



HAL
open science

Étude de faisabilité d'une approche technologique innovante : fonctionnalisation du bois par ajout de particules transportées par jet d'azote

Azza Zerriaa

► To cite this version:

Azza Zerriaa. Étude de faisabilité d'une approche technologique innovante : fonctionnalisation du bois par ajout de particules transportées par jet d'azote. Matériaux. Université de Lorraine; Université de Gabès (Tunisie), 2018. Français. NNT : 2018LORR0132 . tel-01901117

HAL Id: tel-01901117

<https://theses.hal.science/tel-01901117v1>

Submitted on 22 Oct 2018

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

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



AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



Université de Lorraine

École Doctorale (sciences et ingénierie) Ressources, Procédés, Produits et Environnements
(RP2E)
et

Université de Gabes

École doctorale Sciences, Ingénierie et Société

Thèse

Présentée par :

Azza ZERRIAA

Pour obtenir le grade de Doctorat de l'Université de Lorraine

Discipline : Science du bois et des Fibres

et

Doctorat de l'École Nationale d'Ingénieurs de Gabès

Discipline : Génie Chimique Procédés

Étude de faisabilité d'une approche technologique innovante : Fonctionnalisation du bois par ajout de particules transportées par jet d'azote

Soutenue le : 6 Juillet 2018

Devant le jury composé de :

Mr. Mohammed El Ganaoui	Professeur, Université de Lorraine	Directeur
Mr. Slimane Gabsi	Professeur, École Nationale d'ingénieurs de Sfax	Co-directeur
Mme. Christine Gérardin	Professeur, Université de Lorraine	Co-directrice
Mr. Bechir Chaouachi	Professeur, École Nationale d'Ingénieurs de Gabes	Examinateur
Mr. Mourad Benzina	Professeur, École Nationale d'ingénieurs de Sfax	Rapporteur
Mme. Monica Siroux	Professeur, INSA de Strasbourg	Rapporteur
Mr. Abdel Tazibt	Directeur R&D, Critt-TJFU, Bar le Duc	Invité

« Nul ne vaut le fruit de vos sacrifices »

Remerciements

Après de longues années de travail, je viens écrire les derniers mots et les dernières lettres de ce présent manuscrit de thèse qui m'a fait autant sourire que pleurer... Non je rigole, ou peut-être pas ! Ce fut dur d'arriver à ce stade là et je tiens à le dire aux personnes qui liront ma thèse pour les références. J'aimerais, en effet, dire à celui qui a inventé les références bibliographiques : « Je vous chercherai, je vous trouverai et je vous tuerai. » *Taken*, mais n'empêche que je le remercie car j'avoue que sans lui ça aurait été encore plus compliqué !

Je tiens, avant tout, à remercier mes directeurs de thèse Mr. Mohammed El Ganaoui et Mr. Slimane Gabsi pour m'avoir donné cette opportunité et m'avoir poussé à aller plus loin dans mes études. Je remercie également Mme. Christine Gérardin qui a accepté d'être ma co-directrice de thèse et qui m'a accueillie au sein de l'équipe de Nancy pour la partie expérimentation.

Ce travail n'aurait pas été possible sans le Critt-TJF&U de Bar le Duc avec Mr. Raffael Masiello et Mr. Abdel Tazibt qui ont mis à notre disposition le procédé du jet d'azote utilisé pour ces travaux de recherches. Je remercie également l'équipe du Critt-Bois pour sa collaboration. Et enfin, je tiens à remercier l'institut Carnot Icéel pour la partie financement.

J'exprime également ma gratitude envers Mme Monica Siroux et Mr. Mourad Benzina, auxquels j'ai confié mon rapport de thèse, et aussi Mr Béchir Chaouachi en tant qu'examinateur et je les remercie d'avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

Ce travail n'aurait pas pu être mené à bien sans la disponibilité et l'accueil chaleureux que m'ont témoigné les équipes de travail de Longwy et de Nancy. Je citerai Corinne qui m'a toujours aidé et supporté et Faiza qui a toujours su me guider, étant passée par la même expérience, ainsi que plusieurs autres collègues et amis dont Sabrina, Marwa, Febrina, Amal, Wenjie, Thibaut, Elyse, Mengya, Soulafa, Aurélia, Laila ... Et surtout mes meilleurs amis : Binoma, tu sais que c'est ton sourire et ton rire que j'aime le plus chez toi quoi que... J'aime tout finalement ! Stoukou, je n'aime peut-être rien chez toi mais tu sais très bien combien je t'aime ! Sa7bi, je t'ai connu il y a juste 2 ans mais on a partagé tellement de souvenirs, de fous rires sans oublier la période de chômage et bientôt les voyages... Tout ça pour te dire que je ne

pourrais plus me passer de ton amitié. Tarek, il faut que je te cherche un surnom je sais, mais toi je ne peux pas me passer de ta cuisine ça c'est clair !

Au terme de ce parcours, je remercie enfin celles et ceux qui me sont très chers et qui ont été là pour moi à chaque instant de près ou de loin. Ils ont été ma source de courage et de bonne volonté, mon sourire quand je me sentais mal et ma lumière quand tout devenait noir. To7fati, tu m'as accompagné depuis le début de ma thèse et tu as été ma famille dans ce pays étranger. Tu as su m'encourager et me donner la force d'aller au bout de mes rêves et je ne cesserai jamais de te remercier. A toute la famille Anane et Zerriaa, je serai toujours fière d'avoir eu deux familles, maternelle et paternelle, aussi chaleureuses et bienveillantes. Je cite, plus spécialement, Sarsar, Mnayra, Najoub et Samou7ti qui malgré qu'elles soient aussi occupées que moi, elles ont toujours été les premières à demander de mes nouvelles et à m'encourager. Yamyoum, la seule grand-mère que j'ai eu la chance de bien connaître et quel honneur de l'avoir connue ! Je sais que quelqu'un voudra bien te lire ces petits mots et je tiens à te dire que tu es ma deuxième maman bien aimée, tu nous as tous élevé et tu as sacrifié ton temps et ta santé pour tes enfants et tes petits enfants mais sois fière de toi-même car tu as fait des institutrices, des professeurs, des ingénieurs et maintenant un docteur ! Je te remercie pour tout ce que tu as fait pour nous et je t'aime tellement ma très chère. Mon Kaisoun et ma Ramroum, mes trésors, vous êtes les plus beaux frère et sœur qu'une personne peut avoir. On a toujours pu s'entraider et à trois on sera toujours les plus forts et les plus solidaires. Les rires sont garantis à vie avec vous mais les prises de têtes aussi lol ! Je vous remercie d'avoir été toujours là pour moi et je tiens à vous dire par cette belle occasion que je vous aime ! Bien évidemment, j'ai laissé les meilleurs pour la fin : Mes parents, Tahar et Jamila, mes amours éternels, quand j'écris vos prénoms, j'écris la vie, l'amour et le bonheur. J'écris les sacrifices, la générosité et la douceur. Je n'écrirai, certes, jamais assez pour vous décrire. Je vous dédie le fruit de mon travail et j'espère de tout cœur vous avoir honoré et rendus fiers comme vous le méritez. Je vous remercie infiniment pour vos soutiens et votre amour qui rallume mes étincelles de courage et d'espoir à chaque fois qu'elles sont sur le point de s'éteindre. Je vis par votre amour et pour votre bonheur.

Table des matières

LISTE DES FIGURES	9
LISTE DES TABLEAUX.....	13
Introduction Générale.....	15
Chapitre 1 État de l’art : Le bois et la physico-chimie, la mécanique et la biologie	20
1 Introduction	20
2 Formation et anatomie du bois.....	21
2.1 De l’arbre à la cellule.....	22
2.2 Anatomie de l’arbre.....	23
3 Physico-chimie et bois	26
3.1 Composition chimique du bois	26
3.2 Propriétés physiques.....	27
3.2.1 Anisotropie	28
3.2.2 Hygroscopicité.....	28
3.2.3 Densité.....	28
3.2.4 Masse volumique.....	29
4 Mécanique et bois	29
4.1 L’ultra- structure du bois	30
4.2 Résistance mécanique du bois.....	31
5 Biologie et bois	32
5.1 Altération du bois par les organismes biologiques	32
5.1.1 Les champignons.....	33
5.1.2 Les insectes.....	36
5.1.3 Les térébrants marins.....	37

5.2	Durabilité naturelle du bois	37
6	Conclusion	40
7	Références	40
Chapitre 2 Fonctionnalisation du bois par la technologie du jet d'azote.....		42
1	Introduction	43
2	État de l'art sur la fonctionnalisation du bois	43
2.1	Produits de traitement de la surface du bois	43
2.1.1	Emploi des vernis synthétiques	44
2.1.2	Recours à l'huile dure naturelle et la finition à la cire	44
2.1.3	Laques et lasures	45
2.2	Traitement du bois et durabilité conférée	45
2.2.1	Méthodes de préservation du bois par imprégnation.....	45
2.3	Nouvelles alternatives aux traitements traditionnels	47
2.3.1	Nouvelles formulations biocides (troisième génération).....	47
2.3.2	Acétylation	48
2.3.3	Traitement du bois par les anhydrides mixtes	49
2.3.4	Furfurylation.....	49
2.3.5	Silanes, silicones et silicates.....	50
2.3.6	Résines.....	51
2.3.7	Traitements thermiques du bois	52
3	Technologie du jet d'azote	52
3.1	Présentation des différents éléments du procédé JAZOLTHOP	53
3.2	Fonctionnement du procédé.....	55
3.3	Caractéristiques générales du jet d'azote.....	57

3.4	Paramètres thermomécaniques du jet à l'impact	58
4	Conclusion	59
5	Références	59
Chapitre 3 Caractérisations physico-chimiques		64
1	Introduction	65
2	Essences de bois utilisées.....	65
2.1	Frêne	65
2.1.1	Propriétés physiques, mécaniques et acoustiques	66
2.1.2	Applications.....	67
2.2	Hêtre (France bois forêt).....	67
2.2.1	Propriétés physiques et caractéristiques mécaniques	68
2.2.2	Applications.....	69
2.3	Le sapin.....	70
2.3.1	Propriétés physiques, mécaniques et acoustiques	71
2.3.2	Applications.....	71
2.4	Peuplier	72
2.4.1	Propriétés physiques et mécaniques	72
2.4.2	Applications.....	73
3	Choix des particules	74
3.1	Microbilles de verre.....	74
3.2	Corindon blanc.....	75
3.3	Grenat	76
3.4	Cuivre.....	78
4	Techniques d'imageries	79
4.1	Microscopie électronique à balayage	79

4.1.1	Émission des électrons secondaires.....	80
4.1.2	Émission des électrons rétrodiffusés.....	80
4.1.3	Émission des rayons X.....	80
4.2	Micro-tomographie.....	81
4.2.1	Principe de la technique.....	82
4.2.2	Reconstitution dimensionnelle du volume à partir des images 2D.....	82
5	Lessivage.....	83
6	Minéralisation et analyse du Cuivre et de la Silice.....	84
6.1	Traitement des éprouvettes.....	84
6.1.1	Gain de masse.....	85
6.2	Minéralisation par voie humide.....	86
6.3	Minéralisation par four à Micro-ondes.....	86
7	Tests de durabilité.....	87
Les éprouvettes traitées préalablement avec les particules de Cuivre et celles traitées avec les particules de Grenat par le procédé de jet d'azote décrit dans le chapitre 2 ont été testées pour évaluer leur résistance contre les attaques fongiques en se basant sur la norme européenne EN 113 (1997)......		
8	Références.....	89
Chapitre 4 Résultats et discussions.....		
1	Introduction.....	93
2	Étude de faisabilité de l'incorporation de particules par le procédé du jet d'azote dans le matériau bois.....	93
2.1	Plan d'expériences et principe des essais.....	93
2.2	Incorporation des particules dans le bois par le procédé du jet d'azote.....	95
2.3	Concentration surfacique des particules.....	102
2.3.1	La grenaille GH80.....	103

2.3.2	Grenat Barton HPX 220	104
2.3.3	Le Corindon.....	105
2.3.4	Analyse et discussion des résultats.....	106
3	Microscope électronique à balayage	106
3.1	Essences traitées avec du Grenat.....	107
3.2	Essences traitées avec du Cuivre	109
4	Micro-tomographie	110
5	Minéralisation et dosage du cuivre et de la silice	112
5.1	Analyse du Cuivre.....	112
5.2	Analyse de la Silice.....	115
6	Résistance mécanique.....	117
7	Tests de durabilité	118
7.1	Cas du bois de hêtre.....	119
7.1.1	Traitement avec des particules de Grenat.....	119
7.1.2	Traitement avec des particules de Cuivre.....	120
7.2	Tableau récapitulatif des tests de durabilité	121
8	Conclusion.....	122
	Conclusion générale et perspectives	123
	Annexes.....	126
1	Modélisation du matériau étudié	126
1.1	Contexte	126
1.2	Effet du seuillage :	127
1.3	Effet de la profondeur d'inclusion	127
1.4	Effet du terme source	128
1.5	Effet conductivité (avec profil de température).....	129

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : La structure anatomique du bois (Ponette et al. EDG Bonsai)	22
Figure 2 : Description des trois plans de coupe (Agroparistech)	24
Figure 3 : Observation microscopique des coupes transversales de bois de chêne (droite) et de Pin sylvestre (gauche) (Pignolet, 2008)	24
Figure 4 : Organisation cellulaire des résineux (Detienne, 2011)	25
Figure 5 : Organisation cellulaire des feuillus (Detienne, 2011)	25
Figure 6 : Structure des parois cellulaires (Chaouch, 2011)	30
Figure 7 : (a) Hylotrupes bajulus adulte, (b) à l'état de larve et (c) Exemple de dégâts provoqués	36
Figure 8 : Dégâts des termites sur le bois	37
Figure 9 : Banc d'essai du procédé et descriptif des différents éléments (CRITT-TJF&U de Bar le Duc)	53
Figure 10 : Source d'excitation thermique NitroJet N4 (CRITT-TJF&U de Bar le Duc)	54
Figure 11 : Cabine étanche (CRITT-TJF&U de Bar le Duc)	54
Figure 12 : Réservoir de stockage de l'Azote à basse pression (CRITT-TJFU Bar le Duc)	55
Figure 13 : La buse utilisée et ses dimensions (Fiche technique en Annexe)	56
Figure 14 : Système de contrôle et de surveillance	57
Figure 15 : L'azote à sa sortie de la buse de projection (Laribou, 2011)	58

Figure 16 : Teinte naturelle du bois de frêne.....	66
Figure 17 : Tronc de l'arbre de Hêtre (© Brunot monginoux)	68
Figure 18 : Aspect de la surface du bois de hêtre.....	68
Figure 19 : Tronc du sapin blanc (© Hermann Falkner-sokol Flickr)	70
Figure 20 : Aspect de la surface du bois de sapin	70
Figure 21 : Tronc de l'arbre de Peuplier (© Roland Gissingner)	72
Figure 22 : Les microbilles de verre à l'échelle microscopique (x50)	74
Figure 23 : Image microscopique du Corindon blanc	76
Figure 24 : Aspect microscopique des particules de Grenat Barton (50 à 70 microns)	77
Figure 25 : Aspect microscopique des particules de Cuivre (zoom x5).....	79
Figure 26 : Schéma de la disposition des éprouvettes lors des expériences.....	94
Figure 27 : Schéma des dimensions du dispositif expérimental	102
Figure 29 : Essais 5.1 et 5.2, Concentration de la grenaille GH 80 sur la surface, Débit 30kg/h, Vf 80m/min Dt 600mm	104
Figure 30 : Essais 8.1 et 8.2, Concentration du grenat Barton 220 HPX sur la surface, Débit 30kg/h, Vf 40m/min, Dt 500mm	105
Figure 31 : Essais 10.1 (Sapin) et 10.2 (Frêne), Concentration du Corindon blanc F100 sur la surface (Débit 30kg/h, Vf 20m/min, Dt 500mm).....	106
Figure 32 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de hêtre traité avec du Grenat avec un zoom respectivement de 50 et de 120.....	107
Figure 33 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de sapin traité avec du Grenat avec un zoom respectivement de 80 et de 120.....	108
Figure 34 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de peuplier traité avec du Grenat avec un zoom respectivement de 50 et de 200.....	108

Figure 35 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de hêtre traité avec du Cuivre avec un zoom respectivement de 100 et de 500.....	109
Figure 36 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de sapin traité avec du Cuivre avec un zoom respectivement de 100 et de 400.....	109
Figure 37 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de peuplier traité avec du Cuivre avec un zoom respectivement de 50 et de 500.....	110
Figure 38 : Tomographe NSI (North Star Imaging) X50+ et son environnement (Laboratoire de Mécanique et Technologie de l'ENS-Cachan).....	81
Figure 39 : Principe de fonctionnement de l'acquisition des données en 3D.....	83
Figure 40 : Mesure des dimensions de l'éprouvette.....	110
Figure 41 : Résultat de la micro-tomographie sur les 3 coupes.....	111
Figure 42 : Dispositif du lessivage (LERMAB, Nancy).....	84
Figure 43 : Gain massique des trois essences de bois traitées respectivement avec des particules de Cuivre, de Grenat 80 mesh et de Grenat 220mesh (P : Peuplier, F : Sapin et B : Hêtre)....	85
Figure 44 : Four à micro-ondes PaarMultiwave 3000 (INRA Champenoux).....	87
Figure 45 : ICP-AES Agilent 700 (INRA Champenoux).....	112
Figure 46 : Dispositif des mesures de dureté Brinell (CRITT-Bois, Epinal).....	117
Figure 47 : Variation de la dureté Brinell.....	118
Figure 48 : Schéma de découpe des éprouvettes pour les tests de durabilité.....	88
Figure 49 : Exemple d'une boîte de pétri de Coriolus Versicolor.....	88
Figure 50 : Préparation de la boîte de pétri avec les éprouvettes.....	89
Figure 51 : Pourcentages de perte de masse pour les éprouvettes traitées avec des particules de Grenat.....	119

Figure 52 : Pourcentages de perte de masse pour les éprouvettes de Hêtre traitées avec des particules de Cuivre.....	120
Figure 53 : Excursion d'une réalisation aléatoire corrélée d'un champ 3D d'un solide très poreux à un domaine de faible porosité pour différentes valeurs du seuil	127
Figure 54 : Modélisation 3D d'un solide poreux soumis à un terme source de 60°C pour deux différents seuils.....	127
Figure 55 : Effet du terme source	128
Figure 56 : Profil de la température sur la ligne médiane horizontale pour différents rapports de conductivité	130

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Composition chimique moyenne du bois de la zone tempérée d'après Perrin et Stevanovic.....	27
Tableau 2 : Récapitulatif des Classes d'emplois et des agents biologiques selon la norme NF EN 335 (2013).....	33
Tableau 3 : Classes de durabilité naturelle vis-à-vis des champignons lignivores	39
Tableau 4 : Principales propriétés du bois de frêne (* à 12% d'humidité et 1MPa=1N/mm ²) (Cirad, Frêne)	66
Tableau 5 : Propriétés physiques et mécaniques du hêtre	69
Tableau 6 : Propriétés physiques, mécaniques et acoustiques du sapin (*à 12% d'humidité avec 1MPa=1 N/mm ²)	71
Tableau 7 : Propriétés physiques et mécaniques du bois de peuplier (Tropix-Cirad).....	73
Tableau 8 : Composition chimique des microbilles de verre (microbilles de verre, AGP)	75
Tableau 9 : Caractéristiques physico-chimiques des microbilles de verre (microbilles de verre, AGP).....	75
Tableau 10 : Propriétés physiques du Corindon blanc (AGP)	76
Tableau 11 : Analyse chimique du Grenat Barton (AGP).....	78
Tableau 12 : Plan d'essais simplifié et paramètres expérimentaux	93
Tableau 13 : Calcul des aires des zones de références impactées	103
Tableau 14 : Concentration surfacique des particules de grenaille pour le Sapin.....	103
Tableau 15 : Concentration surfacique des particules de grenaille pour le Frêne.....	103

Tableau 16 : Concentration surfacique des particules de Grenat Barton pour le Sapin	104
Tableau 17 : Concentration surfacique des particules de Grenat Barton pour le Frêne	104
Tableau 18 : Concentration surfacique des particules de Corindon pour le Sapin.....	105
Tableau 19 : Concentration surfacique des particules de Corindon pour le Frêne.....	105
Tableau 20 : Résultats de l'ICP-AES.....	113
Tableau 21 : Gains massiques après traitement (%).....	114
Tableau 22 : Gains massiques après lessivage	115
Tableau 23 : Résultats des analyses des éprouvettes traitées avec des particules de Grenat .	116
Tableau 24 : Tableau récapitulatif des résultats des tests de durabilité.....	121

Introduction Générale

A l'échelle mondiale, la demande en énergie est tendanciellement en forte progression sous l'effet de la croissance démographique mais aussi économique. Se trouvant au premier rang, les énergies fossiles, essentiellement le pétrole, assurent aujourd'hui plus de 80 % des besoins en énergie. Néanmoins, cette situation prouve la dépendance mondiale aux énergies carbonées et pose la question de son développement durable sur le plan environnemental ainsi qu'en terme d'approvisionnement en matières premières. Malgré qu'au regard des besoins futurs, les réserves mondiales d'énergies fossiles apparaissent abondantes, les conditions de leur accès s'avèrent de plus en plus difficiles : les investissements à prévoir pour les infrastructures nécessaires afin de pouvoir utiliser ces ressources sont massifs et le contexte géopolitique est par nature incertain. La contrainte climatique devrait par ailleurs apparaître plus tôt que la contrainte géologique. En effet, en prenant le cas de l'Union européenne, il s'avère qu'elle est responsable d'environ 14 % des émissions mondiales de gaz à effet de serre, alors qu'elle contribue à près de 23.9 % du PIB mondial en 2014. Néanmoins, elle a pris la tête des efforts internationaux dans la lutte contre le changement climatique en s'engageant dès 1990 à limiter ses émissions de CO₂, puis en ratifiant le protocole de Kyoto.

Malheureusement, c'est seulement depuis quelques années que la prise de conscience de l'effet de serre fait ressurgir la nécessité de s'intéresser au bois. Plus que tout autre matériau, il évoque le temps et l'âge : le temps du fait que sa production est obtenue par la croissance des arbres récoltables après une certaine période qui varie selon l'espèce et la station ; l'âge, parce que le bois est, dans l'histoire, le matériau qui a été utilisé par l'homme depuis le plus longtemps. Sans doute, c'est grâce à la faible dépense d'énergie nécessaire à sa transformation par comparaison avec l'élaboration des métaux ou l'exploitation des minéraux. C'est donc l'histoire d'une rencontre entre l'homme et la forêt qui initia, depuis l'aube de l'humanité, une "filiale-bois".

À l'aube du troisième millénaire (Sandoz, 1994), un défi s'impose à l'humanité : nourrir, protéger et loger plus de 6 milliards d'individus. Le relever nécessite une adéquation permanente entre l'agriculture, les matières premières, l'industrie et l'environnement. Dans ce contexte, la forêt apparaît en tant qu'élément régulateur de l'environnement mais aussi fournisseur de matières premières et d'énergie. Ce défi pourrait donc bien s'appuyer sur la filière-bois, développée, souvent, selon trois principaux axes :

- Bois-construction
- Bois-chimie

- Bois-énergie.

Durant des dizaines de milliers d'années, cette "filère-bois" présente une constance remarquablement exceptionnelle dans ses stratégies, son organisation et ses objectifs !

La forêt et le bois sont aujourd'hui des éléments majeurs indispensables pour la lutte contre le réchauffement climatique. Les écosystèmes forestiers prélèvent le CO₂ de l'atmosphère. L'utilisation du bois prolonge, donc, le stockage du carbone et peut permettre d'éviter des émissions de gaz à effet de serre. En France, la filière forêt-bois est le principal puit de carbone. Elle s'engage pour relever le défi du changement climatique avec une participation qui prend différents aspects. Elle passe, également, par une véritable gestion durable des ressources, des récoltes régulières de bois ainsi que leurs valorisations et l'utilisation énergétique des sous-produits et des produits en fin de vie. En effet, la filière forêt-bois française, à titre d'exemple, séquestre plus de 12 % des émissions nationales de gaz à effet de serre tous les ans. Son usage, qui était en récession, voire stagnant dans les pays développés, connaît actuellement un certain regain puisque l'énergie issue du bois est une des voies choisies dans le cadre du protocole Kyoto pour stabiliser les émissions du dioxyde de carbone.

Plus particulièrement, le matériau bois subit une demande croissante comme matériau de construction. Ses qualités de matériau renouvelable et esthétique le rendent attrayant pour les architectes. C'est l'anatomie du bois, détaillée dans le premier chapitre, qui en fait un véritable matériau "high-tech", matériau composite naturel dont le modèle d'optimisation sert, souvent, de base à de nombreux matériaux composites artificiels. Le bois est un matériau de tradition, promis à un bel avenir dans le domaine de la construction grâce aux améliorations et innovations qu'il a connues au fil du temps. *Sain*, le bois stabilise l'humidité relative de l'air. En effet, il ne fait jamais ni trop humide ni trop sec dans une maison en bois. Les intérieurs ayant recours à ce matériau souffrent moins d'acariens, de moisissures, virus et bactéries. Le risque d'asthme et d'infections des voies respiratoires est également bien réduit. *Confortable*, le bois offre une agréable sensation de chaleur. Incapable de se charger d'électricité statique, il n'attire pas la saleté et la poussière. De plus, il constitue également un excellent choix en termes de confort acoustique. *Durable*, le bois présente une longue durée de vie. Il est possible de le peindre ou le travailler pour le rafraîchir ou lui donner un nouvel aspect. En optant pour des essences de bois largement disponibles, il constitue aussi un matériau écologique. *Beau*, le bois se décline dans des centaines d'essences ayant des teintes et des textures différentes les unes des autres. Il dégage un charme naturel que beaucoup d'autres matériaux n'offrent pas.

Cependant, certains obstacles au développement de la construction en bois existent. Le surcoût, principalement, peut atteindre 10 à 20% par rapport à la maçonnerie. En effet, la filière est relativement non-structurée entre artisans, menuisiers et grands constructeurs. Donc, même si la qualité des réalisations s'est remarquablement améliorée, la main d'œuvre bien formée dans ce domaine manque encore. Le deuxième souci réside dans le fait que les diverses méthodes constructives utilisant du bois ne permettent pas l'obtention d'une bonne inertie thermique en comparaison à certaines constructions en pierre. D'autre part, la nécessité d'un entretien régulier est un des inconvénients de la construction en bois : sujet à l'humidité, aux moisissures, aux champignons et aux termites, le bois doit être traité pour conserver sa durabilité. Finalement, l'utilisation de colles ou des traitements toxiques sur certains bois de construction relativise ses atouts en matière d'écologie et de santé.

