec le capteur de pression sur du hêtre

Annexe 2: influence de la température de rétification:

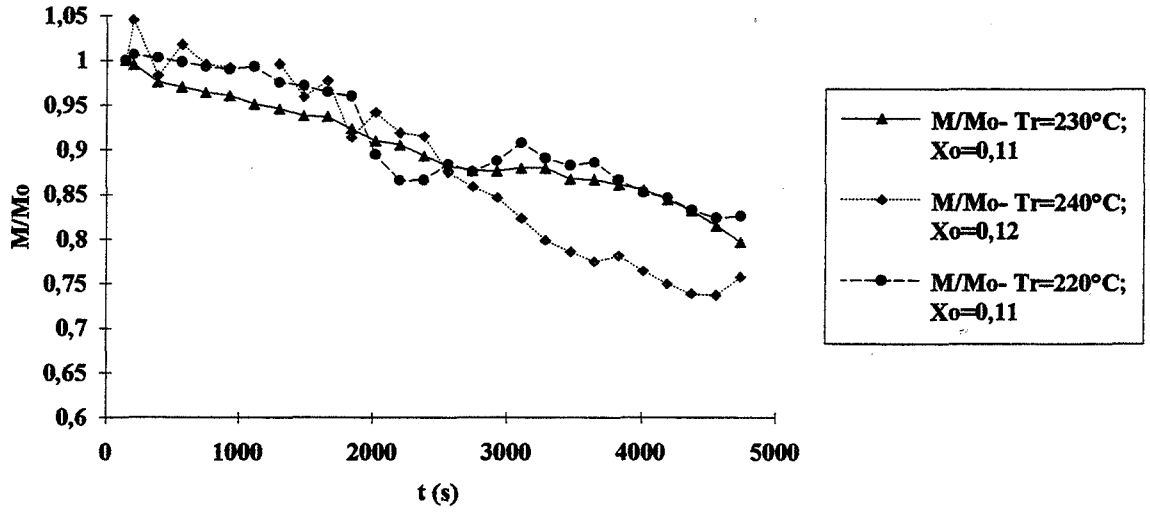


Annexe 2.1.1.a: courbes d'évolution de la **température T1**



Annexe 2.1.1.b: courbes d'évolution de la **température T3**

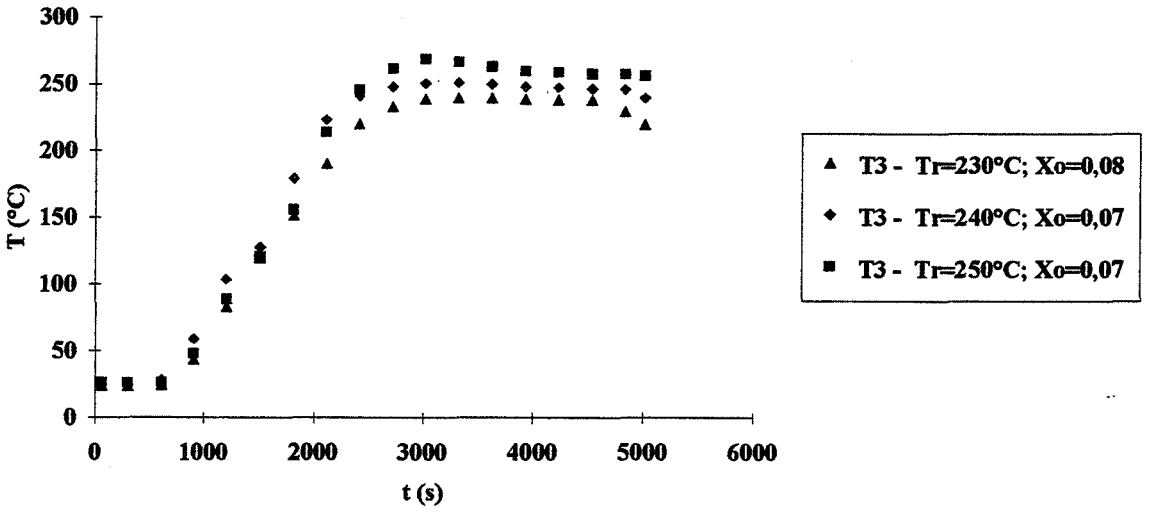
Influence de la temperature; v=5°C/min; e=0,025m; l=0,05m; hêtre



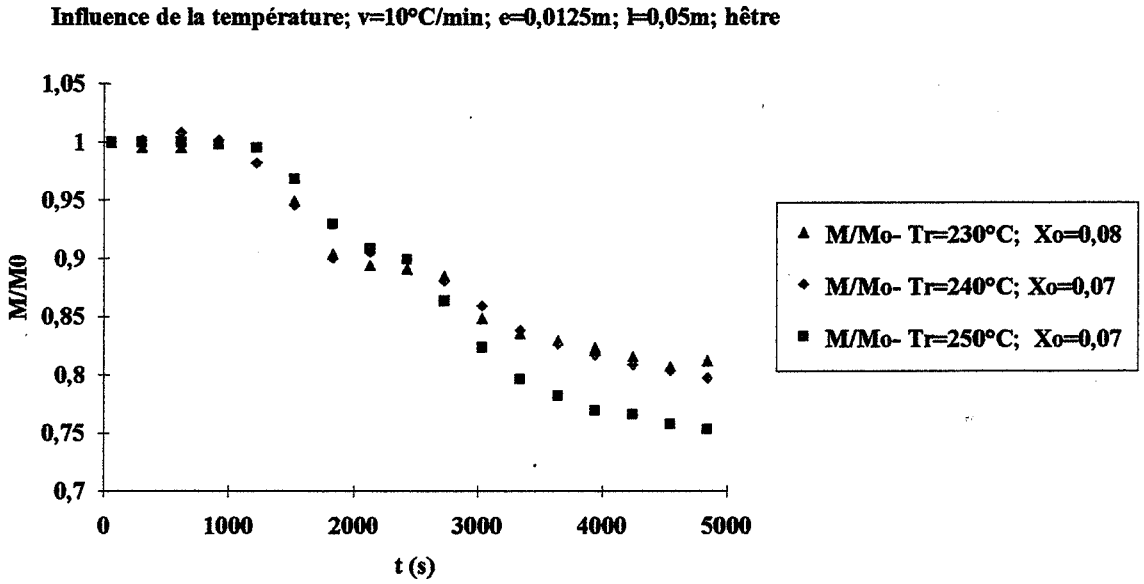
Annexe 2.1.1.c: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

Annexes 2.1.1: traitement du hêtre à 220, 230 et 240°C avec une vitesse v= 5°C/mi n. pour une épaisseur de 2,5 cm

Influence de la température; v=10°C/min; e=0,0125m; l=0,05m; hêtre

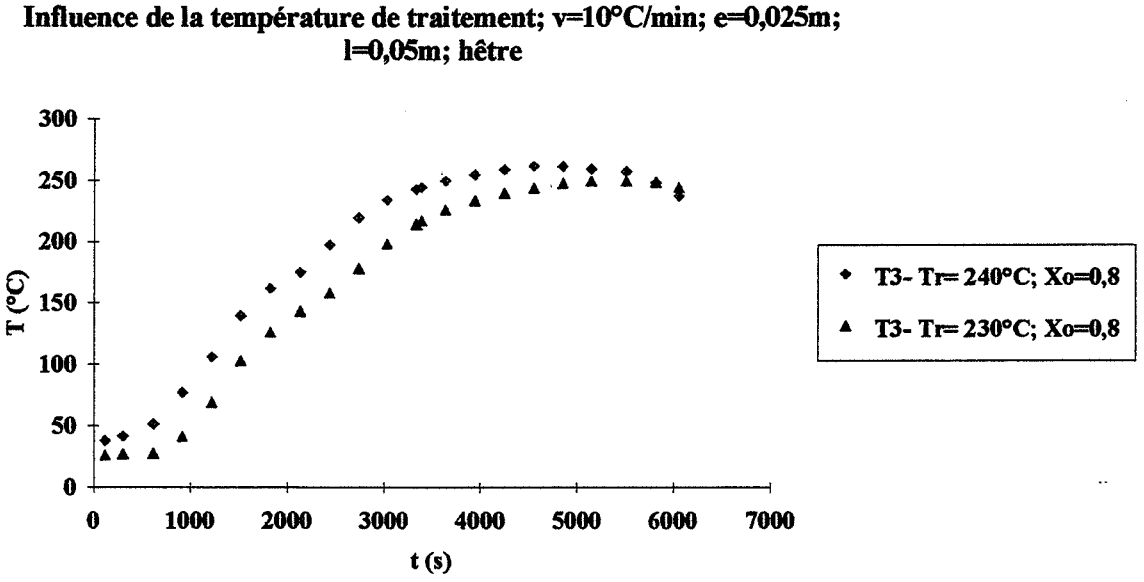


Annexe 2.1.2.a: courbes d'évolution de la température T3

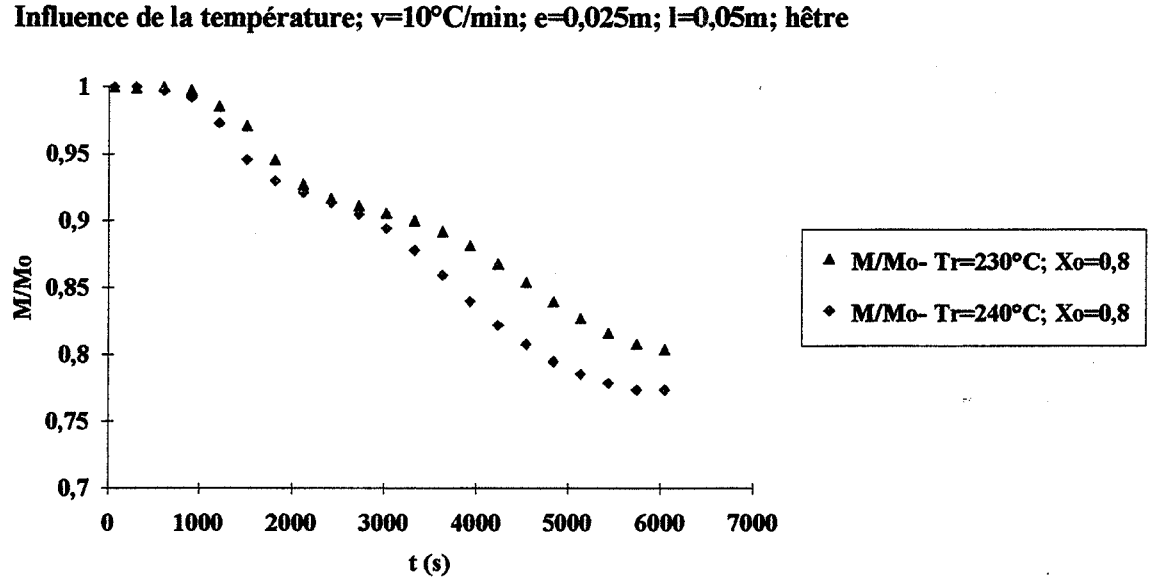


Annexe 2.1.2.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 2.1.2: traitement du hêtre à 230°C, 240°C, 250°C avec v= 10°C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

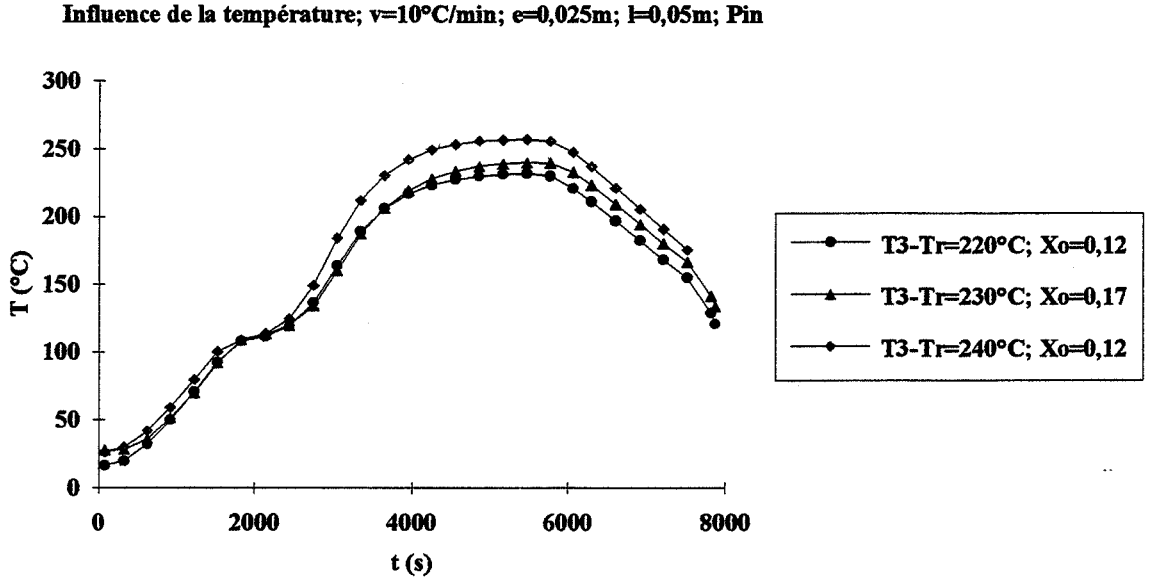


Annexe 2.1.3.a: courbes d'évolution de la **température T3**

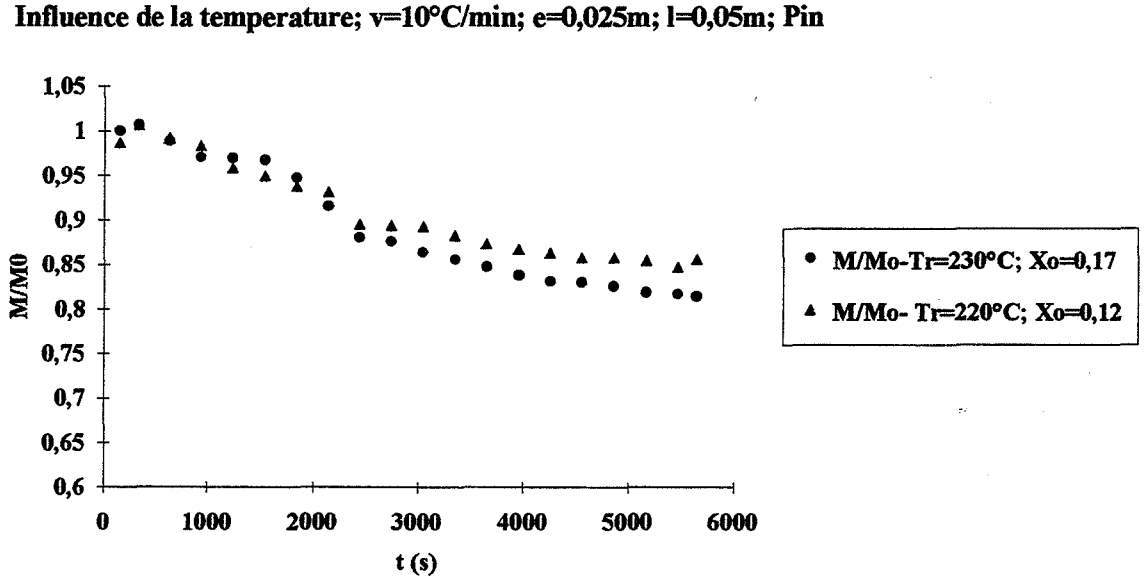


Annexe 2.1.3.b: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

Annexes 2.1.3: traitement du hêtre à 230 et 240°C avec v= 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

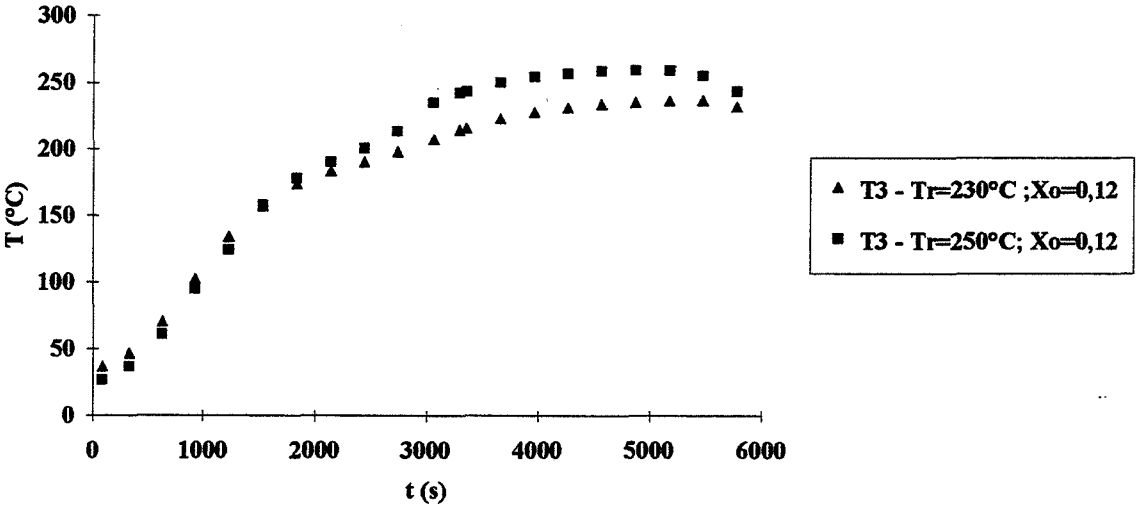


Annexe 2.2.1.a: courbes d'évolution de la température T3



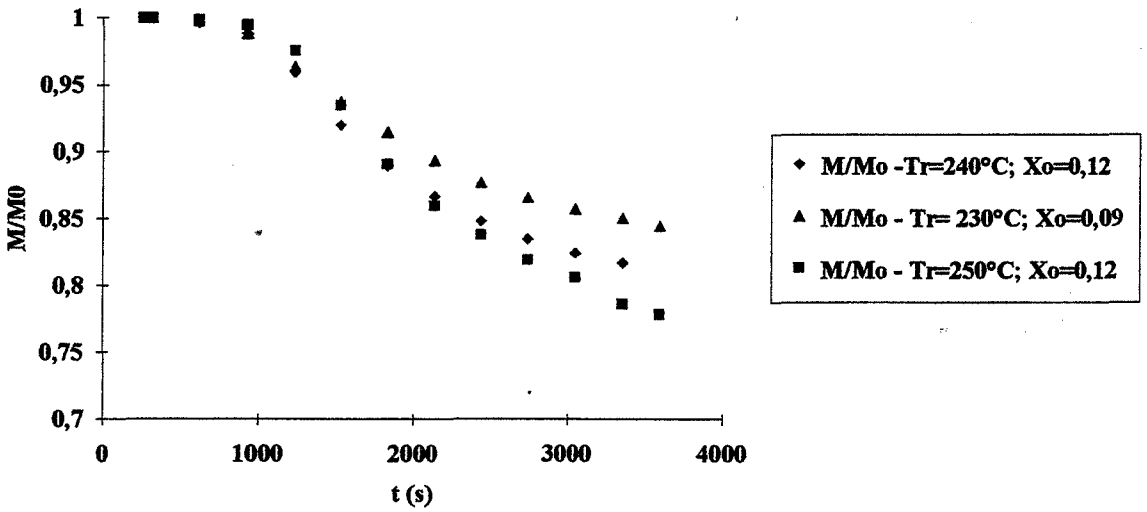
Annexe 2.2.1.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 2.2.1: traitement du pin à 220, 230 et 240°C avec v= 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm



Annexe 2.2.2.a: courbes d'évolution de la **température T3**

Influence de la temperature; v=10°C/min; e=0,025m; l=0,05m; Pin

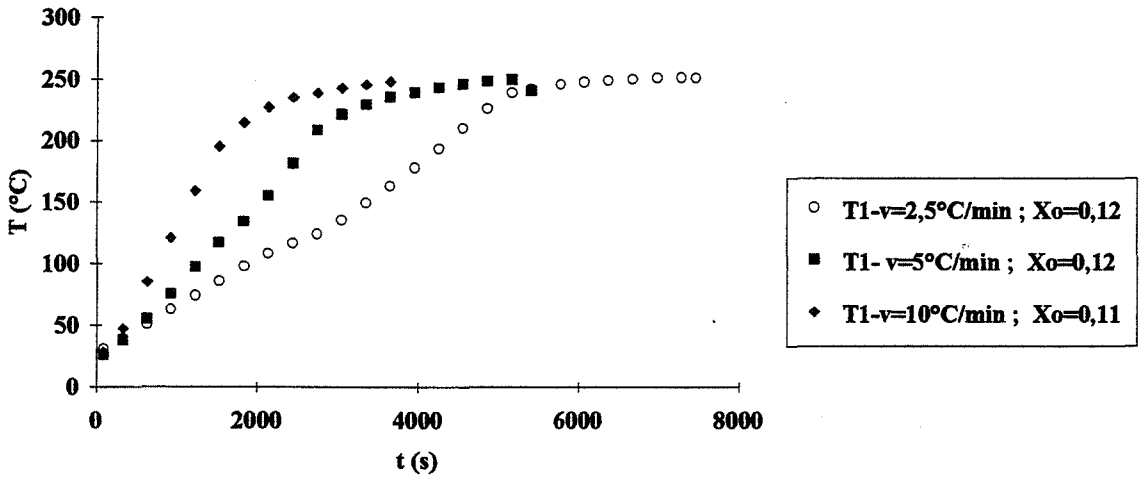


Annexe 2.2.2.b: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

Annexes 2.2.2: traitement du pin à 230, 240 et 250°C avec v= 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

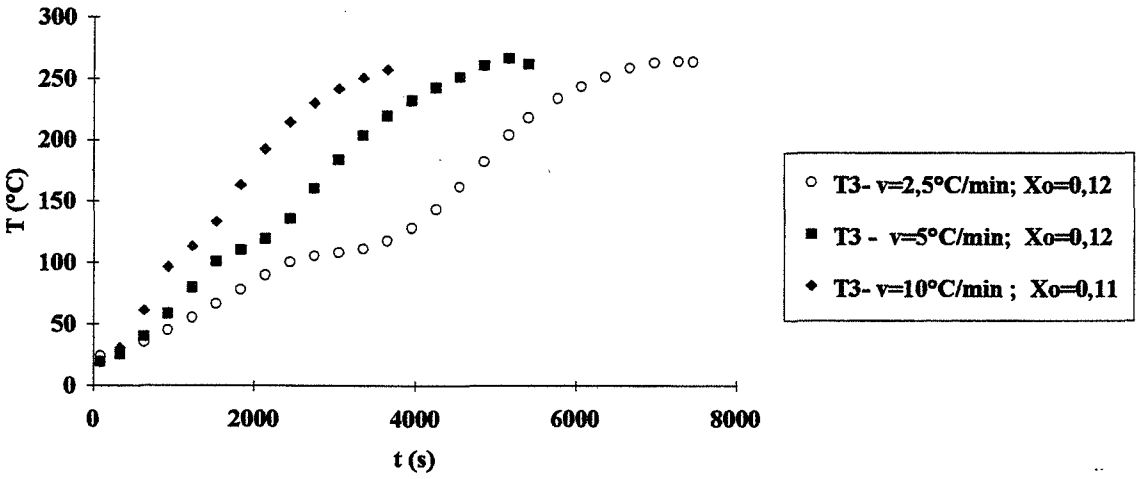
Annexe 3: influence de la vitesse de montée en température:

Influence de la vitesse de montée en température; Tr=240°C; e=0,025m; l=0,05m; hêtre



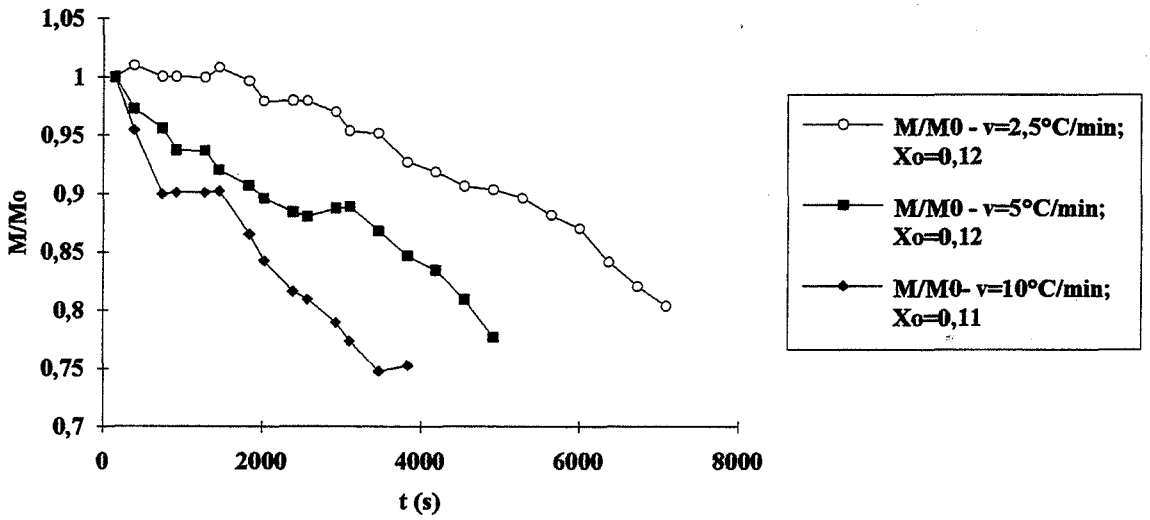
Annexe 3.1.1.a: courbes d'évolution de la **température T1**

Influence de la vitesse de montée en température; Tr=240°C; e=0,025m; l=0,05m; hêtre



Annexe 3.1.1.b: courbes d'évolution de la **température T3**

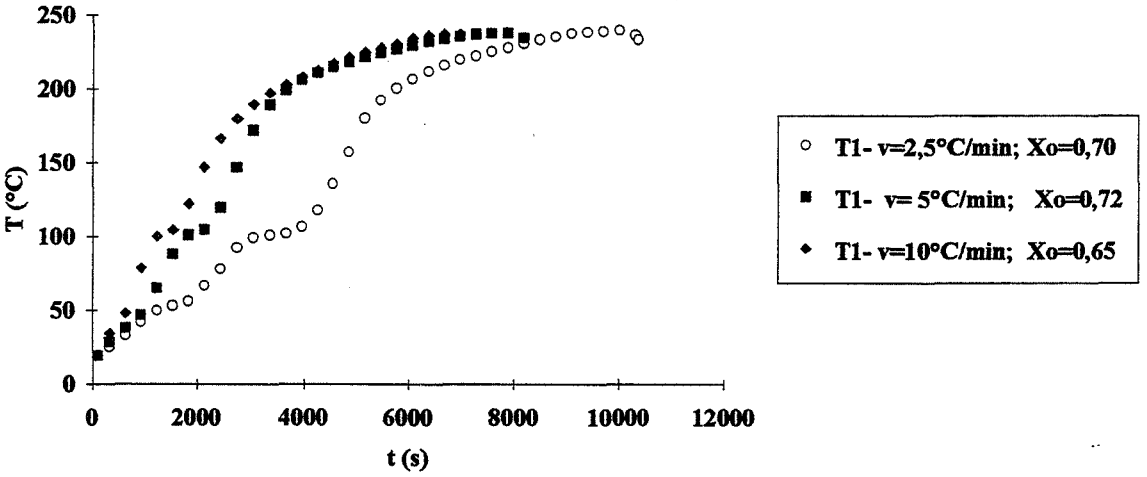
Influence de la vitesse de montée en température; Tr=240°C; e=0,05m; l=0,05m; hêtre



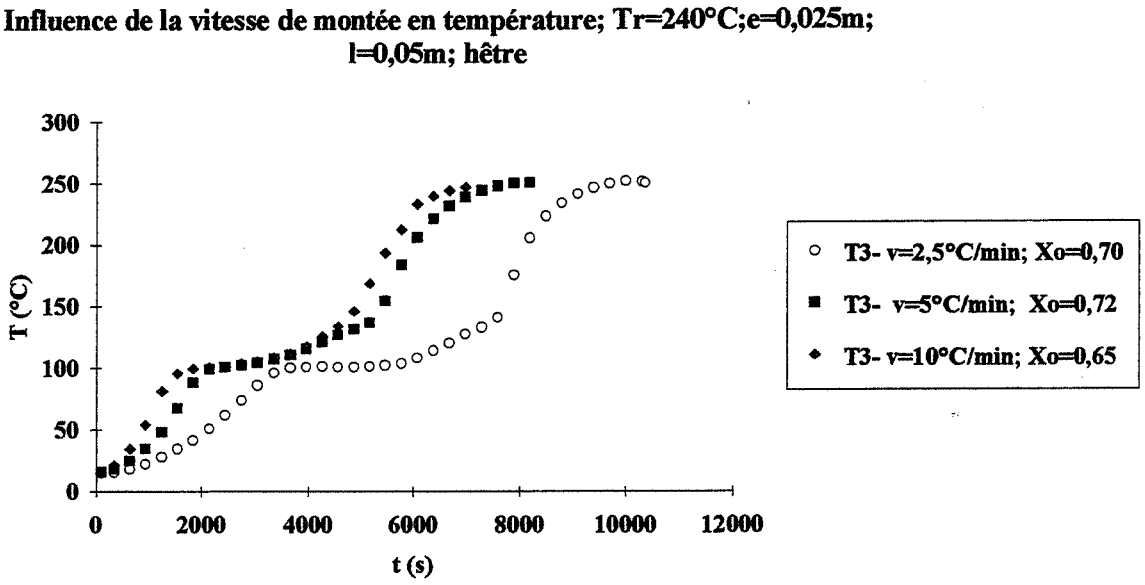
Annexe 3.1.1.c: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

Annexes 3.1.1: traitement du hêtre à 240°C avec des vitesses de montée en température v de 2,5°C/min.; 5°C/min., 10°C/min. pour une épaisseur e de 2,5 cm

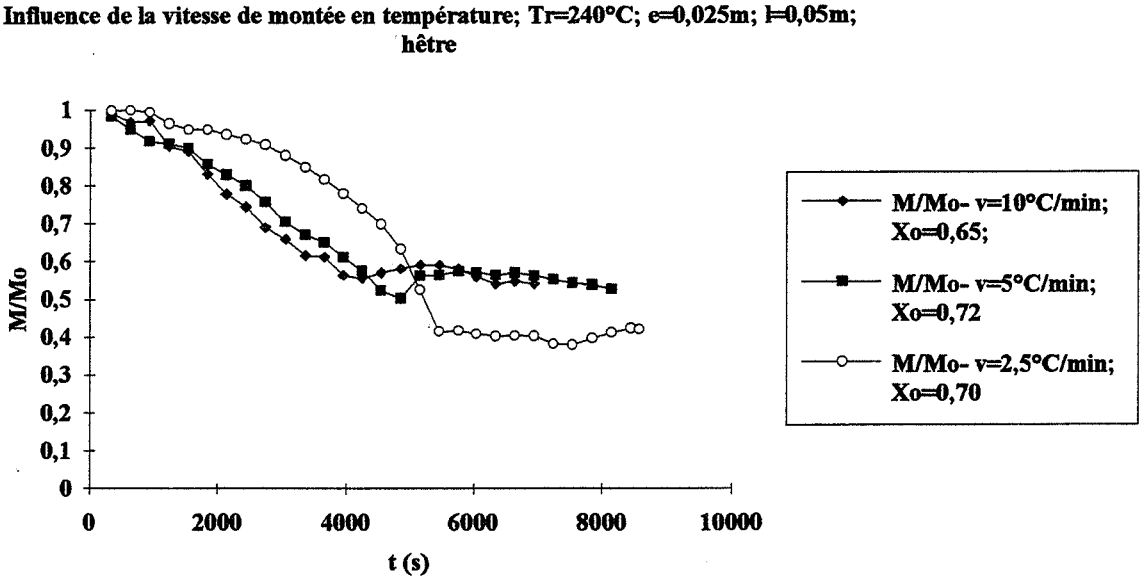
Influence de la vitesse de montée en température; Tr=240°C; e=0,025m; l=0,05m; hêtre