De par ses inconvénients, le matériau bois, mis en œuvre en extérieur, nécessite des traitements soit de préservation s'il n'est pas naturellement durable soit de finition. Souvent, dans certaines conditions, le bois doit répondre aux dégradations biologiques (champignons, insectes) ce qui impose sa préservation préalable avec des produits adéquats appliqués soit à la surface du bois soit introduits dans le bois, de façon à augmenter les caractéristiques de durabilité du matériau. Un traitement de finition est également important pour répondre aux dégradations physiques du bois (humidité, UV, etc.). L'état de l'art sur les différentes méthodes et les produits de traitement du bois est évoqué dans la première partie du deuxième chapitre.

Dans l'esprit d'innovation, pour sortir des méthodes habituelles et standards de traitements du matériau bois, le Laboratoire d'Études et de Recherches sur le Matériau Bois (LERMAB) a sollicité le CRITT-TJFU, laboratoire de recherche industrielle et prestataire de services de hautes technologies en Techniques Jet Fluides et Usinage de Bar le Duc, pour une nouvelle approche innovante de traitement qui fait le sujet de cette thèse. Cette méthode utilise la technologie du jet d'azote à haute pression et à basse température pour traiter le matériau bois avec des particules entraînées par le jet, présentée en détails dans la deuxième partie du troisième chapitre. Le principe du procédé consiste à projeter sur la surface du bois à traiter un jet d'azote formé à partir d'un générateur de pression sous 300 à 380 MPa, et à - 150°C, auquel se rajoute les particules aspirées dans une chambre de mélange et enfin, l'ensemble est projeté à travers une buse, sans génération de déchets additionnels. L'efficacité du jet est due à la conjonction d'un effet cryogénique et d'un effet mécanique. Son intérêt majeur réside dans le fait qu'il n'y a pas de produits chimiques nocifs, de gaz à effet de serre et d'effluents liquides.

Les séries d'essais ont été programmées et réalisées au sein du CRITT-TJFU et un projet Carnot a été monté en collaboration avec le CRITT-Bois. Différentes caractérisations ont été réalisées : Techniques d'imageries, minéralisations des éprouvettes de bois traitées et dosage des particules incrustées, étude de la résistance mécanique et des tests de durabilité. Elles seront détaillées et interprétées dans le troisième chapitre. La littérature scientifique et technique internationale semble vierge de toute référence au sujet de cette nouvelle méthode de traitement.

Chapitre 1

État de l'art : Le bois et la physico-chimie, la mécanique et la biologie

1 Introduction

« Souvent, lorsque ce sujet de thèse est évoqué lors d'un échange, la première question qui vient à l'esprit de chacun est : « Pourquoi le bois ? ». Ce présent chapitre est la réponse détaillée de cette interrogation. »

Le bois est, avant tout, un matériau naturel, renouvelable, recyclable et aussi biodégradable. Vu de loin, ces quatre caractéristiques semblent déjà intéressantes comparées à celles de plusieurs autres matériaux dans différents secteurs d'emploi. Rentrons un peu dans les détails : le bois est un matériau adapté à l'isolation thermique. Face au béton, il est 15 fois plus isolant et face à l'acier 430 fois. Bien qu'il soit un combustible, il est résistant au feu car sa nature lui confère des propriétés de combustion très lente ainsi qu'une résistance parfaitement connue et maîtrisée. A la fois léger et résistant, le bois possède des bonnes caractéristiques physiques et mécaniques.

Plusieurs de ces faits ont encouragé l'utilisation de ce matériau dans la construction et dans plusieurs autres types d'emploi qui seront cités par la suite. Les recherches scientifiques se sont également intéressées au bois d'un côté physique, chimique et aussi économique visant à améliorer encore plus ses caractéristiques et surtout sa durabilité.

Ce chapitre présentera, en un premier lieu, la formation et l'anatomie du matériau bois. Ensuite, il évoquera les propriétés mécaniques majeures étudiées du bois et enfin il définira le bois dans le contexte biologique et citera les différents agents pouvant l'attaquer.

2 Formation et anatomie du bois

L'arbre est un organisme qui appartient au règne végétal et plus particulièrement à l'embranchement des spermaphytes. Deux grandes catégories de cet embranchement sont distinguées : les gymnospermes (résineux ou conifères) et les angiospermes (feuillus). L'arbre est un végétal lignifié et le bois constitue la partie la plus grande du tronc et des branches [1]. Le bois peut être défini comme un ensemble de tissus secondaires résistants de soutien, de conduction et de mise en réserve selon la Norme NF B 50-003 formant ainsi les troncs, les branches et les racines des plantes ligneuses [2].

Le bois est un matériau anisotrope, c'est-à-dire que ses caractéristiques physiques, technologiques et mécaniques changent selon l'orientation des plans ligneux que l'on considère. Les caractéristiques morphologiques des cellules et leurs dispositions les unes par rapport aux autres déterminent le plan ligneux d'une espèce.

2.1 De l'arbre à la cellule

L'arbre est constitué, à l'échelle macroscopique, de l'intérieur vers l'extérieur du tronc. La Figure 1 présente les principaux éléments d'une branche en partant de la moelle incluse dans le bois du cœur qui est entourée du bois fonctionnel lui-même recouvert d'une couche d'écorce.

Située au centre de la branche, la moelle est constituée de reste de xylène primaire qui est un ensemble de tissus spongieux correspondant à la tige formée au tout début de la croissance de l'arbre. Elle n'est souvent présente que dans les jeunes tiges car elle disparaît avec l'âge en laissant qu'un canal de faible section.

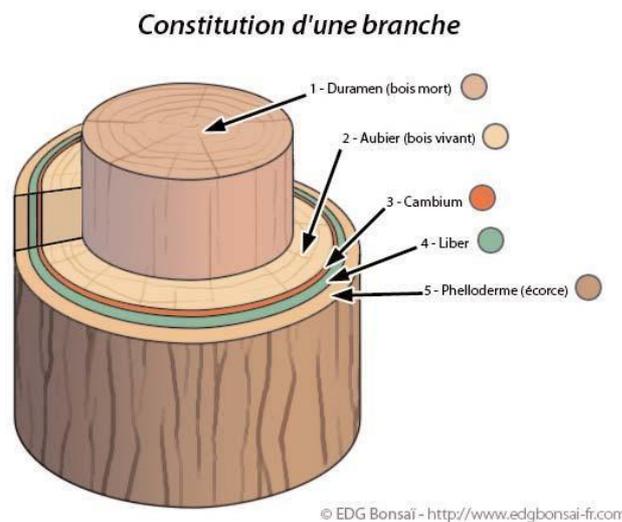


Figure 1 : La structure anatomique du bois (Ponette et al. EDG Bonsai)

Entourant la moelle, le bois constitue la majeure partie du tronc. On distingue deux types qui sont disposés en anneaux concentriques : le bois parfait à l'intérieur et l'aubier à l'extérieur.

Dans la région interne du bois qui correspond aux couches les plus anciennes et qui comporte également des cellules mortes et lignifiées, on trouve le bois parfait. Chez certaines essences, l'aubier peut se transformer en bois parfait coloré présentant d'autres propriétés ainsi qu'une durabilité différente. Ces essences sont dites « essences à aubier différencié » suite à ce phénomène appelé duraminisation. D'où l'appellation duramen de ce bois parfait qui se caractérise par une imprégnabilité moins importante et une meilleure résistance aux attaques biologiques.

Dans la région externe du bois se trouve l'aubier qui est donc situé entre l'écorce et le bois parfait. Il est constitué des couches les plus récemment formées dans lesquelles les cellules de bois sont vivantes et non lignifiées. Il contient les vaisseaux actifs de conduction de la sève brute qui transite par les vaisseaux ou par les trachéides dans le cas des résineux. Contrairement au duramen, l'aubier est plus imprégnable et plus sensible face aux attaques biologiques.

L'écorce est le revêtement superficiel du bois. Elle est constituée d'une part, de l'écorce externe appelée liber permettant la conduction de la sève élaborée des feuilles vers les racines, et d'autre part de l'écorce externe dite liège ou suber possédant un simple rôle de protection.

2.2 Anatomie de l'arbre

L'anatomie du bois est toujours étudiée selon trois plans perpendiculaires : transversal, tangentiel et radial correspondant aux trois directions d'anisotropie du bois pour la majorité de ses propriétés. Ces trois plans sont indiqués sur la Figure 2.

Le plan tangentiel est parallèle à l'axe de la tige et tangent aux cernes annuels d'accroissement. Il ne fournit pas d'informations sur les caractéristiques variant dans la direction radiale mais il permet de renseigner sur les dimensions tangentielles. Le plan transversal est perpendiculaire à l'axe de l'arbre. Il donne des informations sur la disposition et la forme des éléments de la moelle à l'écorce ainsi qu'autour de l'axe. Le plan radial est parallèle à l'axe mais, contrairement au plan tangentiel, il passe par la moelle.

Les trois directions radiale (R), tangentielle (T) et longitudinale (L) définissent les directions d'anisotropie du bois. Les études microscopiques faites dans ces plans permettent de définir les caractéristiques des cellules du bois et de distinguer une essence de bois d'une autre. En effet, le plan ligneux est similaire dans l'ensemble de la structure des branches et du tronc pour une espèce précise.

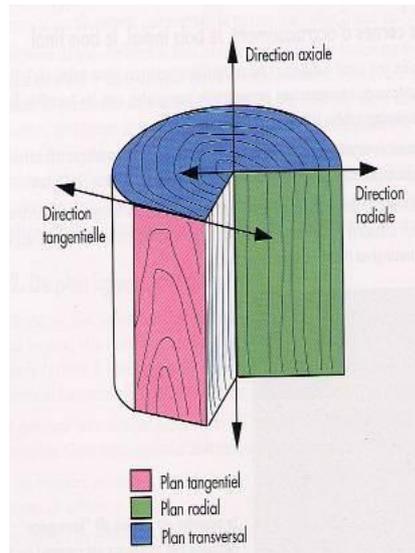


Figure 2 : Description des trois plans de coupe (Agroparistech)

L'observation microscopique de la coupe transversale d'un bois résineux (Pin sylvestre) et d'un bois feuillu (chêne) provenant de zones tempérées a été réalisée au niveau des cernes Figure 3. Elle montre la présence de deux zones anatomiques claires correspondant au bois final (bois d'été) et au bois initial (bois de printemps). Les deux bois se différencient par une variation des dimensions et des épaisseurs des parois. Le bois initial, lui, se caractérise par des trachéides de forts diamètres chez les résineux et par des vaisseaux de gros diamètres chez les feuillus. Les parois des cellules du bois deviennent plus épaisses et dures à la fin de l'été et la conduction de sève diminue. Contrairement au printemps, les parois des cellules sont fines.

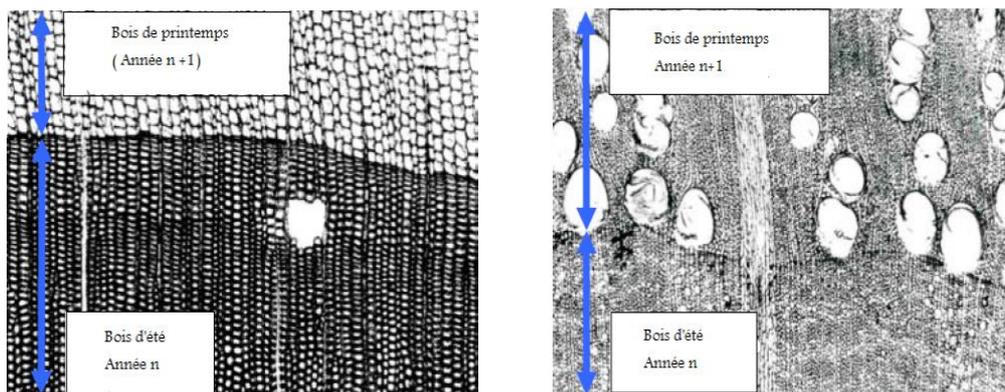


Figure 3 : Observation microscopique des coupes transversales de bois de chêne (droite) et de Pin sylvestre (gauche) (Pignolet, 2008)

Le bois des résineux est généralement formé de trachéides réparties de façon homogène, de rayons et de canaux résinifères axiaux Figure 4. Ces trachéides, obliques à leurs extrémités, sont reliées entre elles par des ponctuations. Les rayons ligneux sont des éléments horizontaux

qui sont associés aux canaux résinifères. Ils communiquent avec les trachéides par des ponctuations au niveau des champs de croisement.

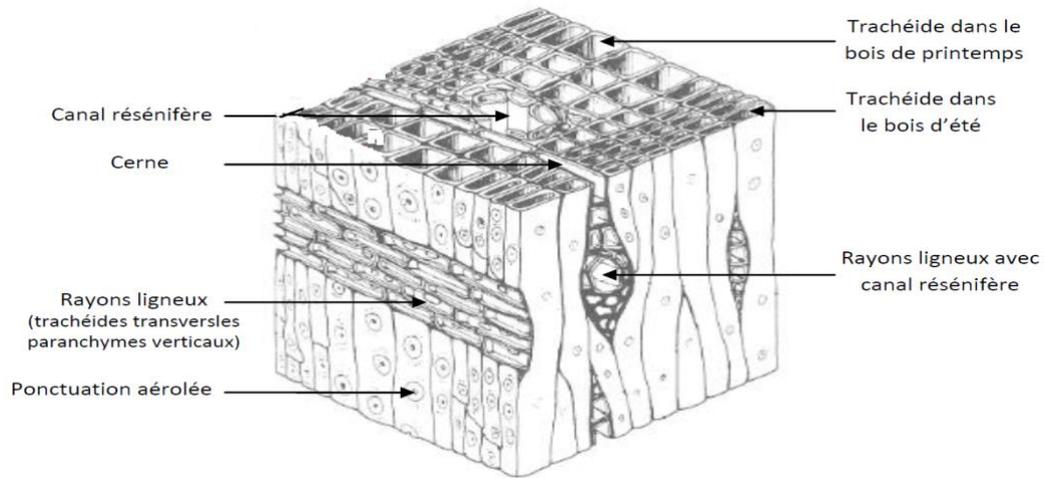


Figure 4 : Organisation cellulaire des résineux (Detienne, 2011)

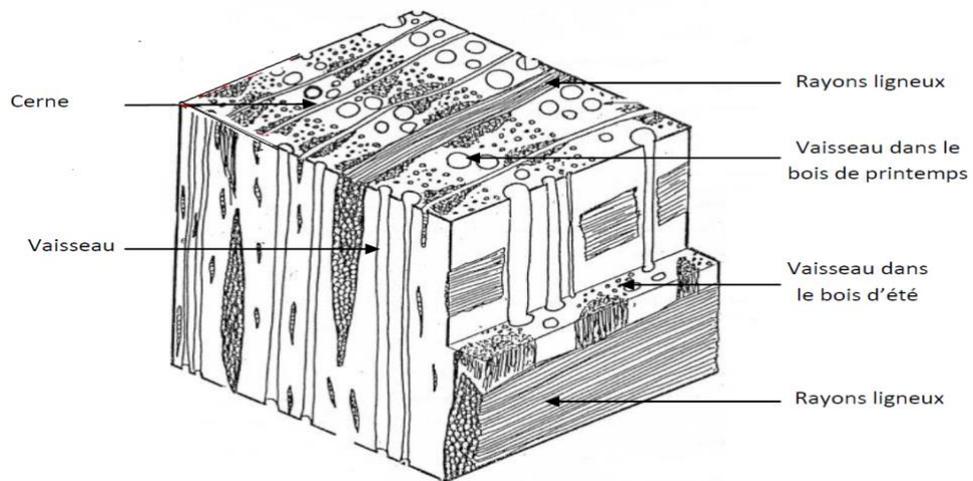


Figure 5 : Organisation cellulaire des feuillus (Detienne, 2011)

L'anatomie des feuillus est plus complexe que celle des résineux. Le bois des feuillus est constitué de vaisseaux et de fibres très épaisses et de lumen presque inexistant. Les vaisseaux de gros diamètres sont reliés entre eux par de nombreuses ponctuations. Ils construisent avec les fibres un réseau complexe vertical Figure 5. Selon l'essence, les rayons ligneux des feuillus sont constitués soit d'une simple rangée de cellules ou bien de plusieurs rangées.

3 Physico-chimie et bois

Une des principales et importantes caractéristiques du bois est sans doute son hétérogénéité. Avec les différentes essences qui existent, dans des régions tempérées ou tropicales, les propriétés varient extrêmement.

Cependant, il est intéressant de constater que cette variation est présente quel que soit l'échelle d'observation. En effet, bien qu'il soit complexe, il est nécessaire d'étudier le niveau moléculaire. Le matériau bois présente une base commune au niveau chimique, néanmoins, des variations de structure moléculaires peuvent expliquer, dans certains cas, quelques propriétés constatées à l'échelle macroscopique et permettent, ainsi, de diversifier les usages du matériau.

3.1 Composition chimique du bois

Le bois est constitué principalement de trois polymères : les hémicelluloses, la cellulose et la lignine. On y trouve aussi des extractibles (terpènes, cires, graisses, flavonoïdes, lignanes, stilbènes, tanins principalement présents dans le duramen). Ces composants peuvent donc être classés en deux groupes :

- Les substances macromoléculaires comprenant les hémicelluloses, la cellulose et la lignine présents en grande quantité dans le bois.
- Les extractibles, comprenant des extraits organiques et autres composés minéraux comme le calcium et le magnésium, sont des composés de faible poids moléculaire présents en faibles quantités et variant suivant les essences de bois.

Les constituants macromoléculaires représentent généralement 95% de la composition chimique du bois. Non réparties uniformément au sein des parois cellulaires, leurs proportions changent selon l'essence et la localisation dans l'arbre. Elles sont responsables de plusieurs propriétés physico-chimiques du bois (durabilité...), des propriétés mécaniques pour la cellulose et de l'odeur ainsi que la couleur pour les extractibles. La distribution de ces trois polymères et les teneurs en extractibles suivant la nature de l'essence de bois sont présentées dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Composition chimique moyenne du bois de la zone tempérée d'après Perrin et Stevanovic.

Constituants	Feuillus (%)	Résineux (%)
Hémicelluloses	30 ± 5	27 ± 2
Cellulose	45 ± 2	42 ± 2
Lignine	20 ± 4	28 ± 3
Extractible	5 ± 2	3 ± 3

Néanmoins, la composition du bois varie selon l'essence, mais également selon divers paramètres tels que la nature du sol, les conditions de croissance, l'âge de l'arbre ou la période d'abattage.

L'analyse élémentaire du bois fait apparaître trois principaux éléments qui sont le carbone, l'hydrogène et l'oxygène. La répartition massique couramment retrouvée est la suivante : carbone : 50% ; hydrogène : 6 % ; oxygène : 44 %.

La « molécule bois » aurait donc pour formule approchée : $\text{CH}_{1,44}\text{O}_{0,66}$. Le bois peut également contenir de l'azote, 1 % en masse en moyenne, en plus des composés minéraux cités précédemment.

3.2 Propriétés physiques

Les propriétés physiques du bois représentent les caractéristiques quantitatives du bois et de son comportement face à des influences extérieures. Ils dépendent essentiellement de sa structure donc de la disposition et de la nature des éléments qui le constituent. Les principales propriétés physiques sont les propriétés directionnelles (anisotropie), l'humidité, la densité, les propriétés dimensionnelles (rétractabilité/gonflement) et la conductivité (thermique, électrique ou sonore).

3.2.1 Anisotropie

Le bois est un matériau anisotrope, autrement dit, sa structure et ses propriétés varient selon les directions du plan ligneux : longitudinales (parallèles aux fibres), radiales (perpendiculaire aux fibres et normales aux cernes) et tangentielles (perpendiculaires aux fibres et tangentes aux cernes). Cette anisotropie est due principalement à la disposition mais aussi à la forme particulière des différents éléments du bois, dont la plupart (vaisseaux, fibres et trachéides) sont allongés dans la direction longitudinale. Pour cette raison, bien que la plupart des propriétés du bois diffèrent dans le cas des trois directions, les différences concernent surtout la direction axiale et tangentielle (*Propriétés mécaniques et physiques du bois, Meriem Fournier*).

3.2.2 Hygroscopicité

L'hygroscopicité est l'aptitude que possède le bois à absorber ou résorber l'eau venant de l'air ambiant. C'est une des caractéristiques majeures qui visent ce matériau. Lorsqu'elle varie, la teneur en eau du bois provoque des changements dimensionnels du matériau. L'humidité est également responsable de la pourriture du bois quand elle est en présence de certaines autres conditions environnantes. Pour le bois, le terme généralement employé est le taux d'humidité calculé par la formule suivante :

$$H = \frac{\text{Masse du bois humide} - \text{Masse du bois anhydre}}{\text{Masse du bois anhydre}} \times 100$$

Le taux d'humidité du bois peut varier de 25 à 250 % pour le bois saturé (bois vert), de 10 à 20 % pour le bois séché à l'air et 10 % et moins pour le bois séché artificiellement (par air chaud climatisé, pompe à chaleur ou vide principalement). Dans la plupart des espèces, le taux d'humidité est plus important dans l'aubier que dans le bois de cœur (*WOODPRODUCTSfi*).

3.2.3 Densité

La densité est le rapport de la masse volumique du bois à celle de l'eau. Comme évoqué précédemment, le bois est un matériau hygroscopique qui peut changer de poids et de volume en fonction de l'humidité. Il est donc important de préciser la teneur en eau de l'échantillon au moment de la mesure de la masse et du volume. La densité de référence est calculée avec un pourcentage de 12% d'humidité.

La densité du bois varie largement selon les espèces. La densité de la plupart des essences se trouve entre 320 et 720 kg/m³. Cependant, la densité peut, quelquefois, descendre jusqu'à 160 kg/m³ comme pour le cas du balsa ou dans le cas contraire monter à plus de 1040 kg/m³ pour certains bois exotiques. De manière général, les conifères sont appelés bois tendres car ils ont une densité plus faible que celle des feuillus (*CecoBois*).

3.2.4 Masse volumique

Le bois est un matériau poreux qui présente une très forte variabilité. Il est donc nécessaire de présenter les différentes définitions de masses volumiques suivantes :

- La masse volumique vraie du matériau ou « masse volumique de la matière ligneuse » qui est pratiquement indépendante de l'essence : $\rho_{ml} = 1530 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$;
- La masse volumique apparente du bois massif. Elle dépend, en effet, directement de la porosité du bois et de son humidité. La masse volumique apparente du bois anhydre peut varier de 100 kg · m⁻³ pour les essences les moins denses à plus de 1 200 kg · m⁻³ pour les plus denses ;
- La masse volumique du bois divisé (cas fréquemment retrouvé pour le bois combustible). Celle-ci dépend de la masse volumique du bois, de son humidité et surtout de sa granulométrie.

4 Mécanique et bois

Avec l'incitation qui a poussé les concepteurs de bâtiments à réduire l'empreinte environnementale de leur projet, le bois devient un choix de plus en plus prisé auprès de ceux-ci. L'imposition de normes et programmes environnementaux dans plusieurs pays a permis un essor de ce matériau renouvelable dans les solutions de construction non-résidentielle. Internationalement, le programme LEED (Leadership in Energy and Environmental Design) est reconnu et adopté largement. Parmi les programmes basés sur le rendement, le Canada avec son programme ÉnerGuide, l'Australie et la Nouvelle-Zélande, le programme Green Star, les États-Unis, Énergy Star et enfin l'Europe et le Moyen-Orient qui possèdent le BREEAM (Building Research Establishment Environmental Assessment Method). De nos jours, les développements récents dans les domaines des sciences du bois et des systèmes constructifs ont rendu les solutions de construction en bois plus créatives.

4.1 L'ultra- structure du bois

La paroi cellulaire du bois est multicouche. Elle est constituée principalement de la couche intercellulaire, de la paroi primaire et de la paroi secondaire Figure 6. Chaque couche est un milieu composite formé de micro-fibrilles de cellulose scellées dans une matrice d'hémicelluloses et de lignine.

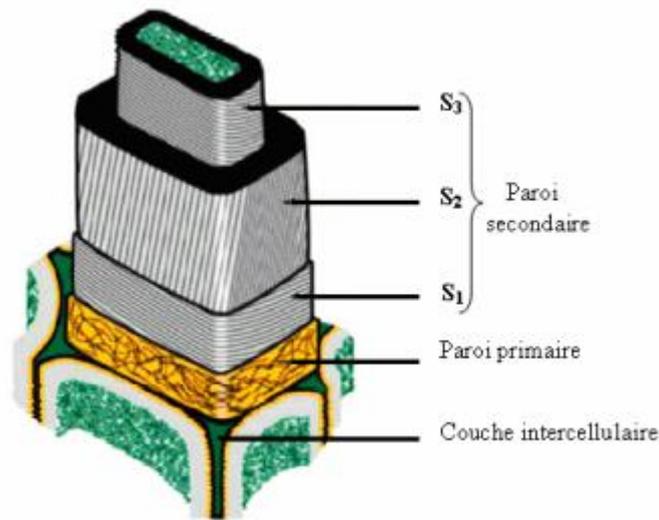


Figure 6 : Structure des parois cellulaires (Chaouch, 2011)

La couche intercellulaire apparaît après la division de la cellule mère. Dite aussi lamelle mitoyenne, cette couche permet la liaison des cellules les unes aux autres : elle est constituée de lignine et de pectines tandis que sa teneur en cellulose peut être considérée comme négligeable.

La paroi primaire est formée de lignine mais elle contient aussi des micro- fibrilles de cellulose qui forment un réseau poreux. Ayant une faible épaisseur, il est difficile de la différencier de la lamelle mitoyenne.

La paroi secondaire est principalement constituée de micro-fibrilles de cellulose. Selon leur orientation, trois sous-couches fibreuses (S1, S2, S3) peuvent être distinguées. En effet, ces micro-fibrilles sont liées entre eux grâce aux hémicelluloses et à la lignine ; la paroi secondaire est, par conséquent, la partie structurelle de la paroi cellulaire.

4.2 Résistance mécanique du bois

L'importance de distinguer les trois directions du bois provient des différences anatomiques de celles-ci qui influencent autant les caractéristiques physiques que mécaniques du matériau. Ainsi, les modes de rupture vont être influencés selon la direction du chargement et selon la présence d'une traction ou compression. D'autres facteurs sont essentiels à contrôler pour s'assurer l'obtention de la résistance mécanique désirée. Par exemple, une faible teneur en humidité, tout comme une forte densité, favorisent une plus grande résistance mécanique (*Conseil canadien du bois, 2011*).

La résistance en compression et traction parallèle au fil (0°) est beaucoup plus importante que celle perpendiculaire au fil (90°). Avec un chargement oblique, soit à un angle de 45° par rapport au fil, la résistance se situe entre celle parallèle et perpendiculaire. Il est reconnu qu'une force en traction ou cisaillement engendre une rupture fragile alors que la compression se traduit par une réponse plus ductile du bois (*Madsen and Nielsen, 1992*). La ductilité a comme avantage de donner des signaux d'alarme par une déformation apparente avant la rupture. Cependant, lorsque la compression est effectuée sur des éléments longs et étroits, telles les colonnes, il y a risque de flambage. Puisque les efforts en compression sont généralement favorables par rapport à ceux en traction, les assemblages retrouvés dans les structures de charpentes lourdes sont élaborés pour répondre à ce type d'effort. De plus, la compression perpendiculaire est en majorité retrouvée dans les assemblages des extrémités des poutres. C'est pourquoi, des plaques en acier ou en bois sont souvent utilisées pour répartir sur une plus grande surface la charge et ainsi diminuer la contrainte (*Conseil canadien du bois, 2011*).

Une conception réfléchie des assemblages est essentielle pour limiter les efforts en traction et ainsi les risques de ruptures fragiles. Le retrait du bois dans certaines sections des poutres peut engendrer des efforts en traction. Conséquemment, la teneur en humidité du bois en service dans les poutres doit se rapprocher le plus possible de l'humidité d'équilibre, soit entre 8 et 12%. La facilité de sécher les petites pièces de bois utilisées dans les lamellés collés et autres produits d'ingénierie, permet d'atteindre ces pourcentages en eau et de favoriser une application efficace de l'adhésif. Afin de limiter la reprise en humidité du bois lors de sa mise en service, il est primordial d'éviter le contact direct du bois avec l'eau. C'est pourquoi, les structures en bois doivent être surélevées du sol afin d'être éloignées de ce milieu humide. Également, les assemblages doivent permettre l'écoulement de l'eau dans le but d'empêcher

les accumulations d'eau sur la structure qui pourraient engendrer une dégradation du bois
(*American Wood Council, 2013*) © *Cassandra Lafond, 2016*.

5 Biologie et bois

Avant d'aborder les problématiques liées à la préservation du bois, nous allons d'abord faire un rappel de quelques éléments sur sa structure hiérarchique et anatomique qui vont nous permettre de mieux réaliser les difficultés quant à son traitement pour la lutte contre les agents biologiques de dégradation. Les informations détaillées par la suite sont essentiellement issues des ouvrages suivants : *The chemistry of solid wood* de Rowell [3] et *Wood chemistry – Fundamentals and applications* de Sojström [4].

5.1 Altération du bois par les organismes biologiques

Bien que pourvu de nombreuses qualités, le bois est un matériau très sensible aux agents de dégradation. Leur nature dépend de l'emploi du bois et de la zone géographique d'utilisation. Ces organismes dégradent la cellulose, les hémicelluloses et la lignine pour assurer leur propre croissance. Les dommages se manifestent, par conséquent, par une perte des propriétés mécaniques et esthétiques allant parfois jusqu'à une dégradation totale du bois infesté. Il est, donc, indispensable de connaître les mécanismes mis en jeu par ces organismes afin de pouvoir adapter au mieux les traitements de préservation existants ou d'en développer de nouveaux...

La protection du bois contre les dégradations biologiques est une problématique incontournable lors de l'utilisation du bois, que ce soit dans la construction ou dans d'autres secteurs. Afin de pérenniser les ouvrages en bois, un système de préservation adéquat doit être réalisé lorsque la durabilité naturelle du bois n'est pas suffisante contre les risques biologiques encourus. En effet, toute construction en bois intégrée dans une situation de service est soumise à des risques biologiques.

La norme européenne NF EN 335(2013) « Durabilité du bois et des matériaux à base de bois - Classes d'emploi : définitions, application au bois massif et aux matériaux à base de bois » définit les cinq classes d'emploi présentées dans le Tableau 2. Ces classes d'emploi définissent, également, les différentes situations de mise en œuvre du bois qui correspondent à une exposition plus ou moins importante aux agents de dégradation biologiques.

Tableau 2 : Récapitulatif des Classes d'emplois et des agents biologiques selon la norme NF EN 335 (2013)

Classe d'emploi	Usage général ^a	Occurrence des agents biologiques ^b				
		Champignons de coloration	Champignons lignivores	Coléoptères	Termites	Térébrants marins
1	A l'intérieur, au sec	–	–	U	L	–
2	A l'intérieur ou sous abri, non exposé aux intempéries. Possibilité de condensation d'eau	U	U	U	L	–
3	A l'extérieur, au-dessus du sol, exposé aux intempéries Si subdivisée : 3.1 conditions d'humidifications courtes, 3.2 conditions d'humidifications prolongées	U	U	U	L	–
4	A l'extérieur en contact avec le sol et/ou l'eau douce	U	U	U	L	–
5	Immergé dans l'eau salée de manière régulière ou permanente	U ^d	U ^d	U ^d	L ^d	U
U = omniprésent en Europe et au sein de l'UE L = présent localement en Europe et au sein de l'UE						
^a Il existe des cas limites et des cas extrêmes d'utilisation du bois et des matériaux à base de bois. Il peut en résulter l'affectation d'une classe d'emploi différente de celle définie dans la présente norme. ^b Il n'est pas nécessaire de protéger le bois contre tous les agents biologiques énumérés, car ceux-ci peuvent ne pas être présents ou ne pas avoir d'importance économique dans toutes les conditions de service de toutes les régions géographiques, ou encore ne pas pouvoir attaquer certains matériaux à base de bois en raison de leur constitution spécifique. ^d La partie de certains éléments d'ouvrage située au-dessus de l'eau peut être exposée à tous les agents biologiques mentionnés ci-dessus.						

5.1.1 Les champignons

Les champignons « *fungi* » sont des organismes eucaryotes qui constituent un règne à part entière. Ne possédant pas de chlorophylle, ils sont incapables de synthétiser les éléments indispensables à leur croissance à partir des sources minérales contrairement aux végétaux. En

effet, ils prélèvent de la matière organique sur d'autres organismes morts (saprophytisme) ou vivants (paratisme). Généralement, les champignons qui se développent sur le bois d'œuvre sont saprophytes. Il existe plusieurs sortes de ces champignons : les champignons de pourriture molle, les champignons de pourriture fibreuse ou cubique, les agents de bleuissement et les moisissures [5].

- Les pourritures molles « *soft rot* »

Les pourritures molles font parties de la classe des Ascomycètes « *fungi imperfecti* ». Préférant la cellulose des feuillus, elles peuvent néanmoins affecter les résineux. Elles dégradent les bois se trouvant dans des environnements très humides (en contact avec le sol ou dans les milieux aquatiques). Le bois attaqué présente un aspect gris noirâtre et de consistance molle. Comme tout champignon lignivore, les agents de pourritures molles dégradent les composants de la paroi ligneuse et plus particulièrement la cellulose. L'attaque a lieu dans la paroi secondaire S2 vu la proportion élevée de ce constituant. En effet, la paroi primaire riche en lignine reste intacte vu que les filaments des champignons suivent l'orientation des microfibrilles de la cellulose. (Faraji 2005)

Les Normes Européennes ENV 807 (essais de laboratoire) et EN 252 (essais de champs) détaillent les tests normalisés pour la détermination de la résistance des bois à l'encontre des champignons responsables de la pourriture molle

- Les pourritures cubiques ou pourritures brunes « *Brown rot* »

Les champignons responsables de la pourriture cubique appartiennent à la classe des Basidiomycètes. Dégradant principalement les résineux et plus rarement les feuillus, ils métabolisent les polysaccharides et une faible proportion des lignines en entraînant une perte rapide des propriétés mécaniques. L'aspect du bois attaqué est friable et brun foncé présentant des fractures en quadrillage d'où l'appellation « cubiques » des pourritures. Le coniophore des caves (*Coniophora Puteana*) est un exemple faisant partie de ces agents biologiques. Il attaque des bois se trouvant dans des milieux obscurs et fortement humides (40 à 60%) [5]. La dégradation est faite et par des systèmes enzymatiques et par des systèmes non enzymatiques [6, 7].

- Les pourritures fibreuses ou pourritures blanches « *White rot* »

Elles appartiennent, tout comme les pourritures cubiques à la classe des Basidiomycètes. Leur croissance est étroitement liée à la nature et à la teneur des lignines du bois [5]. Le bois infesté est ramolli après attaque et à une couleur blanchâtre. L'agent le plus rencontré est le *Coriolus Versicolor*.

Les champignons de cette pourriture se développent dans les rayons et sa croissance s'étend par les punctuations et les perforations formées lors du passage des hyphes à travers la paroi. Différents mécanismes peuvent être distingués. Certains champignons produisent des enzymes dégradant la lignine, l'hémicellulose et la cellulose [6, 8 et 9]. D'autres dégradent les lignines et les hémicelluloses tandis que la cellulose est faiblement infestée. Cette altération est souvent remarquée dans les celluloses des bois tardif des résineux [6].

La Norme Européenne utilisée pour déterminer la résistance des bois vis-à-vis les champignons responsables de pourritures fibreuses est la Norme Européenne EN 113.

- Les moisissures « *Moulds* » et les agents de bleuissement « *Blue stain* »

Les moisissures et les agents de bleuissement sont des champignons qui ont tendance à se développer principalement à la surface du bois sans nuire à ses propriétés mécaniques. Elles se nourrissent des substances de réserve comme l'amidon et n'atteignent pas les constituants lignocellulosiques du bois [5]. Un simple séchage est souvent suffisant pour les supprimer totalement.

Les champignons du bleuissement appelés aussi champignons de discoloration sont des Ascomycètes qui altèrent de manière préférentielle les résineux. Ils se nourrissent des sucres simples et de l'amidon et ne modifient également pas les propriétés mécaniques du bois. Ces champignons se distinguent par l'apparition d'une coloration bleu/gris à la surface du bois.

Les tests normalisés permettant de déterminer la résistance à l'encontre des moisissures et des agents de bleuissement sont décrits dans la norme Britannique BS 39000 ainsi que dans la Norme Européenne EN 152.

5.1.2 Les insectes

Il existe deux types d'insectes pouvant attaquer le bois : les coléoptères et les termites.

5.1.2.1 Les coléoptères

Quand le taux d'humidité du bois est inférieur à 20%, il peut être infesté par certains insectes faisant partie des coléoptères. Les larves se trouvant dans le bois se développent en creusant des galeries dont le diamètre varie entre 1 et 10 mm généralement de forme ovale ou ronde. Le bois attaqué perd énormément de ses propriétés mécaniques. Les plus connus sont le capricorne des maisons « *Hylotrupes bajulus* ».

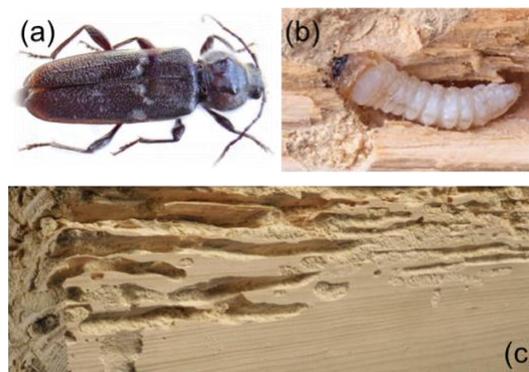


Figure 7 : (a) Hylotrupes bajulus adulte, (b) à l'état de larve et (c) Exemple de dégâts provoqués

Les Normes Européennes EN 46 et EN 47 détaillent les tests normalisés pour déterminer la résistance à l'encontre des capricornes.

5.1.2.2 Les termites

Appelés aussi « fourmis blanches », les termites sont des insectes xylophages sociaux qu'on retrouve principalement dans les régions tropicales mais aussi dans les régions tempérées. En Europe, les termites se trouvent dans les forêts de la moitié sud du continent. Leur répartition urbaine est bien plus large: des colonies de termites sont installées dans de nombreuses villes françaises situées au nord de la Loire, et plusieurs cas étant également connus en Allemagne (Hambourg) et en Angleterre (Clément et al., 2001; Luchetti et al., 2007; Leniaud et al., 2010; Austin et al., 2012).

Trois principales catégories peuvent être distinguées : les termites souterrains, les termites du bois sec et enfin les termites du bois humide. Classés au rang taxonomique de

l'ordre des isoptères, ce sont de redoutables agents de dégradation et présentent une menace sérieuse pour les plantes et les structures. De manière générale, les termites attaquent toutes les essences du bois (aubier et duramen) excepté le duramen de quelques essences tropicales denses. Ils se nourrissent du bois de printemps et la dégradation du bois apparaît dans un aspect feuilleté et cimenté (Pascal, 2014). Ils rompent mécaniquement la surface du matériau, le mâchent et l'absorbent dans leur tube digestif [10]. Seules les espèces de termites souterrains sont prises en compte dans la Norme Européenne EN 350-2.



Figure 8 : Dégâts des termites sur le bois

Les tests normalisés pour la détermination de la résistance des termites contre les termites et la Norme Européenne EN 117.

5.1.3 Les térébrants marins

Les térébrants marins appelés aussi les mollusques et les crustacés sont des foreurs du bois car, à l'échelle macroscopique, ils peuvent percer, creuser et dégrader les bois immergés dans l'eau salée ou saumâtre. Ils peuvent pénétrer dans le bois à l'état de larve se développant ainsi sous forme de vers qui peuvent atteindre jusqu'à un centimètre de diamètre et un mètre de longueur.

La Norme Européenne utilisée pour l'étude de la résistance du bois contre les térébrants marins est la EN 275.

5.2 Durabilité naturelle du bois

La durabilité naturelle des bois est définie par la norme NFX 40-002 (1983). C'est la résistance intrinsèque d'un bois non soumis à un traitement de préservation à l'encontre des agents destructeurs dans des conditions données.

La durabilité des essences est extrêmement variable selon le potentiel génétique de l'arbre et les conditions environnementales de croissance. Le facteur de variabilité le plus important au sein d'une même essence contre un agent biologique est lié à son état biologique. Cet état est le résultat de la différenciation immédiate et dans le temps des cellules ligneuses provenant du cambium chaque année pendant la phase de végétation ou la matière bois est produite.

Quelques exemples de duramen sur quelques essences courantes :

- Essences résineuses : pin, douglas, mélèze...
- Essences tempérées : chêne, châtaignier...
- Essences tropicales : padouk, okoumé...

Exemples d'essence à bois parfait non duraminisé :

- Essences résineuses : sapin, épicéa...
- Essences tempérées : hêtre, peuplier...
- Essences tropicales : samba, ako...

Même pour des essences à duramen très durable, l'aubier reste, dans tous les cas, périssable. En effet, la durabilité du bois parfait non duraminisé est semblable à celle de l'aubier. Par exemple, l'épicéa sans duramen est attaqué dans tout son volume par le capricorne des maisons alors qu'en théorie, celui-ci ne dégrade que l'aubier des pins. Certes, le duramen possède une certaine durabilité mais, souvent, des variations importantes doivent être prises en compte. Il est possible de différencier la durabilité naturelle au sein du duramen. En effet, les couches externes du duramen sont toujours plus résistantes que les couches internes.

Certains bois tropicaux ont une zone, dite « intermédiaire », entre l'aubier et le bois parfait. Sa durabilité est inférieure à celle du duramen mais supérieure à celle de l'aubier. En principe, tout l'aubier est périssable donc seule la durabilité du bois parfait est prise en compte. Généralement, la définition d'une durabilité globale est impossible. En effet, c'est une notion purement relative. La nature et la forme des différents éléments anatomiques du bois, la présence de molécules nutritives, la densité du bois et la capacité d'absorption de l'eau ont un impact direct sur la biodégradation de l'essence *Rayzal (2002)*.

Certaines essences comportent un duramen différencié et leur durabilité est, donc, liée à la présence ainsi qu'à la quantité de substances extractibles toxiques pour les agents biologiques. Ces extractibles fonctionnent comme des biocides naturels.

La norme NF EN 350 (2016) détaille la durabilité naturelle de plusieurs essences de bois résineux, feuillus, tempérés et tropicaux, choisies selon leur utilisation en Europe. Il existe cinq classes de durabilité naturelle d'un bois infesté par des champignons lignivores présentés dans le

Tableau 3 ci-dessous.

Tableau 3 : Classes de durabilité naturelle vis-à-vis des champignons lignivores

Classe de durabilité naturelle	Description	Exemples
1	Très durable	Robinier, doussié, padouk
2	Durable	Chêne, châtaignier
3	Moyennement durable	Douglas, mélèze, sapelli
4	Faiblement durable	Sapin, okoumé, épicea
5	Non durable	Hêtre, peuplier, frêne

Souvent, la durabilité naturelle d'une essence s'avère insuffisante par rapport à l'emploi prévu du bois et les risques biologiques qui s'y associent. Les traitements de préservation sont fondés sur la nature et les dimensions des pièces de bois à traiter. Cette protection exige avant tout la pénétration d'un produit de préservation choisi selon son efficacité.

L'imprégnabilité du bois varie selon son essence, certaines essences sont facilement imprégnables tandis que d'autres sont réfractaires à l'imprégnation. L'aubier est plus facilement imprégnable contrairement au bois parfait qui est peu voire non imprégnable pour la plupart des essences où il est différencié. Selon la norme EN 350, les essences imprégnables sont celles pouvant être imprégnées en totalité :

-Les essences à aubier et bois parfaits non différenciés où les deux sont imprégnables dans tout leur volume. Comme exemples, il y a le hêtre, le charme et l'érable.

-Les essences à aubier et bois parfaits distincts ou à duramen dont, au moins, l'aubier est imprégnable. Par exemple, le chêne, orme, robinier et surtout tous les pins qui sont souvent utilisés comme bois traités.

6 Conclusion

Malgré ses qualités diverses, le bois reste un matériau présentant quelques inconvénients quant à son utilisation soit en construction soit dans les usages d'intérieur. Plusieurs recherches ont été menées sur différentes essences de bois, les méthodes de leurs traitements et ceci dans le but de fonctionnaliser le bois en vue de l'améliorer.

Dans ces présents travaux de recherches que nous menons dans le cadre de cette thèse, nous optons pour une nouvelle méthode innovante afin de traiter le bois : la technologie du jet d'azote à haute pression et à basse température installée au sein du CRITT-TJFU de Bar le Duc. Nous sommes les premiers à avoir essayé ce procédé sur le matériau bois, au début, par une étude de faisabilité avant d'entamer la thèse et ensuite nous avons continué nos recherches en choisissant certaines propriétés à analyser après traitement. Le second chapitre définira en premier lieu les diverses méthodes de traitement du bois et, en un second lieu, il présentera la technologie de jet d'azote avec les différents éléments constituant le procédé et son fonctionnement.

7 Références

- [1] Rowell R., The Chemistry of Solid Wood. ACS, Washington, D.C, 1984.
- [2] Sjöström E, Wood Chemistry: Fundamentals and Applications, Academic Press, Inc, San Diego, 1993.
- [3] Triboulot, M, Cours d'anatomie des bois, Module ANA1 – ENSTIB, 2007.
- [4] AFNOR, Bois – Vocabulaire, NF B 50-003, 8 p, avril 1985.
- [5] Raysal M., Préservation du bois : guide l'emploi des normes, CTBA, Paris, 2004.
- [6] Goddell B., Qian Y., Jellison J., Fungal decay of wood – soft rot – brown-rot – white-rot, Development of Commercial Wood Preservatives, ACS Symposium Series 982, pp 9-31, 2008.

- [7] Jellison J., Connelly J., Goddell B., Doyle B., Illman B., Fekete F., Ostrofsky A., The role of cations in biodegradation by the brown rot fungi, *International Biodeterioration & Biodegradation* 39, pp 165-179, 1997.
- [8] Fackler K., Schmutzer M., Manoch L., Schwanninger M., Hinterstoisser B., Ters T., Messner K., Gradinger C., Evaluation of the selectivity of white rot isolates using near infrared spectroscopic techniques. *Enzyme and Microbial Technology* 41, pp 881-887, 2007.
- [9] Fackler K., Schwanninger M., Gradinger C., Srebotnik E., Hinterstoisser B., Messner K., Fungal decay of spruce and beech wood assessed by near-infrared spectroscopy in combination with uni- and multivariate data analysis, *Holzforschung* 61, pp 680-687, 2007.
- [10] Shelton G.T., Grace J.K., Termite physiology in relation to wood degradation and termite control, *Wood Deterioration and Preservation – Advances in Our Changing World*, ACS Symposium Series 845, pp 242-252, 2003.

Chapitre 2

*Fonctionnalisation du bois par la
technologie du jet d'azote*

1 Introduction

« Après avoir abordé l'état de l'art sur le bois, il est légitime de se poser la question : Le bois est déjà utilisé partout, quelle sera l'innovation à apporter dans ce travail ? La réponse fut, par la suite, un vrai challenge. »

Dans ce présent chapitre, nous citerons dans un état de l'art les méthodes et technologies existantes et testées pour la fonctionnalisation du bois, leurs avantages et leurs inconvénients et brièvement les résultats qu'elles ont pu donner.

En un deuxième lieu, nous décrivons la technologie du jet d'azote à haute pression et à basse température, installé au CRITT-TJFU de Bar le Duc, pour laquelle nous avons opté afin de traiter le bois en présentant les différents éléments qui le constituent, son fonctionnement, les caractéristiques générales du jet d'azote et quelques paramètres thermomécaniques du jet à l'impact. L'innovation consiste, principalement, dans le fait que cette technologie n'a jamais été une méthode de traitement du matériau bois.

2 État de l'art sur la fonctionnalisation du bois

Préambule :

Il n'est plus possible d'utiliser certaines méthodes de préservations citées dans ce chapitre car elles ne sont plus autorisées (loi sur l'air directive biocide). Le procédé de jet d'azote auquel on va avoir recours est une innovation pour suppléer à ces méthodes d'une façon verte.

Certes, le bois est un matériau qui possède plusieurs qualités et avantages. C'est une bio-source non seulement riche en propriétés mais aussi abondante en France et dans de nombreux autres pays dans le monde. Néanmoins, ce matériau présente aussi quelques inconvénients et défauts possibles à corriger ou simplement à améliorer par certains traitements physico-chimiques.

2.1 Produits de traitement de la surface du bois

La majeure fonction d'un produit de traitement de la surface du bois est l'empêchement des infiltrations d'eau dans le matériau ainsi que les déformations qui en résultent : le bois doit donc être étanche à l'eau et hydrofuge. Cependant, il devrait toujours être traité avec un produit de surface perméable à la vapeur d'eau.

2.1.1 Emploi des vernis synthétiques

Souvent, on vitrifie le bois en utilisant des vernis synthétiques. Composés de grosses molécules, ces vernis sont incapables de pénétrer en profondeur dans le bois d'où leur emploi limité aux traitements de surface. En effet, ils constituent un film sous forme d'une couche dure, étanche et hydrofuge sur la surface. Selon sa nature et son épaisseur, le film peut permettre de réduire fortement la perméabilité du bois à la vapeur d'eau et empêcher ainsi les échanges d'humidité possibles avec l'air ambiant.

Les vernis synthétiques ont, néanmoins, le défaut de se craqueler et il est impossible de vitrifier à nouveau les endroits craquelés sans laisser des traces : il est donc primordial de poncer tout le parquet et refaire la vitrification. Des risques d'être exposé alors à des poussières de bois puis à des vapeurs de solvants nocives sont inévitables. Quand les vernis sont à base de résines naturelles, ils sont plus élastiques et se craquent moins. Toutefois, ils sont moins résistants à l'abrasion que les vernis synthétiques.

2.1.2 Recours à l'huile dure naturelle et la finition à la cire

Le traitement des surfaces en bois par imprégnation à l'huile naturelle dure est une méthode assez facile à réaliser et plus respectueuse de l'environnement et de la santé.

Les molécules d'huile sont de petites tailles et peuvent pénétrer en profondeur dans le bois. Elles saturent les pores du matériau en prenant la place de l'air. Le bois, par cette méthode, est rendu hydrofuge. Néanmoins, il garde sa perméabilité à la vapeur d'eau. Comme l'imprégnation du bois par l'huile est durable, ce traitement ne nécessite pas une répétition.

Les imprégnations aux huiles naturelles contiennent des solvants organiques. Des émissions de composés organiques volatils dans l'air peuvent avoir lieu à cause de l'emploi des solvants. Aujourd'hui, leurs quantités sont obligatoirement mentionnées sur l'étiquetage des produits. En effet, de nombreux produits contenant moins de solvant apparaissent sur le marché.

Les surfaces en bois uniquement traitées à l'huile ne résistent pas aux salissures : elles doivent subir un traitement supplémentaire à la cire, qui viendra combler les petites fissures du bois. Des cires balsamiques à base de cire d'abeille et de cire végétale sont utilisées et contrairement au traitement par les huiles, le traitement à la cire doit être renouvelé deux fois par an. Un sol ciré est facilement entretenu : les saletés peuvent simplement être balayées, aspirées ou éliminées à l'aide d'un torchon humide avec du savon doux. Un sol imprégné et ciré est satiné, agréable à l'odorat et au toucher. Il n'accumule pas l'électricité statique et les poussières. Il est également facile à rénover : les endroits usés sont poncés légèrement et enduits d'une nouvelle couche de cire.

2.1.3 Laques et lasures

Les laques et les lasures sont des produits de peinture utilisés comme traitements de la surface du bois. Néanmoins, il vaut mieux privilégier les produits diluables à l'eau et dont les liants sont à base d'huiles et de résines naturelles.

2.2 Traitement du bois et durabilité conférée

Le bois est souvent utilisé pour la construction ou pour un aménagement donné. En effet, l'utilisation d'une essence durable est envisageable mais, pour des raisons économiques, le recours à des essences locales moins coûteuses et plus abondantes à caractère non durable est privilégié. Un traitement de préservation s'impose dans ce cas même si les méthodes utilisées pour l'obtention d'un bois traité adapté à son usage ne sont pourtant pas aisées. Elles exigent divers critères qui, en général, répondent aux conditions imposées par le constructeur, à l'expertise des prescripteurs ainsi qu'à des normes déjà définies.

2.2.1 Méthodes de préservation du bois par imprégnation

En général, le choix du procédé d'application dépend de l'aisance à l'imprégnation de chaque essence. Il existe deux méthodes principales pour appliquer le produit d'imprégnation soit une simple application en surface où la pénétration du produit dans le bois se fait grâce à sa capacité d'adsorption naturelle soit par imprégnation à cœur où la pénétration du produit est forcée à la suite de l'application d'une pression, du vide ou d'une combinaison des deux. Il y a 3 différentes méthodes d'imprégnation à cœur :

- Le procédé de traitement par autoclave (Bethell) a pour principe la saturation des cellules de bois d'où son appellation « procédé à cellules pleines » et il permet ainsi l'obtention de forts taux de rétention.
- Le procédé Rüping, employé souvent pour les essences facilement imprégnables, est aussi appelé « procédé à cellule vide » car le remplissage de vides des cellules est minimisé. Il consiste à appliquer une pression initiale d'air et injecter, par la suite, la solution à la même pression en l'augmentant que à la fin.
- Le procédé Lowry présente une seule différence par rapport au procédé Rüping qui est le fait que la pression initiale n'est pas appliquée.

Il existe plusieurs types de produits de traitements contre les agents biologiques.