Annexe 3.1.2.a: courbes d'évolution de la température T1



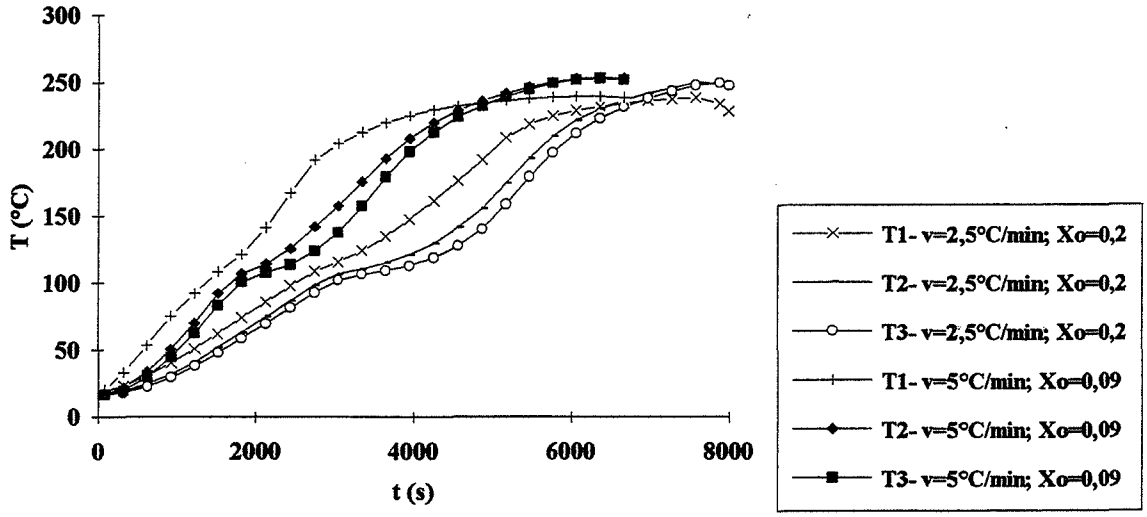
Annexe 3.1.2.b: courbes d'évolution de la **température T3**



Annexe 3.1.2.c: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

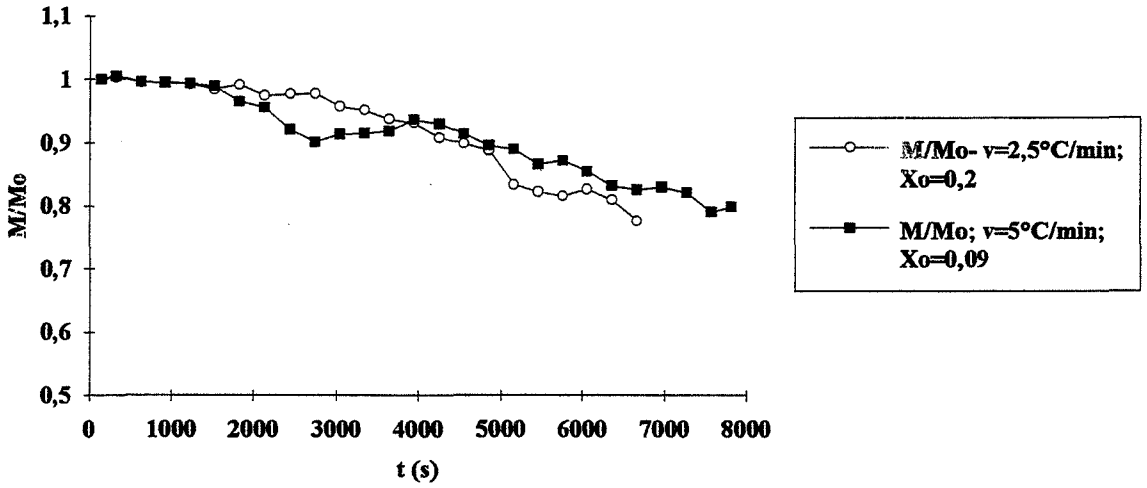
Annexes 3.1.2: traitement du hêtre humide à 240°C avec des vitesses de montée en température de 2,5°C/min., 5°C/min., 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

Influence de la vitesse de montée en température; Tr=230°C; e=0,025m; l=0,1 m; hêtre



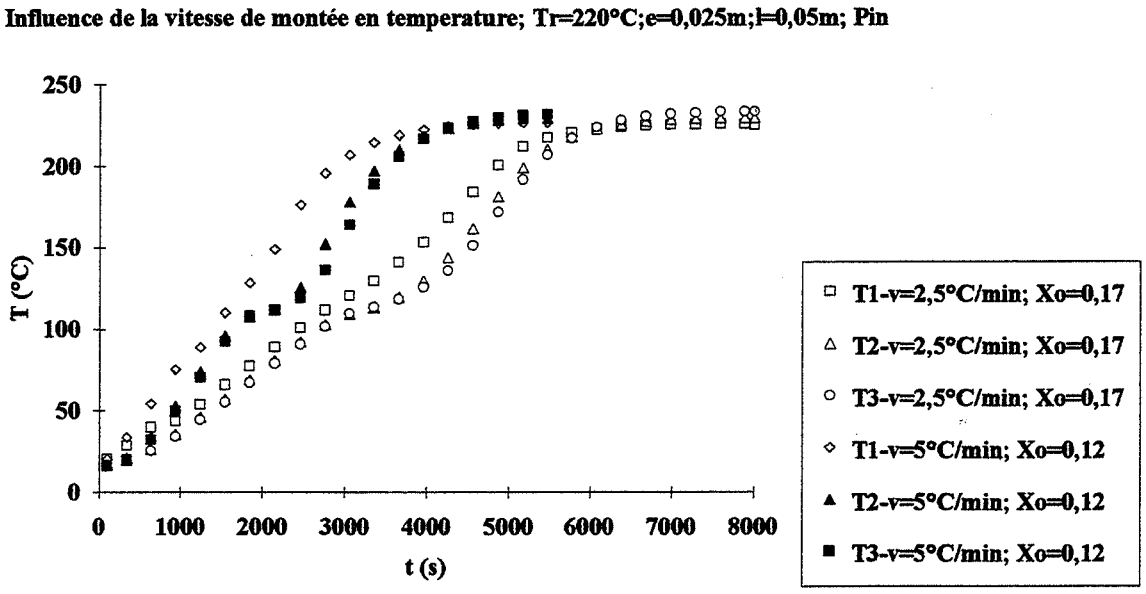
Annexe 3.1.3.a: courbes d'évolution des **températures T1, T2 et T3**

Influence de la vitesse de montée en température; Tr=230°C; e=0,025m; l=0,10m ; hêtre

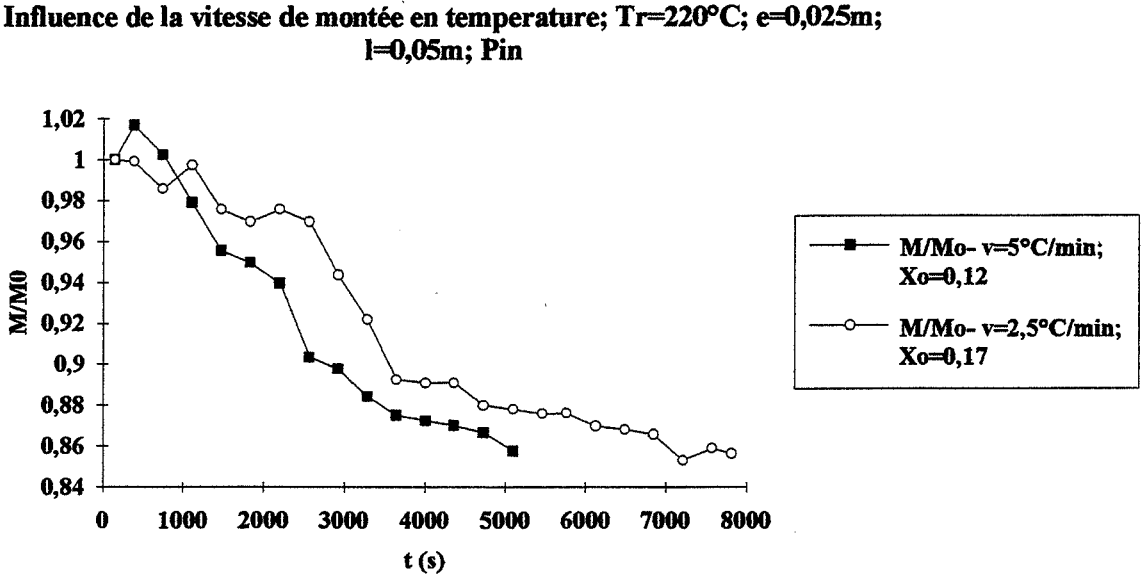


Annexe 3.1.3.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 3.1.3: traitement du hêtre à 230°C avec des vitesses de montée en température v de 2,5 et 5°C/min, pour une épaisseur e de 2,5 cm et une largeur l de 10 cm



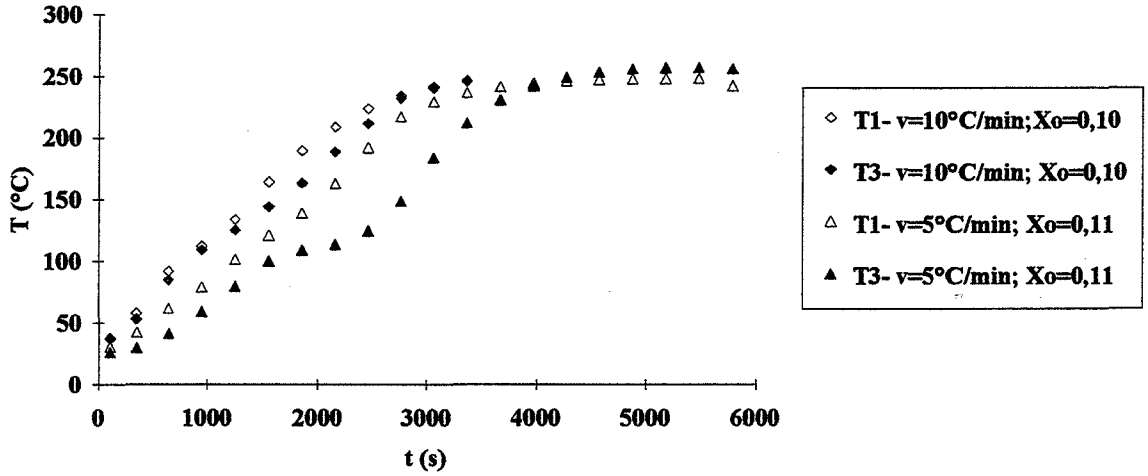
Annexe 3.2.1.a: courbes d'évolution des **températures T1, T2 et T3**



Annexe 3.2.1.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

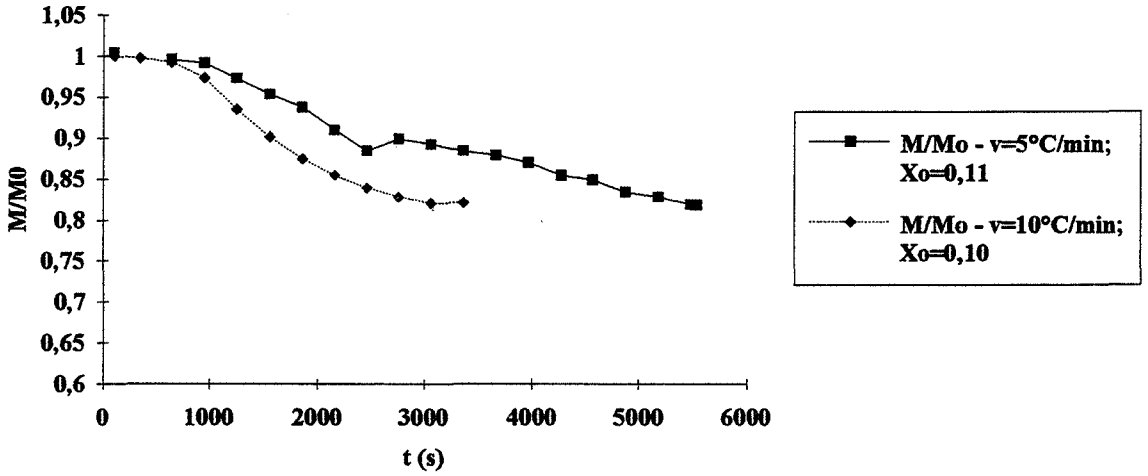
Annexes 3.2.1: traitement du pin à 220°C avec des vitesses de montée en température v de 2,5°C/min. et 5°C/min pour une épaisseur de 2,5 cm

Influence de la vitesse de montée en température; Tr=240°C; e=0,025m; l=0,05m; Pin



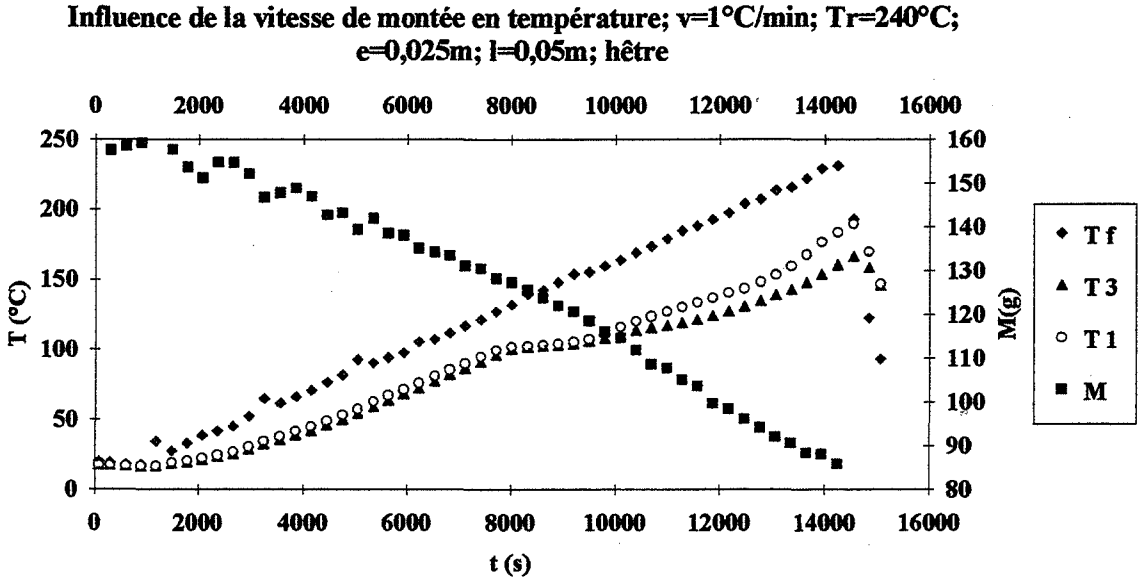
Annexe 3.2.2.a: courbes d'évolution des **températures T1 et T3**

influence de la vitesse de montée en température; Tr=240°C; e=0,025m; l=0,05m; Pin



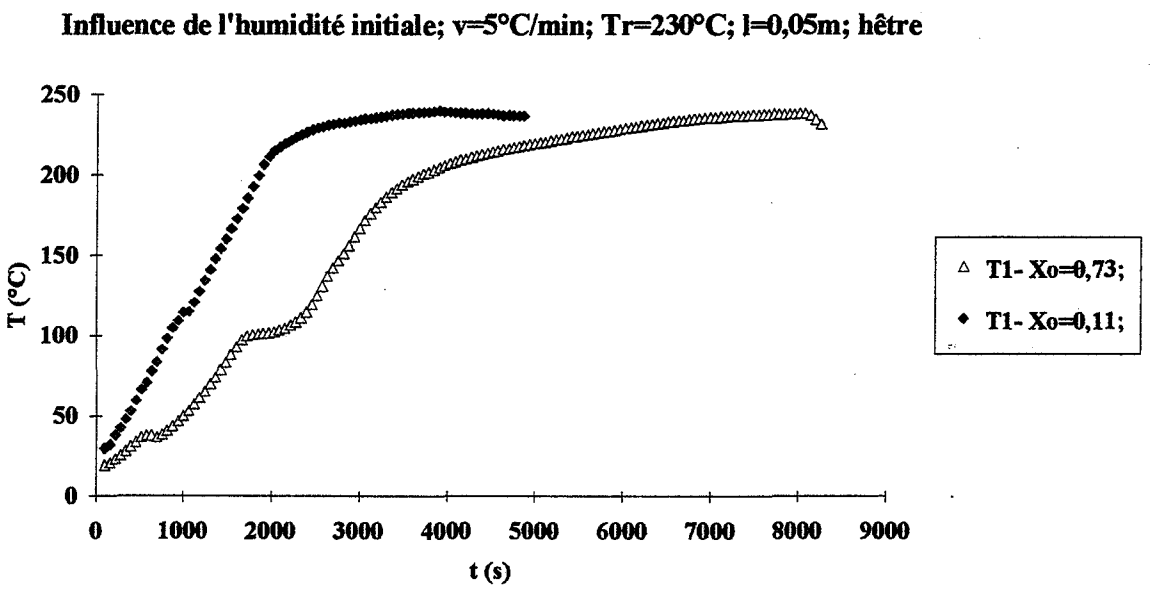
Annexe 3.2.2.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 3.2.2: traitement du pin à 240°C avec des vitesses de montée en température de 5 et 10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

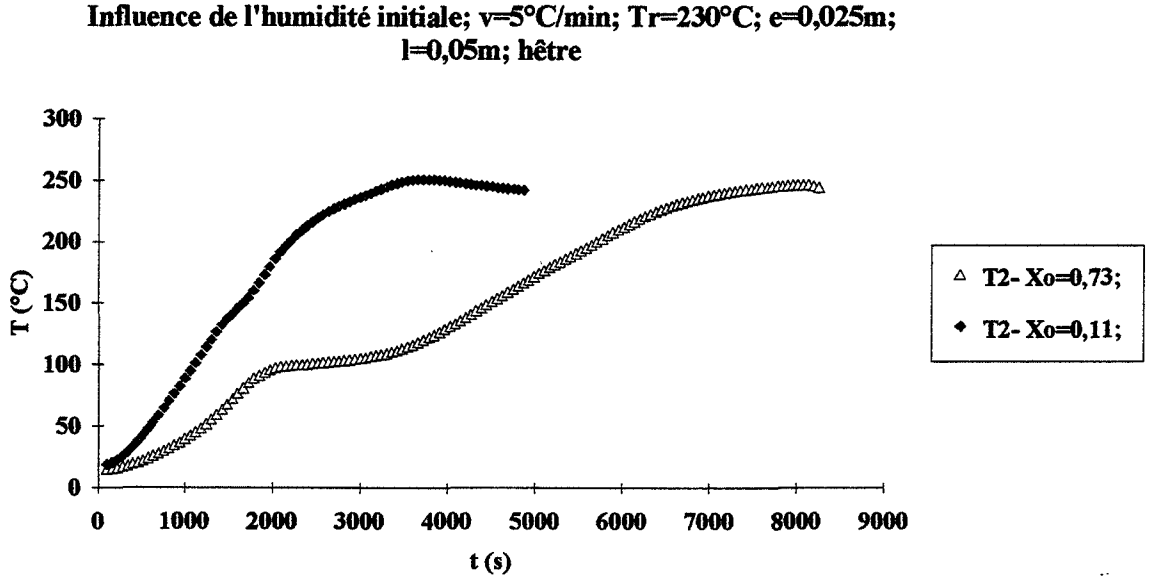


Annexe 3.3: courbes d'évolution des températures T1 , T3 et courbe de cinétique de perte de masse dans le cas du traitement du hêtre humide à 240°C avec une vitesse de montée en température v de 1°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

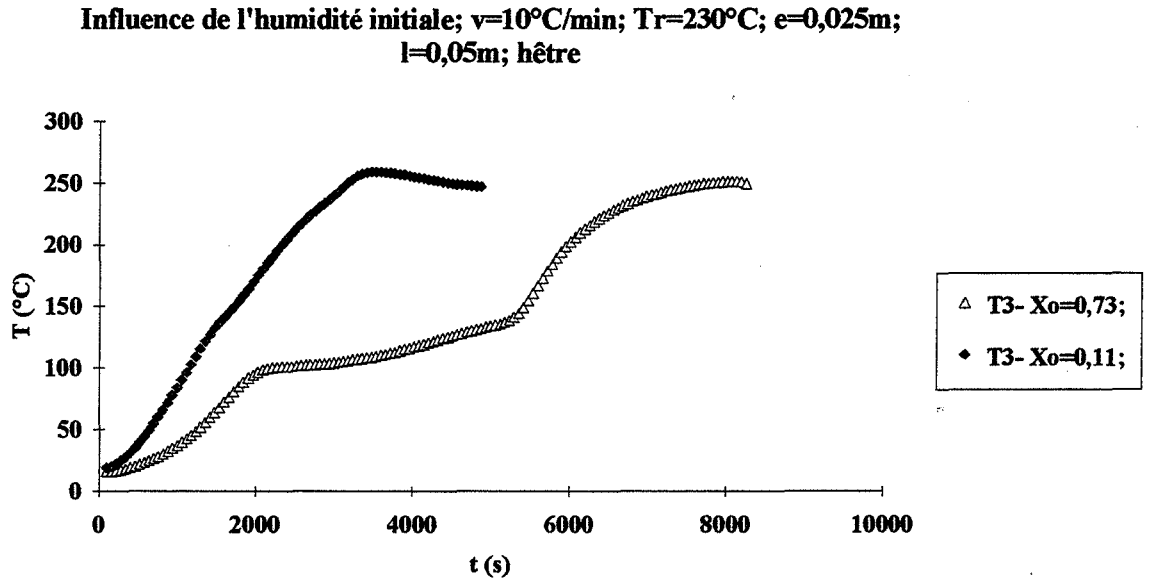
Annexe 4: influence de l'humidité initiale:



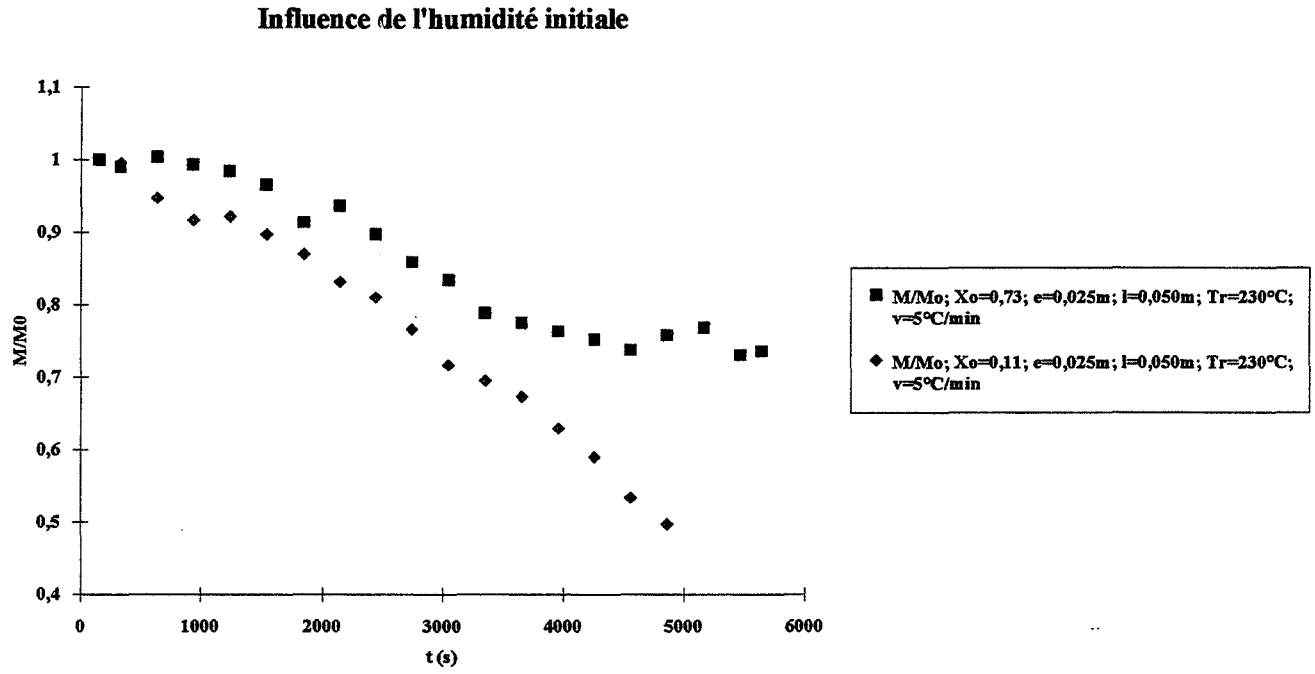
Annexe 4.1.a: courbes d'évolution de la **température T1**



Annexe 4.1.b: courbes d'évolution de la **température T2**

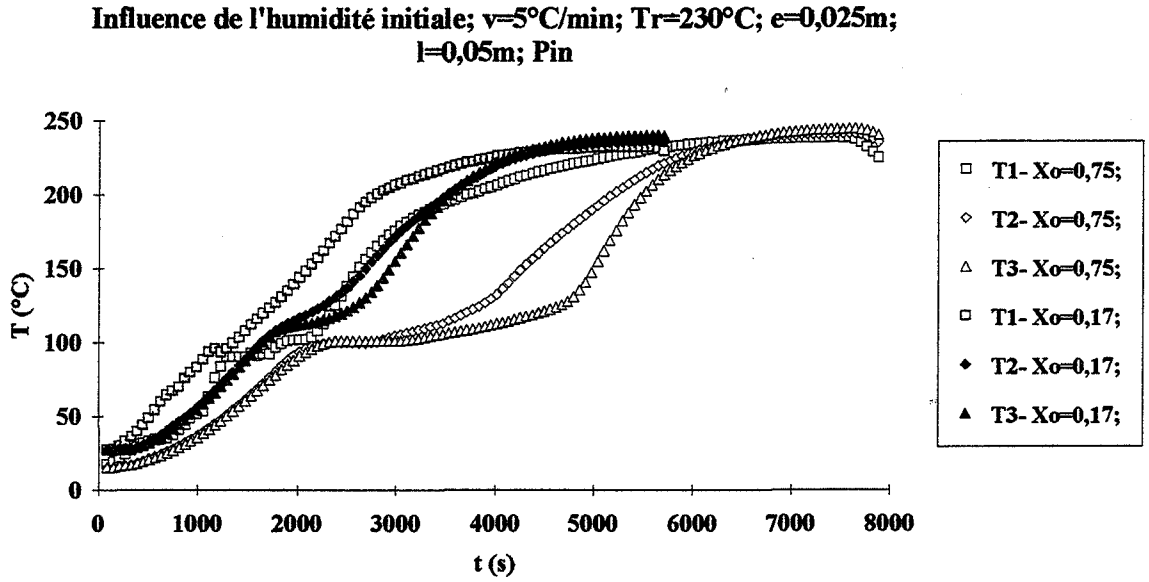


Annexe 4.1.c: courbes d'évolution de la **température T3**

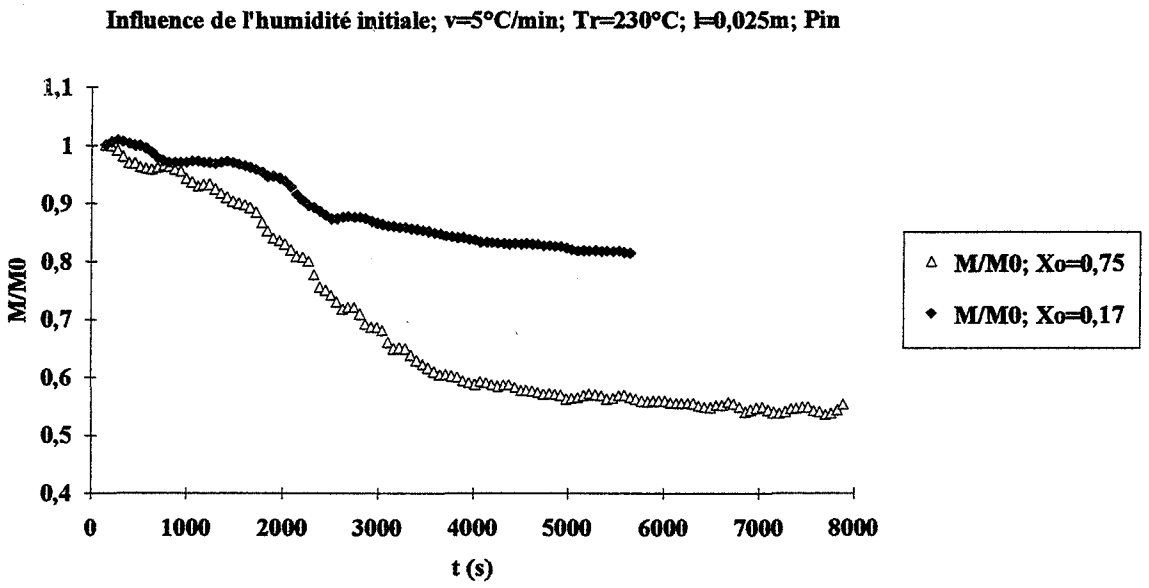


Annexe 4.1.d: courbes d'évolution de la **masse réduite**

Annexe 4.1: traitement du hêtre à 230°C avec une vitesse v=5°C/min pour des taux hd'humidité initiaux de 11 et 73%



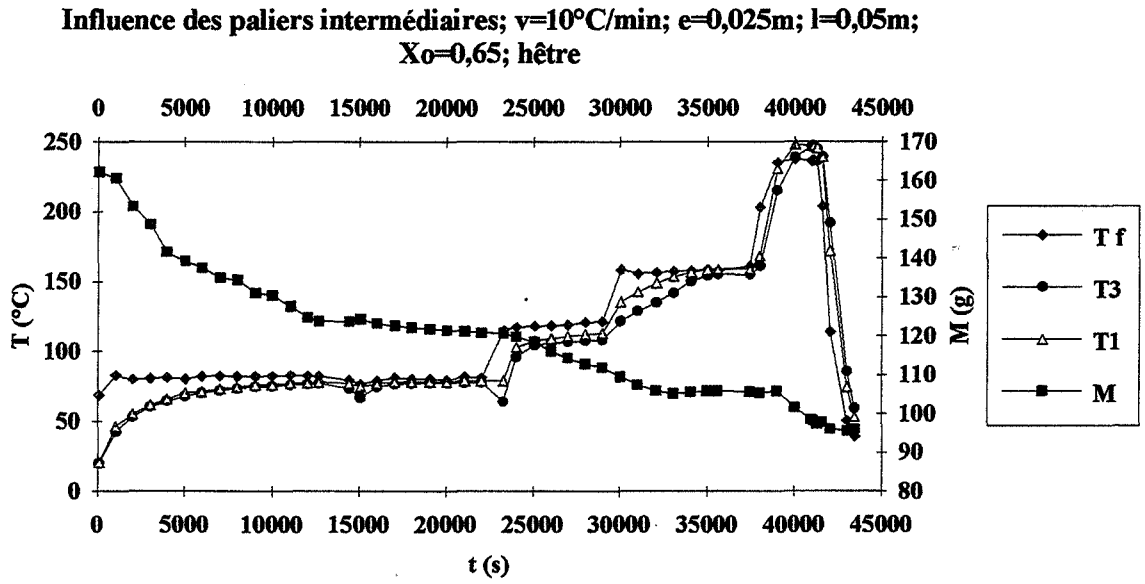
Annexe 4.2.a: courbes d'évolution des **températures T1, T2 et T3**