2.2.1.1 Goudrons et huiles

Dans cette catégorie, les créosotes sont les plus souvent rencontrés. Ce sont des liquides huileux bruns-noirs qui ont une odeur spécifique de fumée. Elles sont obtenues à la suite d'une distillation des goudrons de houille, qui, eux-mêmes, sont des sous-produits de distillation destructives du charbon. Le liquide obtenu à la suite de la distillation est un mélange complexe de plusieurs centaines de composés plus ou moins toxiques, des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), des phénols et d'autres composés hétérocycliques contenant du soufre, de l'oxygène et de l'azote [1]. Les créosotes sont classées parmi les produits toxiques pour les utilisateurs et le bois créosoté en fin de vue est considéré comme un déchet dangereux et sa combustion ou son retraitement reste problématique (*Engwall et al., 1999*).

2.2.1.2 Composés organiques

Ils sont constitués de produits chimiques de familles différentes :

- Le pentachlorophénol (PCP) était un des biocides les plus utilisés. Il avait une efficacité semblable à celle de la créosote par rapport à ses propriétés fongicides et insecticides. Malheureusement, son caractère très toxique pour la santé de l'homme ainsi que pour l'environnement a conduit à son interdiction sur le marché dès que son pourcentage dépasse 0.1% depuis l'année 1994 (*Brignon, and Soleille, 2005*)
- Les triazoles comme le propiconazole ou le tébuconazole sont très sélectifs des basidiomycètes mais leurs efficacités contre les mammifères est relativement faible.

- Les carbamates comme le butylcarbamate d'idopropynyle (IPBC) peuvent être associés au propiconazole contre le développement des champignons de bleuissement. Cependant, ils ne sont pas efficaces contre les termites.
- Les sels d'ammonium quaternaires comme le chlorure de didecyldiméthylammonium ou encore le chlorure de benzalkonium ont des propriétés fongicides et insecticides.

Cependant, actuellement, l'utilisation des substances actives pour la protection du bois est limitée à cause des coûts importants exigés et générés par la mise en place des directives « Biocide » et « REACH ». [2]

Depuis bien longtemps, les produits organiques étaient utilisés sous forme de solutions dans des solvants organiques mélangés ou non par des additifs de fixation. Ces produits restent dans le bois mais les solvants s'évaporent laissant le produit organique à la surface des parois cellulaires. Pour donner suite aux nouvelles réglementations, les produits organiques sont utilisés sous forme d'émulsion ou de microémulsion afin de baisser les émissions des composés organiques volatiles (*Cui and Preston, 2006 ; Hyvönen et al., 2006*).

2.2.1.3 Produits hydrosolubles

Les multi-sels hydrosolubles ont beaucoup été utilisés dans le passé pour la préservation du bois mais, actuellement, ils le sont de moins en moins. Le traitement du bois se faisait par des multi-sels à base de chrome, de cuivre, et d'arsenic (CCA) (*Nicholas et al., 2000*). En effet, ils présentent une grande barrière contre les champignons et les insectes mais ils induisent parallèlement des pathologies chez les êtres vivants d'où l'interdiction de leur utilisation dans les pays européens en 2004. Il existe des alternatives substituant l'arsenic tels que le mélange cuivre ammonium quaternaire (CAQ) ou encore le (CCB) qui remplace l'arsenic par du bore. Bien que relativement efficaces, ces produits restent néanmoins moins efficaces que le CCA d'origine.

2.3 Nouvelles alternatives aux traitements traditionnels

Face aux problèmes environnementaux et aux nouvelles réglementations, des nouvelles alternatives utilisant des technologies propres ont été développées depuis quelques années.

2.3.1 Nouvelles formulations biocides (troisième génération)

C'est des nouvelles formulations sans métaux utilisant des quantités limitées de biocides. La compréhension des mécanismes mis en jeu lors de l'attaque du bois par les agents de dégradation est primordiale pour leur développement. En effet, une ou plusieurs substances organiques biocides est combinée avec un additif non biocide. Ces substances génèrent des synergies qui permettent l'obtention d'une efficacité contre les champignons et les insectes. Certains extractibles d'origine végétale ont des propriétés fongicides, tels que l'acide tannique et ses dérivés. Ils contribuent donc à l'efficacité de la substance biocide. Ces additifs peuvent aussi être des agents antioxydants (HydroxyToluène Butylé (BHT)) qui, mélangés à des biocides organiques (propiconazole ou chlorotalonyl), protègent le bois contre les agents de la classe d'emploi 3 [3, 4].

D'autres additifs peuvent empêcher les champignons et les insectes de métaboliser certains éléments essentiels à leur développement (azote, phosphore ou calcium). Ce sont des chélateurs d'ions métalliques tels que le NAH (Na-N', N-naphtalodroxamine) [5], l'EDTA (acide éthylènediamine tétracétique), le 2-HPNO (2-hydroxypyridine-N-oxyde) [6, 7].

2.3.2 Acétylation

L'acétylation est la réaction de l'anhydride acétique sur les constituants du bois. Elle peut avoir lieu en présence ou non d'un catalyseur ou d'un solvant de gonflement [8, 9].

Depuis plus de 75 ans, diverses études ont été consacrées aux propriétés physico-chimiques et à la durabilité du bois acétylé. Parmi les travaux les plus connus, dirigés par le professeur C.A.S. Hill de l'université de Bangor (Pays de Galle), un procédé industriel a été développé par la société TitanWood, connu sous le nom d'Accoya Wood® (2007) (www.titanwood.com). Ce procédé requiert un autoclave. En effet, l'anhydride acétique et le bois sont chauffés à une température définie et adéquate, sous pression, pour une durée déterminée. Par la suite, la pression est détendue et le milieu réactionnel refroidit. L'acide acétique formé au cours de cette réaction est retiré puis recyclé sous forme d'anhydride acétique.

La résistance du bois acétylé à l'encontre des agents biologiques de dégradation a bien été démontrée grâce à de nombreuses études. Cependant, les mécanismes liés à cette résistance n'ont pas forcément été expliqués et, pour donner suite à cela, plusieurs hypothèses ont été

proposées.

- La substitution des groupements hydroxyles par les groupements acyles liés pourraient interdire l'accès de la paroi cellulaire aux enzymes de dégradation (cellulases, hémicellulases et ligninases) ou bloquer l'attaque chimique des agents de faible poids moléculaire [10, 11].
- Une réduction du point de saturation des fibres en raison de l'espace occupé par les agents de substitution « *bulking effect* » ou au blocage des micropores qui empêcherait la progression des agents de faible poids moléculaire dans la paroi [12].

Hill et coll. [13] ont démontré que les mécanismes de résistance des bois acétylés sont complexes et très souvent liés à la nature anatomique et aux propriétés physico-chimiques de l'essence traitée. En effet, le pin noir, le hêtre et l'hévéa exposés à *Coniophora puteana* ont des comportements différents à l'encontre du champignon. Un blocage physique provoquant une diminution du taux d'humidité ou un blocage des micropores au niveau des parois cellulaires sont peut-être à l'origine de la résistance du pin noir. Quant à l'hévéa acétylé, la résistance est plus probablement liée au fait que le nombre de groupements hydroxyles substitués est plus élevé. Dans le cas du bois de hêtre, elle pourrait être due à un blocage physique empêchant le développement des agents de faible poids moléculaire dans la paroi.

2.3.3 Traitement du bois par les anhydrides mixtes

Des recherches menées par la société Lapeyre et le Laboratoire de Chimie Agro-industrielle de l'INP de Toulouse ont abouti à la mise au point d'un procédé d'hydrophobation reposant sur la modification chimique du bois. Le brevet WO 03 084 723 [14] exige une protection efficace contre les champignons de la classe 3. Cependant, uniquement quelques tests accélérés ont été présentés dans ce brevet. D'après l'industriel, le traitement assure la conservation des propriétés mécaniques du bois, garantie sa résistance contre les insectes mais aussi lui confère une grande stabilité dimensionnelle. Le produit utilisé lors du traitement est majoritairement constitué de molécules d'anhydride mixte acétique/aliphatique réagissant à chaud sur le bois en libérant des acides gras ainsi que de l'acide acétique.

Ce procédé se base sur une simple imprégnation du bois par vide ou par pression suivie d'une phase de chauffe à une température de 140°C durant deux heures. Le séchage du bois se fait à l'air libre. Pareil que dans le cas du traitement du bois par acétylation, le bois traité dégage

une légère odeur de vinaigre.

2.3.4 Furfurylation

Les études de modification chimique du bois avec l'alcool furfurylique ont débuté depuis les années 50. Le chlorure de zinc est utilisé pour catalyser la réaction de l'alcool furfurylique, formulé dans l'eau, avec les lignines du bois. Cependant, le bois traité perd ses propriétés mécaniques à long terme car le chlorure de zinc dégrade la cellulose. Dans les années 90, un système catalytique basé sur l'utilisation d'anhydride maléique a été développé par Westin et Schneider simultanément.

L'alcool furfurylique, les catalyseurs de la réaction ainsi les agents tampons (sels, méthanol et éthanol) et l'eau sont stockés séparément puis mélangés avant traitement. A température ambiante, le bois est, d'abord, imprégné dans un autoclave selon le procédé « cellules pleines », puis, séché pendant 4 heures avec une augmentation progressive de la température de 20°C à 40 °C. Une fois sec, le bois est soumis pendant 16 heures à l'action directe de la vapeur d'eau, afin de greffer et polymériser les réactifs. Le greffage a pour cible les lignines et se fait de manière plus modérée sur les hémicelluloses [15].

Le bois furfurylé, de couleur très sombre, est mécaniquement plus résistant que le bois non traité. Sa stabilité dimensionnelle est aussi améliorée ainsi que sa résistance aux champignons [16]. Cette durabilité conférée n'est pas liée spécialement à la présence d'alcool furfurylique mais plutôt à la modification chimique de la paroi cellulaire ce qui empêche la reconnaissance du substrat par les enzymes fongiques et permet le remplissage des volumes libres en bloquant les actions mécaniques. La résistance aux attaques de termites est également améliorée [17]. La furfurylation semble aussi protéger le bois contre les térébrants marins [18].

2.3.5 Silanes, silicones et silicates

Trois grandes familles de procédés utilisant des composés qui contiennent du silicium ont été référencées : les procédés utilisant des silanes, les microémulsions et les procédés utilisant les silicates inorganiques.

a. Silanes [19, 20, 21]

Le bois peut être modifié avec des silanes par un procédé sol-gel, selon deux modalités dépendant du taux d'humidité avant traitement.

- Lorsque le bois est amené au point de saturation des fibres, il est directement imprégné avec une solution de silanes contenant des catalyseurs. Sous l'effet de la température (103°C), les silanes réagissent sur les radicaux hydroxyles. Ils sont hydrolysés de manière concomitante et les produits d'hydrolyse sont condensés pour former des silicates. Ceux-ci sont alors ancrés à la paroi cellulaire par les silanes.
- Lorsque le taux d'humidité est fixé à 12%, le bois est imprégné avec des solutions de silanes pré-hydrolysés appelées « Sol », puis chauffé pour initier les réactions. Les bois sont alors résistants contre les champignons de la classe 3, cependant, ils sont peu stables.

b. Micro-émulsions [22]

Le bois peut également être imprégné avec des micro-émulsions de silicones ou des micro-émulsions contenant des silanes, des siloxanes et des polysiloxanes. Ces micro-émulsions rendent le bois hydrophobe et un emploi en classe 3 est possible. En revanche, la stabilité dimensionnelle n'est pas améliorée.

c. Silicates inorganiques [23]

Les silicates inorganiques de potassium, de sodium ou de lithium, solubles dans l'eau à pH alcalin (pH = 12), sont aussi souvent utilisés sous forme d'oxydes alcalins/silicates ($n\text{SiO}_2$). Ils forment des solutions colloïdales et claires appelées « *Water Glass* » constituant l'élément central des technologies WoodBliss® (MASID Umwelterhaltende Produkte GmbH) et SST (Sodium Silicate Technology de TIMBERSIL) (www.massid.de, www.timbersilwood.com).

La solution de traitement WoodBliss® est un mélange complexe contenant des silicates de sodium (concentration supérieure à 10 %), de l'acide silicique, de l'acide abiétique, des résines naturelles, de la cellulose, des lignines, des terpènes et des sucres issus du bois (xylose), etc. La solution est appliquée par badigeonnage pour un traitement curatif, par trempage ou par imprégnation dans un autoclave pour un traitement préventif. Après traitement, le bois sèche et la solution cristallise de façon irréversible et provoque ainsi le durcissement de la paroi cellulaire.

Mise à part le fait de diminuer son caractère hygroscopique, sa résistance au feu, de modifier sa couleur et d'améliorer sa stabilité dimensionnelle, le traitement confère au bois une

barrière contre les agents de dégradation biologique en classe d'emploi 3. Cette protection est expliquée en partie par la modification de la paroi cellulaire et par le pH élevé qui limite l'activité des enzymes fongiques. Le bois traité présente également une bonne tolérance aux termites et aux capricornes. En contrepartie, les propriétés mécaniques sont réduites de manière significative.

2.3.6 Résines

Les premières résines ont été développées pour des applications en surface mais aussi pour des traitements d'imprégnation. Cependant, les performances de ces produits sont limitées dans la durée, ce qui en restreint leur usage. Parmi ces résines, on peut citer : les résines alkydes, les résines urée/formol, les résines de mélamines/formol, les résines phénol/formol, les résines époxy et les isocyanates [24, 25, 26, 27].

D'autres systèmes ne faisant pas intervenir de formaldéhyde sont aussi en cours de développement. En effet, l'acide citrique réagit sur le bois en présence d'un catalyseur phosphinique [28]. Des huiles de lin préalablement modifiées avec de l'anhydride maléique (UZA) sont injectées à haute température pour réagir et polymériser dans le bois (Procédé DSM) [29, 30].

Des travaux de recherches plus récents montrent cependant que les résines dérivées des N-méthylols semblent être les plus prometteuses. Cette famille de produits a été testée à la fin des années 80. Ces résines, employées à l'origine dans l'industrie textile pour éviter le froissement du coton [31], montrent un potentiel important quant à l'amélioration des propriétés du bois.

2.3.7 Traitements thermiques du bois

Les traitements à haute température consistent en une pyrolyse ménagée du bois ayant lieu entre 140 et 260 °C, sous atmosphère pauvre en oxygène ou bien en immersion dans un ou des bains d'huiles végétales chaudes. Plusieurs réactions chimiques ont lieu pendant le traitement modifiant considérablement la structure du bois et entraînant l'amélioration de sa résistance.

La dégradation des hémicelluloses libère des composés volatils toxiques et des acides. Ceci induit une diminution du pH, limitant l'activité des enzymes fongiques [32, 33, 34]. Malgré leur protection, les bois traités thermiquement restent un peu sensibles aux agents

biologiques de dégradation. Les traitements à haute température sont en général délicats à mettre en œuvre. En effet, mis à part les contraintes dues aux essences et au bois, la qualité de la modification dépend d'un grand nombre de paramètres opérationnels.

3 Technologie du jet d'azote

Le procédé de traitement de surface par jet d'azote s'inscrit dans le cadre du développement durable des écotecnologies. En 2005, cette technologie a été repérée par le CRITT-TJF&U de Bar le Duc, spécialiste français des technologies de jets fluides à haute pression. Ils ont été les premiers à avoir développé une plateforme expérimentale en Europe autour de la technologie américaine NITROJET®. En effet, cette technologie se présente comme un procédé propre et innovant au regard d'autres procédés de traitement de surface (voie chimique, grenailage, jet d'eau, ...).

3.1 Présentation des différents éléments du procédé JAZOLTHOP

L'installation, détaillée ci-après, est un prototype. Elle comprend plusieurs éléments représentés sur la Figure 9 qui permet de visualiser l'ensemble de l'installation robotisée du procédé au sein de la plateforme expérimentale du CRITT TJF&U de Bar le Duc.

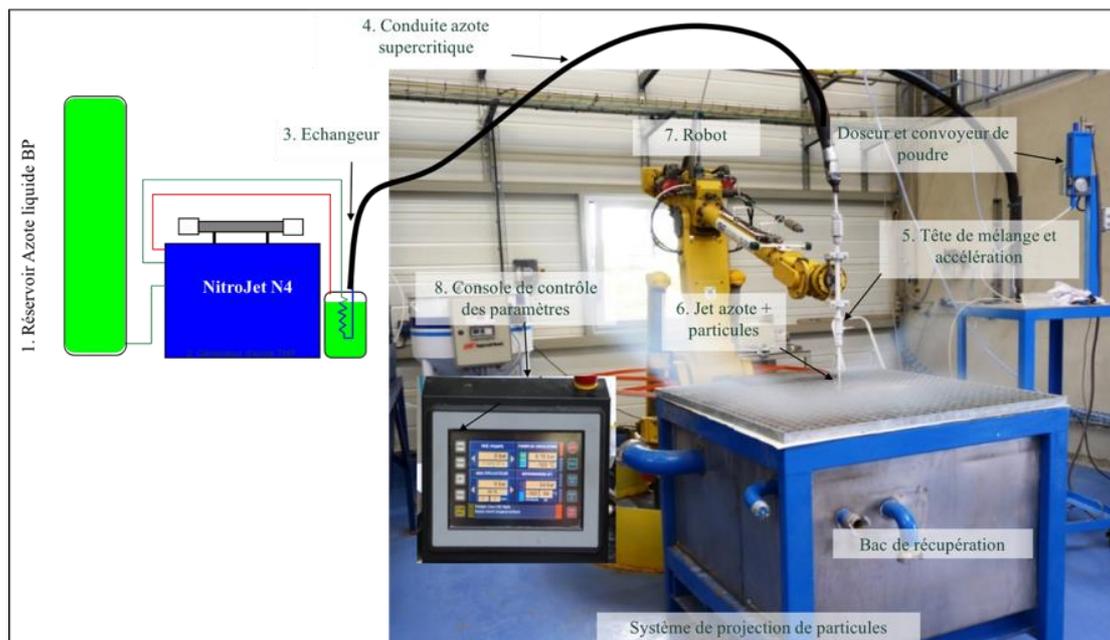


Figure 9 : Banc d'essai du procédé et descriptif des différents éléments (CRITT-TJF&U de Bar le Duc)

Le banc d'essai est constitué de :

- Un flexible haute pression (4) au système de projection de particules.
- Un doseur de poudre qui permet de contrôler le débit massique des particules à projeter ;
- Une tête de mélange (5) et d'accélération des particules (poudre) qui génère le jet d'azote chargé de particules (6) ;
- Un robot 6 axe poly articulé (7) ;
- Un bac de récupération complète le banc, il sert pour le maintien de l'échantillon et le conditionnement du gaz et des particules résiduelles ;
- Un générateur d'azote NitroJet N4 Figure 10 qui constitue l'élément clé du procédé. Il assure la montée en pression de l'azote liquide par compression ;



Figure 10 : Source d'excitation thermique NitroJet N4 (CRITT-TJF&U de Bar le Duc)

Les paramètres de travail tels que la pression dynamique, la vitesse de balayage du jet, la distance de tir (de dispersion des particules) avant impact et la température du gaz sont contrôlés par la console (8).

Pour assurer l'étanchéité, un système de cabine qui couvre la totalité des éléments a été conçu au sein du CRITT-TJF&U de Bar le Duc et est représenté sur la Figure 11. Du fait que les particules soient de l'échelle des microns, cette cabine présente aussi une barrière de sécurité pour éviter la pollution de l'air et les risques qui peuvent atteindre l'équipe de travail.



Figure 11 : Cabine étanche (CRITT-TJF&U de Bar le Duc)

L'azote, du réservoir vers la sortie de la buse, passe par différentes étapes. Il présente le principal élément de ce procédé dont le fonctionnement va être décrit ci-après.

3.2 Fonctionnement du procédé

L'azote liquide est conditionné dans un réservoir de stockage à double paroi Figure 12. Il est ensuite introduit dans un échangeur thermique tubulaire, afin d'assurer son refroidissement avant son acheminement vers une pompe à intensifieur où la température de l'azote liquide atteint une valeur de -190°C . En effet, l'intensifieur est un multiplicateur de pression à deux étages, un étage moyenne pression et un étage haute pression. Le premier étage (moyenne pression) comprend une pompe qui va permettre à l'azote liquide d'atteindre une pression comprise entre 100 et 140MPa. L'augmentation de la pression induit une diminution de la température de l'azote à une valeur comprise entre -110 et -125°C [35].

Dans ces conditions thermodynamiques et à la suite des variations de la pression et de la température, un changement de phase a lieu et l'azote passe, cependant, d'un état liquide vers un état supercritique. A l'intérieur de l'étage haute pression (deuxième étage de l'intensifieur), le piston central entraîne deux tiges de petites sections dans un mouvement alternatif. Le rapport de ces deux sections constitue le rapport multiplicateur de pression de l'azote qui peut atteindre une valeur comprise entre 300 et 380MPa.



Figure 12 : Réservoir de stockage de l'Azote à basse pression (CRITT-TJFU Bar le Duc)

Un accumulateur est, également, monté en série à la sortie de l'intensifieur. Il a pour rôle d'absorber les fluctuations de la pression dues au mouvement alternatif du piston ainsi que de gérer la compressibilité de l'azote. A la sortie de l'intensifieur, l'azote a une température de -40°C . Il est donc nécessaire de diminuer sa température en le conduisant vers un second échangeur thermique tubulaire. Par la suite, il est acheminé vers la buse de projection par un tube de collimation avec une pression de consigne allant de 300 à 380MPa et une température de -150°C . La section de passage de l'azote supercritique entre le tube de collimation et la buse est restreinte afin d'augmenter sa vitesse jusqu'à des valeurs supersoniques.

La technologie du jet d'azote a gardé la buse utilisée dans la technologie du jet d'eau pure à haute pression. Celle-ci est de type 952 dotée de saphirs sertis dans un support métallique, et entourés d'un joint torique qui assure l'étanchéité. Le saphir est un monocristal d'alumine AL_2O_3 , de dureté 9 sur l'échelle de Mohs. L'ensemble de l'étude menée dans cette thèse a été réalisé avec une buse de diamètre 0.45mm représentée dans la Figure 13.

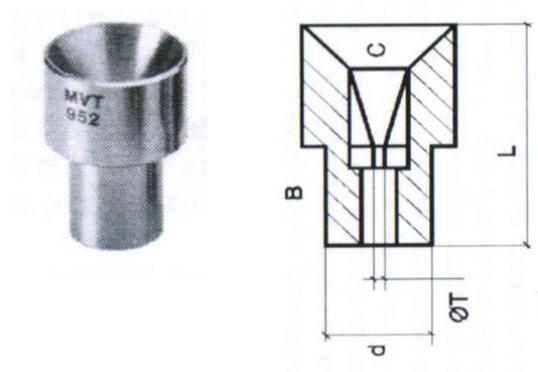


Figure 13 : La buse utilisée et ses dimensions (Fiche technique en Annexe)

Outre sa fonction de fixer la pression et la température de consigne, un système informatique Figure 14, doté d'un logiciel, surveille et contrôle l'approvisionnement en azote liquide ainsi que les températures et les pressions à différentes étapes du procédé.



Figure 14 : Système de contrôle et de surveillance

3.3 Caractéristiques générales du jet d'azote

En général, un fluide compressible est défini comme un fluide dont la masse volumique peut varier. Ces variations influent, naturellement, sur les écoulements et peuvent être dues à des inhomogénéités de la pression ou de la température dans l'écoulement. Cependant, un écoulement peut être incompressible même si la masse volumique du fluide qui s'écoule varie. Ce type d'écoulement entre dans le cadre de l'approximation de Boussinesq où les variations de la masse volumique sont négligées partout sauf là où les effets de la gravité apparaissent [36].

Le nombre de Mach est le nombre adimensionnel permettant de distinguer un écoulement compressible d'un écoulement incompressible. Il permet de caractériser les effets de compressibilité intrinsèque liés à la propagation d'ondes acoustiques. Il est défini comme étant

le rapport entre la vitesse locale dans l'écoulement u et la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans le fluide considéré c :

$$M = \frac{U}{C}$$

Le caractère compressible du jet d'azote est, donc, représenté par le nombre de Mach.

A sa sortie de la buse de projection, le jet d'azote atteint une vitesse supersonique et devient gazeux. Cependant, il subit de nombreuses transformations thermodynamiques au cours de son trajet dans l'atmosphère, qui amènent à des modifications de la nature et de la composition des phases en présence. En effet, la nature et la composition des phases du jet à l'impact sont conditionnées par l'évolution de la pression statique du jet en fonction de la distance de tir.



Figure 15 : L'azote à sa sortie de la buse de projection (Laribou, 2011)

Les données thermo-physiques de l'azote avec les conditions critiques $P_c = 3.3958$ MPa, $T_c = 126.192$ K et $\rho_c = 313.3$ Kg.m⁻³ [37], prouvent qu'il est possible de passer d'une situation où le jet présente une seule phase 100% dense à une situation où c'est un mélange de phases (gaz + liquide + des particules solides), en passant, également, par une situation extrême où il est 100% gazeux (directement à la sortie de la buse).

Cependant, quand la pression reste constante, le jet se présente sous forme d'un mélange binaire « gaz - solide » au voisinage de la cible. En revanche, si elle augmentait, le jet serait un mélange binaire « liquide - gaz ». Généralement, les effets de compressibilité sont négligeables pour les nombres de Mach inférieurs à 0,3.

Dans ce travail de thèse, nous nous intéressons au jet cylindrique, obtenu par le biais d'une tête à monobuse circulaire non rotative, que l'on trouve dans la technologie du jet d'eau pure à haute pression.

3.4 Paramètres thermomécaniques du jet à l'impact

Les paramètres mis en jeu lors de l'interaction entre le jet d'azote et le matériau sont principalement les paramètres opérationnels (la géométrie de la buse, la distance de tir, la température et la pression en amont), les paramètres du jet d'azote (la formation du jet, sa nature et la composition de ses phases ainsi que ses propriétés physiques) et enfin les paramètres liés au matériau cible.

Dans ce qui suit, nous nous présenterons quelques paramètres thermomécaniques du jet d'azote qui ont été étudiés par simulation numérique au Laboratoire LEMTA dans les conditions expérimentales de la plateforme JAZOLTHOP. Ces études ont permis de connaître l'évolution de la pression statique ainsi que la vitesse d'écoulement du jet une fois l'azote sorti de la buse d'éjection.

Dubs et al. [36] ont étudié le profil de la vitesse d'écoulement du jet ainsi que l'évolution de la pression statique et de la température de l'axe du jet dans deux différentes configurations (le cas d'un gaz parfait et le cas d'un fluide réel) à l'aide du code commercial de calcul aux éléments finis Fluent®. Ces études ont démontré respectivement que :

- L'écoulement est fortement accéléré à la sortie de la buse allant à une vitesse supersonique supérieure à 700m /s (jusqu'à $M=9$).
- La pression statique, contrairement à la vitesse d'écoulement du jet, chute fortement en sortant de la buse pour atteindre une pression quasi atmosphérique. Cette chute est indépendante du cas de configuration (gaz parfait ou gaz réel) ;
- La température diminue considérablement à la sortie de la buse. Pour le cas du gaz parfait elle atteint -265°C alors que pour le cas d'un fluide réel elle chute jusqu'à -198°C et se stabilise par la suite autour d'une valeur de -113°C . Les auteurs ont donc conclu que l'utilisation de la loi des gaz parfaits surestime cette chute de température.

4 Conclusion

Après avoir fait l'état de l'art sur le bois et les différentes méthodes utilisées pour sa préservation et l'amélioration de sa durabilité ainsi que la description de la technologie du jet

d'azote abrasif choisie pour apporter de l'innovation aux traitements habituels de ce matériau, nous passons au quatrième chapitre qui résumera, en premier lieu, l'étude de faisabilité de l'incorporation des particules dans le matériau bois. Il décrira également les matériels et les méthodes expérimentales choisies pour caractériser le bois traité et présentera les résultats obtenus.

5 Références

- [1] Concise International Chemical Assessment, Document 62: Coal Tar Creosote, International Program on Chemical Safety (IPCS), 2004.
- [2] Salman S., Développement de nouvelles méthodes de préservation du bois basées sur l'utilisation combinée d'un traitement thermique et de borax, Thèse de Doctorat en Sciences du bois et des fibres, Université de Lorraine, 2017, 138p.
- [3] Schultz T.P, Nicholas D.D., Development of environmentally-benign wood preservatives based on the combination of organic biocides with antioxidants and metal chelators, *Phytochemistry* 61, pp 555-560, 2002.
- [4] Schultz T.P. Nicholas D.D., Kilker G.T., Prewitt M.L., Diehl S.V., Effect of the antioxidant BHT on reducing depletion of chlorotalonyl in treated wood after 54 months of ground-contact exposure, *International Biodeterioration & Biodegradation* 57, pp 45-50, 2005.
- [5] Green III F., Clausen C.A., Copper tolerance of brown-rot fungi: oxalic acid production in southern pine treated with arsenic-free preservatives, *International Biodeterioration & Biodegradation* 56, pp 75-78, 2005.
- [6] Mabicka A., Dumarçay S., Gelhaye E., Gerardin P., Inhibition of fungal degradation of wood by 2- hydroxypyridine-N-oxide, *Holzforschung* 58, pp 566-568, 2004.
- [7] Mabicka A., Dumarçay S., Rouhier N., Linden M., Jacquot J.P., Gelhaye E., Gerardin P., Synergistic preservatives involving EDTA, irganox 1076 and 2-hydroxypyridine-N-oxide, *International Biodeterioration & Biodegradation* 55, pp 203-211, 2005.
- [8] Hill C.A.S., Papadopoulos A.N., The pyridine-catalysed acylation of pine sapwood and phenolic model compounds with carboxylic anhydrides, Determination of activation energies and entropy of activation, *Holzforschung* 56, pp 150-156, 2002.

- [9] Hill C.A.S, Cetin N.S., Ozmen N., Potential catalysts for the acetylation of wood, *Holzforschung* 54, pp 269- 272, 2000.
- [10] Takahashi M., Imamura Y., Tanahashi M., Effect of acetylation on decay resistance of wood against brown-rot, white-rot and soft-rot fungi. International Research Group on Wood Preservation n° IRG/WP 3540, 1989.
- [11] Hill C.A.S., Hale M.D., Ormondroyd G.A., Kwon J.H., Foster S.C., Decay resistance of anhydridemodified Corsican pin sapwood exposed to the brown rot fungus *Coniophora puteana*, *Holzforschung* 60, pp 625-629, 2006.
- [12] Hill C.A.S., Foster S.C., Farahani M.R.M., Hale M.D.C., Ormondroyd G.A., Williams G.R., An evaluation of cell wall blocking as a possible mechanism for the decay resistance of anhydride modified wood, *International Biodegradation & Biodegradation* 55, pp 69-76, 2005.
- [13] Suttie E.D., Hill C.A.S., Jones D., Orsler R.J., Chemically modified solid wood, Resistance to fungal attack, *Material und Organismen* 32, pp 159-182, 1998.
- [14] Magne M., El Kasmi S., “Method for treating lignocellulosic materials, in particular wood and material obtained by said method”, International patent: WO03084723, 2003.
- [15] Lande S., Eikenes M., Westin M., Chemistry and ecotoxicology of furfurylated wood, *Scandinavian Journal of Forest Resource* 19, pp 14-21, 2004.
- [16] Lande S., Westin M., Schneider M., Properties of furfurylated wood, *Scandinavian Journal of Forest Resource* 19, pp 22-30, 2004.
- [17]. Hadi Y.S., Westin M., Rasyid E., Resistance of furfurylated wood to termite attack, *Forest Products Journal* 55, pp 85-88, 2005.
- [18] Westin M., Rapp A.O., Resistance of modified wood to marine borers: results from a five year field test according to EN 275, *Proceedings of The second European Conference for wood Modification, Göttingen Germany*, pp 298-303, 2005.
- [19] Donnath S., Militz H., Mai C., Wood modification with alkoxysilanes. *Wood Science and Technology* 38, pp 555-566, 2004.
- [20] Tingaut P., Weigenand O., Militz H., De Jeso B., Sèbe G., Functionalisation of wood by

reaction with 3- isocyanatopropyltriethoxysilane: grafting and hydrolysis of the triethoxysilane end group, *Holzforschung* 59, pp 397-404, 2005.

[21] Donnath S., Militz H., Mai C., Treatment of wood with aminofunctional silanes for protection against wood destroying fungi, *Holzforschung* 69, pp 210-216, 2006.

[22] Weigenand O., Militz H., Tingaut P., Sèbe G., De Jeso B., Mai C., Penetration of amino-silicone microand macro-emulsions in Scots pin and the effect on water-related properties, *Holzforschung* 61, pp 51-59, 2007.

[23] Mai C., Militz H., Modification of wood with silicon compounds, Cost E22 meeting, Tuusula, Finland, 2002.

[24]. Nussbaum R.M., Penetration of water-borne emulsions and solvent-borne alkyds into wood, *Holz Als Roh- und Werkstoff* 52, pp 389:393, 1994.

[25] Furuno T., Imamura Y., Kajita H., The modification of wood by treatment with low molecular weight phenol-formaldehyde resin: a properties enhancement with neutralized phenolic-resin and resin penetration into wood cell wall, *Wood Science and Technology* 37, pp 349-361, 2004.

[26] Lukowsky D., Influence of the formaldehyde content of waterbased melamine formaldehyde resins on physical properties of Scots pine impregnated therewith, *Holz als Roh- und Werkstoff* 60, pp 349-355, 2002.

[27] Moore G.R., Garges L.D., Blankenhorn P.R., Kline D.E., Effect of epoxy impregnation on the MOE and MOR of intact and failed yellow-poplar (*Liriodendron tulipifera* L.) sapwood beams, *Wood and Fiber science* 16, pp 508-517, 1984.

[28] Katovic D., Trajkovic J., Bishof-Vukusic S., Sefc B., Chemical modification with citric acid, *Proceedings of The second European Conference for wood Modification*, pp 304-308, 2005.

[29] Dekker G.H., "Wood preserver". European Patent: EP1174231, 2002.

[30] Tjeerdsma B.F., Swager P., Horstman B.J., Helleboom B.W., Process development of treatment of wood with modified hot oil, *Proceedings of The second European Conference for wood Modification*, Göttingen, Germany, pp 186-197, 2005.

- [31] Kullman M.H.R., Reinilardt R.M., Aluminium salt in durable-press finishing treatments, *Textile Research Journal* 48, pp 320-324, 1978.
- [32] Tjeerdsma B.F., Boonstra M., Pizzi A., Tekely P., Militz H., Characterisation of modified wood: molecular reasons for wood performance improvement, *Holz als Roh- und Werkstoff* 56, pp 149-153, 1998.
- [33] Boonstra M., Tjeerdsma B.F., Chemical analysis of heat treated softwoods, *Holz als Roh- und Werkstoff* 64, pp 204-211, 2006.
- [34] Sivonen H., Maunu S., Sirkka L., Sundholm F., Jamsa F., Viitaniemi P., Magnetic resonance studies of thermally modified wood, *Holzforschung* 56, pp 648-654, 2002.
- [35] Hichem. L, Mécanismes d'endommagement et de traitement des surfaces métalliques par un jet d'azote à basse température, Thèse de Doctorat en Science des matériaux, Université de Paul Verlaine-Metz, 2011, p. 129.
- [36] P. Dubs, Etude d'un jet d'azote supercritique utilisé dans un prototype industriel de traitement de surface à faible impact environnemental, Thèse de Doctorat en Mécanique et Énergétique, Université de Lorraine, 2010, p. 169.

Chapitre 3

Caractérisations physico-chimiques

1 Introduction

« Après avoir parlé de l'état de l'art dans lequel se situe ce sujet de recherche ainsi que le procédé industriel choisi pour l'obtention d'un bois fonctionnel, il est primordial de répondre à la question suivante : Dans quel but traiter le bois ? »

L'association du matériau bois avec les particules par la technologie du jet d'azote a donné un « bois intelligent » qui reste un bi matériau à étudier par rapport à sa composition, sa résistance, sa durabilité, etc... Plusieurs méthodes de caractérisations physico-chimiques, mécaniques et microbiologiques du bois traité sont envisageables. Cependant, un choix s'impose sur les caractérisations à pouvoir faire sur ce matériau durant la thèse.

Dans ce présent chapitre, nous commencerons par décrire les essences de bois sélectionnées, leurs propriétés et leurs domaines d'applications. Puis, nous citerons les particules utilisées et leurs principales caractéristiques en justifiant notre choix. Par la suite, nous détaillerons les techniques d'imagerie appliquées pour les premières analyses. Enfin, nous expliquerons les méthodes de caractérisations des éprouvettes par le délavage du bois, la minéralisation et l'analyse du Cuivre et de la Silice, les essais mécaniques et les tests de durabilité pour conclure essentiellement de l'efficacité de la méthode de traitement vis-à-vis la préservation du bois.

2 Essences de bois utilisées

Le bois est un matériau complexe dont l'élaboration dure plusieurs dizaines d'années avec une hétérogénéité liée à la variabilité inévitable des conditions environnementales sur une telle durée. Les essences de bois se distinguent généralement par leurs couleurs bien que la texture et le fil ainsi que certaines altérations interviennent aussi. La couleur naturelle du bois est un des caractères d'identification des espèces. Quatre essences de bois ont été choisies selon

quelques critères comme la dureté, la disponibilité en France et en Europe, la durabilité naturelle et les domaines d'emploi.

2.1 Frêne

Le frêne commun, dont le nom botanique est « *Fraxinus excelsior* », appartient à la famille des Oléacées. L'aire naturelle d'extension de cette essence se situe en Europe, à l'exception des zones de climat méditerranéen et celles d'altitude supérieure à 1500 mètres. L'arbre à croissance rapide peut atteindre une trentaine de mètres de hauteur et un mètre de diamètre.

Le Frêne a été longtemps considéré comme une essence secondaire et le forestier s'est souvent borné à l'éliminer, ne le tolérant que dans les stations humides réputées lui convenir.

Cependant son bois est très élastique, aucun autre bois français ne peut le concurrencer dans ce domaine [1]. De plus il se situe à la première place des bois indigènes et en excellente place par rapport aux autres matériaux en ce qui concerne le rapport qualités mécaniques/prix (Guillard, 1974).

Le Frêne est un bois très clair, presque blanc. Son duramen n'est pas coloré sauf en cas d'une présence « anormale » de cœur noir. C'est un bois hétérogène du fait qu'il présente une zone initiale poreuse (bois de printemps) à gros vaisseaux. Il se scie, s'usine et se colle sans problème particulier. Sa durabilité naturelle est faible [2].



Figure 16 : Teinte naturelle du bois de frêne

2.1.1 Propriétés physiques, mécaniques et acoustiques

Le frêne possède plusieurs propriétés dont les principales sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau 4 : Principales propriétés du bois de frêne (* à 12% d'humidité et $1\text{MPa}=1\text{N/mm}^2$)
(Cirad, Frêne)

Propriétés physiques	Densité	0.68
----------------------	---------	------

	Stabilité en service	Moyennement stable
	Coefficient de retrait volumique	0.48 %
	Coefficient de retrait tangentiel / radial	1.7
Caractéristiques mécaniques et acoustiques	Contrainte de rupture en compression * (MPa)	51
	Contrainte de rupture en flexion statique * (MPa)	113
	Contrainte de rupture à la traction moyenne * (MPa)	117
	Module d'élasticité longitudinale (MPa)	12900
	Dureté Monnin * (mm ⁻¹)	5.1

2.1.2 Applications

Le frêne est principalement employé pour l'élaboration de menuiseries intérieures, moulures, parquets, meubles, ensembles de cuisine et de portes. Les articles tournés ont une bonne réputation : manches d'outils, pioches, marteaux et articles de sport (javelots, arcs, crosses de hoc- key, battes de base-ball, barres et trapèzes de gymnase) ou chaises nécessitant de hautes résistances mécaniques et une bonne résilience.

Le cintrage des pièces est fréquent. L'ébénisterie apprécie particulièrement cette essence. Elle existe également dans les placages presque toujours tranchés : les billes de pieds et les bois au fil ondé ou frisé font le bonheur des ébénistes. Grâce à sa faible teneur en tannin, elle sert aussi pour fabriquer des douelles afin d'éviter de colorer les alcools blancs. Enfin, elle est employée dans les domaines de l'agencement et pour la fabrication d'escaliers (*France Bois Forêt*).

2.2 Hêtre (France bois forêt)

Le hêtre commun appelé aussi « *Fagus sylvatica* », fait partie de la famille des Fagacées. Son aire de répartition couvre une large partie de l'Europe occidentale (en particulier 9 % des forêts françaises, soit 1,3 million d'hectares). En France, il peut être trouvé en peuplements homogènes (hêtraies) ou mixtes, associé à d'autres essences, comme le chêne et le sapin. Le

hêtre peut atteindre 30 à 40 mètres de hauteur pour un diamètre maximal de 1,30 m. L'écorce a un aspect grisâtre et lisse.



Figure 17 : Tronc de l'arbre de Hêtre (© Brunot monginoux)

Le hêtre fournit un bois homogène sans aubier distinct. Le bois est blanc jaunâtre ou grisâtre pouvant, quelques fois, tirer sur le rose. Certains arbres sont affectés par un champignon qui provoque un rougissement du bois de cœur qui s'avère, dans ce cas, plus fragile et nerveux.

Le grain est très fin et le fil est droit. Les cernes annuels sont peu marqués et ils présentent ainsi un bois à texture fine et compacte. Les rayons ligneux sont de tailles inégales, ils confèrent, en coupe radiale, une maillure. La densité du hêtre varie de 0,60 à 0,75 à une humidité de 12 % selon les régions d'exploitation. Le bois de hêtre est ainsi qualifié de « mi-lourd » à « lourd ».



Figure 18 : Aspect de la surface du bois de hêtre

2.2.1 Propriétés physiques et caractéristiques mécaniques

Le bois de hêtre est majoritairement destiné à des usages intérieurs. Néanmoins, l'aubier et le duramen sont facilement imprégnables sous vide et sous pression. Le hêtre est un bois peu fissile, se prête bien au traitement à haute température. En revanche, il est assez nerveux de façon qu'il pâtit d'un retrait total compris entre 18 et 22 %. Les hêtres de l'Est donnent les bois

les moins nerveux. Ses propriétés en flexion sont bonnes et il bénéficie d'un excellent degré de résistance aux chocs ainsi qu'à la compression.

Dans le tableau ci-dessous sont représentées quelques propriétés physiques et caractéristiques mécaniques.

Tableau 5 : Propriétés physiques et mécaniques du hêtre

Propriétés physiques	Masse volumique à H =12% (kg/m ³)	De 600 à 750
	Stabilité en service	Moyenne à bonne
	Coefficient de retrait volumique	18 à 22%
	Coefficient de retrait tangentiel / radial	1.68
Caractéristiques mécaniques	Contrainte de résistance à compression moyenne (MPa)	54
	Contrainte de rupture en flexion moyenne (MPa)	152
	Contrainte de rupture à la traction moyenne (MPa)	117
	Module d'élasticité moyen (MPa)	14 000
	Dureté Monin (mm ⁻¹)	3.9

2.2.2 Applications

Les applications du bois de hêtre sont diverses et variées. L'industrie de meubles en est une grande consommatrice. Par exemple, l'emploi des bois de placage et des contreplaqués afin d'élaborer les carcasses ou les accoudoirs des sièges. De nombreuses pièces sont également fabriquées pour les escaliers, balustrades et manches d'outils.

Le hêtre est aussi l'essence privilégiée par les métiers de bouche en raison de ses propriétés bactéricides : plans de travail et autres meubles ou dessertes de cuisine. Il est possible de le rencontrer aussi dans les éléments de cuisine et de salle de bains, car il offre de grandes possibilités d'agencement grâce à son homogénéité et de ses qualités de finition. Le hêtre est également retrouvé en parquets, menuiseries intérieures, lambris, placages stratifiés et en traverses de chemin de fer.

Pouvant être allié à des matériaux comme l'aluminium, l'inox et le verre, il permet d'offrir des lignes et des teintes contemporaines et un esprit design. Le hêtre peut être transformé en pâte chimique pour obtenir la viscose et la fibre textile artificielle. Certaines applications du hêtre en structure commencent aussi à se développer.

2.3 Le sapin

Le sapin blanc « *Abies alba* » est un arbre présent dans toutes les montagnes françaises où il forme, avec le hêtre, un étage de végétation typique. Il fait partie de la famille des pinacées. Il s'appelle également « sapin commun », « sapin pectiné » ou plus simplement « sapin ».

C'est l'arbre européen le plus haut atteignant 30 à 50m de hauteur et son tronc peut atteindre 2m de diamètre. Son écorce est lisse de couleur gris argenté et ses feuilles sont des aiguilles de couleur vert foncé au-dessus marquées par une forte nervure centrale au-dessous séparant deux bandes blanches argentées.



Figure 19 : Tronc du sapin blanc (© Hermann Falkner-sokol Flickr)

Cette essence se développe dans les massifs montagneux de la France notamment dans les Vosges. Essence thermophile, le sapin préfère les situations ombragées et craint la sécheresse d'où sa localisation [1-2].



Figure 20 : Aspect de la surface du bois de sapin

2.3.1 Propriétés physiques, mécaniques et acoustiques

Le tableau suivant résume les principales propriétés du sapin avec des valeurs moyennes.

Tableau 6 : Propriétés physiques, mécaniques et acoustiques du sapin (*à 12% d'humidité avec $1\text{MPa}=1\text{ N/mm}^2$)

Propriétés physiques	Densité	0.49
	Masse volumique à 15% d'humidité (kg/m ³)	450-550
	Stabilité en service	Moyennement stable
	Coefficient de retrait volumique	0.44%
	Ratio Retrait tangentiel / retrait radial	2.2
Propriétés mécaniques et acoustiques	Dureté Monnin	2.5
	Contrainte de rupture en compression * (MPa)	41
	Contrainte de rupture en flexion statique * (MPa)	80
	Module d'élasticité longitudinal * (MPa)	14300

Le sapin est indifférent à la richesse chimique du sol. Il est simplement rare de le trouver sur les sols carbonatés pauvres en argile. Cette espèce exige une humidité atmosphérique constante et un minimum de 900mm d'eau à l'année en termes de pluviométrie. Elle résiste bien au froid et au vent.

2.3.2 Applications

Le sapin est une essence qui est utilisée couramment pour les structures (charpentes, ossatures et couvertures) car ceci exige un bois à la fois résistant et léger à manipuler. Ces usages sont très consommateurs de bois donc il leur faut une matière première disponible en

quantité à proximité pour limiter les coûts de déplacements. Cette essence est également utilisée dans la menuiserie intérieure et l'agencement intérieur (parquets, mobiliers et panneaux de décoration) vu ses qualités de stabilité et la facilité de son usinage. Tous les résineux peuvent être utilisés dans ce type d'applications.

Le choix de l'essence peut donc se faire par rapport aux critères esthétiques en fonction des goûts de chacun. Ces différents usages ne nécessitent pas des dispositions particulières liées au bois sauf une purge de l'aubier. Le sapin peut également être utilisé en bardage comme un revêtement extérieur et dans ce cas-là des protections sont primordiales (traitements, finitions...) pour améliorer sa durabilité.

2.4 Peuplier

Souvent méconnu, le peuplier « *Populus* » est pourtant un bois largement utilisé en France. Il englobe néanmoins 35 espèces des régions tempérées et froides de l'hémisphère nord. C'est un arbre à croissance rapide qui croît dans les terrains humides voire temporairement inondés. Le peuplier utilisé dans le cas de cette thèse c'est le peuplier noir encore appelée peuplier d'Italie.

C'est un arbre originaire de l'Iran et introduit par la suite en France en 1749. Le peuplier produit un bois marqué, d'une teinte mate ou satinée. Son arbre peut atteindre 30 à 35m de hauteur. Son tronc possède une écorce brune noire et plutôt sombre (*Peuplier Noir, EUFORGEN*).



Figure 21 : Tronc de l'arbre de Peuplier (© Roland Gissinger)

2.4.1 Propriétés physiques et mécaniques

Quelques propriétés physiques et mécaniques sont présentées sur le tableau suivant :

Tableau 7 : Propriétés physiques et mécaniques du bois de peuplier (*Tropix-Cirad*)

Propriétés physiques	Densité	0.45
	Coefficient de retrait volumique (%)	0.45
	Ratio retrait tangentiel / retrait radial	1.7
	Stabilité en service	Moyennement stable
Propriétés mécaniques	Dureté Monnin	1.3
	Contrainte de rupture en compression (MPa)	35
	Contrainte de rupture en flexion statique (MPa)	62
	Module d'élasticité longitudinale (MPa)	9800

Le peuplier est une essence assez tendre. Elle présente, en effet, des caractéristiques particulières rassemblant la légèreté et la résistance mécanique. Les pièces du bois de peuplier se déforment facilement vu que leur module d'élasticité est relativement faible par rapport à la contrainte en rupture.

2.4.2 Applications

Le peuplier est une espèce d'intérêt économique diversement utiles aux hommes. Il a une excellente aptitude au déroulage notamment pour les emballages légers (cagette, boîte à fromages, emballage de cuisson...) car il se façonne facilement. Il est apprécié également pour l'aménagement intérieur des véhicules. Dans les temps les plus anciens, le peuplier noir était une source de bois importante pour les populations locales riveraines, les plus droits servaient de charpentes aux granges et fermes et d'autres usages particuliers. Au moyen âge, il était utilisé pour la réalisation de planches, de planchettes, de coffrets et aussi pour la sculpture (*Mille, 1993*).

Le peuplier est également un bois très absorbant qui se colle bien sous réserve d'un bon traitement apporté aux états de surface et de la bonne gestion de son séchage. Cette qualité lui permet d'être employé pour les panneaux de contreplaqué et les aménagements d'intérieur (lambris, meubles et éléments décoratifs...). Pour une utilisation en extérieur essentiellement en bardage, le bois a besoin d'un traitement avec un des procédés de préservation pour améliorer sa durabilité (*Guide du peuplier, France Bois Forêt, 2016*).

3 Choix des particules

Plusieurs particules ont été testées dans les premiers essais lors de l'étude de faisabilité détaillée dans le deuxième chapitre : les microbilles de verre, le Corindon blanc et la Grenaille métallique. Par la suite, dans la partie expérimentale de cette thèse, le choix a été fait sur deux particules qui sont le Cuivre pure et le Grenat Barton. Cette partie décrira les particules utilisées et présentera leurs caractéristiques.

3.1 Microbilles de verre

Les microbilles de verre se présentent sous forme de sphères parfaites de surfaces lisses et brillantes. Ce sont des particules inflammables d'une dureté assez élevée. Leur inertie chimique garantit la non contamination des pièces lors et après le traitement et préserve la qualité de l'environnement du poste de travail.



Figure 22 : Les microbilles de verre à l'échelle microscopique (x50)

Elles sont utilisées majoritairement pour :

- Le nettoyage fréquent des pièces soumises au vieillissement grâce au faible enlèvement de matière ;
- L'ébavurage des pièces car elles n'altèrent pas leur surface. Il est généralement effectué après usinage ou emboutissage ou encore après injection de matières en plastiques.

- Finition de pièces diverses par : l'obtention de différents aspects grâce à leur brillance, des gravures spéciales, l'homogénéisation de la surface ou encore l'obturation des porosités.

Les microbilles de verre se composent de plusieurs éléments chimiques détaillés dans le tableau suivant :

Tableau 8 : Composition chimique des microbilles de verre (*microbilles de verre, AGP*)

Analyse chimique	
SiO ₂	70 à 75 %
Na ₂ O	12 à 15 %
CaO	7 à 12 %
MgO	< 5 %
Al ₂ O ₃	< 2.5 %
K ₂ O	< 1.5 %
FeO ₃	< 0.5 %

Dans l'industrie, plusieurs granulométries sont proposées et les microbilles de verre qui ont été utilisées dans le cadre des expériences de l'étude de faisabilité sont de granulométries comprises entre 45 et 90 microns. Le tableau ci-après résume quelques caractéristiques physico-chimiques de ces particules.

Tableau 9 : Caractéristiques physico-chimiques des microbilles de verre (*microbilles de verre, AGP*)

Point de ramollissement	130°C
Point de recuit	550°C
Poids spécifique absolu	2.46
Indice de réfraction	1.51 - 1.52
Densité apparente	1.5 - 1.6
Dureté Mohs	6

3.2 Corindon blanc

Le corindon blanc est un oxyde d'aluminium cristallisé électro fondu de haute pureté élaboré à partir d'alumine calcinée. C'est un puissant abrasif grâce à sa faible teneur en impuretés et il permet de bénéficier d'une très haute qualité réfractaire de l'Alumine Alpha. Il possède une stabilité à haute température et une très faible conductibilité.

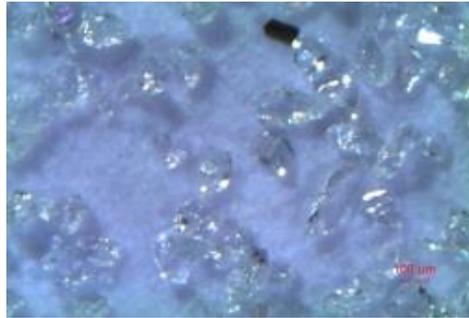


Figure 23 : Image microscopique du Corindon blanc

Il est également utilisé dans plusieurs domaines :

- Fabrications d'abrasifs agglomérés
- Sablage fin et micro sablage
- Rodage, polissage, doucissage...
- Fabrication de pièces principales réfractaires dont la composition nécessite une granulométrie précise et bien rigoureuse

Sa formule chimique est Al_2O_3 mais il comporte des traces de Fer, de Titane, de Chrome, de Manganèse, de Nickel, de Vanadium et de Silicium. Le tableau ci-dessous résume les principales propriétés physiques du Corindon blanc.