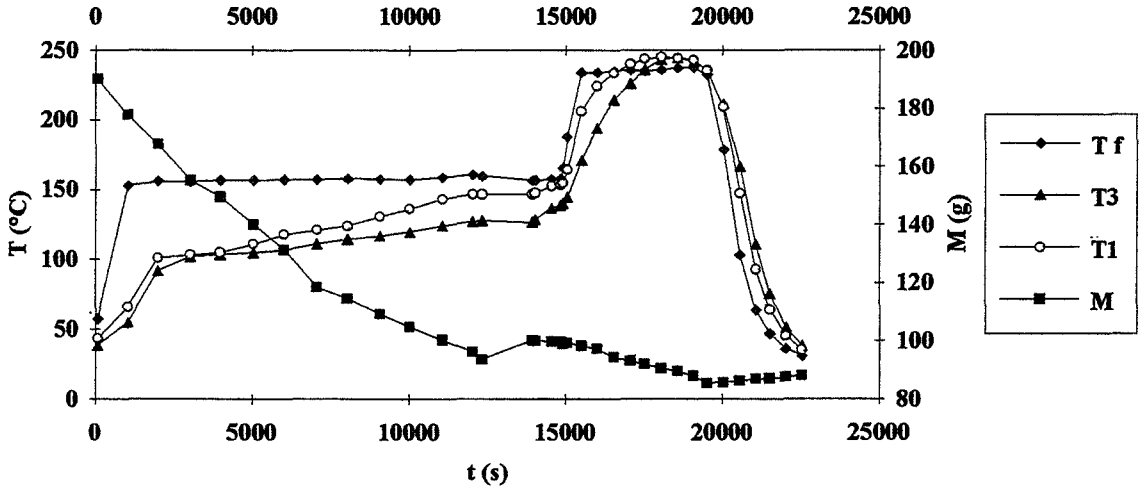
Annexe 4.2.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 4.2: traitement du pin à 230°C avec une vitesse v=5°C/min pour des taux d'humidité initiaux de 17 et 75%

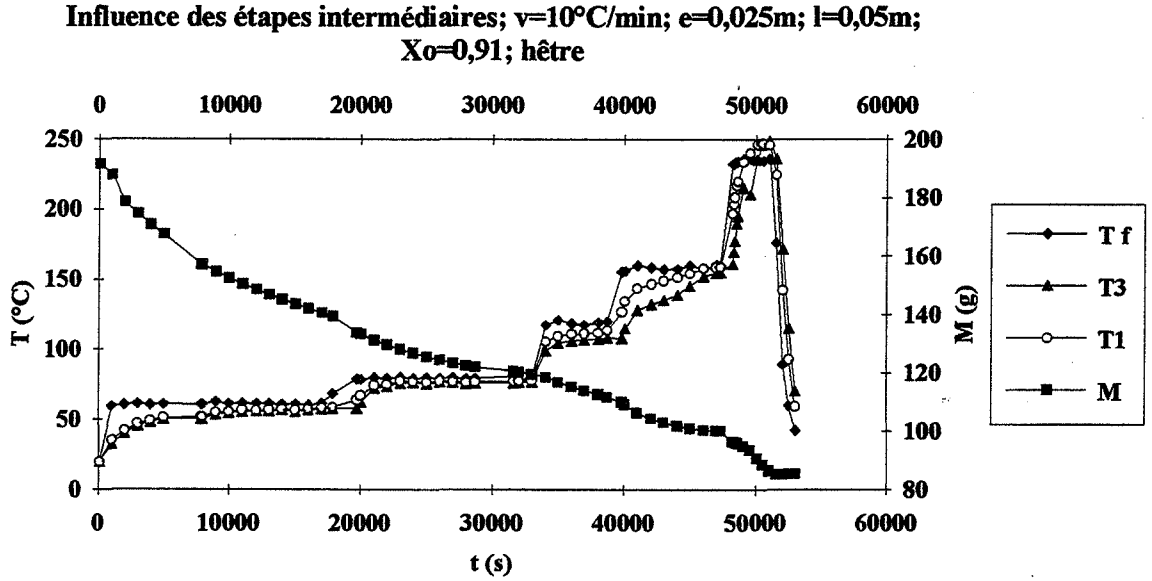
Annexe 5: influence de l'étape intermédiaire de traitement:



Annexe 5.1: cinétique de perte de masse et courbes d'évolution des températures T1 et T3 pour un traitement du hêtre humide avec des paliers de température successifs de 80, 120, 160 et 240°C mais avec des durées différentes

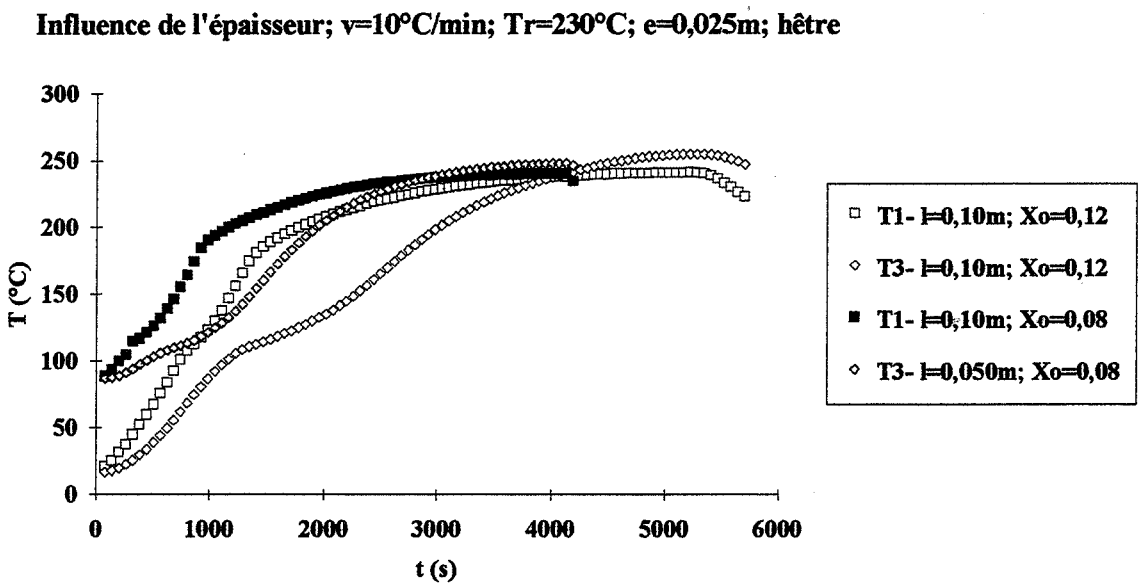


Annexe 5.2: cinétique de perte de masse et courbes d'évolution des températures T1 et T3 pour un traitement du hêtre humide avec des paliers de température successifs de 160 et 240°C

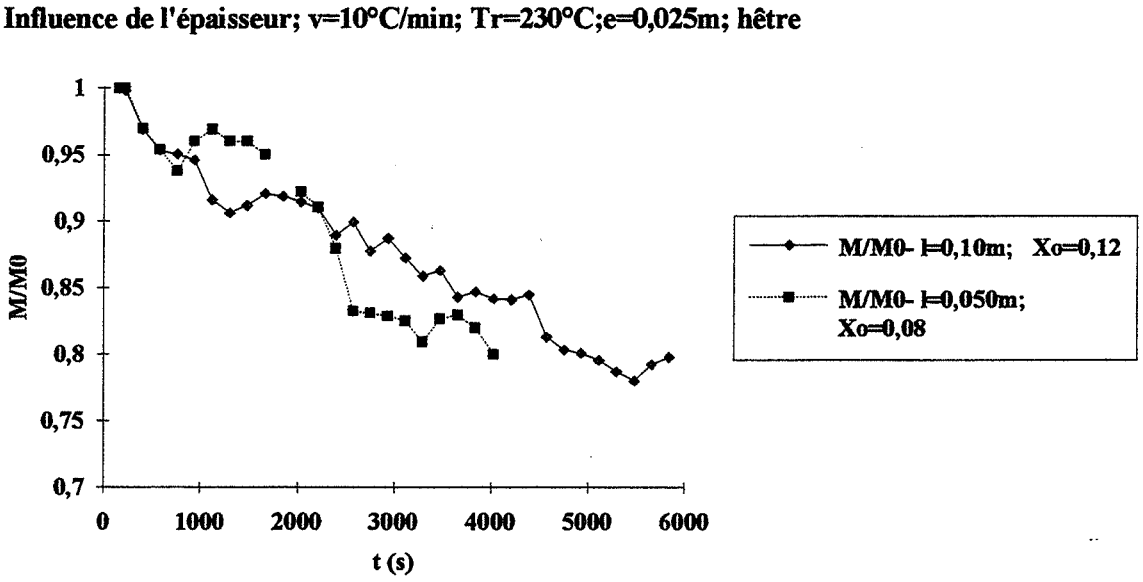


Annexe 5.3: cinétique de perte de masse et courbes d'évolution des températures T1 et T3 pour un traitement du hêtre humide avec des paliers de température successifs de 60, 80, 120, 160 et 240°C

Annexe 6 : influence de l'épaisseur de l'échantillon:

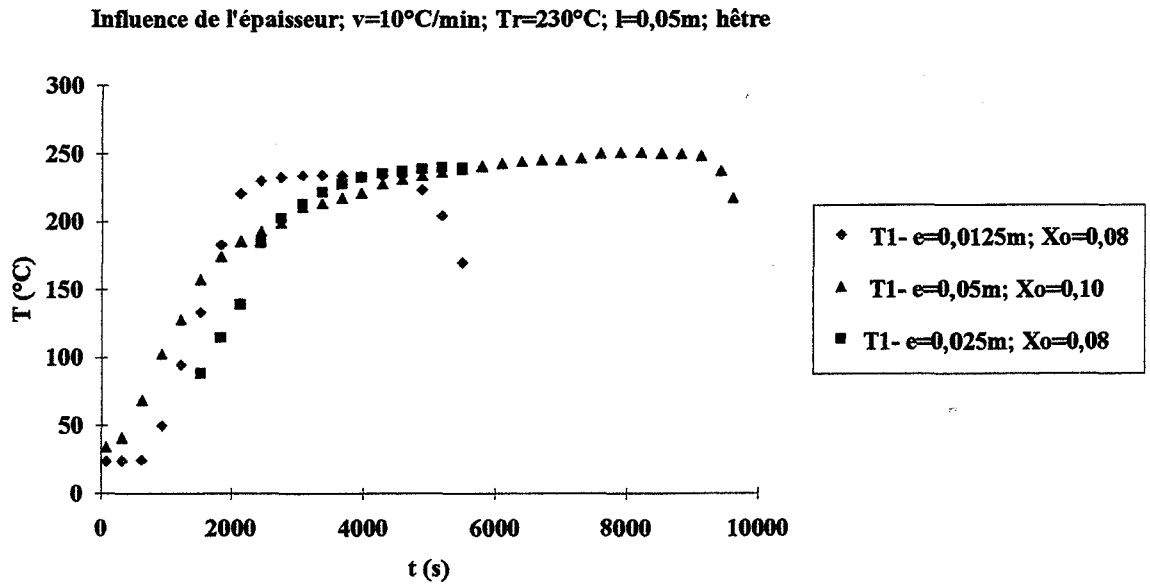


Annexe 6.1.1.a: courbes d'évolution des **températures T1 et T3**

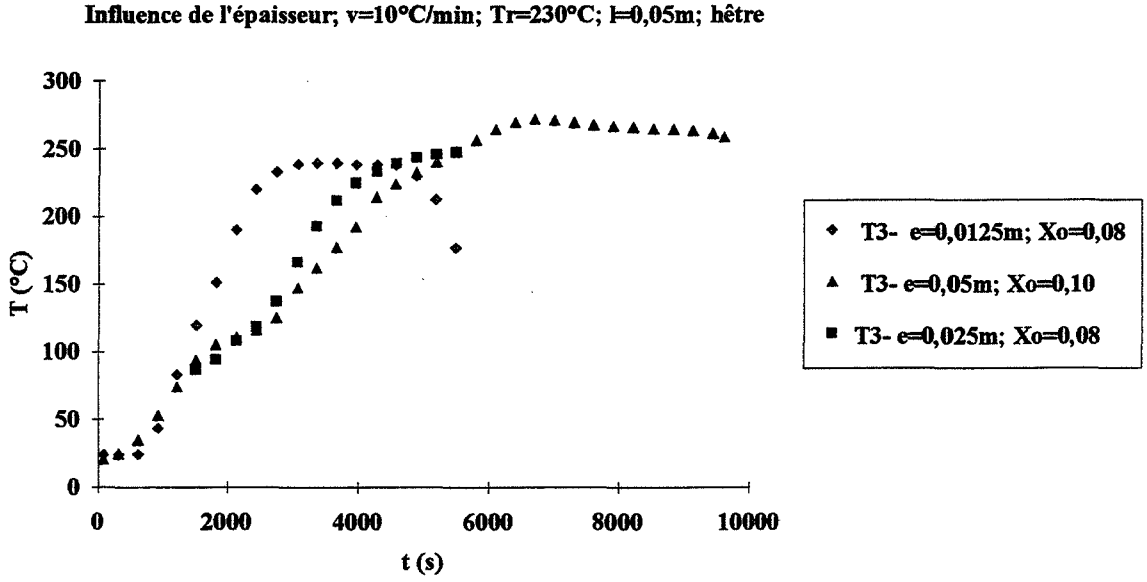


Annexe 6.1.1.b: courbes d'évolution de la **masse réduite**

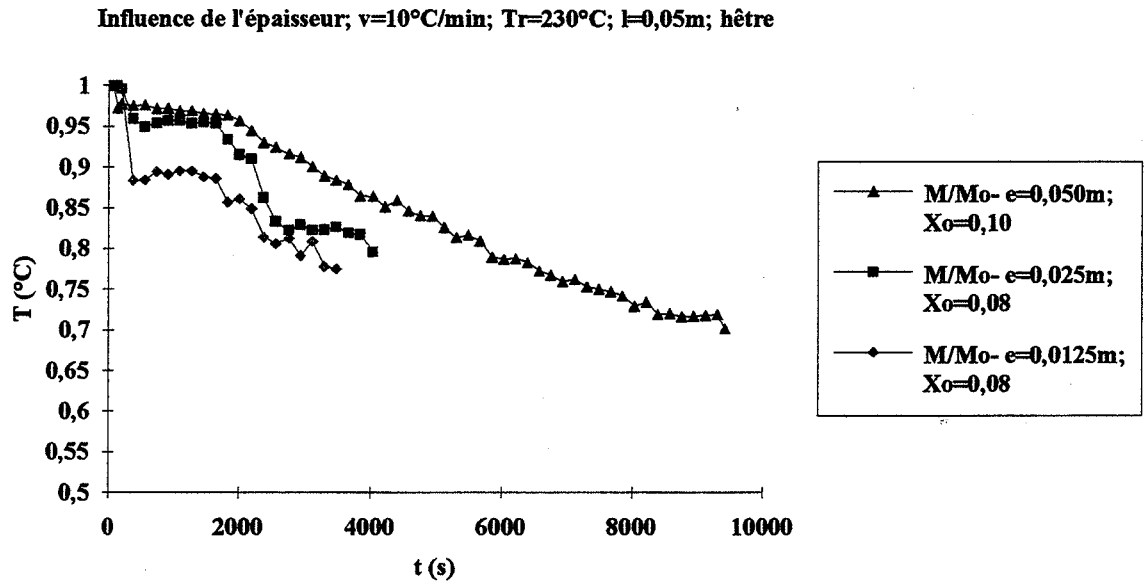
Annexes 6.1.1: traitement du hêtre à 230°C pour des largeurs l de 5 et de 10 cm



Annexe 6.1.2.a: courbes d'évolution de la **température T1**

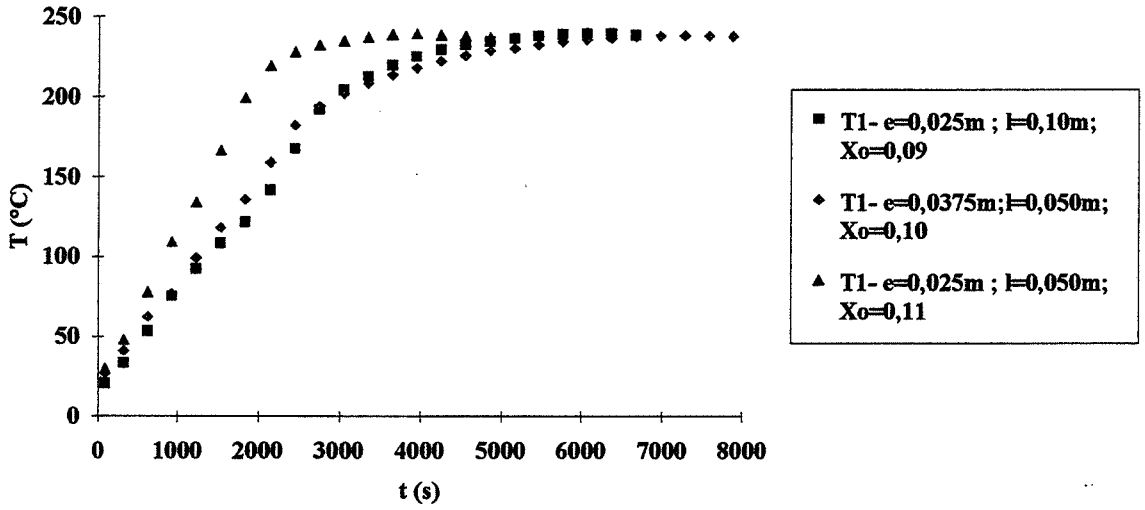


Annexe 6.1.2.b: courbes d'évolution de la **température T3**

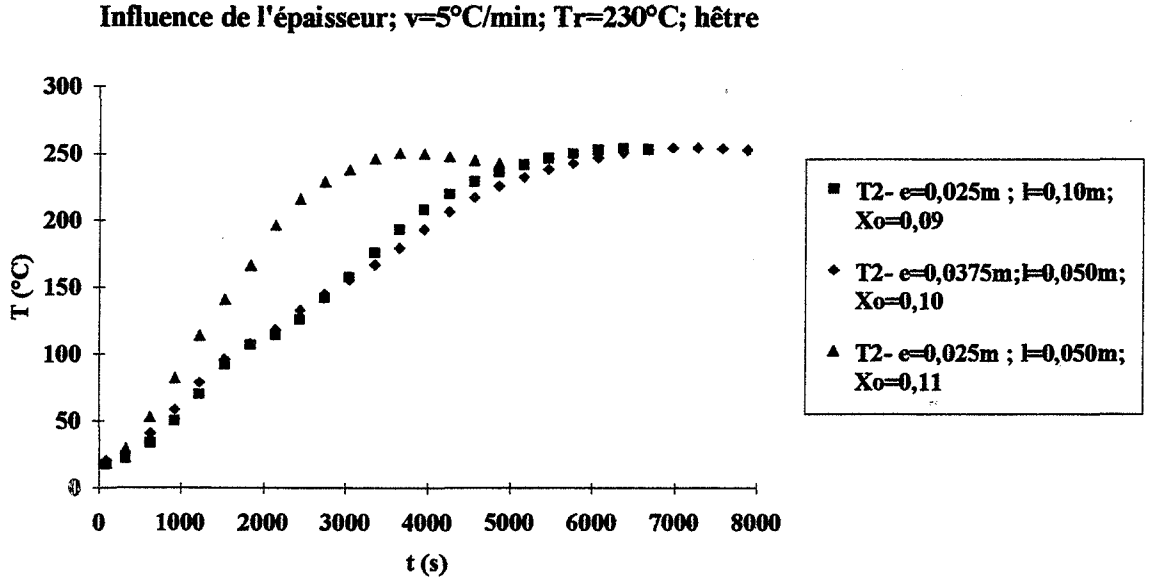


Annexe 6.1.2.c: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

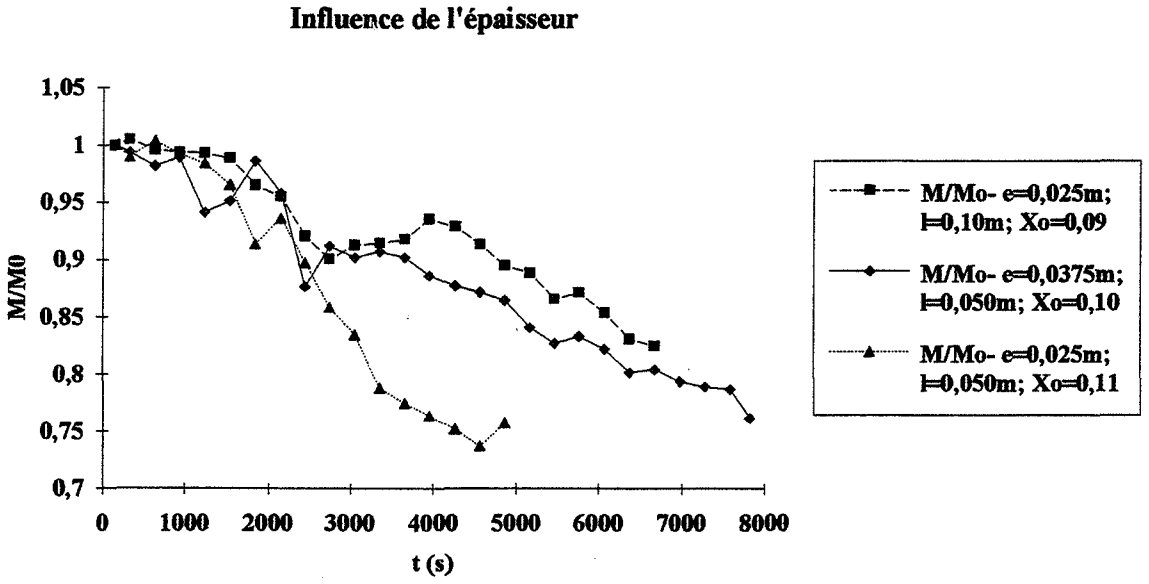
Annexes 6.1.2: traitement du hêtre à 230°C pour des épaisseurs e de 1,25 cm; 2,5 cm et 5 cm



Annexe 6.1.3.a: courbes d'évolution de la température T1

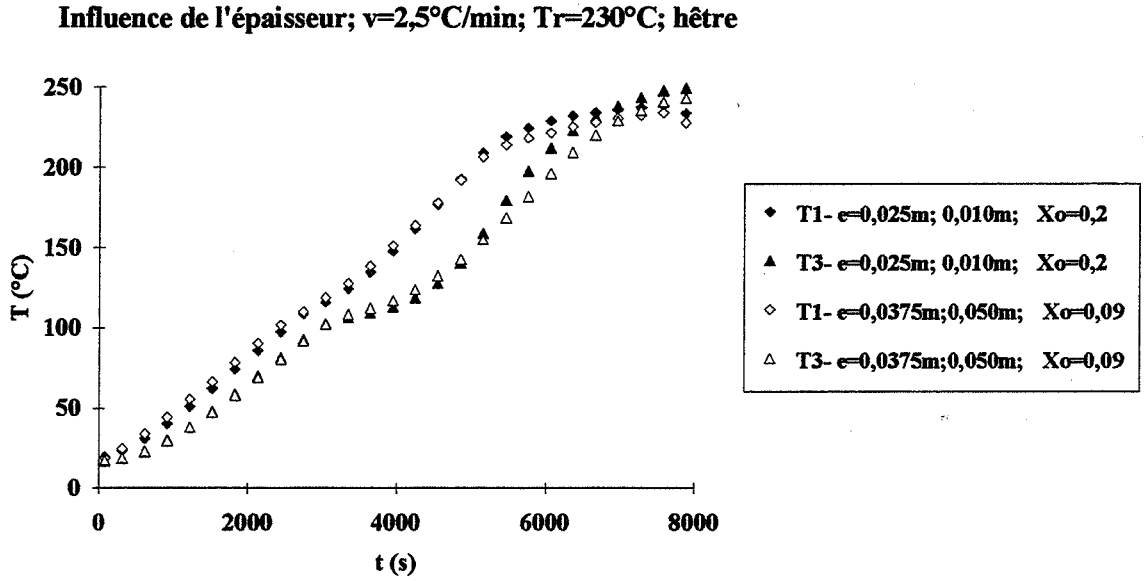


Annexe 6.1.3.b: courbes d'évolution de la **température T2**

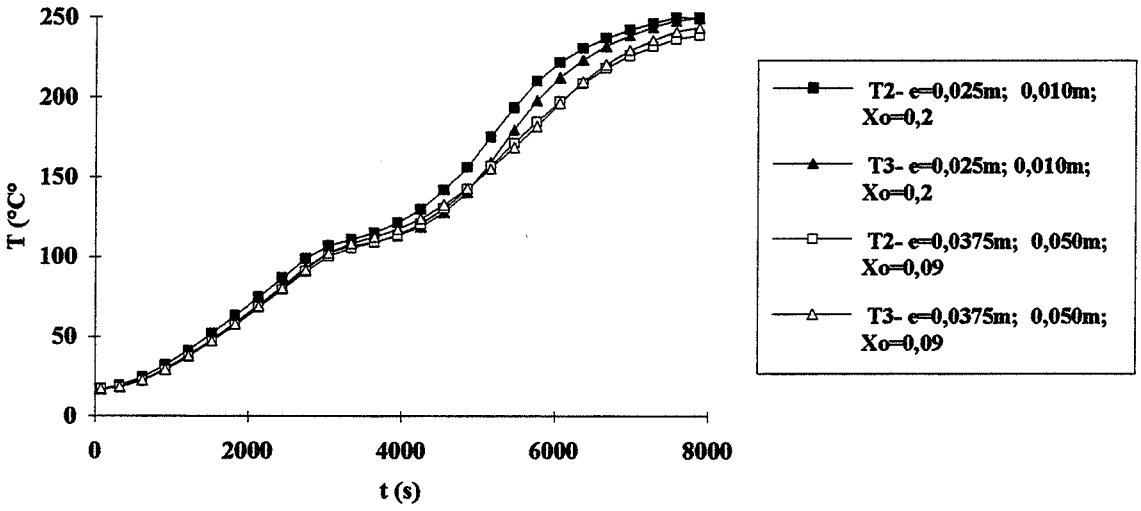


Annexe 6.1.3.c: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

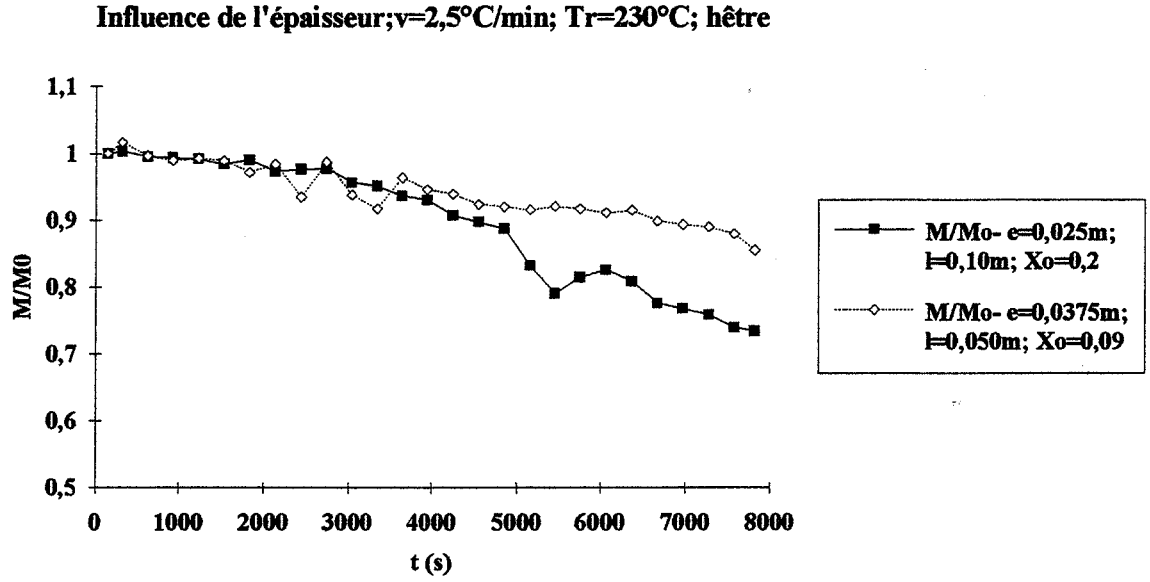
Annexes 6.1.3: traitement du hêtre à 230°C pour des épaisseurs e de 2,5 cm, 3,75 cm et des largeurs l de 5 et 10 cm



Annexe 6.1.4.a: courbes d'évolution des **températures T1 et T3**

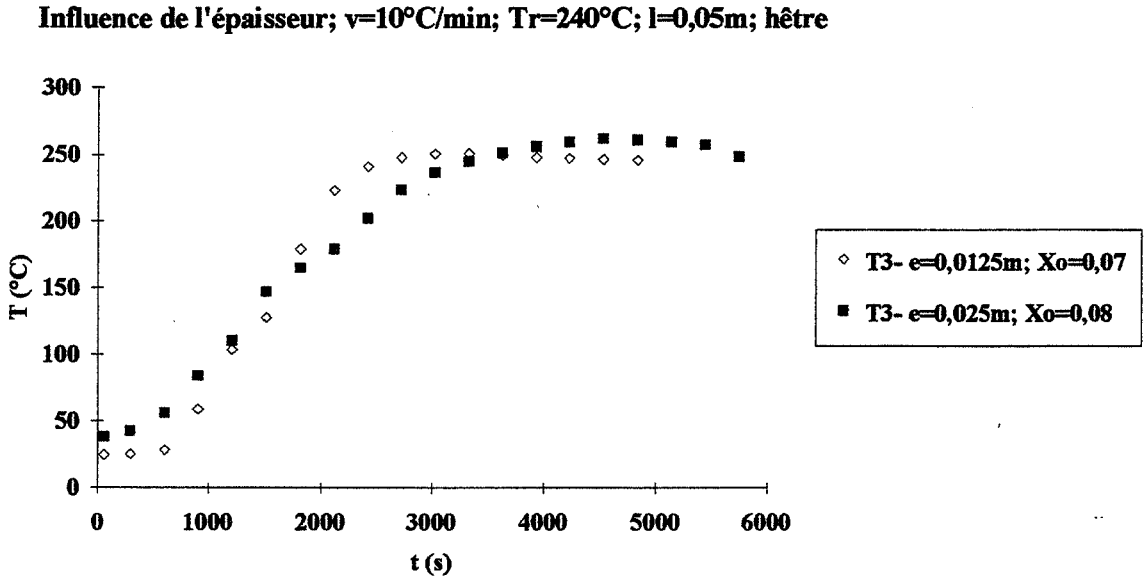


Annexee 6.1.4.b: courbes d'évolution des **températures T1, T2 et T3**

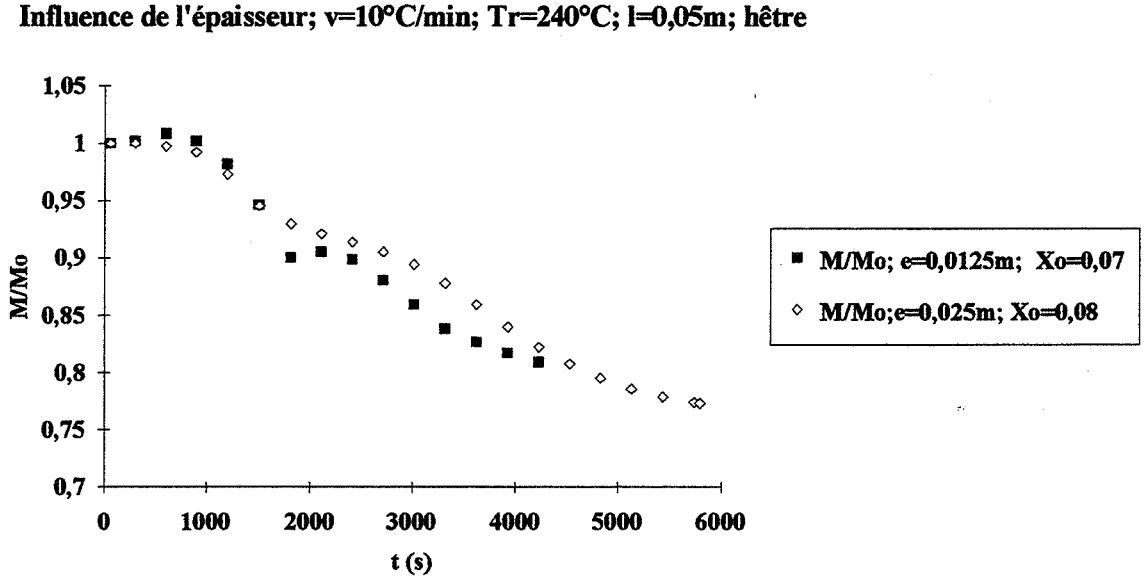


Annexee 6.1.4.c: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

Annexes 6.1.4: traitement du hêtre à 230°C avec v=2,5 °C/min. pour deux tailles différentes (2,5 cm x 10 cm) et (3,75 cm x 5 cm)