Tableau 10 : Propriétés physiques du Corindon blanc (AGP)

Densité réelle (Pycnomètre)	3.94 à 3.97
Dureté (Mohs)	9
Forme de grains	Massive aux arêtes nettes
Structure	Alumine Alpha
Point de fusion (°C)	Environ 2000
Densité apparente	Variable selon la granulométrie

La granulométrie choisie dans notre cas est comprise entre 106 et 150 microns.

3.3 Grenat

Le Grenat est l'abrasif majoritaire de la découpe de jet d'eau. Les particules apparaissent sous forme de grains de couleur rouge à rose et appartiennent à la famille des pierres précieuses et plus spécialement de la famille des silicates. La forme arrondie des grains est le fruit d'une érosion éolienne puis de celle de l'eau (Marque de référence GMA). Après avoir été érodées sur des centaines de kilomètres, de l'intérieur des terres vers la côte, des siècles d'actions des vagues ont ramené les grains à une taille idéale pour la plupart des applications abrasives de nos jours (*©PVT*).

Pour des travaux spécifiques et une meilleure efficacité, il existe du grenat d'origine minière obtenu à partir de nodules broyés et calibrés (Marque de référence Barton). Ces particules sont connues principalement pour leur rentabilité et leur performance. Elles sont fabriquées sous contrôle qualité et sont également garanties pour répondre aux normes les plus strictes.

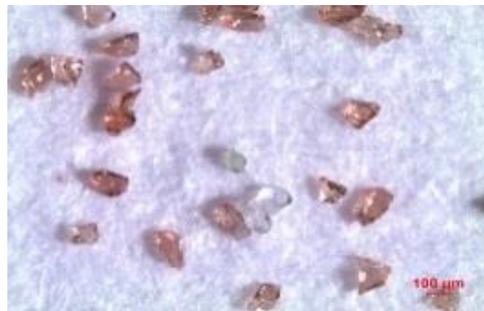


Figure 24 : Aspect microscopique des particules de Grenat Barton (50 à 70 microns)

Les principaux avantages du Grenat Barton sont liés au procédé du découpage par jet d'eau. On peut en citer quelques-uns :

- L'obtention d'arêtes vives grâce à la structure angulaire des particules et leur dureté.
- Une découpe plus rapide
- Une finition et une qualité de coupe supérieure.
- Un environnement plus propre.

Cet abrasif est composé de différents éléments chimiques détaillés dans le tableau suivant :

Tableau 11 : Analyse chimique du Grenat Barton (AGP)

Analyse chimique	
SiO ₂	41.34 %
Al ₂ O ₃	20.36 %
Fe ₂ O ₃	12.55 %
MgO	12.35 %
FeO	9.72 %
CaO	2.97 %
MnO	0.85 %

Le choix de ces particules pour la partie expérimentale de cette thèse a été fait pour leur teneur importante en Dioxyde de Silicium. Elles ont une dureté comprise entre 7.5 et 8.5 dépendante de leur variété.

3.4 Cuivre

Le cuivre est un métal à multiples facettes. Historiquement, il est le premier métal que l'homme a utilisé et il a connu au fil des années des évolutions remarquables. Grâce à ses nombreuses propriétés indispensables, il reste un élément essentiel à la vie de tous les organismes vivants. Il a été choisi pour ces travaux de thèse grâce à son rôle important dans le développement durable et plus spécialement dans l'amélioration de la durabilité du bois (*Institut Européen du Cuivre*).

Le cuivre a une couleur naturelle rose saumon mais il apparaît souvent rouge suite à son oxydation superficielle. Les particules utilisées lors des essais sont sous forme de sphères

ayant une granulométrie comprise entre 20 et 45 microns d'une pureté de 99% et une dureté comprise entre 2.5 et 3 Mohs.

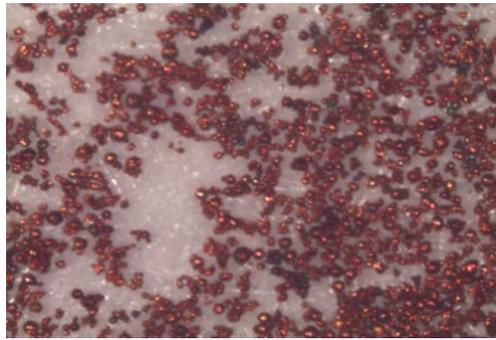


Figure 25 : Aspect microscopique des particules de Cuivre (zoom x5)

4 Techniques d'imageries

Comme premières caractérisations des éprouvettes préalablement traitées avec des particules par le procédé du jet d'azote à haute pression et à basse température, nous avons eu recours à deux techniques d'imagerie : La microscopie électronique à balayage et la microtomographie.

4.1 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage MEB (ou « *Scanning Electron Microscopy* » SEM) est une technique puissante d'observation de la topographie des surfaces. Les phases en présence ainsi que la répartition spatiale des différents éléments dans nos échantillons constituent deux paramètres importants à déterminer.

Le principe d'un microscope électronique à balayage est basé sur les interactions matière-électrons. Un faisceau d'électrons qui est produit par une source (canon à électrons) bombarde l'échantillon en balayant toute sa surface. L'interaction entre l'échantillon et la sonde électronique (impact des électrons) produit divers types d'émissions, qui sont capturés par les différents détecteurs placés dans des positions appropriées.

Le contraste morphologie/topologie et les informations sur la composition sont obtenus séparément en choisissant des types spécifiques d'électrons émis, appelés électrons secondaires (entre 5 et 10 nm de profondeur) pour la topographie de surface et électrons rétrodiffusés (entre 100 et 500 nm de profondeur) pour le contraste chimique. De plus amples informations sur la composition sont obtenues par la détection de rayons X caractéristiques.

La microscopie électronique à balayage permet de collecter une quantité considérable de données structurales avec un grossissement réduit (axes x et y) et permet également

d'observer l'échantillon en profondeur (axe z) avec une résolution acceptable. De plus, cet outil permet la conservation des informations morphologiques et des informations de surface de l'échantillon [3] puisqu'il ne nécessite pas de broyage mécanique provoquant la destruction de l'échantillon.

4.1.1 Émission des électrons secondaires

Les électrons secondaires (SE – Secondary Electrons) sont des électrons de faible énergie (inférieure à 50 eV) qui sont créés par le passage d'un électron incident près des électrons des couches externes des atomes composant l'échantillon (effet de répulsion). Le contraste au niveau de l'image résulte d'une modification de la luminosité du tube cathodique en fonction de l'angle d'incidence des électrons, conduisant à l'obtention d'une image topographique de la surface.

4.1.2 Émission des électrons rétrodiffusés

Les électrons rétrodiffusés (BSE – Backscattered electrons) ont une énergie plus élevée (supérieure à 50 eV). Ces électrons, après avoir subi un certain nombre de chocs élastiques avec les noyaux atomiques et inélastiques avec les électrons orbitaux, arrivent à la surface et ressortent de la matière [3]. Le numéro atomique Z des éléments présents dans l'échantillon détermine le contraste de l'image produite. Ainsi, la distribution des différentes phases chimiques présentes dans l'échantillon est obtenue. Puisque ces électrons proviennent d'une certaine profondeur dans l'échantillon, la résolution de l'image n'est cependant pas aussi bonne que pour les électrons secondaires.

4.1.3 Émission des rayons X

Les électrons rétrodiffusés (BSE – Backscattered electrons) ont une énergie plus élevée (supérieure à 50 eV). Ces électrons, après avoir subi un certain nombre de chocs élastiques avec les noyaux atomiques et inélastiques avec les électrons orbitaux, arrivent à la surface et ressortent de la matière [4]. Le numéro atomique Z des éléments présents dans l'échantillon détermine le contraste de l'image produite. Ainsi, la distribution des différentes phases chimiques présentes dans l'échantillon est obtenue. Puisque ces électrons proviennent d'une

certaine profondeur dans l'échantillon, la résolution de l'image n'est cependant pas aussi bonne que pour les électrons secondaires.

4.2 Micro-tomographie

Afin de déterminer la structure et la morphologie interne des matériaux, plusieurs méthodes de traitement d'images ont été utilisées comme dans le cas du secteur médical et l'utilisation de l'échographie 2D ou encore le scanner. Néanmoins, ces techniques se limitent à donner des images de structures bidimensionnelles et c'est là que d'autres techniques ont été développées permettant de passer du bidimensionnel au tridimensionnel [5-6].

Certains matériaux hétérogènes s'avèrent à la fois poreux et multi-constituants. En effet, comme dans le cas des échantillons de bois traités par le procédé précédemment décrit, on trouve deux composantes solides (bois + particules de même nature) mais aussi des particules d'air présentes dans les pores. Cette partie fluide a un effet important sur le comportement et la durabilité du matériau [7-8].

Dans ce travail de thèse la méthode choisie est la tomographie [9]. Cette technique a été développée au début du vingtième siècle dans le domaine d'imagerie médicale puis en géophysique et en astrophysique. Elle est devenue par la suite de plus en plus utilisée en sciences des matériaux en vue de connaître les matériaux vis-à-vis leur structure 3D et la distribution de leurs composants et également en mécanique des matériaux pour déterminer les caractéristiques mécaniques des matériaux et modéliser leurs comportements. Elle est classée parmi les techniques d'imageries tridimensionnelles non destructives [10].



Figure 26 : Tomographe NSI (North Star Imaging) X50+ et son environnement (Laboratoire de Mécanique et Technologie de l'ENS-Cachan)

Grace à cette technique, une image tridimensionnelle des matériaux peut être obtenue à partir d'une série de radiographies. Par exemple, si un matériau présente des fissures dans sa structure, cette technique permet de suivre l'endommagement produit de l'extérieur vers l'intérieur [11]. Elle est aussi utile dans le cas des matériaux fibreux à structures complexes [12].

4.2.1 Principe de la technique

La tomographie permet d'acquérir depuis l'extérieur de l'échantillon des projections du volume de la matière suivant différentes directions. Une source émet un flux de rayons X qui interagissent avec l'échantillon à visualiser. Cette interaction est analysée par la suite par le biais d'un enregistrement à travers des détecteurs du rayonnement transmis après la traversée de l'élément [13].

La Figure 26 représente le tomographe NSI (50X) utilisé au sein du laboratoire de mécanique et technologie à l'ENS-Cachan. Cet appareil est composé :

- D'un système permettant de produire les données qui définissent le tomogramme donnant lieu à une structure en 3D de l'échantillon. Chaque point dans ce tomogramme constitue un voxel.
- D'un faisceau de rayons X perpendiculaire à une surface réceptrice traversant l'élément.
- Une caméra qui enregistre les images en 2D appelées radiographies [14].

Ces images brutes étant acquises, une reconstitution par des calculs est menée pour pouvoir obtenir l'image tridimensionnelle finale et visualiser la matière dans son ensemble.

4.2.2 Reconstitution dimensionnelle du volume à partir des images 2D

Provenant d'un besoin justifié par la croissance du marché des matériaux et le développement rapide des techniques d'imageries ainsi que des outils informatiques, l'idée de reconstituer les radiographies est assez récente. Ce procédé de reconstitution est basé principalement sur quatre étapes primordiales [15] :

- L'acquisition des images de structures bidimensionnelles Figure 27.
- Le traitement et l'analyse de ces images.
- Le choix d'une méthode de reconstitution.

- La vérification de l'efficacité de la méthode choisie par une étude qualitative de la structure tridimensionnelle obtenue.

La première étape est représentée dans le schéma ci-dessous. L'objet est soumis à une série de pas de rotation et une projection sur la surface réceptrice est réalisée à chaque pas. L'acquisition des images se fait sur une rotation complète de 360° permettant l'obtention de 500 à 2000 radiographies [16]. Le calcul du traitement de ces radiographies permet à partir des projections 2D de reconstruire le volume de l'objet en 3D et ainsi obtenir l'image tridimensionnelle de l'élément [17].

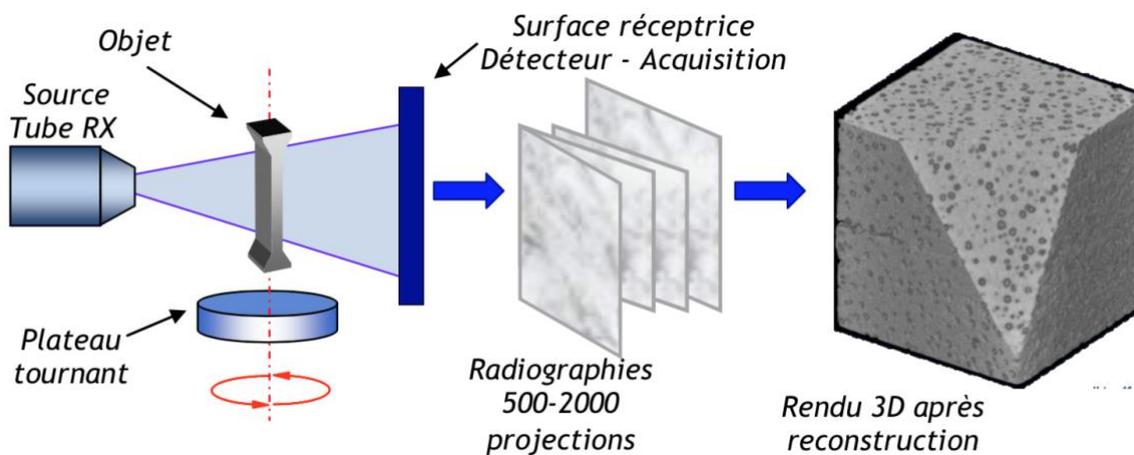


Figure 27 : Principe de fonctionnement de l'acquisition des données en 3D

5 Lessivage

Le lessivage est une méthode de délavage des éléments qui ont servi au traitement du bois. Elle est décrite dans la norme EV 1250-2 (1994) et elle s'applique généralement à la moitié des éprouvettes traitées avant l'exposition aux champignons. Dans le cadre de cette thèse, on l'a appliqué également sur la moitié des éprouvettes avant minéralisation du bois et analyse des éléments.

Cette méthode consiste à placer dix éprouvettes (25 mm x 25mm x 5 mm) ayant subi le même traitement dans un récipient de 250 ml et contenant 150 ml d'eau distillée (un volume de bois pour 5 volumes d'eau). Les récipients sont par la suite placés sur un agitateur mécanique à température ambiante.

En un premier temps, les éprouvettes subissent trois cycles de lessivage de 1, 2 et 4 heures tout en changeant l'eau après chaque cycle. Par la suite, elles sont séchées à l'air ambiant

pendant 16 heures. En un deuxième lieu, elles sont soumises à trois autres cycles de lessivage de 8, 16 et 48 heures avec un changement d'eau distillée également entre chaque cycle. Enfin, les éprouvettes sont séchées pendant trois jours dans une étuve à 103°C et puis pesées.

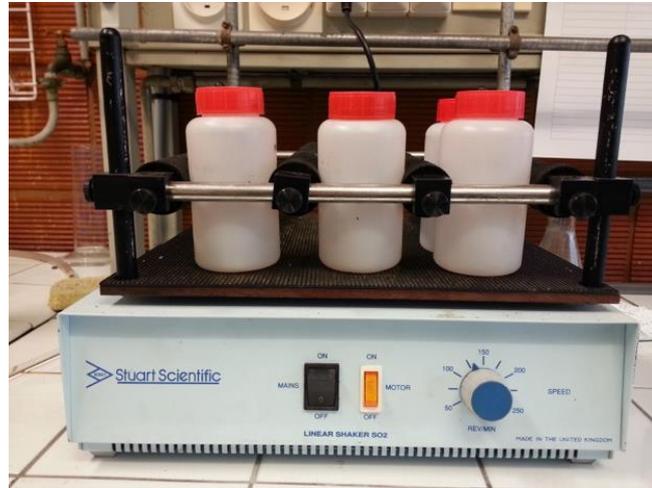


Figure 28 : Dispositif du lessivage (LERMAB, Nancy)

6 Minéralisation et analyse du Cuivre et de la Silice

Le but principal de la minéralisation est la destruction des composants organiques et des réseaux cristallins d'un échantillon afin de faciliter sa mise en solution pour son analyse par différentes techniques analytiques. Différentes techniques de minéralisation sont possibles : la « fusion alcaline » consiste à calciner un échantillon dans un creuset en présence d'un fondant à haute température et la « minéralisation par voie acide » consiste à dissoudre des échantillons sous haute température en présence d'acides et/ou d'eau oxygénée.

Il est possible de faire cette minéralisation soit sur plaque chauffante ou évapoclean, soit par micro-ondes. Après calcination ou dissolution, seuls les sels, les oxydes, etc. restent dans le creuset ou le récipient de minéralisation. Ils peuvent, donc, être facilement dissouts dans un acide dilué avant l'analyse de l'échantillon.

6.1 Traitement des éprouvettes

Les éprouvettes ont été traitées d'une façon homogène sur les 6 faces par la méthode du procédé du jet d'azote décrit dans le deuxième chapitre. Deux éprouvettes sont considérées par essence et par suite broyées dans le broyeur FRITSCH Pulverisette 9 Vibrating Cup Mill à une vitesse de 1200 tr/min pendant 1 min 30 s et 3 à 4 prises de masses après broyage sont prélevées de chaque éprouvette pour les parties qui suivent.

Avant de procéder à la minéralisation et au dosage des particules de Cuivre et de Silice, quelques éprouvettes ont été pesées avant et après leur traitement et les masses anhydres ont été prises pour pouvoir estimer le gain de masse à la suite du traitement par cette méthode.

6.1.1 Gain de masse

Pour cette partie, des éprouvettes de sapin, hêtre et peuplier ont été traitées d'une part par des particules de Cuivre et d'autres part par des particules de Grenat de deux granulométries différentes 80 mesh et 220 mesh. Pour une raison de différence de débit, nous ne pouvons pas comparer les pourcentages de gain de masse des essais avec des particules de Cuivre (débit massique de 32,6 g/min) et ceux avec des particules de Grenat (300 g/min).

En un premier lieu, nous nous intéresserons donc à comparer les pourcentages de gain de masse entre les trois essences étudiées pour le cas du traitement avec des particules de Cuivre et en un second lieu nous allons pouvoir comparer les gains de masse également entre les essences pour le cas du traitement avec des particules de Grenat mais aussi les résultats obtenus pour deux différentes granulométries.

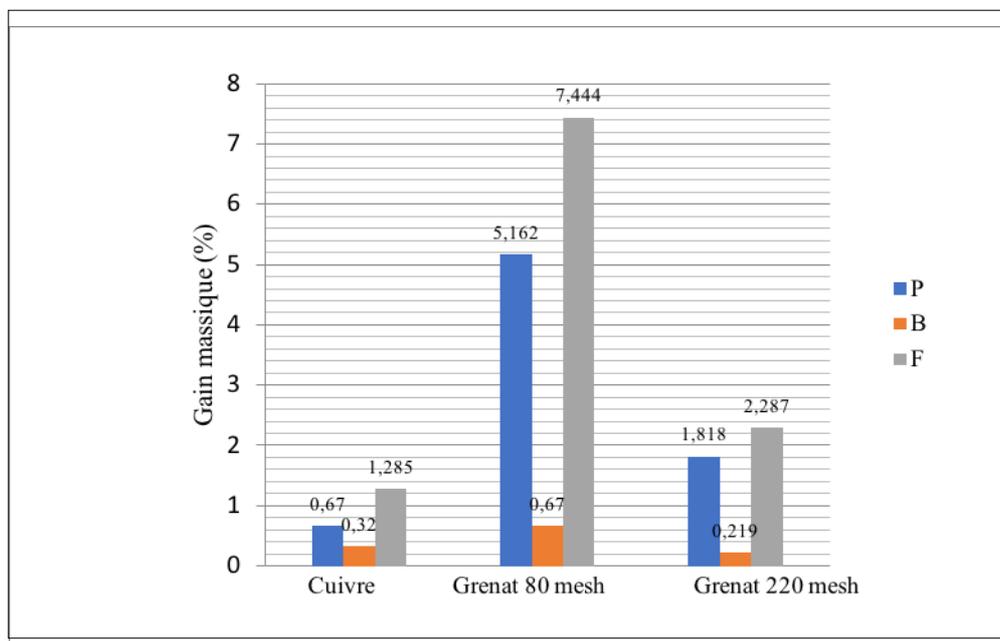


Figure 29 : Gain massique des trois essences de bois traitées respectivement avec des particules de Cuivre, de Grenat 80 mesh et de Grenat 220mesh (P : Peuplier, F : Sapin et B : Hêtre)

Nous pouvons remarquer que pour le cas du traitement avec les particules de Cuivre, le bois qui a retenu le plus de particules est le bois de sapin ensuite le peuplier et enfin le hêtre

mais aussi que la différence de pourcentages de gain de masse entre les trois essences n'est pas très importante.

Pour le cas des particules de Grenat, les mêmes conclusions peuvent être déduites quant à l'essence de bois utilisée et, par rapport à la granulométrie, en comparant les deux cas des particules de Grenat utilisées, nous pouvons distinguer que les particules de granulométries 80 mesh, correspondant à 177 microns, ont été mieux incorporées que celles ayant une granulométrie de 220 mesh, correspondant à une granulométrie comprise entre 62 et 74 microns.

6.2 Minéralisation par voie humide

La préparation des échantillons a été faite, au début, par une première méthode qui est la minéralisation par voie humide selon l'American Wood Protection Association Standard A7-0427. Les éprouvettes de bois traitées sont broyées et séchées à l'étuve pendant 24h. Ensuite 1g de sciure de bois est pesé et dissous dans 15 mL d'acide nitrique, ceci pour chaque traitement. L'ensemble est porté à 60°C puis lorsque le dégagement de vapeur rousse est atténué, le mélange est porté à 80°C durant 7h. La température est ensuite ramenée à 60°C et 5 mL d'une solution de peroxyde d'hydrogène est ajoutée afin de solubiliser totalement les particules en suspension. Après refroidissement les solutions sont diluées dans une fiole jaugée de 100 mL et filtrées avant d'être injectées dans l'appareil.

Cette méthode a été réalisée en premier à l'échelle laboratoire. Néanmoins, elle a donné des solutions finales légèrement colorées. En effet, pour les analyses par ICP, les solutions doivent, obligatoirement, être transparentes et sans aucuns résidus ou précipités. Une autre méthode de minéralisation est, donc, nécessaire et le choix a été fait sur la minéralisation par four à micro-ondes décrite dans la partie ci-après.

6.3 Minéralisation par four à Micro-ondes

La première étape avant de procéder au dosage de Cuivre est la minéralisation avec le Four à micro-ondes Antar Paar Multiwave 3000 à l'INRA à Champenoux Figure 30. Les éprouvettes traitées sont broyées et des prises de masses comprises entre 199.5 mg et 200.5 mg sont introduites dans des tubes en Téflon. Par la suite 6ml d'acide nitrique 65% Merck Emsure sont ajoutés et les tubes sont bien fermés et placés dans le four à micro-ondes.

Le temps de chauffe est de 20 minutes et la température est comprise entre 120° et 130°. Après réaction, il faut attendre le refroidissement de l'ensemble pour filtrer les solutions avec des filtres Cellulose PRAT DUMAS dans des flacons volumétriques de 100ml et rincer avec de l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'un volume de 100 ml.

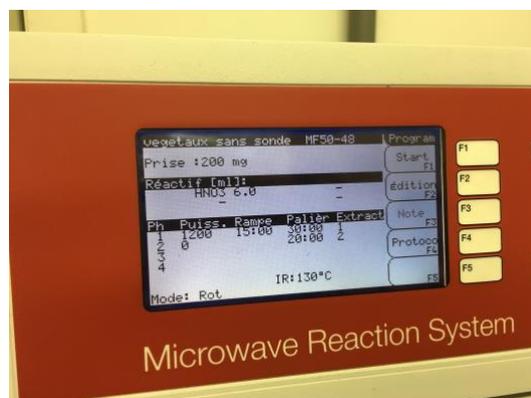


Figure 30 : Four à micro-ondes PaarMultiwave 3000 (INRA Champenoux)

7 Tests de durabilité

Les éprouvettes traitées préalablement avec les particules de Cuivre et celles traitées avec les particules de Grenat par le procédé de jet d'azote décrit dans le chapitre 2 ont été testées pour évaluer leur résistance contre les attaques fongiques en se basant sur la norme européenne EN 113 (1997).

Dans la norme la méthode de traitement utilisée est l'imprégnation par une solution liquide et les éprouvettes doivent être de dimensions 25 x 10 x 5 mm³ (L x L x E) en coupe transversale de 20 mm le long de la fibre. Dans notre cas, une autre méthode de traitement a été employée et les dimensions des éprouvettes ont été réadaptées au dispositif expérimental.

Les éprouvettes de sapin, peuplier et hêtre ont été découpées en cube de 25 mm³ pour permettre la mise en œuvre expérimentale du procédé du jet d'azote. Elles ont été traitées sur les 6 faces du cube en utilisant les mêmes paramètres de travail. Après le traitement les éprouvettes ont été découpées et de chaque échantillon cube, deux éprouvettes de dimensions 25 x 25 x 5 mm³ ont été obtenues.

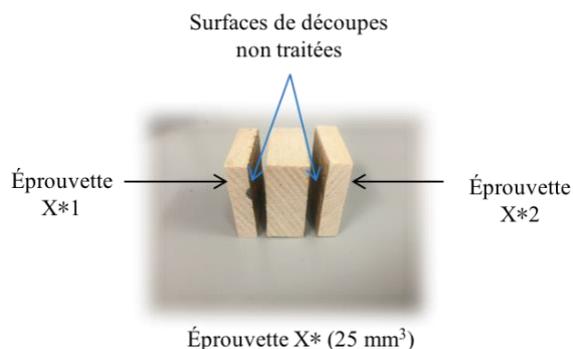


Figure 31 : Schéma de découpe des éprouvettes pour les tests de durabilité

Sur les surfaces de découpes, une résine a été appliquée pour y empêcher l'attaque des champignons et donner par la suite des résultats significatifs par rapport à l'efficacité des traitements. La résine utilisée est Araldite® 506 Epoxy résine de SIGMA-ALDRICH. Après application de la résine, un simple chauffage modéré à l'étuve est effectué pour la polymériser.

Les souches de champignons utilisées à l'échelle laboratoire sont :

- Coniophra Puteana (Schumacher ex Fries) Karsten (BAM Ebw. 15)
- Poria Placenta (Fries) Kooke sensu J. Eriksson (FPRL 280) (Postia Placenta in AWWA Nomenclature)
- Coriolus Versicolor (Linnaeus) Quélet (CTB 863 A)

Les boîtes de pétri (9 cm) de diamètre ont été remplies avec le milieu de culture stérile, préparé en mélangeant 30 g de Malt et 40 g d'Agar dans 1 L d'eau distillée, inoculé avec les différentes souches incubées à température ambiante sous la hotte microbiologique. La culture de la souche prend entre une et deux semaines Figure 32.