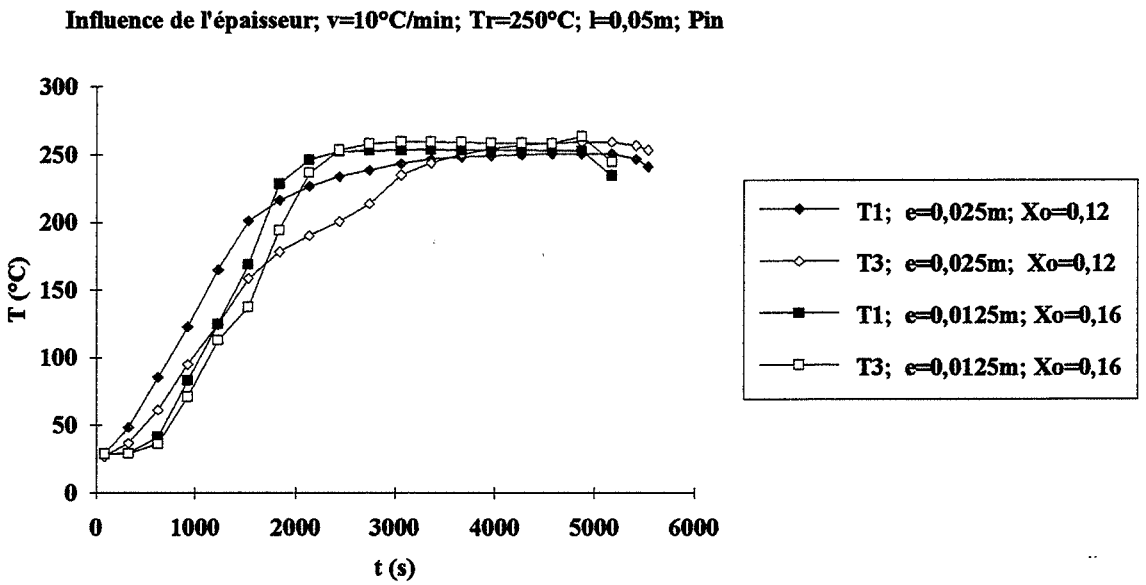


Annexe 6.1.5.a: courbes d'évolutions de la température T3

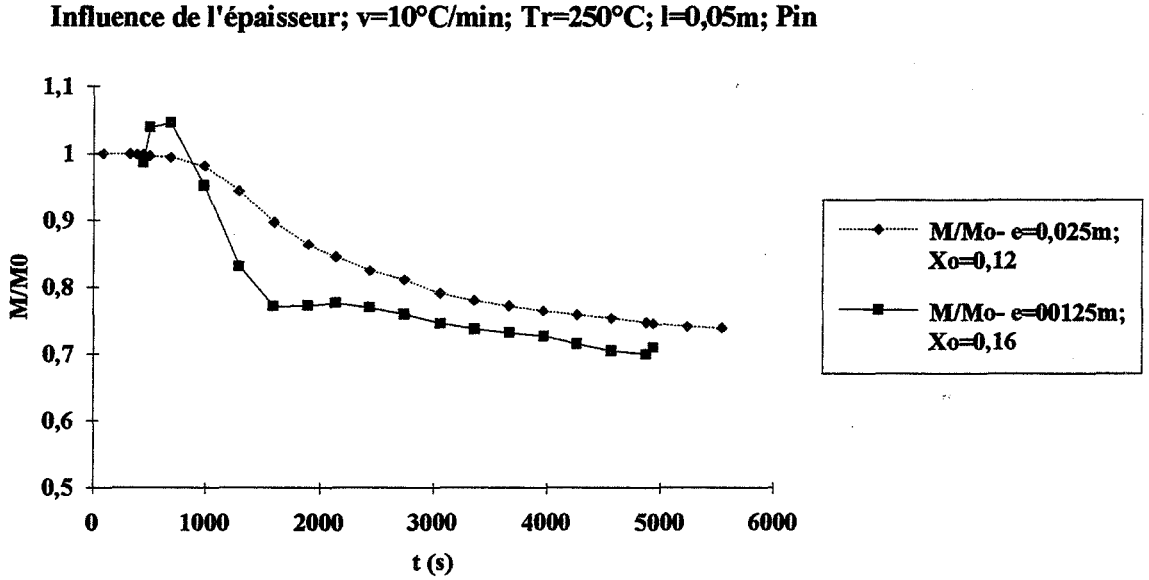


Annexe 6.1.5.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 6.1.5: traitement du hêtre à 240°C avec v=10° C/min. pour des épaisseurs de 1,25 et 2,5 cm



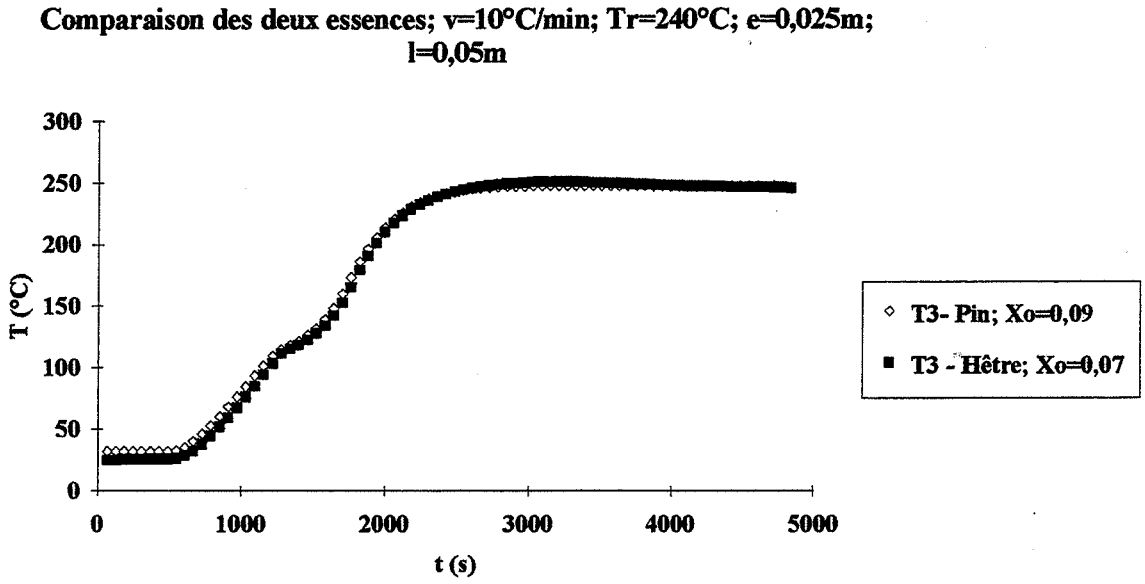
Annexe 6.2.a: courbes d'évolution des **températures T1, T2, T3**



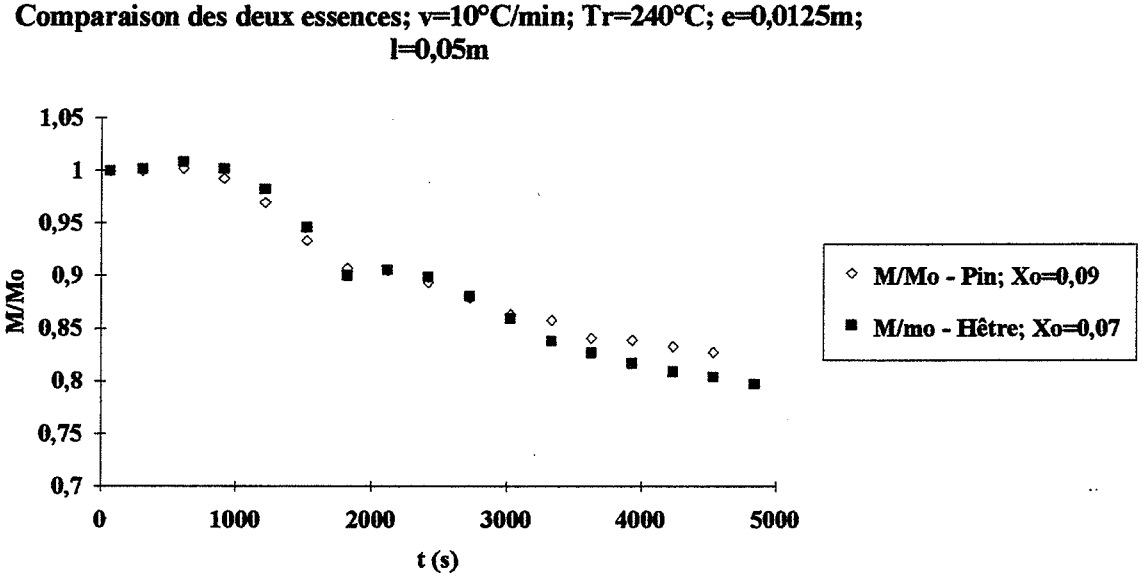
Annexe 6.2.b: courbes d'évolution de la masse réduite M/Mo

Annexes 6.2: traitement du pin à 250°C avec v=10 ° C/min. pour des épaisseurs de 1,25 et 2,5 cm

Annexe 7: influence de l'essence du bois:

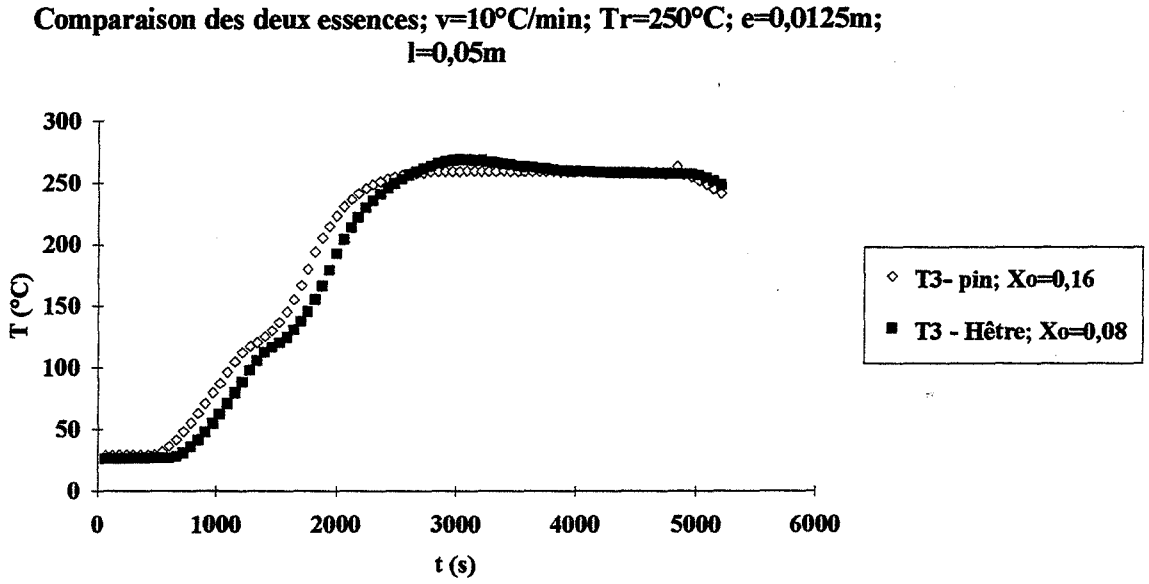


Annexe 7.1.a: courbes d'évolution de la **température T3**

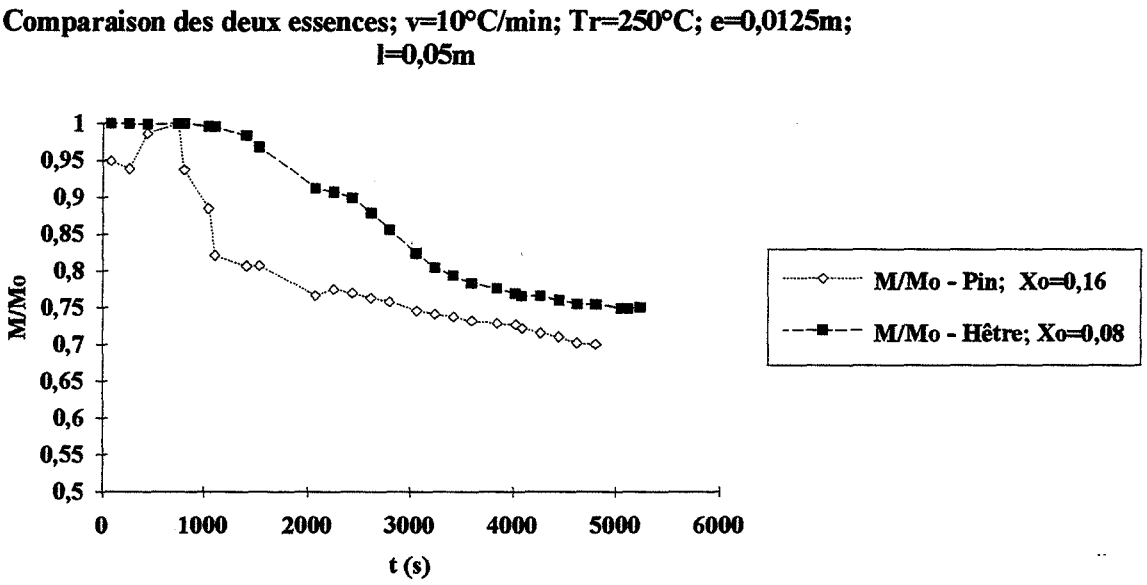


Annexe 7.1.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 7.1: traitement à 240°C avec une vitesse v=10° C/min. pour une épaisseur de 1.25 cm

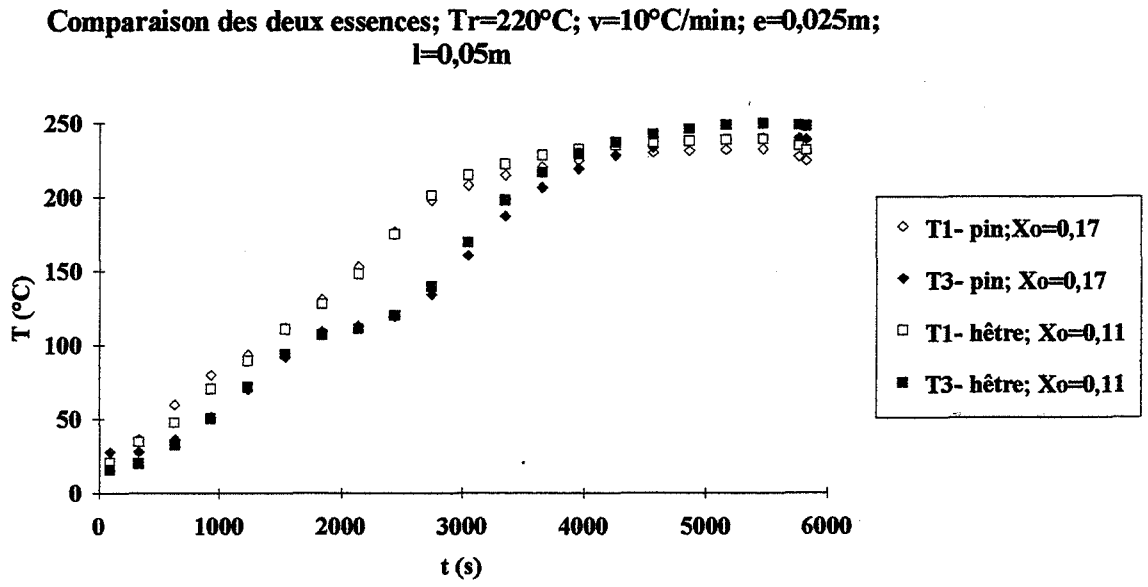


Annexe 7.2.a: courbes d'évolution de la **température T3**

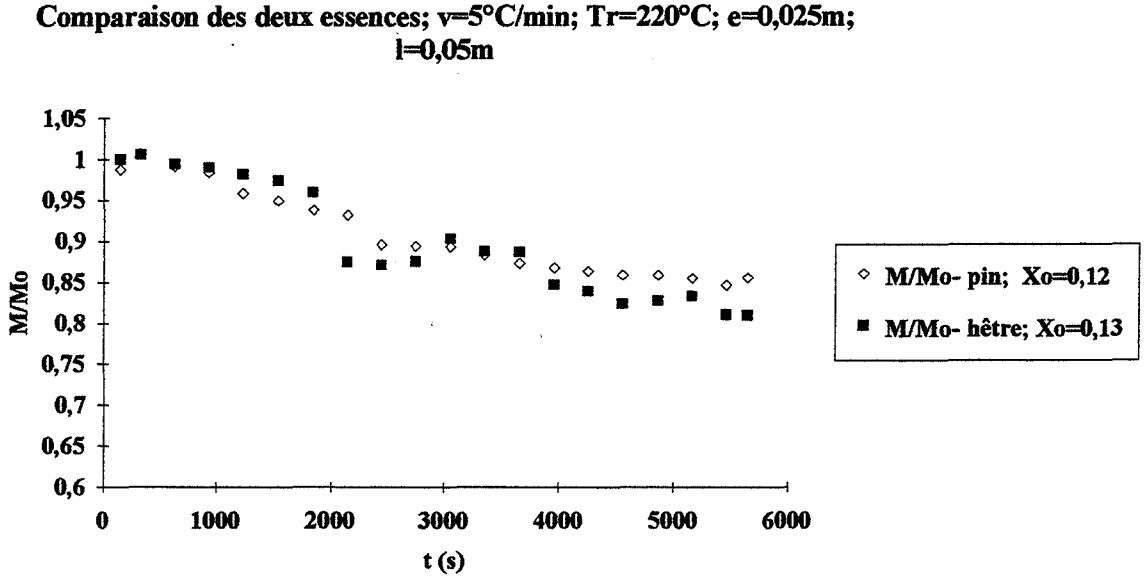


Annexe 7.2.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 7.2: traitement à 250°C pour une épaisseur de 1,25 cm et une vitesse v=10° C/min.

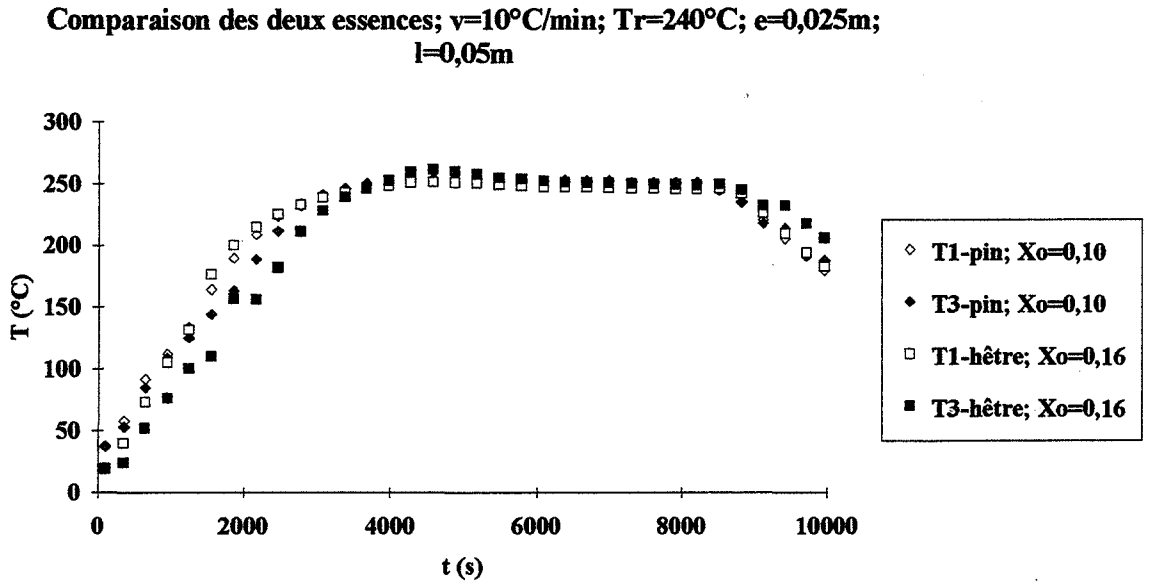


Annexe 7.3.a: courbes d'évolution des **températures T1 et T3**

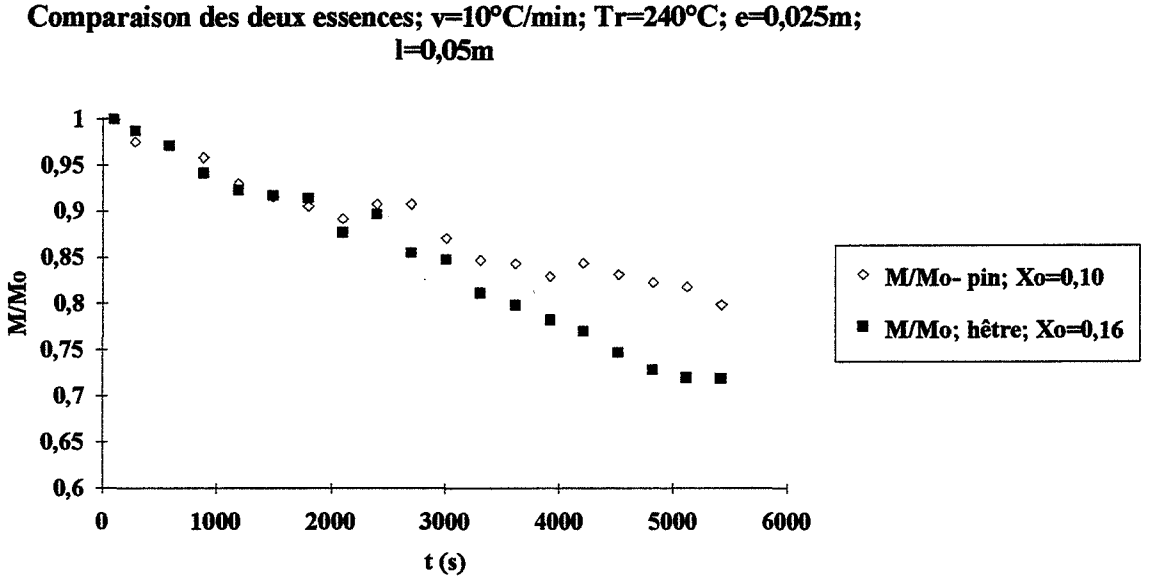


Annexe 7.3.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 7.3: traitement à 220°C avec une vitesse de 5°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm



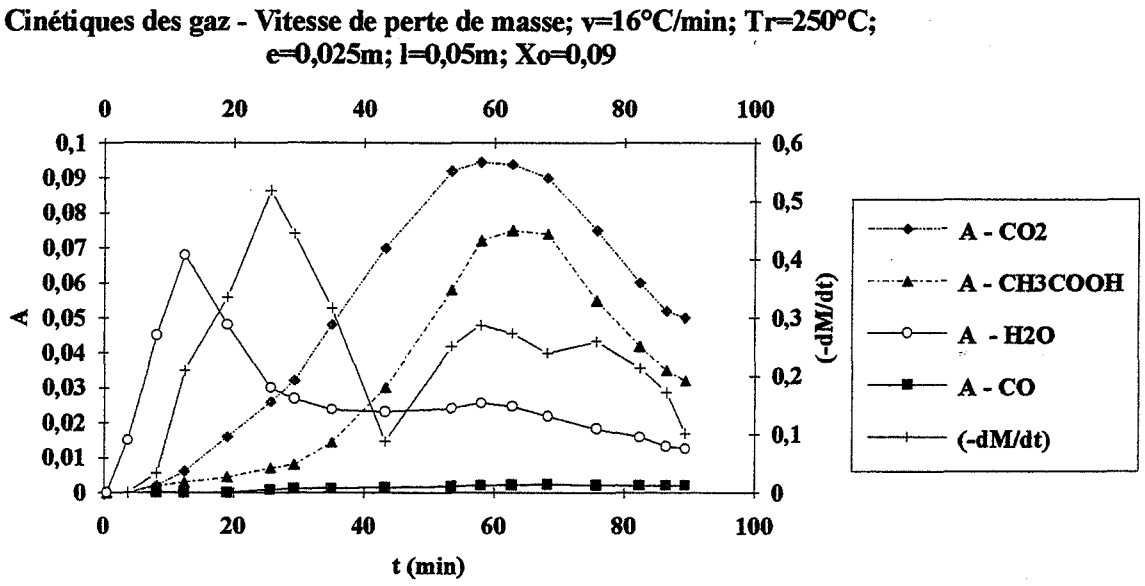
Annexe 7.4.a: courbes d'évolution des **températures T1 et T3**



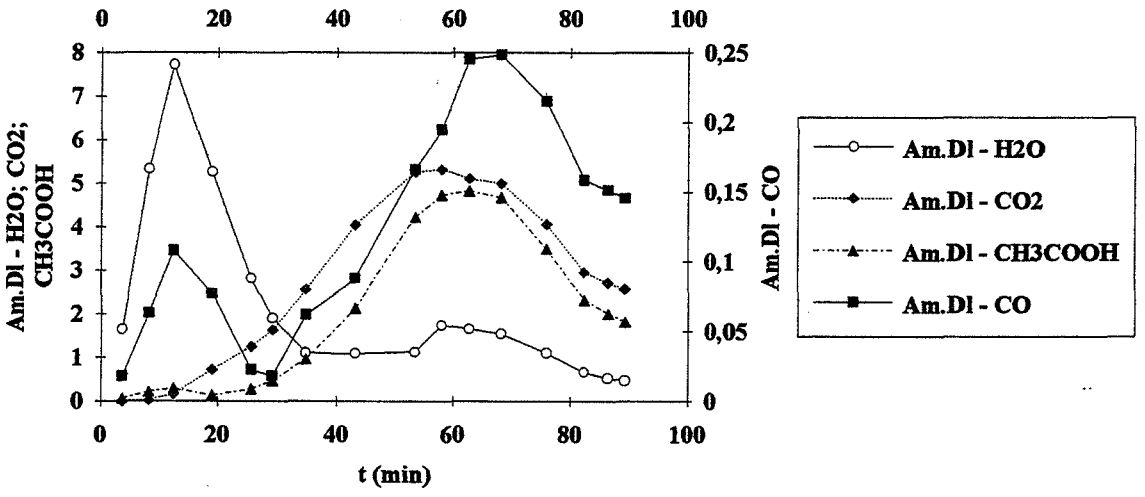
Annexe 7.4.b: courbes d'évolution de la **masse réduite M/Mo**

Annexes 7.4: traitement à 240°C avec une vitesse de v=10°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

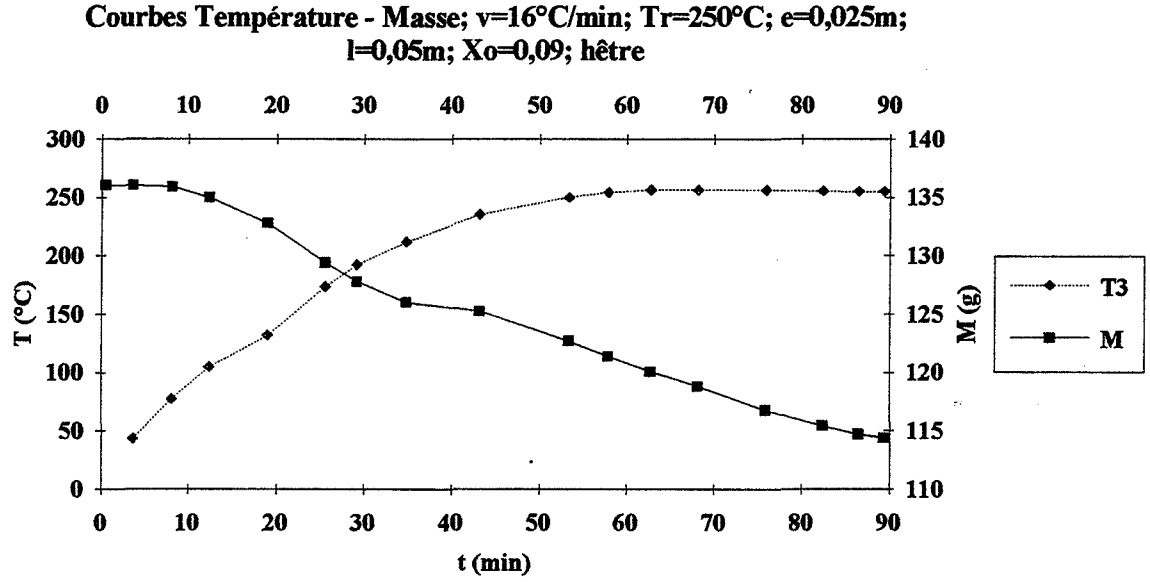
Annexe 8: Cinétiques d'émission de gaz par le hêtre



Annexe 8.1.a: courbes d'évolution de la vitesse de perte de masse *et courbes d'évolution de l'*absorbance *de chaque composé émis calculée avec la* hauteur *des pics*

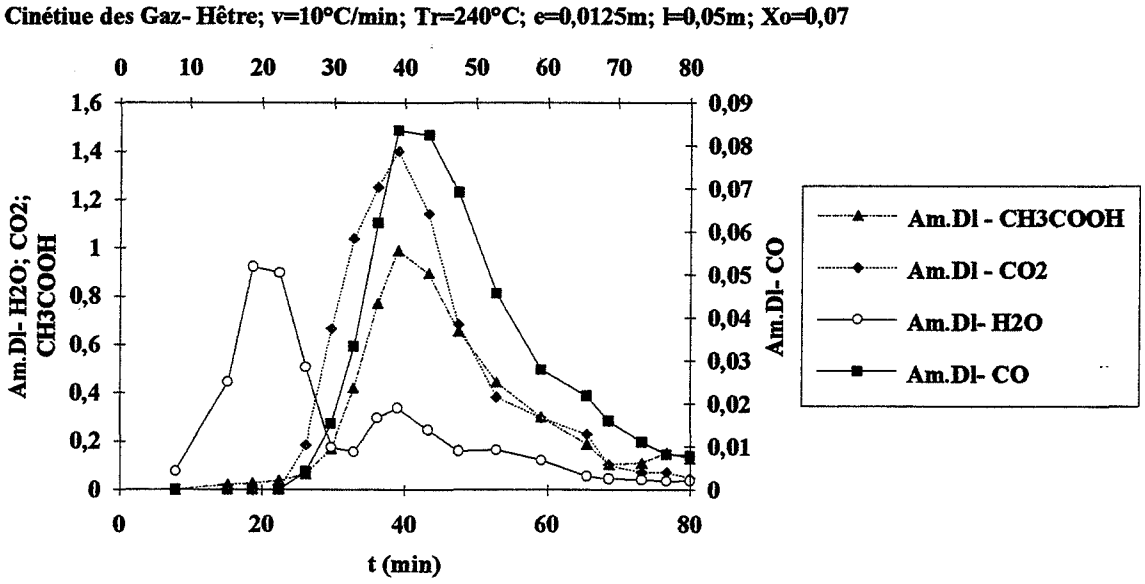


*Annexe 8.1.b: courbes d'évolution de l'*absorbance *de chaque composé émis calculée avec* l'aire *des pics*