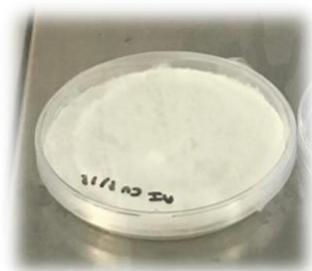


Figure 32 : Exemple d'une boîte de pétri de Coriolus Versicolor

En dernière étape, les éprouvettes ont préalablement été stérilisées à la vapeur par l'intermédiaire d'un autoclave. Trois éprouvettes ont été placées dans chaque boîte de pétri, 2

traitées et une éprouvette non traitée qui va servir de témoin Figure 33. Dix répétitions ont été considérées par essence de bois et par type de traitement. Les boîtes de pétri ont été, par la suite, placées dans une enceinte climatique pendant 16 semaines.



Figure 33 : Préparation de la boîte de pétri avec les éprouvettes

Des prises de masses anhydres ont été faites avant et après les essais de durabilité pour pouvoir calculer les pourcentages de pertes de masse causées par les champignons. La formule qui va être utilisée pour ce calcul est :

$$PM = \frac{\text{Masse sèche avant l'attaque des champignons} - \text{Masse sèche après l'attaque des champignons}}{\text{Masse sèche avant l'attaque des champignons}} * 100$$

8 Références

- [1] R. Devauchelle, G. Levy, Propriétés stationnelles et croissance du frêne dans l'Est de la France, Etude de certaines caractéristiques de cette essence.
- [2] G. Nepveu, L'utilisation des bois de Frêne et de Merisier : Aptitudes technologiques, Facteurs de variabilité.
- [3] K. Häne, M. Kaeonel Dobbertin, WSL, Suisse.
- [4] www.futura-science.com
- [5] M. Suga, S. Asahina, Y. Sakuda, H. Kazumori, H. Nishiyama, T. Nokuo, V. Alfredsson, T. Kjellman, S. M. Stevens, H. S. Cho, M. Cho, L. Han, S. Che, M. W. Anderson, F. Schüth, H. Deng, O. M. Yaghi, Z. Liu, H. Y. Jeong, A. Stein, K. Sakamoto, R. Ryoo, and O. Terasaki, Prog. Solid State Chem. 42, 2014.

- [6] J. Ruste, Microscopie électronique à balayage principe et équipement, Techniques de l'ingénieur, 2014.
- [7] B. Wunsch and N. Chawla, Serial Sectioning for 3D Visualization and Modeling of SiC Particle Reinforced Aluminum Composites, Paper Contest Winner 2003 Undergraduate Division, Arizona State University.
- [8] A. Mohamed-Raed. Reconstruction stochastique 3D d'un matériau céramique poreux à partir d'images expérimentales et évaluation de sa conductivité thermique et de sa perméabilité, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, 2010.
- [9] H. Adnan, Comportement au jeune âge des matériaux cimentaires : caractérisation et modélisation chimio-hydro-mécanique du retrait. 2007. Thèse de Doctorat, École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan.
- [10] Faiza Mnasri, Étude du transfert de chaleur et de masse dans les milieux complexes : application aux milieux breux et à l'isolation des bâtiments , Thèse de Doctorat en Génie des procédés et des produits, 164 p, 2016.
- [11] G. Jean Louis et T.Christian, Tomographie à rayons X. Ed, Techniques Ingénieur, 2002.
- [12] M. Pierre, Développement d'une technique de tomographie par découpage optique rotatif pour la mesure résolue en temps de champs cinématiques 3D par corrélation d'images volumiques, Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2014.
- [13] N. Burlion, T. Rougelot, D. Bernrad, et al, Apport de la microtomographie pour l'étude de la fissuration des matériaux cimentaires sous lixiviation, 25e rencontre de l'AUGC Bordeaux, 23–25 mai, 2007.
- [14] D-R. Sabine Rolland. Contribution à la quantification 3D de réseaux fibreux par microtomographie au rayonnement synchrotron : applications aux papiers, Thèse de Doctorat, 2007.
- [15] C. Jacques et D. Jacques. Tomographie à rayons X. Techniques de l'ingénieur. Analyse et caractérisation, vol. 7, p 950, 1992.

[16] B. Alban, Numérisation 3D de surfaces métalliques spéculaires par imagerie infrarouge, Thèse de Doctorat, Université de Bourgogne, 2012.

[17] N. Limodin, J. Réthoré, J.-Y. Buffière, A. Gravouil, F. Hild, S. Roux, Crack closure and stress intensity factor measurements in nodular graphite cast iron using 3D correlation of laboratory X ray microtomography images, *Acta Materialia*, volume 57, pp. 4090- 410, 2009.

[18] Nanse, Dosage de la Silice : « méthode au jaune », 1972.

Chapitre 4

Résultats et discussions

1 Introduction

Après avoir introduit le matériel utilisé en termes d'essences de bois et de particules ainsi que les méthodes de caractérisations du bois traité auxquelles nous avons opté, nous entamons le dernier chapitre de ce manuscrit de thèse sur les résultats et les interprétations. Ce chapitre n'inclut aucune référence bibliographique car comme nous l'avons mentionné, ce procédé innovant a été testé pour la première fois sur le matériau bois dans le cadre de ce cette thèse.

La première partie décrira l'étude de faisabilité de l'incorporation de particules dans le matériau bois et une partie des résultats sera résumé dans un article scientifique intégré dans ce chapitre. La deuxième partie inclura les résultats des caractérisations préalablement expliquées dans le troisième chapitre : Microscopie électronique à balayage, micro-tomographie, minéralisation et dosage des particules, résistance mécanique et tests de durabilité.

2 Étude de faisabilité de l'incorporation de particules par le procédé du jet d'azote dans le matériau bois

Avant d'entamer la partie expérimentale de la thèse, nous avons établi une étude technologique de faisabilité du sujet vu que dans la bibliographie internationale nous sommes les premiers à utiliser la technologie du jet d'azote sur le matériau bois. Après quelques tests de mise au point du banc d'essai et de réglages des différents paramètres de contrôle, un plan d'expériences simplifié a été donc élaborée et réalisée au sein du CRITT-TJF&U.

2.1 Plan d'expériences et principe des essais

Le plan d'expériences choisi est composé de 11 campagnes d'essais, soit au total 22 éprouvettes (11 de sapin et 11 de frêne) et est représenté sur le tableau suivant :

Tableau 12 : Plan d'essais simplifié et paramètres expérimentaux

Echantillon		Particules	Paramètres de travail					
N° Essai	Matériau	Nature Granulométrie	Débit mass. Q_p (kg/h)	V_f (m/min)	D_t (mm)	P (bar)	\varnothing_{buse} (mm)	T (°C)
1	Sapin	Grenaille métallique	15	15	300	2500	0.4	-164°C
2	Frêne		15	50	300			

3		angulaire GH80	30	50	500			
4			30	80	500			
5			30	80	600			
6		Grenat HPX 220 Mesh	30	80	500			
7			30	40	600			
8			30	40	500			
9		Corindon blanc F100	30	40	500			
10			30	20	500			
11		Grenat 220 HPX	30	80	600			

Le principe d'un essai est celui montré sur la Figure 34 où un jet balaye deux échantillons simultanément à distance de tir variable. Les paramètres variables utilisés sont résumés dans Tableau 12 ci-dessus. Par ailleurs, il est à noter que les valeurs choisies ne sont pas optimisées, elles ont été déterminées par la méthode des valeurs intermédiaires afin de permettre l'observation des phénomènes physiques d'incorporation de particules pour des conditions fixées.

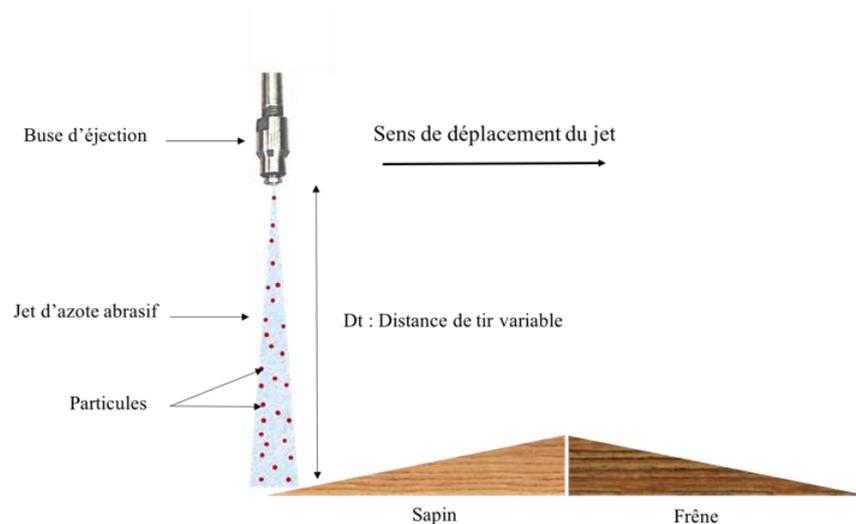


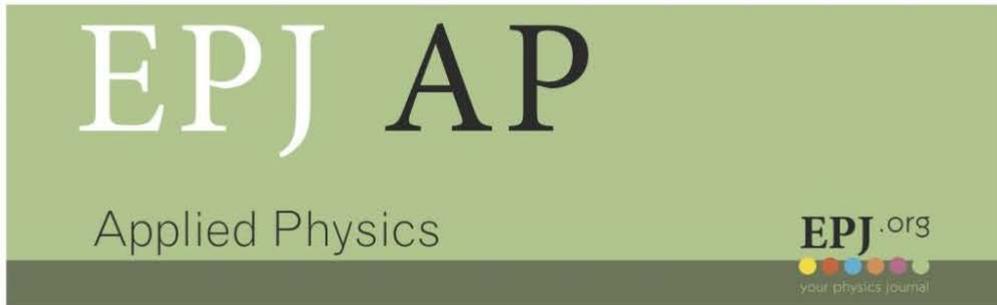
Figure 34 : Schéma de la disposition des éprouvettes lors des expériences

2.2 Incorporation des particules dans le bois par le procédé du jet d'azote

Au début de la thèse, en vue de concrétiser l'idée innovante du sujet, nous avons commencé par une première étude de faisabilité sur l'incorporation physique de particules dans le matériau bois en utilisant la technologie du jet d'azote à haute pression et à basse température. Pour ce faire, deux essences de bois ont été choisies : le sapin et le frêne et trois types de particules ont été retenus : le Grenat métallique et le Grenat Barton et le Corindon.

Une observation microscopique nous a permis de mesurer les profondeurs d'incorporation des particules dans le matériau pour les deux essences avec les trois types de particules et aussi une visualisation par micro-tomographie, détaillée dans le chapitre suivant, a été faite à l'ENS-Cachan pour démontrer avec une technique d'imagerie plus précise la possibilité d'incrustation des particules par cette méthode.

Une partie de cette étude a été publiée dans une revue spéciale dans le journal « *The European Physical Journal* » présentée sur l'article suivant qui résumera les principaux résultats obtenus.



Eur. Phys. J. Appl. Phys. (2016) 74: 24607 DOI: 10.1051/epjap/2015150458

Physical incorporation of particles in a porous media: a path to a smart wood

Azza Zerriaa, Mohammed El Ganaoui, Christine Gerardin, Abdel Tazibt, and Slimane Gabsi



The title "The European Physical Journal" is a joint property of EDP Sciences, Società Italiana di Fisica (SIF) and Springer

Physical incorporation of particles in a porous media: a path to a smart wood

Azza Zerriaa^{1,a}, Mohammed El Ganaoui¹, Christine Gerardin², Abdel Tazibt³, and Slimane Gabsi⁴

¹ Lorraine University, LERMAB-Longwy, IUT Henri Poincaré Longwy, 186 rue de Lorraine, 54400 Cosnes-et-Romain, France

² Lorraine University, LERMAB-Nancy, FST, rue des aiguillettes, 54000 Nancy, France

³ CRITT Techniques Jet Fluides et Usinage, 55000 Bar-le-Duc, France

⁴ Unité de Recherche Environnement, Catalyse et Analyse Des Procédés, Ecole nationale d'ingénieurs de Gabes, Tunisie

Received: 3 September 2015 / Received in final form: 18 September 2015 / Accepted: 18 November 2015
Published online: 3 May 2016 – © EDP Sciences 2016

Abstract. The aim of this work is to develop a functional wood incorporating, in its surface, physical and chemical properties that meet society demand. For instance: fire resistance, magnetic electrical conduction (metal-wood particles), antibacterial reaction (copper-wood), anti-pollution (zeolite-wood), dry coloring, reflective effects (minerals-wood). As part of the research on wooden materials, the technique of “JAZOLTHOP¹” driving micrometric particles before combining them and moving in supersonic speeds was used in the framework of enriching a wooden substrate. Various tests were conducted on two wooden materials (fir and ash tree) submitted to four typologies of particles (steel shot, garnet, corundum and glass beads). The surfaces of the test samples were machined beforehand for a use of conventional smooth quality, thus defining a reference surface before incorporation. The enriched samples were characterized by using two optical techniques; firstly a surface technique through macroscopy Leica 110X ZP, then a volume technique through tomography². Subsequently, volume simulations (wood-inclusions) were implemented to study the thermal transfer. The obtained results showcase the existence of certain set conditions to reach the critical fluency of incorporation and to localize the enrichment on a parallel plan to the sample surface. The results show also the influence of particles concentration and the kind of the chosen wood on the final composite matrix/particle media.

1 Introduction

The surface treatment process by nitrogen jet is in the development sustainable environmental technologies. It is presented as clean treatment methods. The process consists of projecting on the and innovative process compared to other surface a stream of nitrogen from a high pressure reservoir (300–380 MPa) and low temperature (–150 °C), without generating additional waste by recycling of the inert gas in the atmosphere [1,2].

On leaving the spray nozzle, nitrogen becomes supersonic jet and gaseous. However, it undergoes many thermodynamic transformations during its passage through the atmosphere, which leads to changes in the nature and composition of the phases present. Thermo-physical data nitrogen with critical conditions $P_c = 3.3958$ MPa, $T_c = 126.192$ K and $\rho_c = 313.3$ Kg m⁻³ show that one can move from a position where the jet is made of a 100% dense phase (liquid or supercritical) to a position

where the jet is multiphase and consisting of a mixture of phases (gas/liquid/solid particles) while passing through an extreme position or the jet is 100% gaseous (directly at the nozzle exit) [3].

Wood as a natural organic material has played a big role in human activity thanks to his unique properties like for example high strength weight ratio, strong mechanical properties, good formability and aesthetic texture [4,5]. It's a lightweight and healthy biopolymer that has been largely used in fields of decoration, buildings and other constantly lives [6,7]. Nonetheless, it also suffers from some disadvantages such as low dimensional stability, appearance variation and it's easy to be biologically attacked, etc. [8]. That's why many tries have been made in order to improve potential applications of wood [9,10]. Besides, lately, much effect has been committed to create sophisticated functional materials by mimicking biological structures and architectures that cause excellent functions and performance, such as adjusted mechanical properties [11], drag and turbulence reduction (shark skin) [12] and brilliant colors (butterfly effect) [13]. Understanding and trying to apply the basic principles of engineered materials can lead materials science towards renewable, sustainable

^a e-mail: azza.zerriaa@univ-lorraine.fr

¹ CRITT-TJFU

² ENS CACHAN facilities

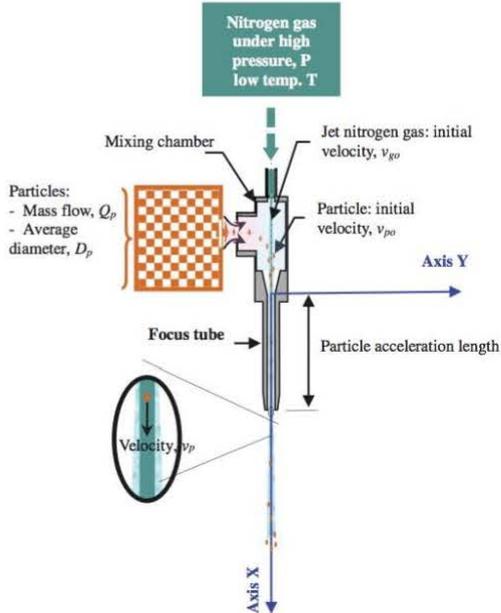


Fig. 1. Schematic diagram of the mixture model and particles acceleration in a gas stream.

and smart materials. For example, recently, a study was made about fabrication of smart coatings based on wood substrates with photo-responsive behavior and hydrophobic performance [14].

The objective of the study is to verify the technological feasibility of the research dealing with the enrichment or the incorporation of particles in a wood substrate with a nitrogen jet. To achieve this goal, we will show in the following sections, by experiments carried out on a non-optimized test bed specially designed to scale laboratories, how different types of particles may be added to a nitrogen jet supercritical fluid to form a complex mixture, how these particles can be accelerated without hot thermal excitation and incorporated in a wood sample. The different experimental conditions were chosen to highlight the phenomena characteristic of a process of incorporation.

2 Simplified model for evaluating the particle speed

In a two-phase flow gas-particles in a cylindrical pipe called focus tube, the particle assumed isolated m_p mass, mass flow rate Q_p and the average diameter D_p reaches the velocity v_p to the distance x by the transfer of momentum of the gaseous fluid at the interface (Fig. 1).

Assuming constant along the focusing tube, the following physical magnitudes: temperature, pressure, density of

the gaseous fluid, and neglecting the virtual ground forces, wall friction and gravity, the variation of the particle velocity v_p in function of the distance x , under the action of drag, is given by the following analytical equation [15]:

$$x = \frac{\frac{m_p}{Q_p^2}}{\frac{1}{4}K_d \left(\frac{1}{Q_g} + \frac{1}{Q_p} \right)^2} \times \left(\ln \left| \frac{2Q_p v_p - \frac{2}{R}}{1 + \frac{Q_g}{Q_p}} \right| - \frac{\frac{2}{1 + \frac{Q_g}{Q_p}}}{\frac{2Q_p v_p - \frac{2}{R}}{1 + \frac{Q_g}{Q_p}} + 2C} \right).$$

This analytical model is derived from the amount of movement of balance written by Drew [16] in a two-phase mixture flowing in a cylindrical conduit.

R is the pulse of nitrogen mixture-particles given by the following mathematical formula:

$$R = Q_p v_{p0} + Q_g v_{g0} = Cste,$$

Q_g and Q_p the mass flow of particles and gas respectively v_{p0} and v_{g0} the initial velocities in particle mixing chamber and nitrogen jet respectively K_d : the drag factor given by the following formula:

$$K_d = \frac{3}{4} C_d \frac{\rho_g}{D_p} = \frac{1}{2} \Omega_p \rho_g C_d,$$

C_d drag coefficient, Ω_p , the area of the master torque of a particle, ρ_g , the density of nitrogen gas, C , a constant determined by the initial conditions.

Equilibrium and velocity of the particle flow of propellant nitrogen gas is given by the following expression:

$$v_{eq} = \frac{\dot{m}_p v_{p0} + \dot{m}_g v_{g0}}{\dot{m}_p + \dot{m}_g}.$$

The simplified model of accelerated particles proposed in the first equation. It gives the particle velocity v_p in the focusing tube for dynamic pressure of the gas $P = 2500$ bar, the average diameter of the particle $d_p = 50$ microns, particle mass flow rate $Q_p = 8.33$ g/s (30 kg/h), volume flow rate of liquid nitrogen, Q_g (liq.) = $8 \text{ E}^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$ (4.8 L/min). Forecast curves show that the particle quickly accelerates to approach asymptotically the equilibrium speed $V_{ss} = 633.49$ m/s.

The particle was mechanically excited (dynamic pressure nitrogen gas) and without heat it can reach supersonic speeds (500–600 m/s) of the same order of magnitude as those achieved by similar particles, but excited heat in the cold spray [17, 18].

This finding is of paramount importance for further research. It leads us to conjecture the existence of a critical rate of incorporation of the particle in a porous material like wood. The first major result from the theoretical point of view is experimentally confirmed by the observation of particles embedded in perfect mechanical balance in a solid wood.

Table 1. Some properties of the chosen species.

Wood	Density	Monnin hardness	Tensile strength in static bending (MPa)	Longitudinal elastic modulus (MPa)
Fir	0.49	2.5	80	14 300
Ash	0.71	4.2	111	15 300

3 The test samples

We chose two common species: a fir tree and an ash tree. These are some properties of the chosen species of wood in Table 1.

The samples were machined wedge-shaped in order to maximize the number of tests by the geometric change of the shooting distance during the scanning of the jet. The other characteristic of the samples is to obtain a constant reference surface quality using the same machining parameters (Fig. 2).

4 Particles used

In Table 2 below are the particles that have been used for this experimentation, metallic granulate, white corundum and garnet barton and some of their properties.

5 Results and discussion

During the incorporation tests, we arranged two by two samples, on a horizontal plan, fir and ash to treat both

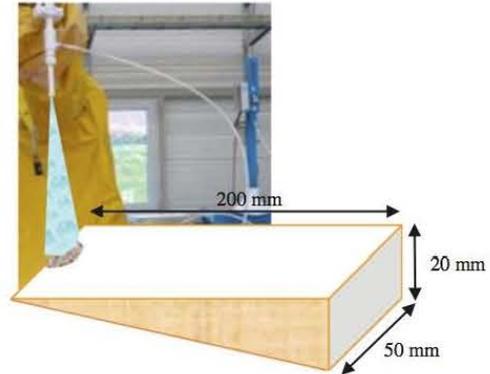


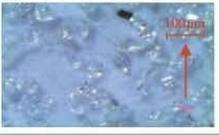
Fig. 2. Geometric shape and dimensions of a wood sample, machined face receiving the jet.

species simultaneously for given conditions of work settings. This arrangement causes the variation of the shooting range where the jet moves horizontally on the samples (Fig. 3).

5.1 Results of optical observations on the surface

First, pictures at the macroscopic optical Leica X110 ZP (X4.5 zoom) machined surfaces of samples fir and ash (photographs 1 and 2) are taken before incorporation of particles trials. This manipulation was performed to compare the surfaces before and after incorporation and measured, macroscopically, transformations/enrichments recorded.

Table 2. Particles properties.

Particles	Grain size geometry	Chemistry	Hardness
Metallic granulate 	125–425 microns Angular	C (0.80%), Mn (0.60–1.20%), Si (0.40%)	Rockwell 64–68 HRC
Garnet Barton 	50–70 microns Angular	$Fe_3 Al_2(SiO_4)_3$	Mohs hardness 7.5–8
White corundum 	106–150 microns round	Al_2O_3 (alumina)	Mohs hardness 9

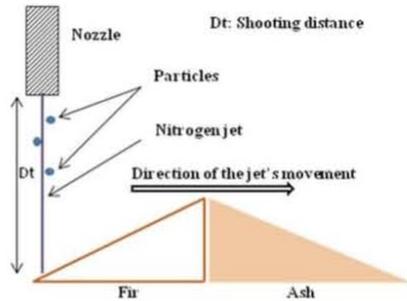


Fig. 3. Placing samples in pairs (fir, ash) while scanning the shooting distance Dt .

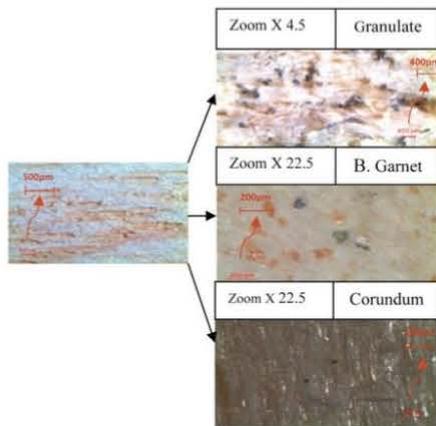


Fig. 4. Fir before and after incorporation.

Below are some pictures of optical observations on the surface of Fir before and after incorporation of granulate, barton garnet and white corundum (Fig. 4).

This second figure is the results for the ash tests before and after incorporation with the three types of particles (Fig. 5).

We can see a “highly localized” transformation on the surface of the wood, the mechanism appears to be limited to the surface material. In fact, the particle is doped in the material by deforming or locally by pushing the fibers, giving the surface a new microstructure.

This result was more pronounced in the case of fir than in the ash and this leads the say that the softest wood is best suited for the incorporation. The angular particles have given a better result than round ones however another experimental trial will be done to test many sizes and compare the different impacts. This deformation does not induce changes in mechanical properties across the sample structure but conventional mechanical characterization tests will be performed to confirm or disprove this result.

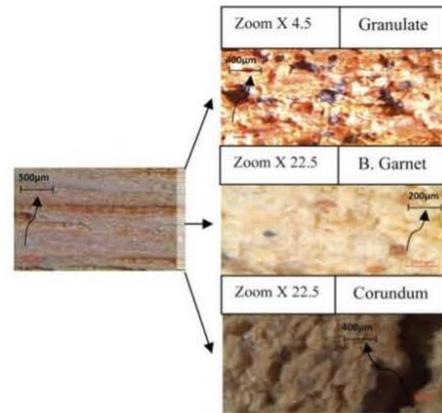


Fig. 5. Ash before and after incorporation.

Table 3. Results of optical observations in depth.

Wood/particle	Picture	Depth (μm)
Fir/granulate		500–600
Ash/granulate		450–600
Fir/Garnet Barton		100–600
Ash/Garnet Barton		200–250

In the images of “wood and white corundum”, the bright areas are assigned to the white corundum particles due to reflected light from the microscope.

5.2 Results of optical observations in depth

Optical observations show macroscopically visible presence of particles of settlements on the sample surface impacted upon incorporation. This process starts, however, identified three phenomena that seem beings characteristics (Tab. 3).

A test sample (Fir) was analyzed by tomography in ENS-Cachan and it gave the following result, below, showing that in the three surfaces of the sample we can see the incorporation of the particles in the wood (Fig. 6).

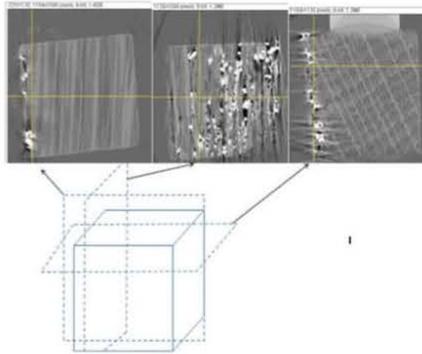


Fig. 6. Tomography analysis result.

6 Conclusions

Following these initial tests and observations, it was possible to obtain particles embedded in the wood at different depths depending on the species and the selected particles. The more we master this method the more we can later act on the material to be functionalized.

The interaction between the nitrogen jet projected through the injection nozzle and the material to be treated involves three types of parameters:

- The operating parameters which relate to the geometry of the nozzle, the upstream pressure, the working temperature and the firing distance;
- The thermo-mechanical properties of the target which is the material to be treated;
- Parameters related to nitrogen jet concerning its formation, the flare, the nature and composition of its phases, and its physical properties.