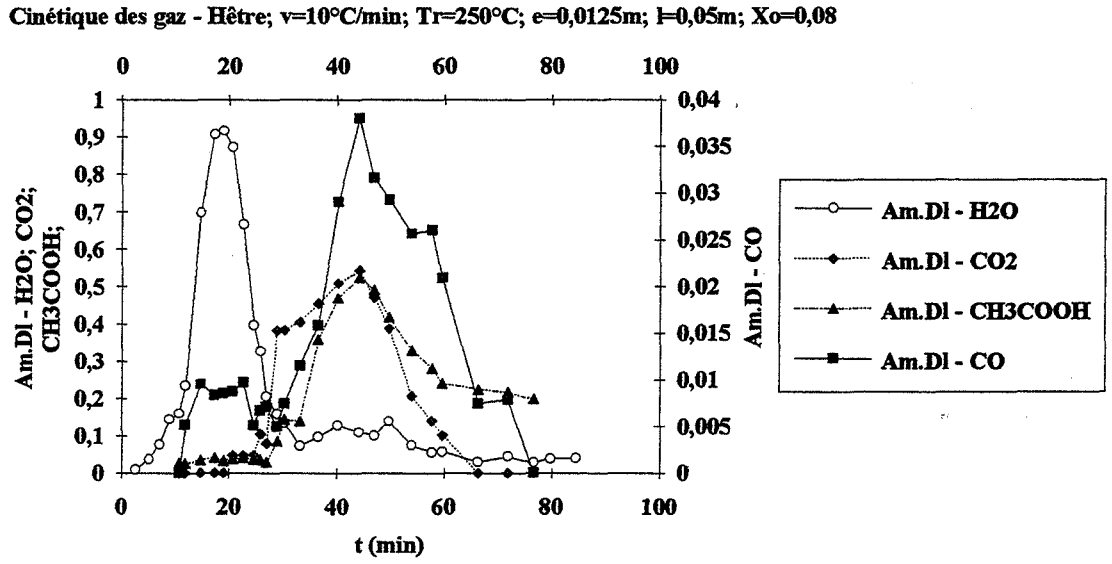


Annexe 8.1.c: courbes de cinétique de **perte masse** *et d'évolution de la* **température T3**

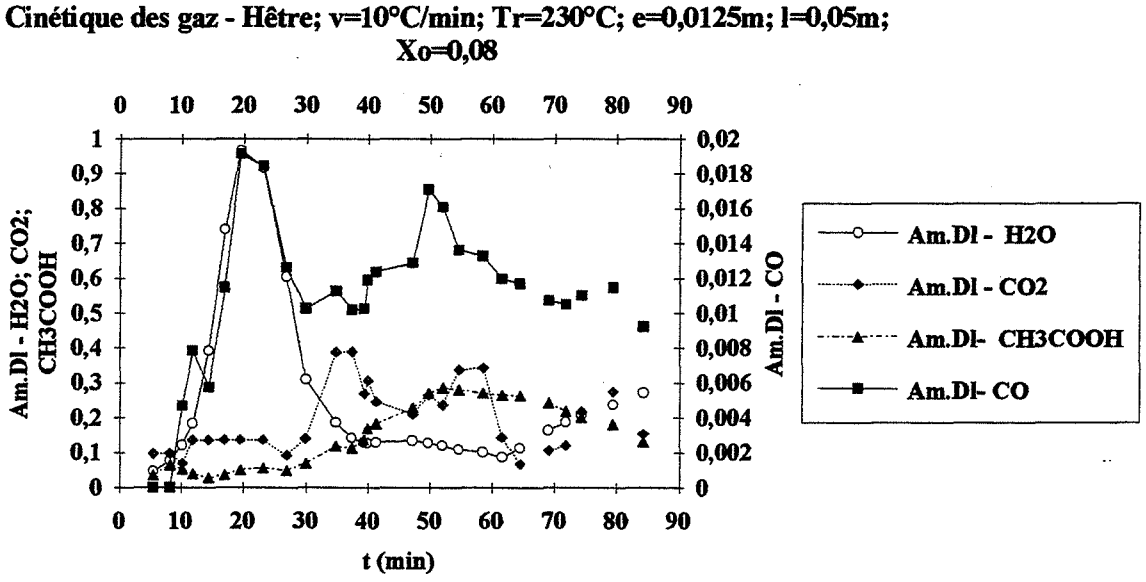
Annexes 8.1: traitement du hêtre à 250°C avec une vitesse v de 16°C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm



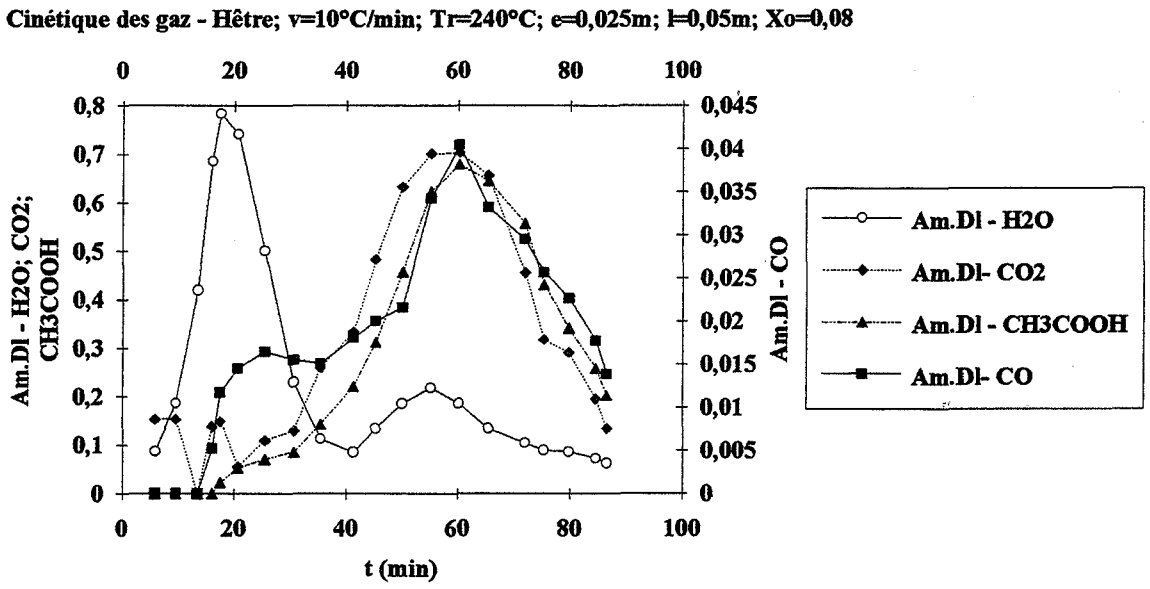
Annexe 8.2: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis lors du traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse de 10°C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm



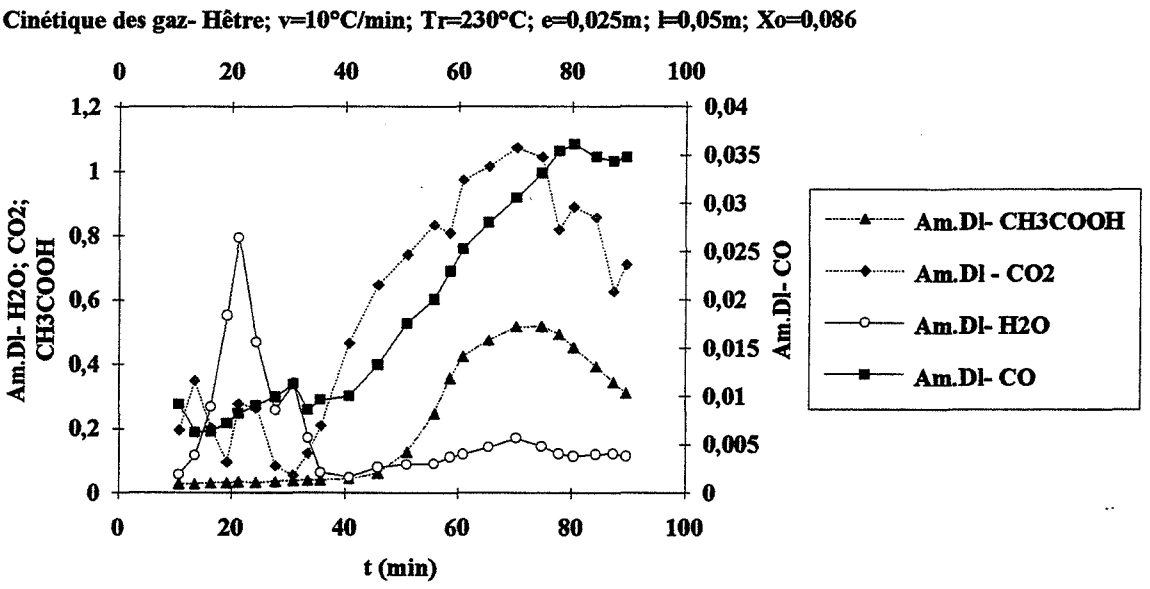
Annexe 8.3: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis obtenues lors du traitement du hêtre à 250°C avec une vitesse de 10°C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm



Annexe 8.4: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis lors du traitement du hêtre à 230°C une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur e de 1,25 cm

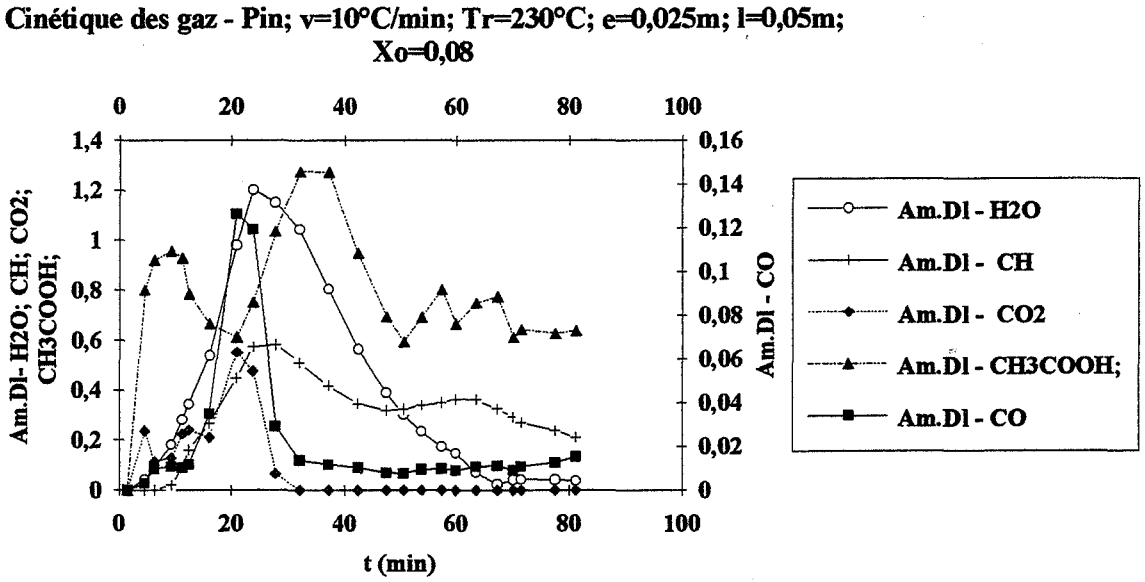


Annexe 8.5: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis obtenues lors du traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse de 10°C/min. pour une épaisseur e de 2,5 cm

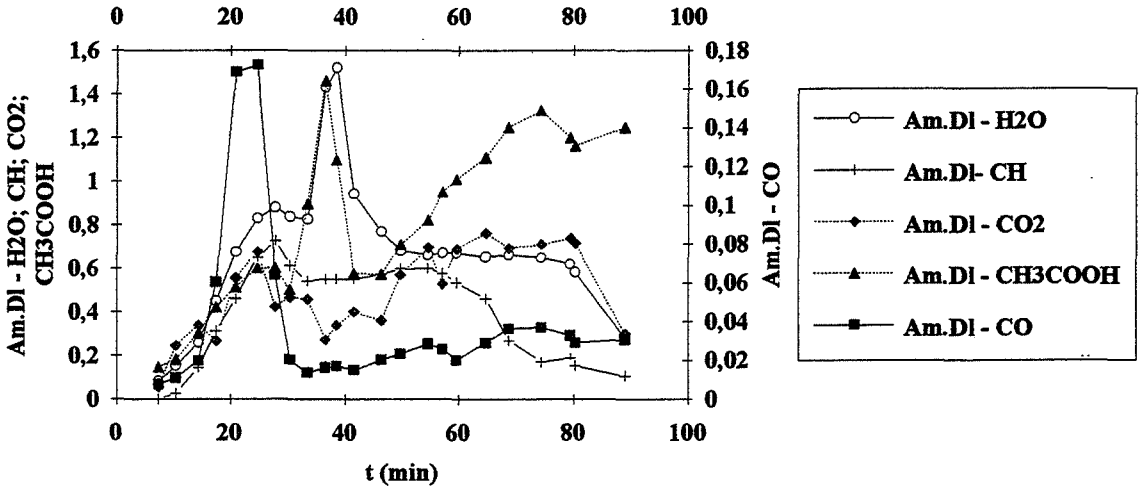


Annexe 8.6: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis obtenues lors du traitement du hêtre à 230°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur e de 2,5 cm

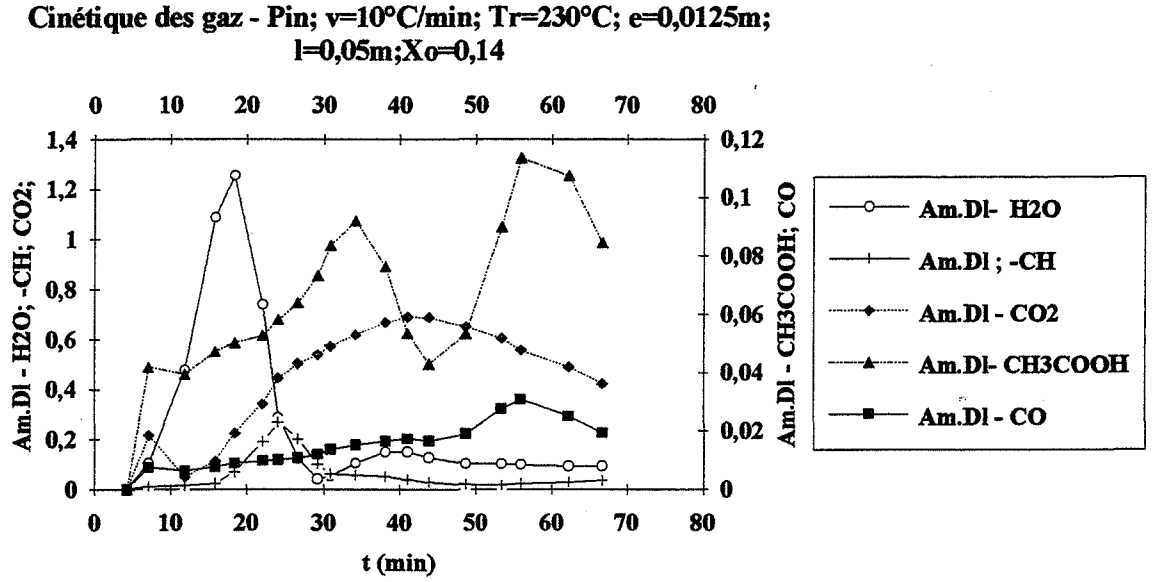
Annexe 9: Cinétiques d'émission de gaz par le pin



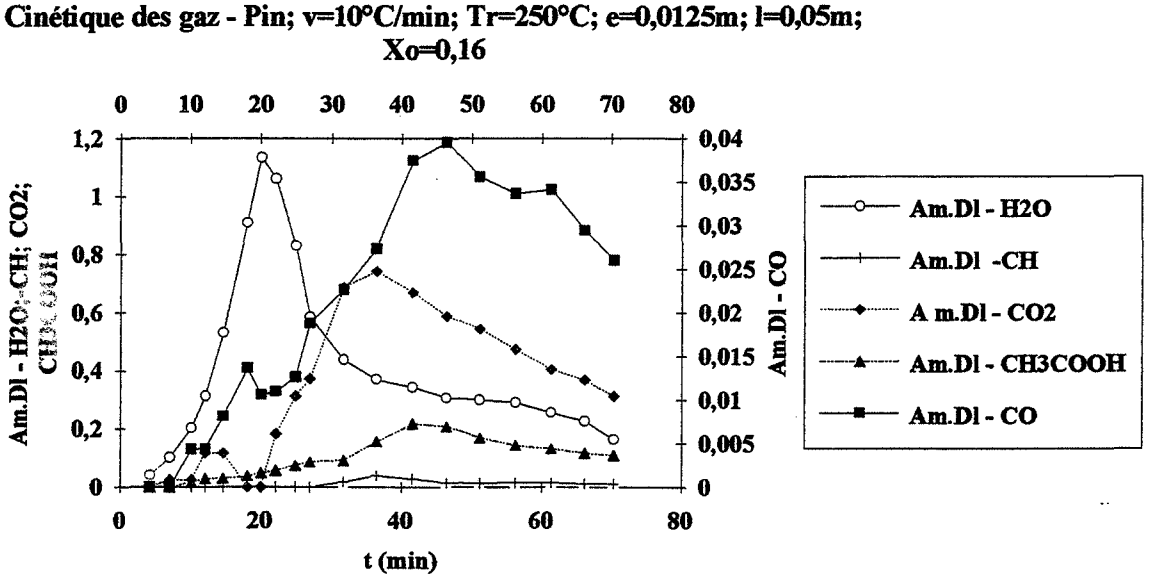
Annexe 9.1: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis obtenues lors du traitement du pin à 230°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm



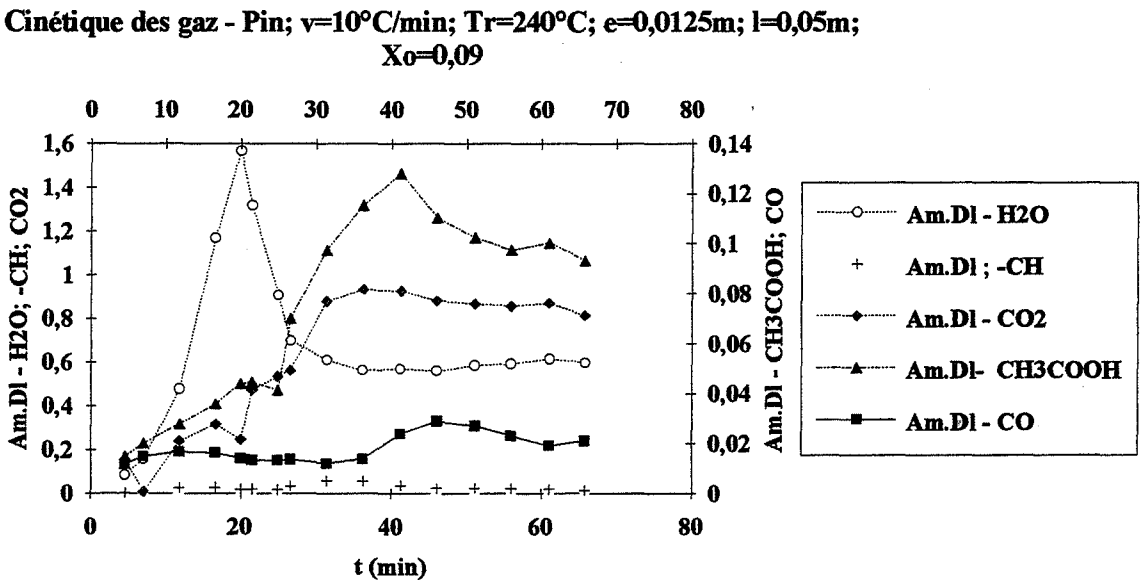
Annexe 9.2: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis obtenues lors du traitement du pin à 250°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm



Annexe 9.3: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis obtenues lors du traitement du pin à 230°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

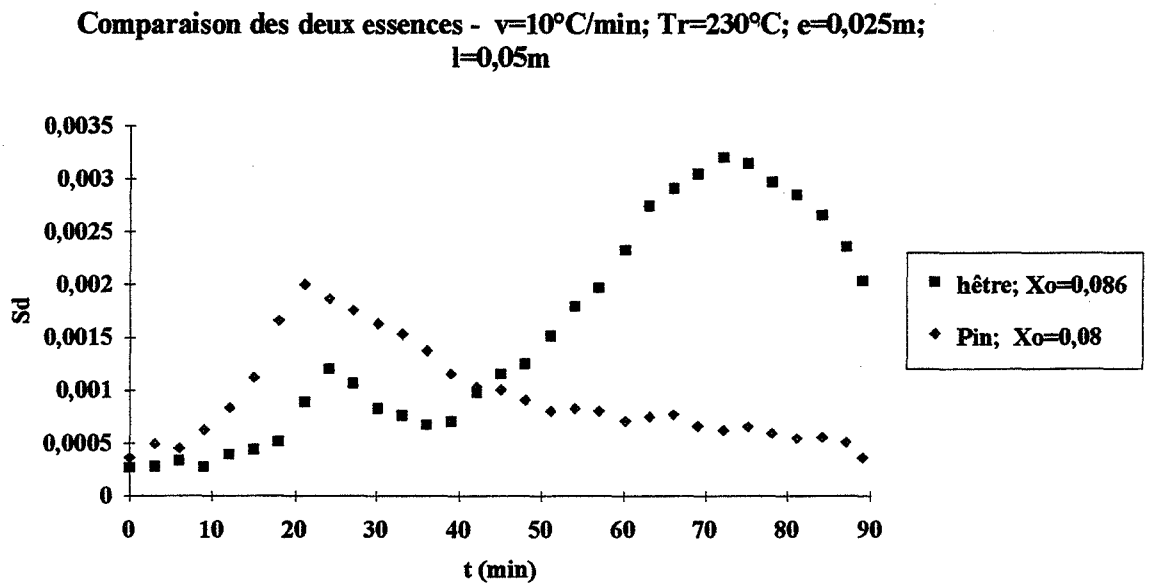


Annexe 9.4: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis obtenues lors du traitement du pin à 250°C avec une vitesse v=10°C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

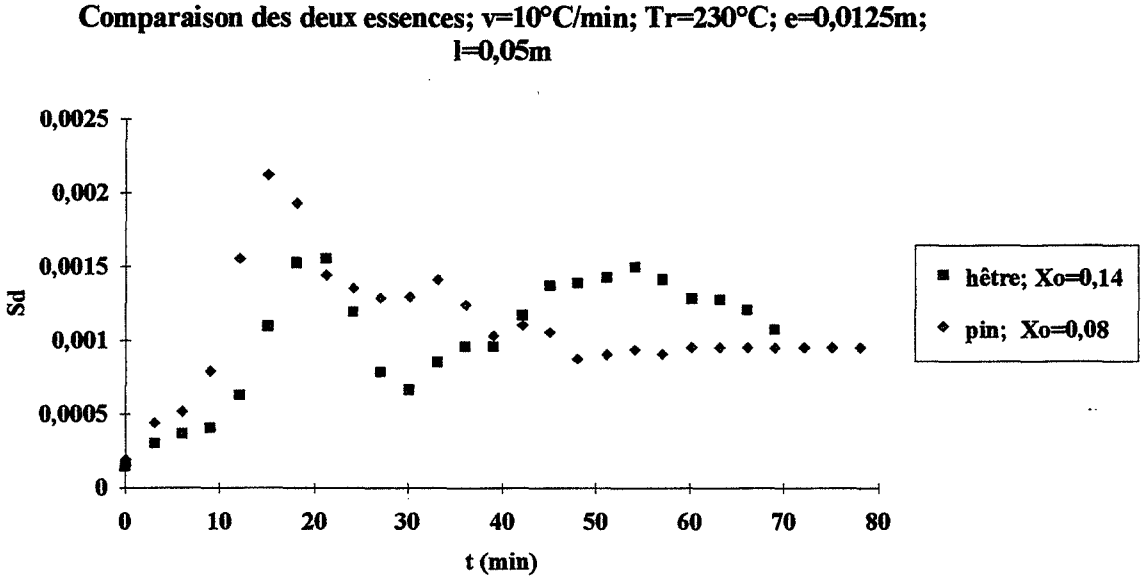


Annexe 9.5: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis obtenues lors du traitement du pin à 240°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur e de 1,25 cm

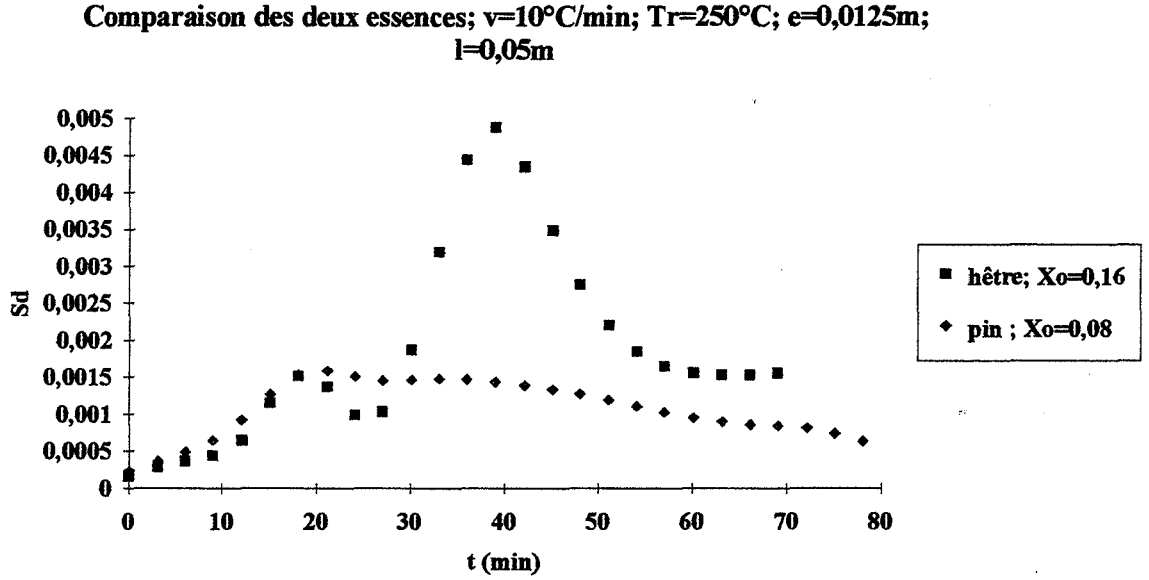
Annexe 10 : influence de l'essence de l'échantillon



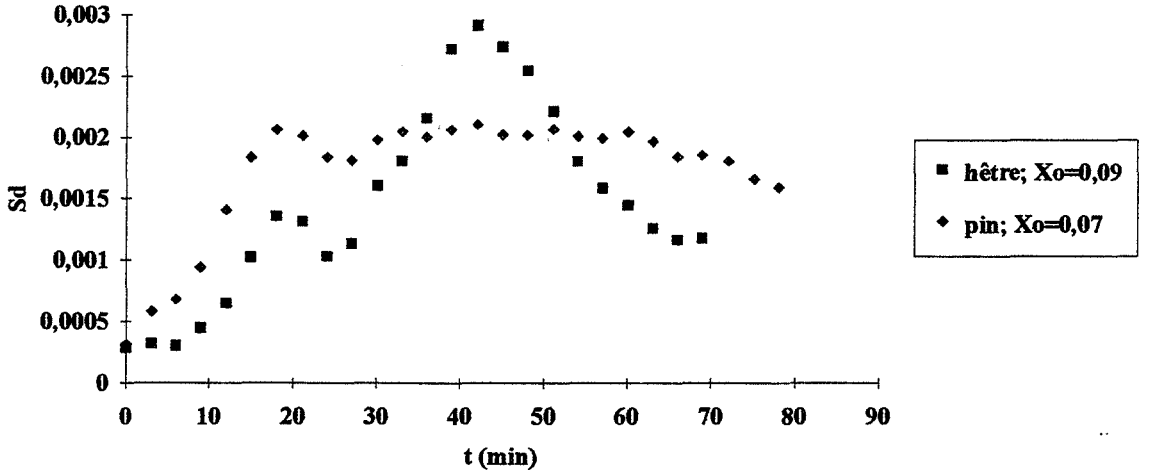
Annexe 10.1: courbes d'évolution de l'interférogramme lors du traitement du hêtre et du pin à 230°C avec v=10 °C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm



Annexe 10.2: courbes d'évolution de l'interférogramme lors du traitement du hêtre et du pin à 230°C avec v=10 °C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

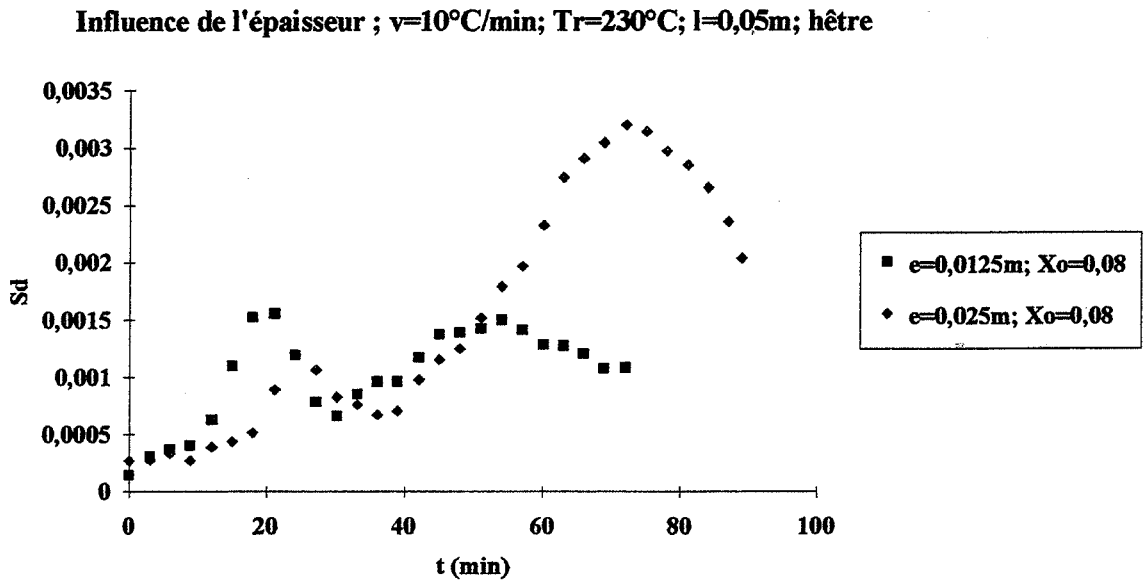


Annexe 10.3: courbes d'évolution de l'interférogramme lors du traitement du hêtre et du pin à 250°C avec v=10 °C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

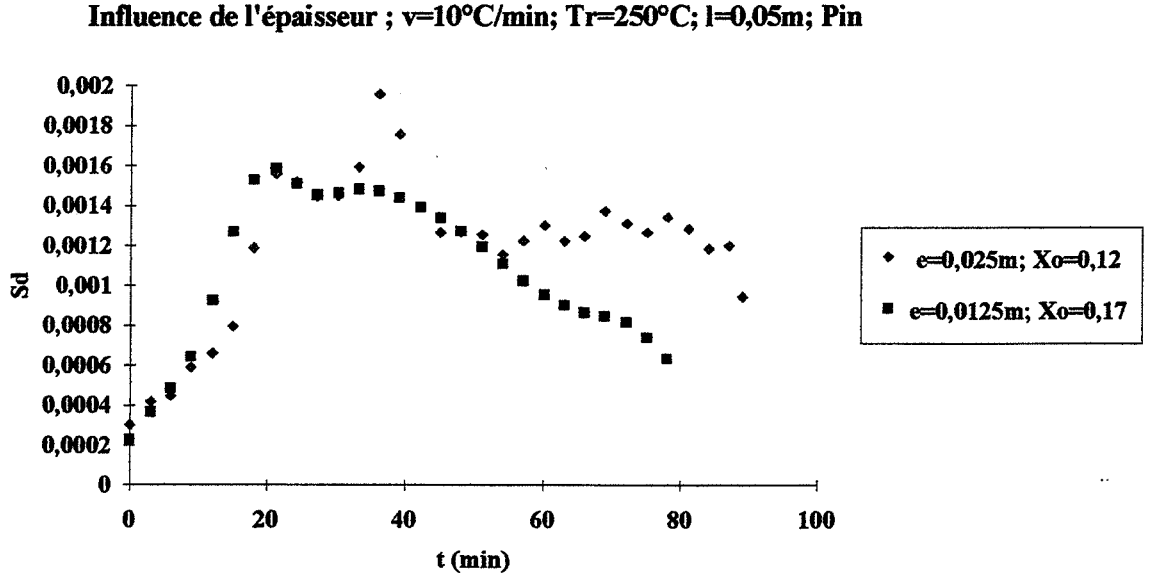


Annexe 10.4: courbes d'évolution de l'interférogramme lors du traitement du hêtre et du pin à 240°C avec v=10 °C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm

Annexe 11: influence de l'épaisseur de l'échantillon

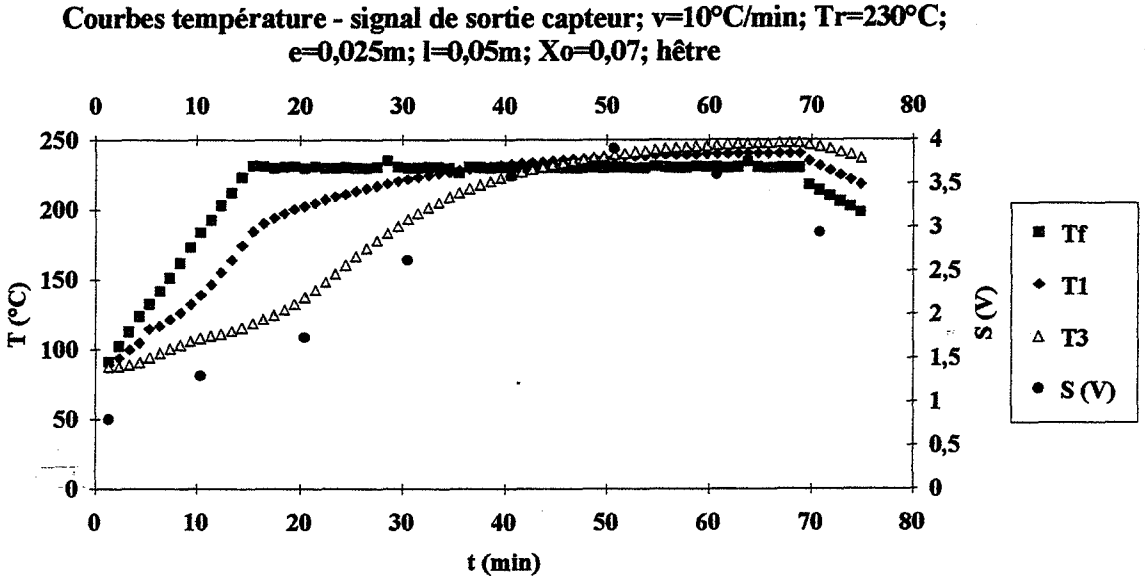


Annexe 11.1: courbes d'évolution de l'interférogramme lors du traitement du hêtre à 230°C avec une vitesse de 10°C/min. pour des épaisseurs de 1,25 et 2,5 cm

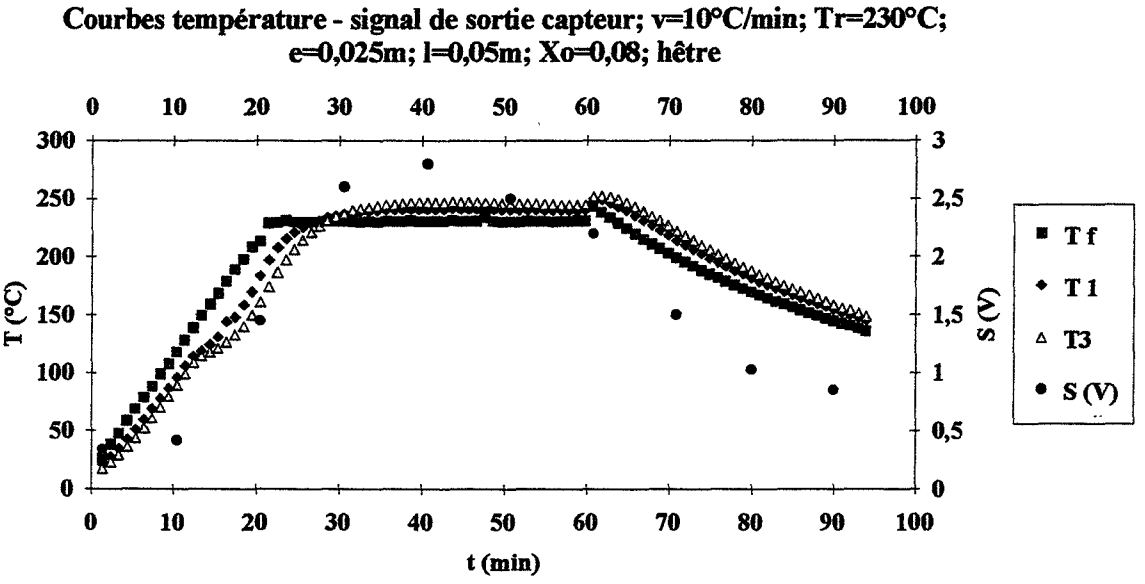


Annexe 11.2: courbes d'évolution de l'interférogramme lors du traitement du pin à 250°C avec une vitesse de 10°C/min. pour des épaisseurs de 1,25 et 2,5 cm

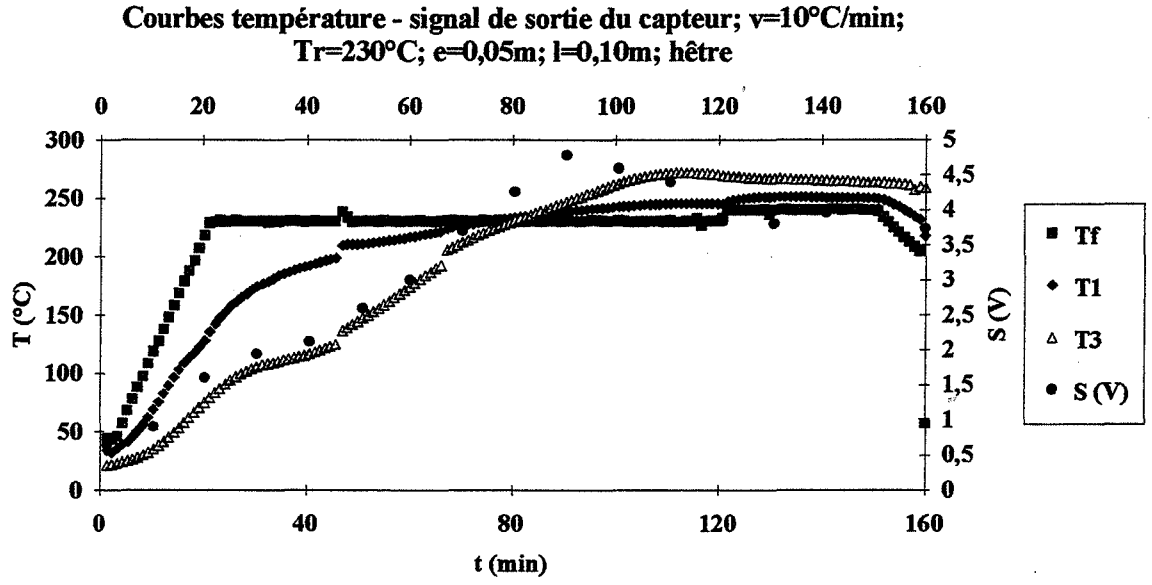
Annexe 12: résultats sur le traitement du hêtre (sec)



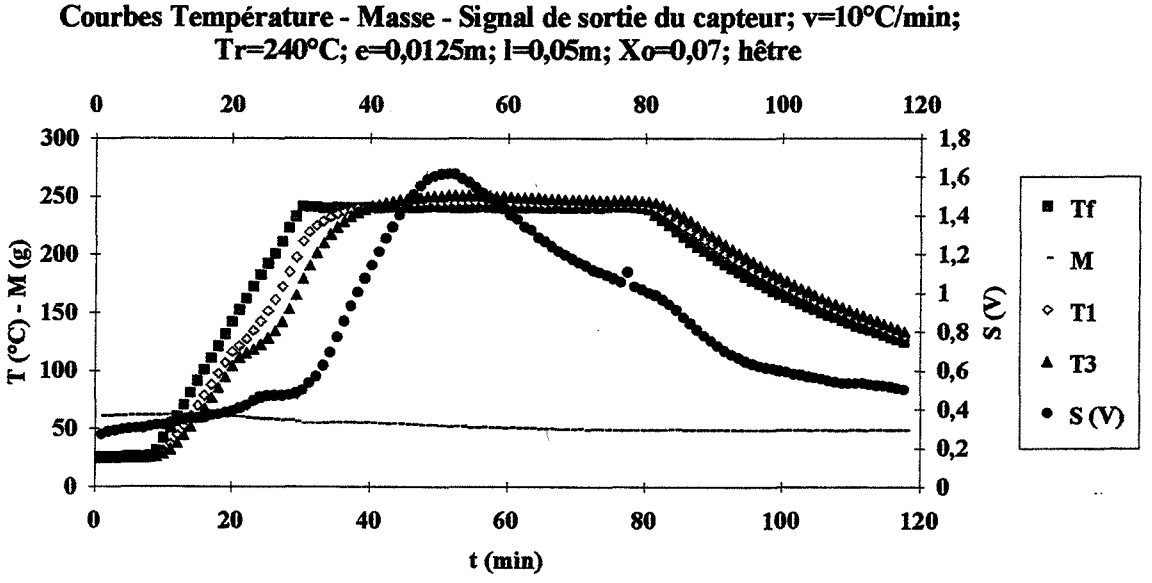
Annexe 12.1: courbes d'évolution des températures Tf, T1 et T3 et courbe d'évolution du signal de sortie du capteur lors du traitement du hêtre à 230°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm



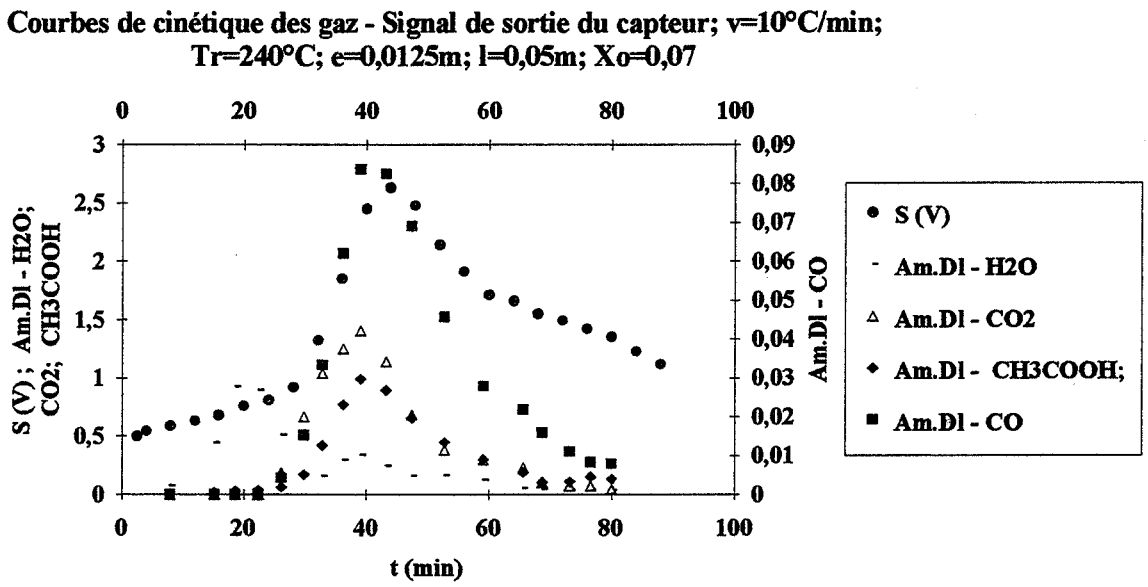
Annexe 12.2: courbes d'évolution des températures Tf, T1 et T3 et courbe d'évolution du signal de sortie du capteur lors du traitement du hêtre à 230°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm



Annexe 12.3: courbes d'évolution des températures Tf, T1 et T3 et courbe d'évolution du signal de sortie du capteur lors du traitement du hêtre à 230°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 5 cm

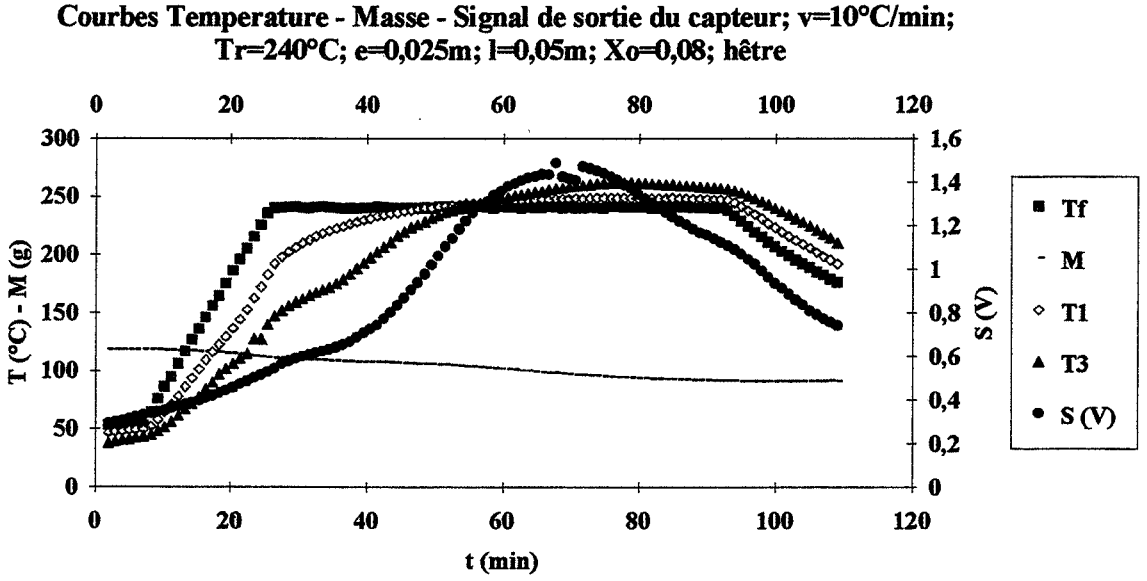


Annexe 12.4.a: courbes d'évolution des **températures Tf, T1 et T3**, *de cinétique de* **perte de masse** *et d'évolution du* **signal du capteur**

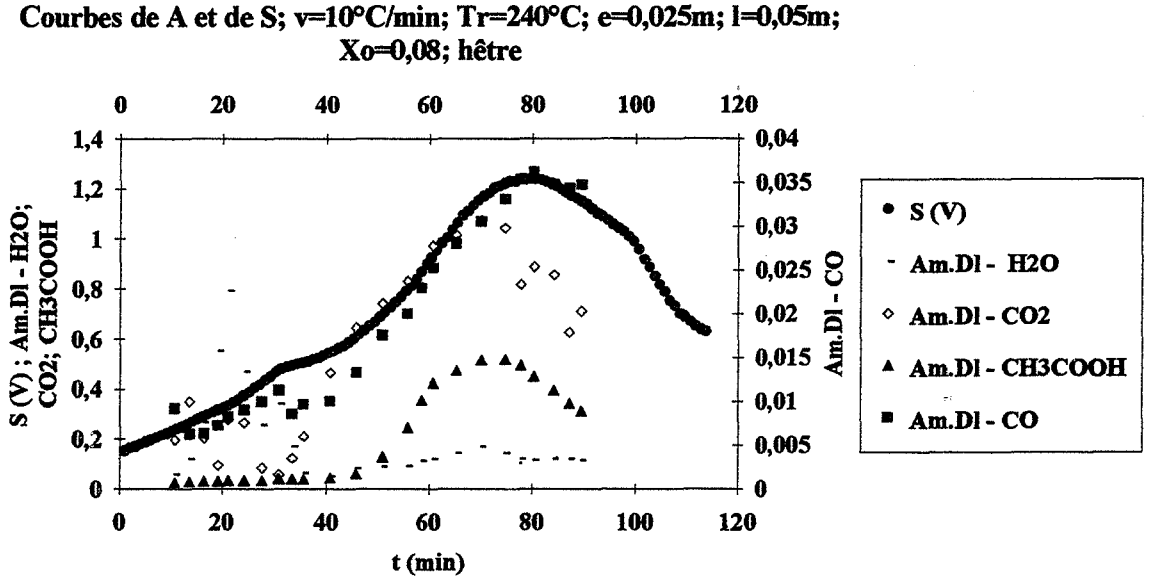


*Annexe 12.4.b: courbes d'évolution de l'*absorbance *de chaque composé émis et du* signal de sortie du capteur

Annexes 12.4: traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm



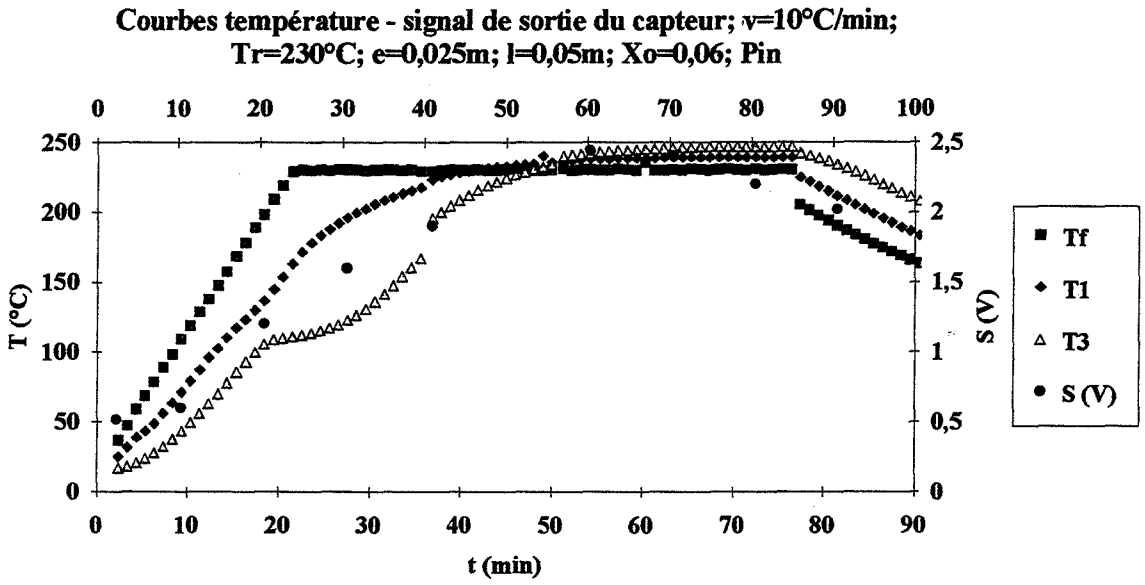
Annexe 12.5.a: courbes d'évolution des températures Tf, T1 et T3, *de cinétique de* perte de masse *et d'évolution du* signal du capteur



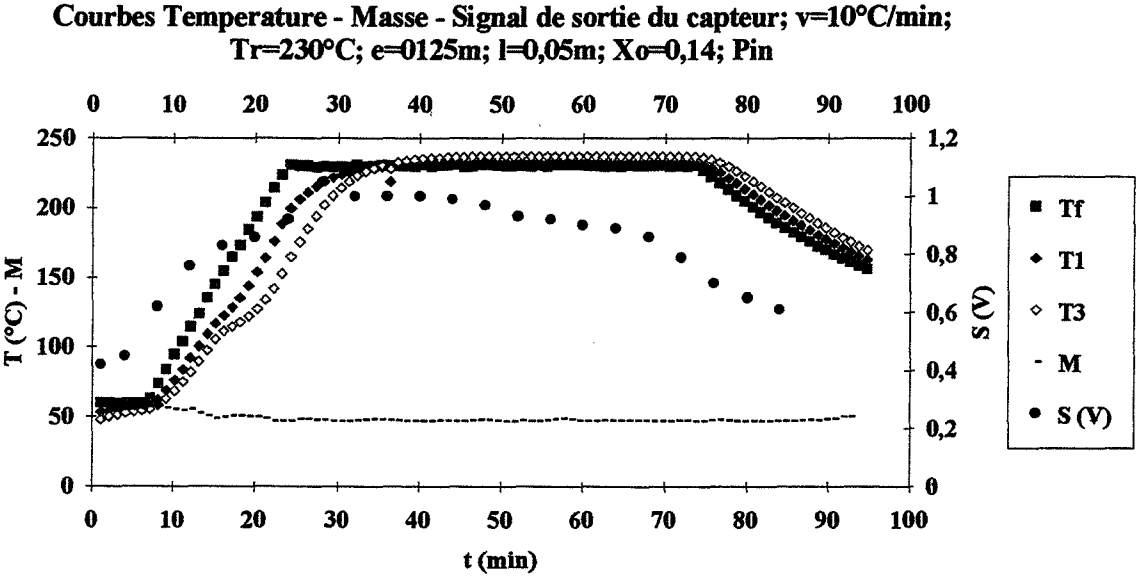
Annexe 12.5.b: courbes d'évolution de l'absorbance de chaque composé émis et du signal de sortie du capteur

Annexes12.5: traitement du hêtre à 240°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur e de 1,25 cm

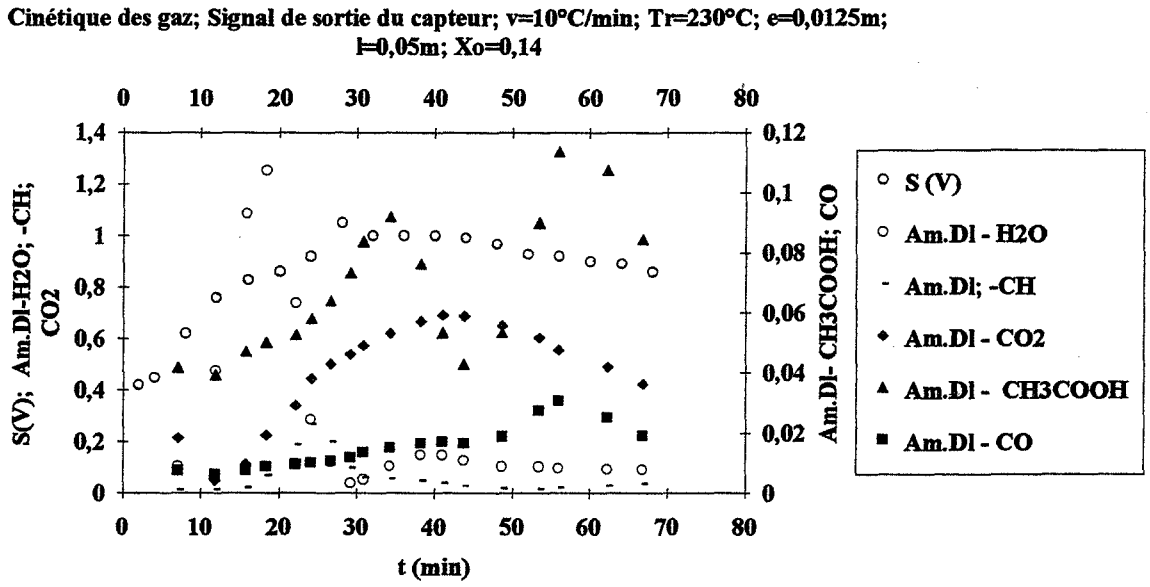
Annexe 13: résultats sur le traitement du pin (sec)



Annexe 13.1: courbes d'évolution des températures Tf, T1 et T3 et courbe d'évolution du signal de sortie du capteur lors du traitement du pin à 230°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 2,5 cm

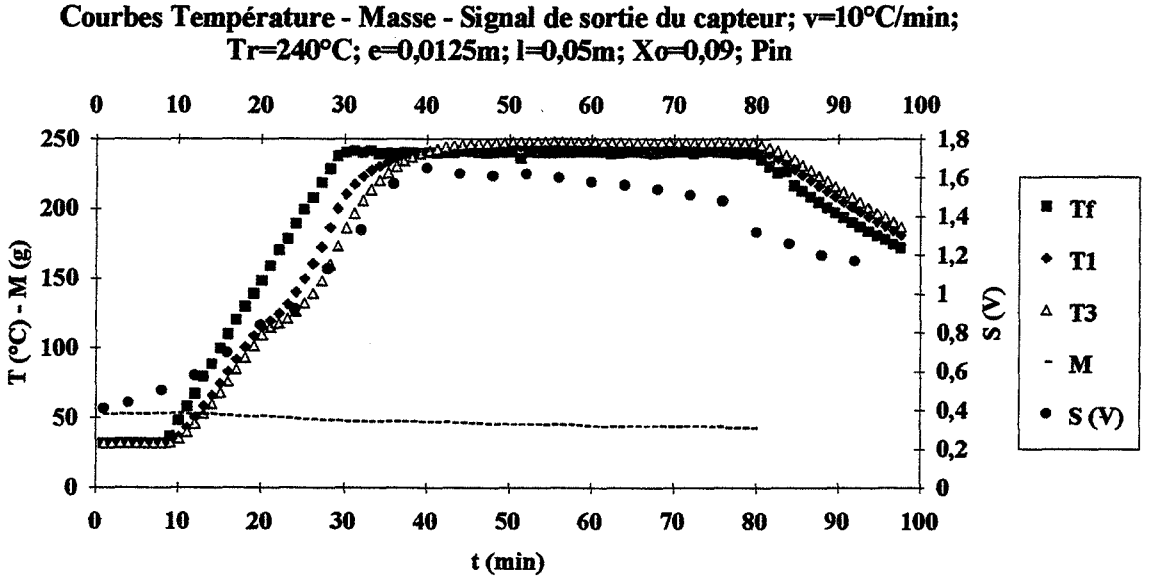


Annexe 13.2.a: courbes d'évolution des **températures Tf, T1 et T3**, *de cinétique de* **perte de masse** *et d'évolution du* **signal du capteur**

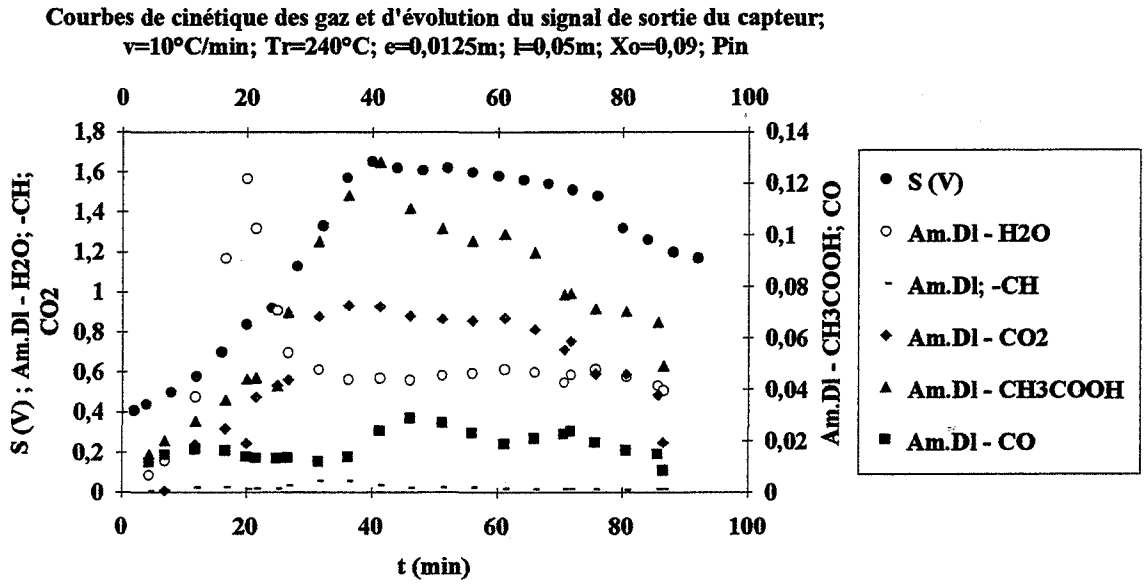


*Annexe 13.2.b: courbes d'évolution de l'*absorbance *de chaque composé émis et du* signal de sortie du capteur

Annexes 13.2: traitement du pin à 230°C avec une vitesse v=10 °C/min. pour une épaisseur de 1,25 cm



Annexe 13.3.a: courbes d'évolution des températures Tf, T1 et T3, *de cinétique de* perte de masse *et d'évolution du* signal du capteur



Annexe 13.3.b: courbes d'évolution de l'<u>absorbance</u> *de chaque composé émis et du* <u>signal de sortie du capteur</u>

<u>Annexes 13.3: traitement du pin à 240°C avec une vitesse v de 10°C/min. pour une épaisseur e de 1,25 cm</u>

Annexes:Partie MODELISATION

Annexe 14 : l'algorithme DSSOO4

$$U(1)_X = \frac{1}{4!.DX}\left(-50.U(1) + 96.U(2) - 72.U(3) + 32.U(4) - 6.U(5)\right)$$

$$U(2)_X = \frac{1}{4!.DX}\left(-6.U(1) - 20.U(2) - 36.U(3) + 12.U(4) + 2.U(5)\right)$$

$$U(I)_X = \frac{1}{4!.DX}\left(2.U(I-2) - 16.U(I-1) + 50.U(I) + 16.U(I+1) - 2.U(I+2)\right)$$

$$U(N-1)_X = \frac{1}{4!.DX}\left(-2.U(N-4) + 12.U(N-3) + 36.U(N-2) + 20.U(N-1) + 6.U(N)\right)$$

$$U(N)_X = \frac{1}{4!.DX}\left(6.U(N-4) - 32.U(N-3) - 72.U(N-2) - 96.U(N-1) + 50.U(N)\right)$$

Annexe 15 :Programme n°1

```
SUBROUTINE INITAL
  COMMON/T/      T, NFIN   , NRUN
1     /Y/TE(6,6) , W(6,6)  , P(6,6)  , RO(6,6) ,ROA(6,6)
2     /F/TET(6,6) , WT(6,6) , PT(6,6) , ROT(6,6)
3     /S/TEXX(6,6), WXX(6,6), PXX(6,6), ROXX(6,6)
4       TEYY(6,6), WYY(6,6), PYY(6,6), ROYY(6,6)
5       TE1(6)  , W1(6)  , P1(6)
6       TE2(6)  , W2(6)  , P2(6)
7     /P/N      , DX     , HV     , HP      ,
8       CE      , CB     , A      , B       ,
9       H       , R      , TC     , aml     ,
A       bl      , rohan0 , k0     , lamb    ,
B       kl      , kg     , ul     , ug      ,
C       RO0     , Z1     , Z2     , P0      ,
D       alpha   , lamb1  , DY     , NY      ,
E       LX      , LY     , beta   , WA(6,6) ,
F       WB(6,6) , WC(6,6) , TEA(6,6), TEB(6,6) ,
G       TEC(6,6) , B1    , B2     , HV      , TE0     ,
H       C(6,6)  , lamb2  , lamb3  , k1      , IP      ,
I      Wh       , HS     , wl(6,6) , wrl(6,6) , beta0
  REAL  k0,lamb, RO0, bl, aml, HP, H, P0, A, HV, alpha, LX,LY, beta
*       B1,B2,kl,kg,lamb1,lamb2,lamb3,k1,HS

  COMMON/IO/NI,NO
  IP=0
  N=6
  NY=6
  LX=0.025
  LY=0.05
  DX= LX/FLOAT(N-1)
  DY= LY/FLOAT(NY-1)
  HV=2500.E3
  CE=4185
  R=8.31
  aml=1.1E-6
  bl=0.
  kl=4.7E-16
  kg=4.7E-16
  ul=2.8E-4
  ug=1.97E-5
  rohan0=500
  k0=10.E5
  E0=102.5E3
  CB=1400
  Hp=-50E4
  lamb=0.1
  alpha=20.
  beta0=10.
  B=kl/ul+ kg/ug
```

```
  Wh=0.25
  Wcr=0.48
  Wsat=1.31
  TC=240.
  TE0=34.
  W0=0.11
  P0=9.7E4
  RO0=rohan0

  DO 4 J=1,NY
  W(1,J)=W0
  P(1,J)=P0
  TE(1,J)=TE0
  RO(1,J)=rohan0
  ROA(1,J)=rohan0.W0+rohan0
  TE(N,J)=TE0
  P(N,J)=P0
  RO(N,J)=rohan0
  TE(N,J)=TE0
  P(N,J)=P0
  RO(N,J)=rohan0
  ROA(N,J)=rohan0.W0+rohan0
4 CONTINUE

  DO 3 I=1,N
  W(I,1)=W0
  P(I,1)=P0
  TE(I,1)=TE0
  RO(I,1)=rohan0
  ROA(I,1)=rohan0.W0+rohan0
  TE(I,NY)=TE0
  W(I,NY)=W0
  P(I,NY)=P0
  ROA(I,NY)=rohan0.W0+rohan0
3 CONTINUE

  DO 1 I=2,N-1
  DO 1 J=2,NY-1
  TE(I,J)=TE0
  W(I,J)=W0
  RO(I,J)=rohan0
  ROA(I,J)=rohan0.W0 + rohan0
  PV= EXP(2,55058E1-5,1232E3/(TE(I,J)+273))
  IF (W(I,J).GE.0.).AND.(W(I,J).LE.Wh)THEN
  F= W(I,J)/Wh.(2-W(I,J)/Wh)
  ELSE
  IF (W(I,J).GT.Wh)THEN
  F=1
  ELSE
  F=0.
  ENDIF
```

```
  ENDIF
  P(I,J)=P0+PV.F
1 CONTINUE
C CALL DERV
  END

 SUBROUTINE DERV
 COMMON/T/T      , NFIN   , NRUN
1     /Y/TE(6,6) , W(6,6)  , P(6,6)  , RO(6,6)  ,ROA(6,6)
2     /F/TET(6,6) , WT(6,6) , PT(6,6) , ROT(6,6)
3     /S/TEXX(6,6), WXX(6,6), PXX(6,6), ROXX(6,6),
4       TEYY(6,6), WYY(6,6), PYY(6,6), ROYY(6,6),
5       TE1(6)  , W1(6)  , P1(6)  ,
6       TE2(6)  , W2(6)  , P2(6)
7     /P/N      , DX     , HV     , HP     ,
8       CE      , CB     , A      , B      ,
9       H       , R      , TC     , aml    ,
A       bl      , rohan0 , k0     , lamb   ,
B       kl      , kg     , ul     , ug     ,
C       RO0     , Z1     , Z2     , P0     ,
D       alpha   , lamb1  , DY     , NY     ,
E       LX      , LY     , beta   , WA(6,6) ,
F       WB(6,6) , WC(6,6) , TEA(6,6), TEB(6,6) ,
G       TEC(6,6) , B1     , B2     , HV     , TE0    ,
H       C(6,6)  , lamb2  , lamb3  , k1     , IP     ,
I      Wh      , HS     , wl(6,6) , wrl(6,6) , beta0
  REAL  k0,lamb, RO0, bl, aml, HP, H, P0, A, HV, alpha, LX,LY, beta
*      B1,B2,kl,kg,lamb1,lamb2,lamb3,k1,HS

  IF(T.LE.1484.) THEN
    TC=10./60.*T
    ELSE
    IF(T.GT.1484.).AND.(T.LE.4747.))THEN
      TC=214.+(226.-214.)/(4747.-1484.)*(T-1484)
    ELSE
    TC=226.
    ENDIF
  ENDIF

  IF(TC.LT.TE0) TC=TE0

  DO 1 J=1,NY
  DO 11 I=1,N
    TE1(I)=TE(I,J)
    P1(I)= P(I,J)
    W1(I)= W(I,J)
11 CONTINUE

  beta= EXP(13.065-4092/(TE1(N)+273))*beta0
  lamb2= (0.7*W1(N)+ lamb)/(1+W1(N))
  CALL  DSS004(0.,LX,N,TE1,TE2)
```

```
  CALL  DSS004(0.,LX,N,P1,P2)
  CALL  DSS004(0.,LX,N,W1,W2)

  IF((TE1(N).GE.100.).OR.(W1(N).GE.0)) THEN
   W2(N)=beta0* (1.-P1(N)/P0)
   TE2(N)= alpha/lamb2*(TC-TE1(N))+ HV/lamb2*aml*W2(N)
  ELSE
   TE2(N)= alpha/lamb2*(TC-TE1(1))+ HV/lamb2*aml*W2(1)
   W2(N)= beta0*(1-P1(N)/P0)
  ENDIF
  P2(N)=0.

  IF((TE1(1).GE.100.).OR.(W1(1).GE.0.))THEN
   W2(1)= -beta0*(1.-P1(1)/P0)
   TE2(1)=-alpha/lamb2*(TC-TE1(1))+HV/lamb2*aml*W2(1)
   ELSE
   TE2(1)=-alpha/lamb2*(TC-TE1(1))
   W2(1)=-beta0*(1-P1(1)/P0)
  ENDIF
  P2(1)=0.
  CALL DSS004(0.,LX,N,TE2,TE1)
  CALL DSS004(0.,LX,N,W2,W1)
  CALL DSS004(0.,LX,N,P2,P1)

  DO 12 I=1,N
  TEXX(I,J)=TE1(I)
  WXX(I,J)=W1(I)
  PXX(I,J)=P1(I)
12 CONTINUE
1  CONTINUE

  DO 2 I=1,N
  DO 21 J=1,NY
  TE1(J)= TE(I,J)
  W1(J)= W(I,J)
  P1(J)= P(I,J)
21 CONTINUE

  lamb3=(0.7*W1(NY)+lamb)/(1+W1(NY))
  CALL DSS004(0.,LY,NY,TE1,TE2)
  CALL DSS004(0.,LY,NY,P1,P2)
  CALL DSS004(0.,LY,NY,W1,W2)

  IF((TE1(NY).GE.100.).OR.(W1(NY).GE.0.) THEN
  W2(NY)=beta0 * (1.-P1(NY)/P0)
  TE2(NY)=alpha/lamb3*(TC-TE1(NY)+ HV/lamb3*aml*W2(NY)
  ELSE
  TE2(NY)=alpha/lamb3*(TC-TE1(NY))
  W2(NY)=beta0*(1-P1(NY)/P0)
  ENDIF
  P2(NY)=0.
```

```
  IF((TE1(1).GE.100.).OR.(W1(1).GE.0))THEN
  W2(1)=-beta0*(1-P1(1)/P0)
  TE2(1)=-alpha/lamb3*(TC-TE1(1)+ HV/lamb3*aml*W2(1)
  ELSE
  TE2(1)=-alpha/lamb3*(TC-TE1(1))
  W2(1)=-beta0*(1-P1(1)/P0)
  ENDIF
  P2(1)=0.

  CALL DSS004(0.,LY,NY,TE2,TE1)
  CALL DSS004(0.,LY,NY,W2,W1)
  CALL DSS004(0.,LY,NY,P2,P1)

  DO 22 J=1,NY
  TEYY(I,J)=TE1(J)
  WYY(I,J)=W1(J)
  PYY(I,J)=P1(J)
22 CONTINUE
2  CONTINUE

C  ASSEMBLE THE PDE
C  CALCUL DE L'HUMIDITE
  DO 4 I=1,N
  DO 4 J=1,NY
  Wl(I,J)=W(I,J)-Wh
  IF((Wl(I,J).LE.Wcr).AND.(Wl(I,J).GE.0.))THEN
  Wrl(I,J)=0.95*(Wl(I,J)/Wcr)**2
  Wrg(I,J)=0.95*(1-Wl(I,J)/Wcr)**2+0.05
  ELSE
  IF(Wl(I,J).GT.Wcr)THEN
  Wrl(I,J)=0.95+0.05*(Wl(I,J)-Wcr)/(Wsat-Wcr)
  Wrg(I,J)=0.05*(Wsat-Wl(I,J))/(Wsat-Wcr)
  ELSE
  Wrl(I,J)=0.
  Wrg(I,J)=1.
  ENDIF
  ENDIF

  B1=kl/ul*1000*wrl(I,J)+ kg/ug*1.25*Wrg(I,J)
  IF(W(I,J).GT.Wh) THEN
  bl=0.01*(2-10*(W(I,J)-Wh)
  ELSE
  bl=0.01*(1+(W(I,J)-0.1)/0.1)
  ENDIF

  IF(W(I,J).GE.Wh) THEN
  aml=1.E-6
  ELSE
  aml=10**(-6-50*(W(I,J)-Wh)**2)
  ENDIF
```

```
...WA(I,J)=(aml * WXX(I,J)) + aml* WYY(I,J))
   WB(I,J)=(bl*aml*TEXX(I,J)+ bl*aml*TEYY(I,J))*(1/RO0)
   WC(I,J)=(B1/RO0)*(PXX(I,J)+PYY(I,J))

   IF(WC(I,J).LE.0)THEN
   WT(I,J)= WA(I,J)+WB(I,J)+WC(I,J)
   ELSE
   WT(I,J)= WA(I,J)+WB(I,J)
   ENDIF

4  CONTINUE

C  CALCUL DE LA TEMPERATURE
   DO 7 I=1,N
   DO 7 J=1,NY
   IF((TE(I,J).LE.180.).OR.(W(I,J).GT.0.01))THEN
   k1=0.
   ELSE
   k1=k0
   ENDIF

   C(I,J)=(W(I,J)*CE+CB+0.*TE(I,J))/(1+W(I,J))
   lamb1=(0.7*W(I,J)+lamb)/(1+W(I,J))

C  CONDITION POUR LA VAPORISATION
   IF(W(I,J).LT.Wh) THEN
   Wx(I,J)=W(I,J)
   ELSE
   Wx(I,J)=Wh
   ENDIF

   HS=0.4*HV*((Wh-Wx(I,J))/Wh)**2
   H= (HV+HS)*kg/ug*1.25*wrg(I,J)
   Wli(I,J)=(P(I,J)-P0)*18.E-3/(8.31*RO0*TE(I,J))
   TEA(I,J)=(lamb1*TEXX(I,J) + lamb1*TEYY(I,J))
   TEB(I,J)=(-H*1*PXX(I,J)-H*1*PYY(I,J))
   TEC(I,J)=(-HP*k1*EXP(-A/(TE(I,J)+273))*RO(I,J)

   IF((TEB(I,J).LE.0.).AND.(TE(I,J).GE.100.))THEN
   TET(I,J)=(TEA(I,J)+TEB(I,J)+TEC(I,J))/(C(I,J)*ROA(I,J))
   ELSE
   TET(I,J)=(TEA(I,J)+TEC(I,J))/(C(I,J)*ROA(I,J))
   ENDIF
7  CONTINUE

C  CALCUL DE LA DENSITE
   DO 8 I=1,N
   DO 8 J=1,NY
   ROT(I,J)=-k1*EXP(-A/(TE(I,J)+273))*RO(I,J)
8  CONTINUE
```

```
  RETURN
  END


SUBROUTINE PRINT
  COMMON/T/  T, NFIN, NRUN
1     /Y/TE(6,6), W(6,6), P(6,6), RO(6,6),ROA(6,6)
2     /F/TET(6,6),WT(6,6),PT(6,6),ROT(6,6)
3     /S/TEXX(6,6), WXX(6,6), PXX(6,6), ROXX(6,6),
4       TEYY(6,6), WYY(6,6), PYY(6,6), ROYY(6,6),
5       TE1(6)  , W1(6)  , P1(6)  ,
6       TE2(6)  , W2(6)  , P2(6)
7     /P/N      , DX     , HV     , HP     ,
8       CE      , CB     , A      , B      ,
9       H       , R      , TC     , aml    ,
A       bl      , rohan0 , k0     , lamb   ,
B       kl      , kg     , ul     , ug     ,
C       RO0     , Z1     , Z2     , P0     ,
D       alpha   , lamb1  , DY     , NY     ,
E       LX      , LY     , beta   , WA(6,6) ,
F       WB(6,6) , WC(6,6) , TEA(6,6), TEB(6,6) ,
G       TEC(6,6) , B1     , B2     , HV     , TE0    ,
H       C(6,6)  , lamb2  , lamb3  , k1     , IP     ,
I       Wh      , HS     , wl(6,6) , wrl(6,6) , beta0
  REAL  k0,lamb, RO0, bl, aml, HP, H, P0, A, HV, alpha, LX,LY, beta
*       B1,B2,kl,kg,lamb1,lamb2,lamb3,k1,HS

C  DIMENSION THE ARRAYS TO STORE THE PLOTTED SOLUTION
  DIMENSION TP(70),UP(70),PP(70),WP(70),cal(6,6)

  DO 6 I=1,N
  DO 6 J=1,NY

C  CALCUL DE LA PRESSION
  PV= EXP(2.55058E1-5.1232E3/(TE(I,J)+273))

  IF((W(I,J).GE.0).AND.(W(I,J).LE.Wh)THEN
  F=W(I,J)/Wh*(2-W(I,J)/Wh)
  ELSE
  IF(W(I,J).GT.Wh)THEN
  F=1
  ELSE
  F=0
  ENDIF
  ENDIF

  P(I,J)=P0 + PV*F
  (IF W(I,J).LE.0.01) W(I,J)=0.

  ROA(I,J)=rohan0*W(I,J) + RO(I,J)
  lamb1=(0.7*W(I,J)+lamb)/(1+(W(I,J))
```

```
6 CONTINUE
C PRINT THE NUMERICAL SOLUTION

  WRITE(NO,1)T
1 FORMAT(//,8H TIME=,E9.3//)

  DO 4 J=1,NY
  Y=DY*FLOAT(J-1)
  WRITE(NO,5) Y
5 FORMAT(1F15.3)

  DO 2 I=1,N
  X=DX* FLOAT(I-1)
  WRITE (NO,3)X,TE(I,J),W(I,J)P(I,J),WT(I,J),ROA(I,J),TET(I,J)
3 FORMAT(8F15.5)
2 CONTINUE
4 CONTINUE
  IP=IP+1

C STORE THE NUMERICAL SOLUTION FOR PLOTTING
  TP(IP)=T
  UP(IP)=TE(3,3)
  PP(IP)=P(3,3)
  WP(IP)=ROA(3,3)

C PLOT THE SOLUTION AT THE END OF THE RUN
  IF(IP.LT.26) RETURN
  CALL TPLOTS(1,IP,TP,UP)
  WRITE(NO,7)
7 FORMAT(1H,//,22HTE(3,3) (C) VS T(SEC))
  IF(IP.LT.26) RETURN
  CALL TPLOTS(1,IP,TP,PP)
  WRITE(NO,8)
8 FORMAT(1H,//,22HTP(3,3) (C) VS T(SEC)
  IF(IP.LT.26) RETURN
  CALL TPLOTS(1,IP,TP,WP)
  WRITE(NO,9)
9 FORMAT(1H,//,22HW(3,3)  (C) VS T(SEC)
  RETURN
  END
```

Annexe 16:Programme n°2

```
SUBROUTINE INITAL
      COMMON/T/      T,    NFIN,  NRUN
     1    /Y/  TE(6,6),  W(6,6),  P(6,6),  RO(6,6), ROA(6,6)
     2    /F/ TET(6,6),  WT(6,6),  PT(6,6), ROT(6,6),
     3    /S/TEXX(6,6), WXX(6,6), PXX(6,6),ROXX(6,6),
     4      TEYY(6,6), WYY(6,6), PYY(6,6),ROYY(6,6),
     5        TE1(6),   W1(6),    P1(6),
     6        TE2(6),   W2(6),    P2(6)
     7    /P/      N,     DX,      HV,     HP,
     8             CE,    CB,       A,      B,
     9              H,     R,      TC,    aml,
     A             bl, rohan0,      k0,   lamb,
     B             kl,    kg,      ul,     ug,
     C            RO0,    Z1,      Z2,     P0,
     D          alpha,  lamb1,     DY,     NY,
     E             LX,    LY,    beta, WA(6,6),   Tret,
     F         WB(6,6), WC(6,6),  TEA(6,6),TEB(6,6), Qd(6,6),
     G         TEC(6,6),    B1,      B2,     HY,    TE0,
     H          C(6,6),  lamb2,    lamb3,    k1,     IP,
     I            Wh,     HS,   Wl(6,6),wrl(6,6),Wli(6,6),
     J        wrg(6,6),    Wcr,     Wsat, Wx(6,6),  beta0
      REAL k0,lamb,RO0,bl,aml,HP,H,P0,A,HV,alpha,LX,LY,beta,
     *    B1,B2,kl,kg,lamb1,lamb2,lamb3,k1,HS


      COMMON/IO/ NI,NO
      IP=0
      N =6
      NY=6
      LX=0.025
      LY=0.1
      DX=LX/FLOAT(N-1)
      DY=LY/FLOAT(NY-1)
      HV=2500.E3
      CE=4185
      R=8.31

      aml=1.1E-6
      bl=0.
      kl=7.E-16
      kg=7.E-16
      ul=2.8E-4
      ug=1.97E-5
      rohan0    =624.
      k0        =10.E5
      A1        =102.5E3
      CB        =1120.

      HP        =-50.E4
```

```
      lamb     =0.12
      alpha=15.
      beta0=15.
      B=kl/ul+kg/ug
      A=A1
      H=HV*kg/ug
      Wh=0.25
      Wcr=0.48
      Wsat=1.31

      Tret     =250.
      TC       =0.
      TE0      =31.
      W0       =0.
      P0       =9.7E4
      RO0      =rohan0

      DO 4 J=1,NY
      W(1,J)=W0
      P(1,J)=P0
      TE(1,J)=TE0
      RO(1,J)=rohan0
      ROA(1,J)=rohan0*W0+rohan0

      TE(N,J)=TE0
      W(N,J) =W0
      P(N,J) =P0
      RO(N,J)=rohan0
      ROA(N,J)=rohan0*W0+rohan0
4     CONTINUE

      DO 3 I=1,N
      W(I,1)=W0
      P(I,1)=P0
      TE(I,1)=TE0
      RO(I,1)=rohan0
      ROA(I,1)=rohan0*W0+rohan0

      TE(I,NY)=TE0
      W(I,NY) =W0
      P(I,NY) =P0
      RO(I,NY)=rohan0
      ROA(I,NY)=rohan0*W0+rohan0
3     CONTINUE

      DO 1 I=2,N-1
      DO 1 J=2,NY-1
      TE(I,J)=TE0
      W(I,J) =W0
C     P(I,J) =P0
      RO(I,J)=rohan0
```

```
      ROA(I,J)=rohan0*W0+rohan0

      PV=exp(2.55058E1-5.1232E3/(TE(I,J)+273))

C     Wh=0.2

      IF((W(I,J).GE.0.).AND.(W(I,J).LE.Wh))THEN
      F= W(I,J)/Wh*(2-W(I,J)/Wh)
      ELSE
      IF(W(I,J).GT.Wh)THEN
      F=1
      ELSE
      F=0.
      ENDIF
      ENDIF
      P(I,J)=P0 + PV*F


1     CONTINUE



C... INITIALIZE THE CALCULATIONS IN SUBROUTINE DERV
C     CALL DERV
      END

      SUBROUTINE DERV
      COMMON/T/       T,    NFIN,  NRUN
     1    /Y/  TE(6,6),   W(6,6),   P(6,6),  RO(6,6), ROA(6,6)
     2    /F/ TET(6,6),  WT(6,6),  PT(6,6), ROT(6,6),
     3    /S/TEXX(6,6), WXX(6,6), PXX(6,6),ROXX(6,6),
     4      TEYY(6,6), WYY(6,6), PYY(6,6),ROYY(6,6),
     5        TE1(6),   W1(6),    P1(6),
     6        TE2(6),   W2(6),    P2(6)
     7    /P/      N,     DX,      HV,     HP,
     8             CE,    CB,       A,      B,
     9              H,     R,      TC,    aml,
     A             bl, rohan0,      k0,   lamb,
     B             kl,    kg,      ul,     ug,
     C           RO0,     Z1,      Z2,     P0,
     D          alpha,  lamb1,     DY,     NY,
     E             LX,    LY,    beta, WA(6,6),   Tret,
     F         WB(6,6), WC(6,6),  TEA(6,6),TEB(6,6), Qd(6,6),
     G        TEC(6,6),     B1,      B2,     HY,    TE0,
     H          C(6,6),  lamb2,   lamb3,     k1,    IP,
     I            Wh,     HS,   Wl(6,6),wrl(6,6),Wli(6,6),
     J        wrg(6,6),    Wcr,     Wsat, Wx(6,6),  beta0
      REAL k0,lamb,RO0,bl,aml,HP,H,Z1,Z2,P0,HV,alpha,lamb1,
     *k1,HY,LX,LY,beta,B1,B2,kl,kg,lamb2,lamb3,HS,Wli,A
```

```
C     IF(T.LE.43200)THEN
C     TC=TE0+ (120.-TE0)/(12*3600.)* T
C     ELSE
C     IF((T.GT.43200).AND.(T.LE.45000))THEN
C     TC=120.+1.3/60. * (T-43200)
C     ELSE
C     IF((T.GT.45000).AND.(T.LE.59400))THEN
C     TC=160.
C     ELSE
C     IF((T.GT.59400).AND.(T.LE.61200))THEN
C     TC=160.+(236.-160.)/(30.*60.) * (T-59400)
C     ELSE
C     TC=236.
C     ENDIF
C     ENDIF
C     ENDIF
C     ENDIF


      IF(T.LE.300.)THEN
C       TC=TE0 + 33./60. * T
      TC=TE0 + 36.2/60. * T
C       TC=232.
      ELSE
      IF((T.GT.300.).AND.(T.LE.600.))THEN
C       TC=165.+(224.-165.)/(600.-300.)* (T-300)
      TC=181.+(232.-181.)/(600.-300.)* (T-300)
      ELSE
      IF((T.GT.600.).AND.(T.LE.900.))THEN
C       TC=224.+(232-224)/(900-600)* (T-600)
      TC=232.+(245.4-232.)/(900-600)* (T-600)
C       ELSE
C       IF((T.GT.1308.).AND.(T.LE.3561.))THEN
C       TC=232.+(236.-232.)/(3561.-900.) * (T-900.)
C       TC=246.
      ELSE
      IF((T.GT.900.).AND.(T.LE.3300.))THEN
      TC=246.
C       TC=236.
      ELSE
C       TC=236.

      IF(LX.GE.0.025) THEN
      TC=(Tret-8.-7./0.0125*(LX-0.025))*(Tret/TE(3,3))**1.
      ELSE
      TC=(Tret-8.)*(Tret/TE(3,3))**1.
      ENDIF

      ENDIF
```

```
      ENDIF
      ENDIF
      ENDIF
C     ENDIF
C     IF(TC.GE.230.) TC=230.

C     IF(T.LT.3000.)THEN
C     TC=230./3000.*T
C     ELSE
C     TC=230.
C     ENDIF

      IF(TC.LT.TE0) TC=TE0

      DO 5 J=1,NY
      Qd(1,J)= alpha*(Tc-TE(1,J))
      Qd(N,J)=alpha*(Tc-TE(N,J))
5     CONTINUE

      DO 6 I=1,N
      Qd(I,1)= alpha*(Tc-TE(I,1))
      Qd(I,NY)=alpha*(Tc-TE(I,NY))
6     CONTINUE

C

      DO 1 J=1,NY

      DO 11 I=1,N
      TE1(I)=TE(I,J)
      P1(I)=P(I,J)
      W1(I)=W(I,J)
11    CONTINUE
      beta = EXP(13.065-4092/(TE1(N)+273))*beta0
      lamb2=(0.7*W1(N)+lamb)/(1+W1(N))
      CALL DSS004(0.,LX,N,TE1,TE2)
      CALL DSS004(0.,LX,N,P1,P2)
      CALL DSS004(0.,LX,N,W1,W2)

      IF((TE1(N).GE.100.).OR.(W1(N).GE.0.))THEN
      W2(N) = beta0*(1.-P1(N)/P0)
      TE2(N)=alpha/lamb2*(TC-TE1(N))+HV/lamb2*aml*W2(N)
      ELSE
      TE2(N)= alpha/lamb2*(TC-TE1(N))
      W2(N) = beta0*(1.-P1(N)/P0)
      ENDIF
      P2(N) =0.

      IF((TE1(1).GE.100.).OR.(W1(1).GE.0.))THEN
      W2(1) = -beta0*(1.-P1(1)/P0)
      TE2(1)=-alpha/lamb2*(TC-TE1(1))+HV/lamb2*aml*W2(1)
```

```
      ELSE
      TE2(1)= -alpha/lamb2*(TC-TE1(1))
      W2(1) = -beta0*(1.-P1(1)/P0)
      ENDIF
      P2(1)=0.

      CALL DSS004(0.,LX,N,TE2,TE1)
      CALL DSS004(0.,LX,N,W2,W1)
      CALL DSS004(0.,LX,N,P2,P1)

      DO 12 I=1,N
      TEXX(I,J)=TE1(I)
      WXX(I,J)=W1(I)
      PXX(I,J)=P1(I)
12    CONTINUE

1     CONTINUE

      DO 2 I=1,N

      DO 21 J=1,NY
      TE1(J)=TE(I,J)
      W1(J)=W(I,J)
      P1(J)=P(I,J)
21    CONTINUE
      beta = EXP(13.065-4092/(TE1(NY)+273))*beta0
      lamb3=(0.7*W1(NY)+lamb)/(1+W1(NY))

      CALL DSS004(0.,LY,NY,TE1,TE2)
      CALL DSS004(0.,LY,NY,P1,P2)
      CALL DSS004(0.,LY,NY,W1,W2)

      IF((TE1(NY).GE.100.).OR.(W1(NY).GE.0.))THEN
      W2(NY) = beta0*(1.-P1(NY)/P0)
      TE2(NY)=alpha/lamb3*(TC-TE1(NY))+HV/lamb3*aml*W2(NY)
      ELSE
      TE2(NY)= alpha/lamb3*(TC-TE1(NY))
      W2(NY) = beta0*(1.-P1(NY)/P0)
      ENDIF
      P2(NY) =0.

      IF((TE1(1).GE.100.).OR.(W1(1).GE.0.))THEN
      W2(1) = -beta0*(1.-P1(1)/P0)
      TE2(1)=-alpha/lamb3*(TC-TE1(1))+HV/lamb3*aml*W2(1)
      ELSE
      TE2(1)= -alpha/lamb3*(TC-TE1(1))
      W2(1) = -beta0*(1.-P1(1)/P0)
      ENDIF
      P2(1)=0.

      CALL DSS004(0.,LY,NY,TE2,TE1)
```

```
      CALL DSS004(0.,LY,NY,W2,W1)
      CALL DSS004(0.,LY,NY,P2,P1)

      DO 22 J=1,NY
      TEYY(I,J)=TE1(J)
      WYY(I,J)=W1(J)
      PYY(I,J)=P1(J)
22    CONTINUE

2     CONTINUE


C....ASSEMBLE THE PDE

C     CALCUL DE L'HUMIDITE
      DO 4 I=1,N
      DO 4 J=1,NY

      Wl(I,J)=W(I,J)-Wh
      IF((Wl(I,J).LE.Wcr).AND.(Wl(I,J).GE.0))THEN
      wrl(I,J)=0.95*(Wl(I,J)/Wcr)**2
      wrg(I,J)=0.95*(1-Wl(I,J)/Wcr)**2+0.05
      ELSE
      IF(Wl(I,J).GT.Wcr) THEN
      wrl(I,J)=0.95 + 0.05*(Wl(I,J)-Wcr)/(Wsat-Wcr)
      wrg(I,J)=0.05*(Wsat-Wl(I,J))/(Wsat-Wcr)
      ELSE
      wrl(I,J)=0.
      wrg(I,J)=1.
      ENDIF
      ENDIF


      B1=kl/ul*1000*wrl(I,J) + kg/ug*1.25*wrg(I,J)


      IF(W(I,J).GT.1*Wh)THEN
      bl=0.01*(2-10*(W(I,J)-Wh))
C     bl=0.
      ELSE
C     bl=0.
      bl=0.01*(1+(W(I,J)-0.1)/0.10)
      ENDIF

C     IF((W(I,J).GE.2*Wh)THEN
C     aml=1E-6
C     ELSE
      IF(W(I,J).GE.1*Wh)THEN
      aml=1.E-6
      ELSE
      aml=10**(-6-20.*(W(I,J)-1*Wh)**2)
```

```
      ENDIF


      WA(I,J)=(aml*WXX(I,J)+aml*WYY(I,J))
      WB(I,J)=((bl*aml)*TEXX(I,J)+(bl*aml)*TEYY(I,J))*(1/RO0)
      WC(I,J)=((1/RO0)*B1*PXX(I,J)+(1/RO0)*B1*PYY(I,J))

      IF(WC(I,J).LE.0)THEN
      WT(I,J)=WA(I,J) + 1.*WB(I,J) +1.*WC(I,J)
      ELSE
      WT(I,J)=WA(I,J) + 1.*WB(I,J)
      ENDIF

C     IF(WT(I,J).GT.0) WT(I,J)=0.

4     CONTINUE

C     CALCUL DE LA TEMPERATURE
      DO 7 I=1,N
      DO 7 J=1,NY
      IF((TE(I,J).LE.180.).OR.(W(I,J).GT.0.01))THEN
      k1=0.
      A=0.
      ELSE
      IF((TE(I,J).GT.180.).AND.(TE(I,J).LT.240.))THEN
      k1=1.*k0
      A=101.5E3
      HP=-50.E4
      ELSE
      IF((TE(I,J).GT.240.).AND.(TE(I,J).LT.255.))THEN
      k1=k0*3.
      HP=-50.E4/1.
      A=109.5E3
      ELSE
      k1=k0*3.
      HP=-50.E4/1.
      A=110.5E3
      ENDIF
      ENDIF
      ENDIF

C     C(I,J)=(W(I,J)*CE+CB+4.85*TE(I,J))/(1+W(I,J))
      C(I,J)=(W(I,J)*CE+CB+0.*TE(I,J))/(1+W(I,J))
      lamb1=(0.7*W(I,J)+lamb)/(1+W(I,J))
C     lamb1=6.E-4*RO0*(1+W(I,J))-0.166

C     CONDITION POUR LA VAPORISATION
      IF(W(I,J).LT.Wh) THEN
      Wx(I,J)=W(I,J)
      ELSE
```

```
      Wx(I,J)=Wh
      ENDIF

      HS=0.4*HV*((Wh-Wx(I,J))/Wh)**2
      H=(HV+HS)*kg/ug*1.25*wrg(I,J)
       Wli(I,J)=(P(I,J)-P0)*18.E-3/(8.31*RO0*TE(I,J))

C     IF((TE(I,J).GE.100.).AND.(Wli(I,J).GT.0.))THEN
C     TET(I,J)=0.
C     ELSE

      TEA(I,J) =(lamb1*TEXX(I,J)+lamb1*TEYY(I,J))
      TEB(I,J) =(-H*1.*PXX(I,J)-H*1.*PYY(I,J))
      TEC(I,J) =(-HP)*k1*EXP(-A/((TE(I,J)+273)*R))*(RO(I,J))

      IF((TEB(I,J).LE.0.).AND.(TE(I,J).GE.100.))THEN
      TET(I,J) =(TEA(I,J)+TEB(I,J)+TEC(I,J))*1/(C(I,J)*ROA(I,J))
      ELSE
      TET(I,J) =(TEA(I,J)+TEC(I,J))*1/(C(I,J)*ROA(I,J))
      ENDIF

C     ENDIF
C     IF(TET(I,J).LE.0) TET(I,J)=0.

7     CONTINUE

C     CALCUL DE LA DENSITE
      DO 8 I=1,N
      DO 8 J=1,NY
8     ROT(I,J)=-k1*EXP(-A/((TE(I,J)+273)*R))*(RO(I,J))

      RETURN
      END

      SUBROUTINE PRINT(NI,NO)
      COMMON/T/       T,    NFIN,  NRUN
     1    /Y/  TE(6,6),  W(6,6),  P(6,6),  RO(6,6), ROA(6,6)
     2    /F/ TET(6,6),  WT(6,6),  PT(6,6), ROT(6,6),
     3    /S/TEXX(6,6), WXX(6,6), PXX(6,6),ROXX(6,6),
     4      TEYY(6,6), WYY(6,6), PYY(6,6),ROYY(6,6),
     5        TE1(6),   W1(6),    P1(6),
     6        TE2(6),   W2(6),    P2(6)
     7    /P/      N,      DX,      HV,     HP,
     8             CE,     CB,       A,      B,
     9              H,      R,      TC,    aml,
     A             bl, rohan0,      k0,   lamb,
     B             kl,     kg,      ul,     ug,
     C            RO0,     Z1,      Z2,     P0,
     D          alpha,  lamb1,      DY,     NY,
     E             LX,     LY,    beta, WA(6,6),    Tret,
     F         WB(6,6), WC(6,6),  TEA(6,6),TEB(6,6), Qd(6,6),
```

```
      G       TEC(6,6),    B1,      B2,    HY,    TE0,
      H        C(6,6),  lamb2,    lamb3,    k1,    IP,
      I          Wh,     HS,  Wl(6,6),wrl(6,6),Wli(6,6),
      J       wrg(6,6),    Wcr,     Wsat, Wx(6,6), beta0
       REAL k0,lamb,RO0,bl,aml,HP,H,Z1,Z2,P0,HV,alpha,lamb1,
      *LX,LY,beta,B1,B2,kl,kg,lamb2,lamb3,k1,HS

C... DIMENSION THE ARRAYS TO STORE THE PLOTTED SOLUTION
      DIMENSION  TP(70),UP(70),PP(70),WP(70),cal(6,6)
C..
      ROM=0.

      DO 6 I=1,N
      DO 6 J=1,NY

C     CALCUL DE LA PRESSION
      PV=exp(2.55058E1-5.1232E3/(TE(I,J)+273))

C      Wh=0.2

      IF((W(I,J).GE.0.).AND.(W(I,J).LE.1*Wh))THEN
      F= W(I,J)/Wh*(2-W(I,J)/Wh)
      ELSE
      IF(W(I,J).GT.1*Wh)THEN
      F=1.
      ELSE
      F=0.
      ENDIF
      ENDIF
      P(I,J)=P0 + PV*F
      IF(W(I,J).LE.0.01) W(I,J)=0.

      ROA(I,J)=rohan0 * W(I,J) + RO(I,J)

      ROM=ROM+ROA(I,J)
      lamb1=(0.7*W(I,J)+lamb)/(1+W(I,J))
      cal(I,J)=1.E16*ug/wrg(I,J)*(-ROA(I,J)*C(I,J)*TET(I,J)
     *        + lamb1*(TEXX(I,J)+TEYY(I,J)))/
     *        ((HV+HS)*(PXX(I,J)+PYY(I,J)))
6     CONTINUE
      ROM=ROM/(N*NY)


C... PRINT THE NUMERICAL SOLUTION EVERY FIFTH CALL TO PRINT
C     IP=IP+1
C     IF(INT((IP-1)/2).EQ.(IP-1))

      WRITE(NO,1)T
1     FORMAT(//,8H TIME =,E9.3,//)

      DO 4 J=1,NY
```

```
      Y=DY*FLOAT(J-1)

      WRITE(NO,5)Y
5     FORMAT(1F15.3)

      DO 2 I=1,N
      X=DX*FLOAT(I-1)
      WRITE(NO,3)X,TE(I,J),TC,P(I,J),W(I,J),ROA(I,J),TET(I,J),
     *ROM

3     FORMAT(8F15.5)
2     CONTINUE

4     CONTINUE

C...
C...  PRINT A HEADING FOR THE NUMERICAL SOLUTION
C     IF(IP.EQ.0)WRITE(NO,2)
C2    FORMAT(1H ,//,9X,1HT,4X,6HU(0,T),3X,7HU(XL,T),
C     1              3X,7HUX(0,T),2X,8HUX(XL,T))
C...
C...  PRINT THE NUMERICAL SOLUTION EVERY FIFTH CALL TO PRINT
      IP=IP+1
C     IF(((IP-1)/5*5).EQ.(IP-1))WRITE(NO,1)T,U(1),U(N),UX(1),UX(N)
C1    FORMAT(F10.1,4F10.2)
C...
C...  STORE THE NUMERICAL SOLUTION FOR PLOTTING
      TP(IP)=T
      UP(IP)=TE(3,3)
C     PP(IP)=P(3,3)
      PP(IP)=TC
      WP(IP)=ROM
C...
C...  PLOT THE SOLUTION AT THE END OF THE RUN
      IF(IP.LT.26)RETURN
      CALL TPLOTS(1,IP,TP,UP)
      WRITE(NO,7)
7     FORMAT(1H ,//,22HTE(3,3) (C) VS T (SEC))
C...  PLOT THE SOLUTION AT THE END OF THE RUN
      IF(IP.LT.26)RETURN
      CALL TPLOTS(1,IP,TP,PP)
      WRITE(NO,8)
8     FORMAT(1H ,//,22H P(3,3) (C) VS T (SEC))
C...  PLOT THE SOLUTION AT THE END OF THE RUN
      IF(IP.LT.26)RETURN
      CALL TPLOTS(1,IP,TP,WP)
      WRITE(NO,9)
9     FORMAT(1H ,//,22H W(3,3) (C) VS T (SEC))

      RETURN
      END
```

Annexe 17: Programme n° 3

```
      SUBROUTINE INITAL
      COMMON/T/      T,   NFIN,  NRUN
     1    /Y/ TE(6,6),  W(6,6),  P(6,6),  RO(6,6), ROA(6,6),Qd(6,6),
     2    /F/ TET(6,6),  WT(6,6),  PT(6,6), ROT(6,6),
     3    /S/TEXX(6,6), WXX(6,6), PXX(6,6),ROXX(6,6),QdX(6,6),
     4      TEYY(6,6), WYY(6,6), PYY(6,6),ROYY(6,6),QdY(6,6),
     5       TE1(6),   W1(6),   P1(6),  Qd2(6),
     6       TE2(6),   W2(6),   P2(6),  Qd3(6)
     7    /P/     N,     DX,     HV,    HP,
     8            CE,    CB,     A,     B,
     9            H,     R,      TC,    aml, Qs(6,6),
     A            bl,  rohan0,     k0,   lamb,   Qd1,
     B            kl,    kg,     ul,    ug,    Qd0,
     C           RO0,    Z1,     Z2,    P0,    lod,
     D         alpha,  lamb1,    DY,    NY,    ald,
     E            LX,    LY,    beta, WA(6,6),  tand,
     F        WB(6,6), WC(6,6),  TEA(6,6),TEB(6,6),    ed,
     G        TEC(6,6),   B1,     B2,    HY,    TE0,
     H         C(6,6),  lamb2,   lamb3,   k1,    IP,
     I           Wh,    HS,   Wl(6,6),wrl(6,6),Wli(6,6),
     J       wrg(6,6),   Wcr,    Wsat, Wx(6,6),  beta0
      REAL k0,lamb,RO0,bl,aml,HP,H,P0,A,HV,alpha,LX,LY,beta,
     *    B1,B2,kl,kg,lamb1,lamb2,lamb3,k1,HS,mu0,lod


      COMMON/IO/ NI,NO
      IP=0
      N =6
      NY=6
      LX=0.075
      LY=0.05
      DX=LX/FLOAT(N-1)
      DY=LY/FLOAT(NY-1)
      HV=2500.E3
      CE=4185
      R=8.31

      aml=1.1E-6
      bl=0.
      kl=10.E-16
      kg=10.E-16
      ul=2.8E-4
      ug=1.97E-5
      rohan0    =500.
      k0        =1.E6
      E0        =102.5E3
      CB        =1400
```

```
HP      =-50.E4
lamb    =0.12
alpha=15.
beta0=15.
B=kl/ul+kg/ug
A=E0/R
H=HV*kg/ug
Wh=0.25
Wcr=0.48
Wsat=1.31


TC      =240.
TE0     =31.
W0      =0.4
P0      =9.7E4
RO0     =rohan0

mu0=5.8E9
lod=299792458/mu0
ed=3.8
tand=0.26
IF(W0.LE.0.2)THEN
ed= 1.7+(2.6-1.7)/0.2*W0
ELSE
ed= (11.6-3.8)/(1-0.3)*W0
ENDIF

ald=(2*3.14/lod)*((ed/2)*((1+tand**2)**0.5-1))**0.5
Qd0=2.7E3

DO 4 J=1,NY
W(1,J)=W0
P(1,J)=P0
TE(1,J)=TE0
RO(1,J)=rohan0
ROA(1,J)=rohan0*W0+rohan0
Qd(1,J)=Qd0

TE(N,J)=TE0
W(N,J) =W0
P(N,J) =P0
RO(N,J)=rohan0
ROA(N,J)=rohan0*W0+rohan0
Qd(N,J)=Qd0
4   CONTINUE

DO 3 I=1,N
W(I,1)=W0
P(I,1)=P0
TE(I,1)=TE0
```

```
      RO(I,1)=rohan0
      ROA(I,1)=rohan0*W0+rohan0
      Qd(I,1)=Qd0

      TE(I,NY)=TE0
      W(I,NY) =W0
      P(I,NY) =P0
      RO(I,NY)=rohan0
      ROA(I,NY)=rohan0*W0+rohan0
      Qd(I,NY)=Qd0
3     CONTINUE

      DO 1 I=2,N-1
      DO 1 J=2,NY-1
      TE(I,J)=TE0
      W(I,J) =W0
C     P(I,J) =P0
      RO(I,J)=rohan0
      ROA(I,J)=rohan0*W0+rohan0

      PV=exp(2.55058E1-5.1232E3/(TE(I,J)+273))

C     Wh=0.2

      IF((W(I,J).GE.0.).AND.(W(I,J).LE.Wh))THEN
      F= W(I,J)/Wh*(2-W(I,J)/Wh)
      ELSE
      IF(W(I,J).GT.Wh)THEN
      F=1
      ELSE
      F=0.
      ENDIF
      ENDIF
      P(I,J)=P0 + PV*F


1     CONTINUE



C... INITIALIZE THE CALCULATIONS IN SUBROUTINE DERV
C     CALL DERV
      END

      SUBROUTINE DERV
      COMMON/T/       T,    NFIN,  NRUN
     1    /Y/  TE(6,6),  W(6,6),  P(6,6),  RO(6,6), ROA(6,6),Qd(6,6),
     2    /F/ TET(6,6),  WT(6,6),  PT(6,6), ROT(6,6),
     3    /S/TEXX(6,6), WXX(6,6), PXX(6,6),ROXX(6,6),QdX(6,6),
     4      TEYY(6,6), WYY(6,6), PYY(6,6),ROYY(6,6),QdY(6,6),
     5        TE1(6),    W1(6),    P1(6),  Qd2(6),
```

```
     6        TE2(6),  W2(6),   P2(6),  Qd3(6)
     7   /P/     N,     DX,      HV,     HP,
     8            CE,    CB,      A,      B,
     9            H,     R,       TC,     aml, Qs(6,6),
     A            bl,  rohan0,    k0,     lamb,   Qd1,
     B            kl,    kg,      ul,     ug,     Qd0,
     C           RO0,    Z1,      Z2,     P0,     lod,
     D         alpha,  lamb1,     DY,     NY,     ald,
     E            LX,    LY,     beta, WA(6,6),  tand,
     F        WB(6,6), WC(6,6),  TEA(6,6),TEB(6,6),    ed,
     G        TEC(6,6),   B1,     B2,     HY,     TE0,
     H         C(6,6),  lamb2,   lamb3,   k1,     IP,
     I           Wh,     HS,   Wl(6,6),wrl(6,6),Wli(6,6),
     J       wrg(6,6),   Wcr,    Wsat, Wx(6,6),  beta0
      REAL k0,lamb,RO0,bl,aml,HP,H,Z1,Z2,P0,A,HV,alpha,lamb1,
     *k1,HY,LX,LY,beta,B1,B2,kl,kg,lamb2,lamb3,HS,Wli,lod


      TC=TE0 + 0./60. * T

      IF(T.LT.7500.)THEN
      Qd1=0.5*0.5*T
      ELSE
C     Qd1=2100.
      Qd1=0.
      TC=230.
      ENDIF

C     IF(T.LT.3000.)THEN
C     Qd1=0.5*1.*T
C     ELSE
C     IF(T.LT.6600.)THEN
C     Qd1=1500.
C     ELSE
C     IF(T.LT.8000.)THEN
C     Qd1=1500.+0.5*(T-6600.)
C     ELSE
C     Qd1=2200.
C     ENDIF
C     ENDIF
C     ENDIF

C     IF(TC.GE.230.) TC=230.


      DO 1 J=1,NY

      DO 11 I=1,N
      TE1(I)=TE(I,J)
      P1(I)=P(I,J)
      W1(I)=W(I,J)
```

```
      Qd2(I)=Qd(I,J)
11    CONTINUE
      beta = EXP(13.065-4092/(TE1(N)+273))*beta0
      lamb2=(0.7*W1(N)+lamb)/(1+W1(N))
      CALL DSS004(0.,LX,N,TE1,TE2)
      CALL DSS004(0.,LX,N,P1,P2)
      CALL DSS004(0.,LX,N,W1,W2)
      CALL DSS004(0.,LX,N,Qd2,Qd3)

      IF((TE1(N).GE.100.).OR.(W1(N).GE.0.))THEN
      W2(N) = beta0*(1.-P1(N)/P0)
      TE2(N)=alpha/lamb2*(TC-TE1(N))+HV/lamb2*aml*W2(N)+
     *      1.*Qd1/lamb2
      ELSE
      TE2(N)= alpha/lamb2*(TC-TE1(N))+1.*Qd1/lamb2
      W2(N) = beta0*(1.-P1(N)/P0)
      ENDIF
      P2(N) =0.

      IF((TE1(1).GE.100.).OR.(W1(1).GE.0.))THEN
      W2(1) = -beta0*(1.-P1(1)/P0)
      TE2(1)=-alpha/lamb2*(TC-TE1(1))+HV/lamb2*aml*W2(1)-
     *      1.*Qd1/lamb2
      ELSE
      TE2(1)= -alpha/lamb2*(TC-TE1(1))-1.*Qd1/lamb2
      W2(1) = -beta0*(1.-P1(1)/P0)
      ENDIF
      P2(1)=0.

      CALL DSS004(0.,LX,N,TE2,TE1)
      CALL DSS004(0.,LX,N,W2,W1)
      CALL DSS004(0.,LX,N,P2,P1)

      DO 12 I=1,N
      TEXX(I,J)=TE1(I)
      WXX(I,J)=W1(I)
      PXX(I,J)=P1(I)
      QdX(I,J)=Qd3(I)
12    CONTINUE

1     CONTINUE

      DO 2 I=1,N

      DO 21 J=1,NY
      TE1(J)=TE(I,J)
      W1(J)=W(I,J)
      P1(J)=P(I,J)
      Qd2(J)=Qd(I,J)
21    CONTINUE
      beta = EXP(13.065-4092/(TE1(NY)+273))*beta0
```

```
      lamb3=(0.7*W1(NY)+lamb)/(1+W1(NY))

      CALL DSS004(0.,LY,NY,TE1,TE2)
      CALL DSS004(0.,LY,NY,P1,P2)
      CALL DSS004(0.,LY,NY,W1,W2)
      CALL DSS004(0.,LY,NY,Qd2,Qd3)

      IF((TE1(NY).GE.100.).OR.(W1(NY).GE.0.))THEN
      W2(NY) = beta0*(1.-P1(NY)/P0)
      TE2(NY)=alpha/lamb3*(TC-TE1(NY))+HV/lamb3*aml*W2(NY)+
     *       1.*Qd1/lamb3
      ELSE
      TE2(NY)= alpha/lamb3*(TC-TE1(NY))+1.*Qd0/lamb3
      W2(NY) = beta0*(1.-P1(NY)/P0)
      ENDIF
      P2(NY) =0.

      IF((TE1(1).GE.100.).OR.(W1(1).GE.0.))THEN
      W2(1) = -beta0*(1.-P1(1)/P0)
      TE2(1)=-alpha/lamb3*(TC-TE1(1))+HV/lamb3*aml*W2(1)-
     *       1.*Qd1/lamb3
      ELSE
      TE2(1)= -alpha/lamb3*(TC-TE1(1))-1.*Qd1/lamb3
      W2(1) = -beta0*(1.-P1(1)/P0)
      ENDIF
      P2(1)=0.

      CALL DSS004(0.,LY,NY,TE2,TE1)
      CALL DSS004(0.,LY,NY,W2,W1)
      CALL DSS004(0.,LY,NY,P2,P1)

      DO 22 J=1,NY
      TEYY(I,J)=TE1(J)
      WYY(I,J)=W1(J)
      PYY(I,J)=P1(J)
      QdY(I,J)=Qd3(J)
22    CONTINUE

2     CONTINUE



C....ASSEMBLE THE PDE

C     CALCUL DE L'HUMIDITE
      DO 4 I=1,N
      DO 4 J=1,NY

      Wl(I,J)=W(I,J)-Wh
      IF((Wl(I,J).LE.Wcr).AND.(Wl(I,J).GE.0))THEN
```

```
      wrl(I,J)=0.95*(Wl(I,J)/Wcr)**2
      wrg(I,J)=0.95*(1-Wl(I,J)/Wcr)**2+0.05
      ELSE
      IF(Wl(I,J).GT.Wcr) THEN
      wrl(I,J)=0.95 + 0.05*(Wl(I,J)-Wcr)/(Wsat-Wcr)
      wrg(I,J)=0.05*(Wsat-Wl(I,J))/(Wsat-Wcr)
      ELSE
      wrl(I,J)=0.
      wrg(I,J)=1.
      ENDIF
      ENDIF


      B1=kl/ul*1000*wrl(I,J) + kg/ug*1.25*wrg(I,J)


      IF(W(I,J).GT.1*Wh)THEN
      bl=0.01*(2-10*(W(I,J)-Wh))
C     bl=0.
      ELSE
C     bl=0.
      bl=0.01*(1+(W(I,J)-0.1)/0.10)
      ENDIF




C     IF((W(I,J).GE.2*Wh)THEN
C     aml=1E-6
C     ELSE
      IF(W(I,J).GE.1*Wh)THEN
      aml=1.E-6
      ELSE
      aml=10**(-6-20.*(W(I,J)-1*Wh)**2)
      ENDIF



      WA(I,J)=(aml*WXX(I,J)+aml*WYY(I,J))
      WB(I,J)=((bl*aml)*TEXX(I,J)+(bl*aml)*TEYY(I,J))*(1/RO0)
      WC(I,J)=((1/RO0)*B1*PXX(I,J)+(1/RO0)*B1*PYY(I,J))

      IF(WC(I,J).LE.0)THEN
      WT(I,J)=WA(I,J) + 1.*WB(I,J) +1.*WC(I,J)
      ELSE
      WT(I,J)=WA(I,J) + 1.*WB(I,J)
      ENDIF

C     IF(WT(I,J).GT.0) WT(I,J)=0.

4     CONTINUE
```

```
C   CALCUL DE LA TEMPERATURE
    DO 7 I=1,N
    DO 7 J=1,NY
    IF((TE(I,J).LE.180.).OR.(W(I,J).GT.0.01))THEN
    k1=0.
    ELSE
    IF((TE(I,J).GT.180.).AND.(TE(I,J).LT.250.))THEN
    k1=k0
    ELSE
    k1=k0/2.
    ENDIF
    ENDIF

C     C(I,J)=(W(I,J)*CE+CB+4.85*TE(I,J))/(1+W(I,J))
    C(I,J)=(W(I,J)*CE+CB+0.*TE(I,J))/(1+W(I,J))
    lamb1=(0.7*W(I,J)+lamb)/(1+W(I,J))
C     lamb1=6.E-4*RO0*(1+W(I,J))-0.166

C   CONDITION POUR LA VAPORISATION
    IF(W(I,J).LT.Wh) THEN
    Wx(I,J)=W(I,J)
    ELSE
    Wx(I,J)=Wh
    ENDIF

    HS=0.4*HV*((Wh-Wx(I,J))/Wh)**2

    H=(HV+HS)*kg/ug*1.25*wrg(I,J)

    Wli(I,J)=(P(I,J)-P0)*18.E-3/(8.31*RO0*TE(I,J))

C     IF((TE(I,J).GE.100.).AND.(Wli(I,J).GT.0.))THEN
C     TET(I,J)=0.
C     ELSE

    TEA(I,J) =(lamb1*TEXX(I,J)+lamb1*TEYY(I,J))
    TEB(I,J) =(-H*1.*PXX(I,J)-H*1.*PYY(I,J))
    TEC(I,J) =(-HP)*k1*EXP(-A/(TE(I,J)+273))*(RO(I,J))

    IF(QdX(I,J).GT.0)THEN
    QdX(I,J)=-QdX(I,J)
    ENDIF
    IF(QdY(I,J).GT.0)THEN
    QdY(I,J)=-QdY(I,J)
    ENDIF
    Qs(I,J)=QdX(I,J)+QdY(I,J)

    IF((TEB(I,J).LE.0.).AND.(TE(I,J).GE.100.))THEN
```

```
      TET(I,J) =(TEA(I,J)+TEB(I,J)+TEC(I,J)-QdX(I,J)-QdY(I,J))*
     *        1/(C(I,J)*ROA(I,J))
      ELSE
      TET(I,J) =(TEA(I,J)+TEC(I,J)-QdX(I,J)-QdY(I,J))*
     *        1/(C(I,J)*ROA(I,J))
      ENDIF

C     ENDIF
C     IF(TET(I,J).LE.0) TET(I,J)=0.

7     CONTINUE

C     CALCUL DE LA DENSITE
      DO 8 I=1,N
      DO 8 J=1,NY
8     ROT(I,J)=-k1*EXP(-A/(TE(I,J)+273))*(RO(I,J))

      RETURN
      END

      SUBROUTINE PRINT(NI,NO)
      COMMON/T/       T,    NFIN,  NRUN
     1    /Y/ TE(6,6),  W(6,6),  P(6,6),  RO(6,6), ROA(6,6),Qd(6,6),
     2    /F/ TET(6,6), WT(6,6), PT(6,6), ROT(6,6),
     3    /S/TEXX(6,6), WXX(6,6), PXX(6,6),ROXX(6,6),QdX(6,6),
     4      TEYY(6,6), WYY(6,6), PYY(6,6),ROYY(6,6),QdY(6,6),
     5        TE1(6),   W1(6),    P1(6),  Qd2(6),
     6        TE2(6),   W2(6),    P2(6),  Qd3(6)
     7    /P/     N,     DX,     HV,     HP,
     8            CE,    CB,      A,      B,
     9            H,     R,      TC,     aml, Qs(6,6),
     A            bl,  rohan0,     k0,    lamb,   Qd1,
     B            kl,    kg,      ul,     ug,    Qd0,
     C           RO0,    Z1,      Z2,     P0,    lod,
     D         alpha,  lamb1,     DY,     NY,    ald,
     E            LX,    LY,     beta, WA(6,6),  tand,
     F        WB(6,6), WC(6,6),  TEA(6,6),TEB(6,6),    ed,
     G        TEC(6,6),   B1,      B2,     HY,    TE0,
     H         C(6,6),  lamb2,    lamb3,   k1,    IP,
     I           Wh,     HS,   Wl(6,6),wrl(6,6),Wli(6,6),
     J       wrg(6,6),   Wcr,     Wsat, Wx(6,6),  beta0
      REAL k0,lamb,RO0,bl,aml,HP,H,Z1,Z2,P0,A,HV,alpha,lamb1,
     *LX,LY,beta,B1,B2,kl,kg,lamb2,lamb3,k1,HS,lod

C... DIMENSION THE ARRAYS TO STORE THE PLOTTED SOLUTION
      DIMENSION  TP(70),UP(70),PP(70),WP(70),cal(6,6)
C..

      ROM=0.
      NT=0
```

```
      DO 6 I=1,N
      DO 6 J=1,NY

C     CALCUL DE LA PRESSION
      PV=exp(2.55058E1-5.1232E3/(TE(I,J)+273))

C     Wh=0.2

      IF((W(I,J).GE.0.).AND.(W(I,J).LE.1*Wh))THEN
      F= W(I,J)/Wh*(2-W(I,J)/Wh)
      ELSE
      IF(W(I,J).GT.1*Wh)THEN
      F=1.
      ELSE
      F=0.
      ENDIF
      ENDIF
      P(I,J)=P0 + PV*F
      IF(W(I,J).LE.0.01) W(I,J)=0.

      ROA(I,J)=rohan0 * W(I,J) + RO(I,J)

C     CALCUL DE LA DENSITE MOYENNE
      NT=NT+1
      ROM=(ROM+ROA(I,J))

      lamb1=(0.7*W(I,J)+lamb)/(1+W(I,J))
      cal(I,J)=1.E16*ug/wrg(I,J)*(-ROA(I,J)*C(I,J)*TET(I,J)
     *        + lamb1*(TEXX(I,J)+TEYY(I,J)))/
     *        ((HV+HS)*(PXX(I,J)+PYY(I,J)))
6     CONTINUE
      ROM=ROM/(N*NY)

      DO 71 I=1,N
      X=DX*FLOAT(I-1)
      DO 72 J=1,NY
      Y=DY*FLOAT(J-1)

      IF(W(I,J).LE.0.2)THEN
      ed= 1.7+(2.6-1.7)/0.2*W(I,J)
      ELSE
      ed= (11.6-3.8)/(1-0.3)*W(I,J)
      ENDIF

      ald=(2*3.14/lod)*((ed/2)*((1+tand**2)**0.5-1))**0.5

      Qd(I,J)=Qd1*(EXP(-2*ald*X)+EXP(-2*ald*(LX-X)))+
     *       Qd1*(EXP(-2*ald*Y)+EXP(-2*ald*(LY-Y)))
C     Qd(I,J)=Qd0

72    CONTINUE
```

```
71   CONTINUE

C... PRINT THE NUMERICAL SOLUTION EVERY FIFTH CALL TO PRINT
C     IP=IP+1
C     IF(INT((IP-1)/2).EQ.(IP-1))


     WRITE(NO,1)T
1    FORMAT(//,8H TIME =,E9.3,//)

     DO 4 J=1,NY
     Y=DY*FLOAT(J-1)

     WRITE(NO,5)Y
5    FORMAT(1F15.3)

     DO 2 I=1,N
     X=DX*FLOAT(I-1)
     WRITE(NO,3)X,TE(I,J),W(I,J),P(I,J),WT(I,J),ROA(I,J),Qs(I,J),ROM

3    FORMAT(8F15.5)



2    CONTINUE

4    CONTINUE
C...
C... PRINT A HEADING FOR THE NUMERICAL SOLUTION
C     IF(IP.EQ.0)WRITE(NO,2)
C2    FORMAT(1H ,//,9X,1HT,4X,6HU(0,T),3X,7HU(XL,T),
C    1              3X,7HUX(0,T),2X,8HUX(XL,T))
C...
C... PRINT THE NUMERICAL SOLUTION EVERY FIFTH CALL TO PRINT
     IP=IP+1
C     IF(((IP-1)/5*5).EQ.(IP-1))WRITE(NO,1)T,U(1),U(N),UX(1),UX(N)
C1    FORMAT(F10.1,4F10.2)
C...
C... STORE THE NUMERICAL SOLUTION FOR PLOTTING
     TP(IP)=T
     UP(IP)=TE(3,3)
     PP(IP)=P(3,3)
     WP(IP)=ROA(3,3)
C...
C... PLOT THE SOLUTION AT THE END OF THE RUN
     IF(IP.LT.26)RETURN
     CALL TPLOTS(1,IP,TP,UP)
     WRITE(NO,7)
7    FORMAT(1H ,//,22HTE(3,3) (C) VS T (SEC))
C... PLOT THE SOLUTION AT THE END OF THE RUN
     IF(IP.LT.26)RETURN
```

```
      CALL TPLOTS(1,IP,TP,PP)
      WRITE(NO,8)
8     FORMAT(1H ,//,22H P(3,3) (C) VS T (SEC))
C...  PLOT THE SOLUTION AT THE END OF THE RUN
      IF(IP.LT.26)RETURN
      CALL TPLOTS(1,IP,TP,WP)
      WRITE(NO,9)
9     FORMAT(1H ,//,22H W(3,3) (C) VS T (SEC))
      RETURN
      END
```

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° ORDRE: 133 CD

Année: 1996

NOM: RAJOHNSON Jean Richard

TITRE: Etude expérimentale et modélisation du traitement de rétification du bois massif sous gaz convectif en vue d'améliorer ses propriétés physico-chimiques.

SPECIALITE: Génie des procédés

MOTS CLES: Bois massif - rétification - gaz convectif - couplage du réacteur avec le spectromètre IRTF - capteur de gaz - paramètres de traitement.

RESUME:

Le traitement thermique (200°C à 250°C) de rétification améliore les propriétés physico-chimiques du bois traité; cependant, il est nécessaire de déterminer les conditions optimales de traitement en fonction des caractéristiques initiaux de l'échantillon à traiter et des propriétés qu'on veut obtenir.

Deux études ont été effectuées en parallèle, l'étude expérimentale et la modélisation du traitement du bois sous gaz convectif.

C'est l'utilisation d'un réacteur instrumenté à l'échelle de laboratoire qui a facilité considérablement la réalisation de cette étude expérimentale sur des échantillons de bois de tailles variables. Chaque paramètre du traitement (température et durée de traitement, vitesse de montée en température, étapes intermédiaires, humidité initiale de l'échantillon, son essence et son épaisseur) influe sur les évolutions des variables du procédé (température et pression internes du bois, sa masse ainsi que la quantité et la nature des gaz émis par l'échantillon dans le réacteur). Le choix de ces paramètres conditionnent la vitesse de séchage (première phase) et les cinétiques globales de rétification (deuxième phase) pendant chaque traitement. Les résultats du couplage du four avec le spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) montrent les cinétiques d'émission des gaz au cours du traitement. Ces résultats sont corroborés par ceux obtenus avec le capteur de gaz qui est utilisé en vue de contrôler le procédé.

Les phénomènes prépondérants qui ont lieu au cours du traitement ont été modélisés. Après sa résolution numérique et sa validation, ce modèle a permis d'expliquer et de prédire le traitement d'un échantillon relativement sec. Il peut être utilisé pour compléter les études des influences de paramètres du traitement et éventuellement le contrôle du procédé.

Ces études sont indispensables pour l'optimisation du procédé et son extrapolation vers une échelle préindustrielle.