The effects of the temperature and the analysis of the hardness tests before and after the incorporation of the particles in the wood will be programmed into the next test campaign.

Best acknowledgments to Prof. Bennacer from ENS Cachan and Prof. Nunzi from Queens University for the fruitful exchanges. Also the PHC Maghreb project (Utique part) for the Tunisian French cooperation.

References

1. P. Dubs, M. Khalij, R. Benelmir, A. Tazibt, *Mech. Res. Commun.* **38**, 267 (2011)
2. H. Laribou, *Mécanismes d'endommagement et de traitement des surfaces métalliques par un jet d'azote à basse température*, Ph.D thesis, Materials Science, University of Paul Verlaine-Metz, 2011, p. 129
3. R. Span, E.W. Lemmon, R.T. Jacobsen, W. Wagner, A. Yokozeki, *J. Phys. Chem. Ref. Data* **29**, 1361 (2000)
4. D. Fengel, G. Wegener, in *Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions* (Walter de Gruyter, Berlin, 1983)
5. R.C. Pettersen, *Chem. Solid Wood* **207**, 57 (1984)
6. M.E. Hoque, M.A.M. Aminudin, M. Jawaid, M.S. Islam, N. Saba, M.T. Paridah, *Mater. Des.* **64**, 743 (2014)
7. M. Qu, P. Pelkonen, L. Tahvanainen, J. Arevalo, D. Gritten, *J. Clean. Prod.* **31**, 100 (2012)
8. P.D. Evans, A.F.A. Wallis, N.L. Owen, *Wood Sci. Technol.* **34**, 151 (2000)
9. H.A. Khalil, K.B. Awang, I.O. Bakare, A.M. Issam, *Mater. Des.* **31**, 4363 (2010)
10. H. Zhang, *Mater. Des.* **59**, 130 (2014)
11. J. Keckes, I. Burgert, K. Fruhmann, M. Muller, K. Kolln, M. Hamilton, M. Burghammer, S.V. Roth, D. Stanzl-Tschegg, P. Fratzl, *Nat. Mater.* **2**, 810 (2003)
12. S.A. Wainwright, F. Vosburgh, J.H. Hebrank, *Science* **202**, 747 (1978)
13. P. Vukusic, J.R. Sambles, C.R. Lawrence, *Nature* **404**, 457 (2000)
14. B. Hui, Y. Li, Q. Huang, G. Li, J. Li, L. Cai, H. Yu, *Mater. Des.* **84**, 277 (2015)
15. A. Tazibt, F. Parsy, N. Abriak, *Eur. J. Mech.* **15**, 527 (1996)
16. D.A. Drew, *Annu. Rev. Fluid Mech.* **15**, 261 (1983)
17. F. Raletz, Ph.D thesis, *Ceramic Materials and Surface Treatments*, University of Limoges, 2005, p. 300
18. X. Suo, Ph.D thesis, *Materials Science*, University of Technology of Belfort Montbéliard, 2012, p. 137

2.3 Concentration surfacique des particules

Les observations optiques de la surface et en profondeur des incrustations sont complétées par la caractérisation de la concentration surfacique des particules. Le but est de mesurer la capacité de la technologie à incorporer une quantité de particules qu'il convient de quantifier. Nous faisons remarquer que les valeurs obtenues de la concentration sont données à titre indicatif car elles rendent compte d'une situation d'expérimentation non optimale.

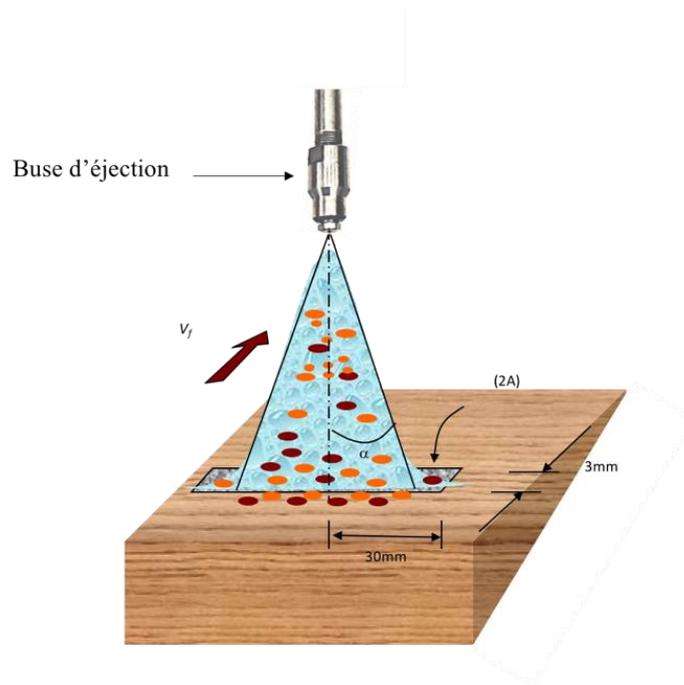


Figure 35 : Schéma des dimensions du dispositif expérimental

Ces valeurs peuvent donc varier en augmentant ou en diminuant en fonction des paramètres critiques d'incorporation comme le débit massique des particules Q_p , la vitesse de balayage V_f et la distance de tir D_t . La concentration surfacique est donnée par la formule suivante :

$$\% \text{ Concentration des particules} = \frac{\text{Nombre de particules } (N_p) \times \text{L'aire d'une particule } (A_p)}{\text{La surface totale } (A)} \times 100$$

Tableau 13 : Calcul des aires des zones de références impactées

Désignation	Grenaille G80	Grenat Barton 220 HPX	Corindon blanc F100
Ap : L'aire d'une particule (projection orthogonale d'une sphère sur la surface de l'échantillon)	0.15 mm ²	0.03 mm ²	0.04 mm ²
A : L'aire de la zone de référence impactée (de calcul)	3mm x 30mm = 90 mm ²	3mm x 30mm = 90 mm ²	3mm x 30mm = 90 mm ²

2.3.1 La grenaille GH80

- Calcul du nombre de particules incrustées dans l'aire de la zone de référence (Sapin)

Tableau 14 : Concentration surfacique des particules de grenaille pour le Sapin

Distance transverse (mm)		3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
Sapin	Nombre de particules incrustées	180	177	172	125	117	92	76	53	39	31
	Concentration surfacique des particules grenaille (%)	30	29	28	21	19	15	13	8	6	5

- Calcul du nombre de particules incrustées dans l'aire de la zone de référence (Frêne)

Tableau 15 : Concentration surfacique des particules de grenaille pour le Frêne

Distance transverse (mm)		3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
Frêne	Nombre de particules incrustées	115	111	100	90	87	70	64	47	34	16
	Concentration surfacique des particules grenaille (%)	19	18.5	17	15	14.5	12	11	8	6	3

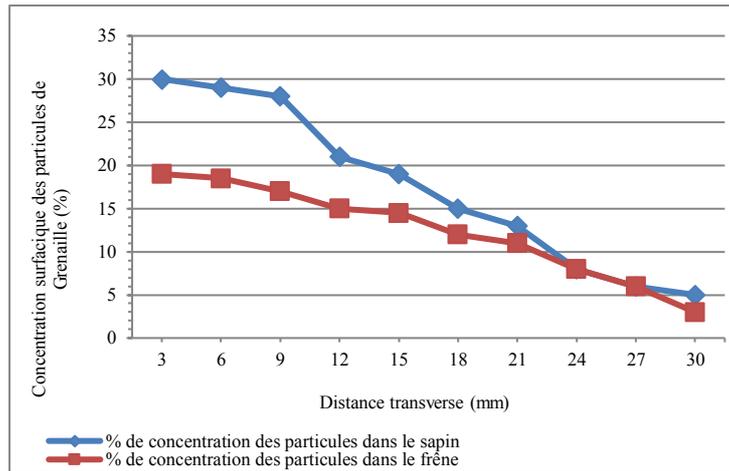


Figure 36 : Essais 5.1 et 5.2, Concentration de la grenaille GH 80 sur la surface, Débit 30kg/h, Vf 80m/min Dt 600mm

2.3.2 Grenat Barton HPX 220

- Calcul du nombre de particules incrustées dans l'aire de la zone de référence (Sapin)

Tableau 16 : Concentration surfacique des particules de Grenat Barton pour le Sapin

Distance transverse (mm)		3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
Sapin	Nombre de particules incrustées	990	910	860	800	750	740	300	120	70	29
	Concentration surfacique des particules Grenat (%)	33	30	29	27	25	24	10	4	2.5	1

- Calcul du nombre de particules incrustées dans l'aire de la zone de référence (Frêne)

Tableau 17 : Concentration surfacique des particules de Grenat Barton pour le Frêne

Distance transverse (mm)		3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
Frêne	Nombre de particules incrustées	230	200	215	210	190	80	90	26	12	5
	Concentration surfacique des particules Grenat (%)	8	7.5	7.2	7	6.4	2.7	3	3	0.9	0.2

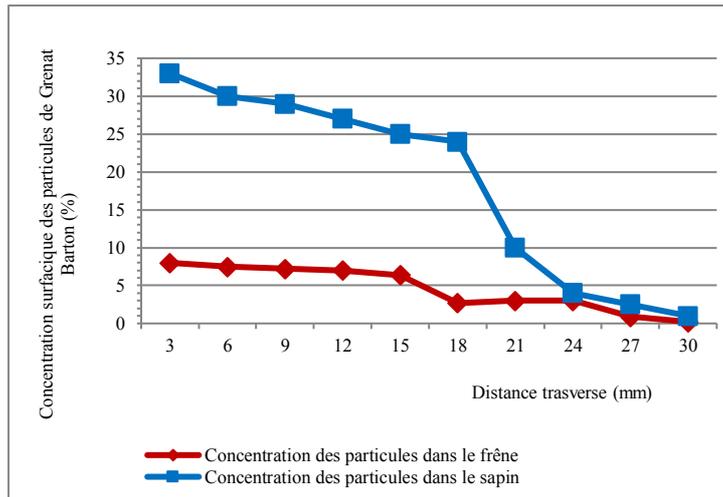


Figure 37 : Essais 8.1 et 8.2, Concentration du grenat Barton 220 HPX sur la surface, Débit 30kg/h, Vf 40m/min, Dt 500mm

2.3.3 Le Corindon

- Calcul du nombre de particules incrustées dans l'aire de la zone de référence (Sapin)

Tableau 18 : Concentration surfacique des particules de Corindon pour le Sapin

Distance transverse (mm)		3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
Sapin	Nombre de particules incrustées	200	190	188	183	170	113	90	58	35	10
	Concentration surfacique des particules Corindon (%)	9	8.5	8.4	8.2	7.6	5	4	2.6	1.6	0.5

- Calcul du nombre de particules incrustées dans l'aire de la zone de référence (Frêne)

Tableau 19 : Concentration surfacique des particules de Corindon pour le Frêne

Distance transverse (mm)		3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
Frêne	Nombre de particules incrustées	160	154	150	140	92	90	85	40	35	10
	Concentration surfacique des particules Corindon (%)	7.2	6.9	6.7	6.3	4.1	4	3.8	1.8	1.6	0.4

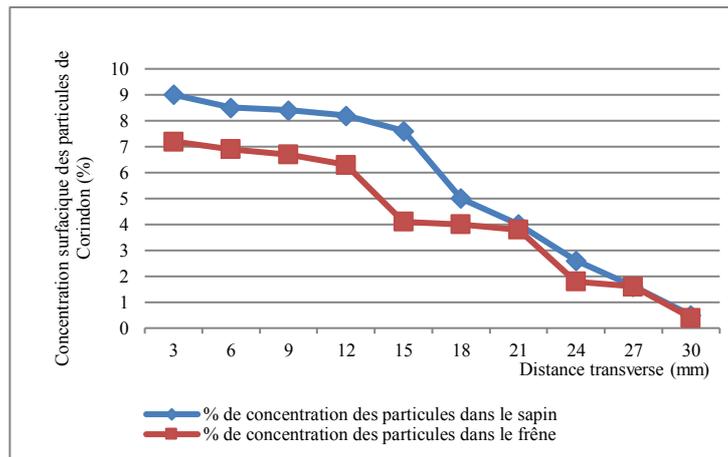


Figure 38 : Essais 10.1 (Sapin) et 10.2 (Frêne), Concentration du Corindon blanc F100 sur la surface (Débit 30kg/h, Vf 20m/min, Dt 500mm)

2.3.4 Analyse et discussion des résultats

Nous pouvons relever que la répartition spatiale surfacique des particules dans le matériau hôte est désordonnée tandis que la profondeur d'incrustation semble atteindre une valeur limite. L'examen approfondi de la zone impactée pour une distance de tir comprise entre 500 et 600 mm, montre que l'implantation surfacique des colonies de particules suit un mode de répartition dégressif en partant du centre de l'impact à sa périphérie. La forme de la répartition des particules est une Cloche dont le sommet coïncide avec le centre de l'impact et la base à la périphérie du jet avec un diamètre d'action pouvant atteindre 60 mm.

Les concentrations des particules incrustées en surface dépendent de la distance de tir, du débit massique des particules, de la vitesse de balayage du jet mais également du matériau bois substrat. Dans les conditions d'essais de faisabilité, nous avons enregistré des concentrations maximales de l'ordre de 30% et 19% pour le Sapin et le Frêne, respectivement Figure 36. Quand, on s'éloigne du centre d'impact, les concentrations diminuent, de façon non linéaire, pour atteindre des valeurs égales proches de 5% pour les deux matériaux.

3 Microscope électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage choisi dans le cadre de ces recherches est le TM3000 HITACHI. Cette partie a été étudiée à l'ENSTIB à Épinal.

Cette technique donne des images proches d'une image en trois dimensions. En bombardant l'échantillon avec un faisceau d'électrons, ce dernier interagit avec la matière. Les deux types d'émissions électroniques sont alors collectées : les électrons secondaires afin de construire l'image et les électrons rétrodiffusés pour l'obtention des différents niveaux de gris en fonction de la densité atomiques des éléments constituant l'échantillon. Il est également possible par cette méthode d'observer les fibres et ainsi caractériser les effets d'un traitement mécanique ou chimique sur la structure de la paroi (*Institut technologiques FCBA*).

Les essais ont, donc, été effectuées sur les trois essences sapin, hêtre et peuplier avec des particules de Cuivre et de Grenat. Nous commencerons par le cas des éprouvettes traitées avec des particules de Grenat et ensuite par celles traitées par des particules de cuivre.

3.1 Essences traitées avec du Grenat

Des prises d'images par microscopie électronique à balayage ont d'abord été faites pour comparer visuellement la concentration des particules selon l'essence de bois considérée. Dans cette partie, on présentera les résultats pour les particules de Grenat d'abord dans le cas du bois de hêtre, ensuite le sapin et en dernier le peuplier.

- Le hêtre



Figure 39 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de hêtre traité avec du Grenat avec un zoom respectivement de 50 et de 120

- Le sapin



Figure 40 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de sapin traité avec du Grenat avec un zoom respectivement de 80 et de 120

- Le peuplier



Figure 41 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de peuplier traité avec du Grenat avec un zoom respectivement de 50 et de 200

D'après les images par microscopie électronique à balayage obtenues, deux constatations peuvent être faites dans le cas du traitement par les particules de Grenat :

- En ce qui concerne la concentration surfacique en particules on remarque une différence dans le cas du bois de hêtre. En effet, on obtient moins de particules en surface comparé au sapin et au peuplier qui permettent une concentration en particules plus élevée et aussi une légère meilleure homogénéité.
- Par rapport à l'état de surface après traitement, le hêtre est au contraire le moins abimé vis-à-vis sa surface et ensuite le peuplier et enfin le sapin qui présente une surface dégradée à la suite du traitement par jet d'azote abrasif.

3.2 Essences traitées avec du Cuivre

Toujours dans le but de comparer les concentrations surfaciques en particules et l'état de surface du bois traité, on présentera, dans cette partie, le cas des éprouvettes de bois traitées par des particules de Cuivre et ceci pour les trois mêmes essences : hêtre, sapin et peuplier.

- Le hêtre



Figure 42 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de hêtre traité avec du Cuivre avec un zoom respectivement de 100 et de 500

- Le sapin



Figure 43 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de sapin traité avec du Cuivre avec un zoom respectivement de 100 et de 400

- Le peuplier

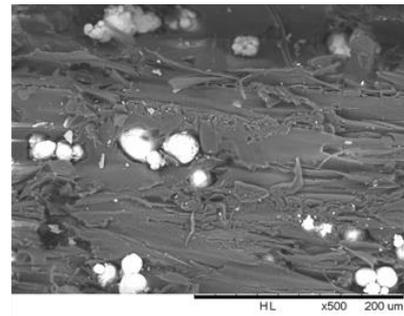
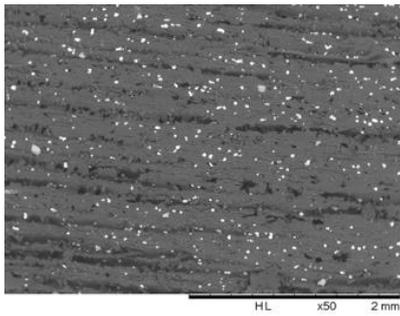


Figure 44 : Images par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de bois de peuplier traité avec du Cuivre avec un zoom respectivement de 50 et de 500

En comparant les résultats du traitement avec les particules de Grenat et ceux avec les particules de Cuivre, on peut conclure même visuellement que :

- La concentration surfacique en particules est beaucoup plus importante dans le cas des particules de Cuivre surtout pour le bois de sapin et le bois de peuplier.
- Pour le hêtre la concentration en particules est très inférieure pareillement que dans la partie précédente en utilisant les particules de Grenat. D'où la première constatation, la méthode de traitement du bois par le procédé du jet d'azote abrasif est moins efficace pour l'essence du bois de hêtre.

4 Micro-tomographie

A l'aide de cette technique d'imagerie, nous avons pu visualiser une des éprouvettes traitées et voir le résultat de l'impact des particules sur l'échantillon. L'échantillon choisi est une éprouvette de sapin traitée sur une seule surface avec des particules de Grenat. Ci-dessous les dimensions de l'échantillon considéré.



Figure 45 : Mesure des dimensions de l'éprouvette

Comme expliqué précédemment, la micro-tomographie nous permet de distinguer les particules dans le matériau utilisé. Ci-après sont présentés 3 images en 2D de l'échantillon sur la Figure 45 qui ont été converties en données numériques à travers la micro-tomographie. L'image digitale est de proportions de 1 pixel / 22 mm, les dimensions des trois coupes sont 22,084 x 24,112 mm, 24,86 x 24,112 mm et 26,084 x 24,86 mm respectivement 1184 x 1096 pixels, 1130 x 1096 pixels et 1184 x 1130 pixels avec des données en 8 bits.

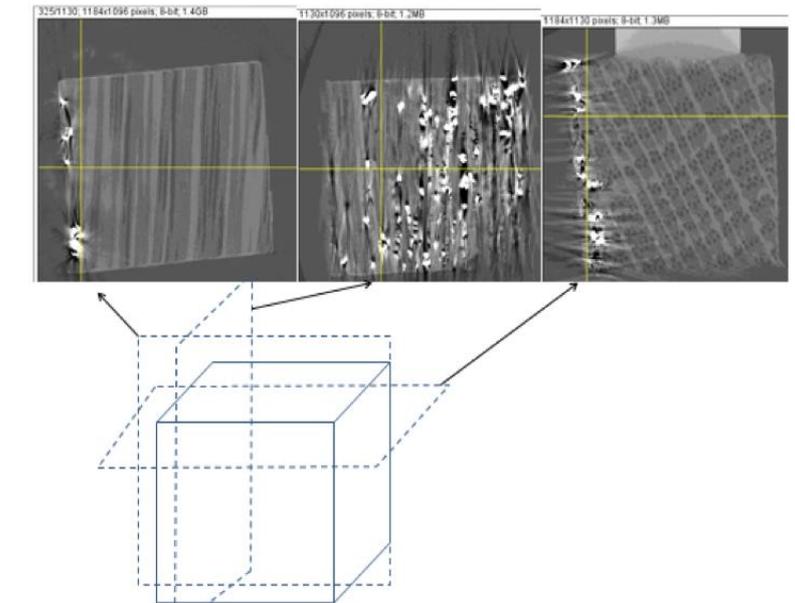


Figure 46 : Résultat de la micro-tomographie sur les 3 coupes

Les différentes phases présentes dans ce matériau, sont présentées par des divers tons de la couleur grise. Une image est un tableau bidimensionnel dont chaque élément (le pixel) représente une surface élémentaire de l'image. Chaque élément du tableau représente un niveau de gris ; la grandeur associée est un nombre représentant une échelle de gris. L'échelle démarre à zéro (le noir) et fini à un maximum (le blanc) ; ce maximum est soit normalisé à l'unité ("1" représente le blanc) soit fixé à une valeur (par exemple "100" ou "255"). Dans notre cas le blanc représente les particules et les tons de gris le bois et l'air.

L'azote abrasif a été projeté sur une seule face, représentée sur la Figure 46 par celle du milieu, la remarque qui peut être faite à première vue est l'absence de l'homogénéité du traitement. Sur la face de gauche et de droite, ci-dessus représentées, une possibilité d'incrustation est visible ce qui peut nous mener à dire que le traitement n'est pas un simple traitement de surface mais on peut aller aussi partiellement dans le volume.

5 Minéralisation et dosage du cuivre et de la silice

5.1 Analyse du Cuivre

Le dosage du Cuivre est déterminé par Spectrométrie d'Émission Optique à Plasma à Couplage Inductif (ICP-OES) en utilisant l'appareil ICP-OES Agilent 700 Figure 47 équipé d'un nébuliseur conique et d'une chambre de pulvérisation cyclonique. Des solutions ont été préparées à partir d'une solution commerciale de cuivre standard (1 mg L^{-1}) et ont été utilisées pour la calibration.

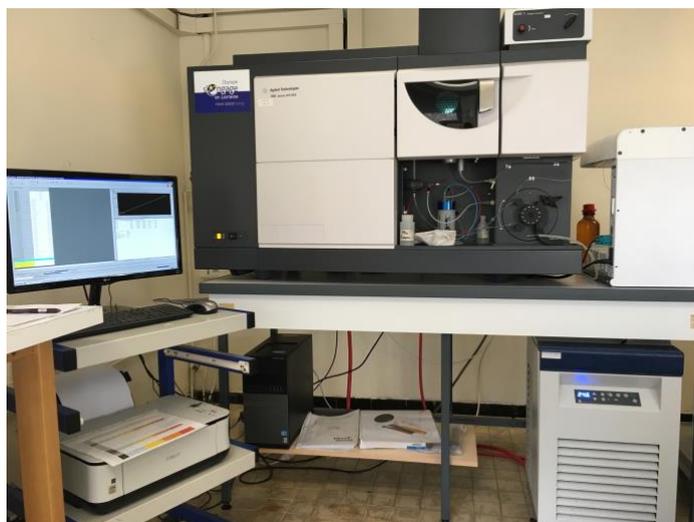


Figure 47 : ICP-AES Agilent 700 (INRA Champenoux)

La concentration en cuivre a été déterminée par la moyenne des mesures simultanées de 2 longueurs d'onde (213.598 et 327.395). L'absorption des échantillons a été réalisée à un taux de 0.32 mL min^{-1} et chaque mesure a été effectuée en triple. Les paramètres analytiques sont : RF power : 1.254 W , débit de gaz plasma : 15.0 L min^{-1} , débit de gaz auxiliaire : 1.5 L min^{-1} et le débit de gaz du nébuliseur est de 0.75 L min^{-1} .

L'échantillon de référence choisi est le bois de chêne sans traitement. Les solutions témoins ont été préparées avec 6 mL d'acide nitrique auxquels l'eau distillée est rajoutée jusqu'à 100 mL .

Ci-dessous est présenté le tableau des résultats du dosage.

NB : Toutes les valeurs sont en ppb.

Tableau 20 : Résultats de l'ICP-AES

Tube	Noms échantillons	Cu 213.598	Cu 324.754	Cu 327.395	Moyenne
1 : 1	Ech. Ref	34,4539	--- x	--- v	34,4539
1 : 2	S1.1	33419,7	--- x	33460	33439,85
1 : 3	S1.2	33473	--- x	33470	33471,5
1 : 4	S1.3	35829,8	--- x	35890	35859,9
1 : 5	S1.4	35353,2	--- x	35350	35351,6
1 : 6	S2.1	36219,3	--- x	36330	36274,65
1 : 7	S2.2	35159,5	--- x	35180	35169,75
1 : 8	S2.3	34871,7	--- x	34980	34925,85
1 : 9	S2.4	35240,7	--- x	35320	35280,35
1 : 10	P1.1	45330,4	--- x	45540	45435,2
1 : 11	P1.2	42680,5	--- x	42900	42790,25
1 : 12	P1.3	42123	--- x	42310	42216,5
1 : 13	P1.4	43139,2	--- x	43410	43274,6
1 : 14	P2.1	40896,5	--- x	41080	40988,25
1 : 15	P2.2	43830,2	--- x	44030	43930,1
1 : 16	P2.3	43336,8	--- x	43520	43428,4
1 : 17	H1.1	6459,41	--- x	6338	6398,705
1 : 18	H1.2	6054,01	--- x	6071	6062,505
1 : 19	H1.3	6103,34	--- x	6104	6103,67
1 : 20	H1.4	8063,11	--- x	7896	7979,555
1 : 21	H2.1	6179,38	--- x	6199	6189,19
1 : 22	H2.2	6844,39	--- x	6706	6775,195
1 : 23	H2.3	6327,51	--- x	6299	6313,255

1 : 24	H2.4	6872,47	--- x	6750	6811,235
1 : 25	Cu 50ppm	47106,4	--- x	47420	47263,2
1 : 26	Témoïn T1	--- v	13,39	--- v	13,39
1 : 27	Témoïn T2	--- v	9,837	--- v	9.837

La calibration était faite de façon à couvrir tous les intervalles de concentrations et l'analyse d'une solution de Cu à 50 ppm a permis de vérifier que la courbe de calibration convenait aux valeurs avec une erreur de 5.16% qui peut dans ce cas être tolérée.

En rapportant ces résultats sur la masse initiale de l'échantillon, les masses de Cuivre dans les éprouvettes traitées sont obtenues avec la formule ci-après :

$$m_{Cu} = x * 10^{-3} * m_t * 10^{-3}$$

m_{Cu} (g): Masse du Cuivre dans l'éprouvette traitée ;

m_t (g): Masse totale de l'éprouvette traitée ;

x (ppb): Rapport ;

Par la suite, la moyenne des masses de Cu est calculée pour les 4 prises de masses initiales de chaque éprouvette pour la minéralisation ainsi les pourcentages de gain en masse peuvent être déduites en utilisant la formule suivante :

$$\text{Gain massique(\%)} = \frac{m_{CuMoy}}{m_t} * 100$$

m_{CuMoy} (g) : Moyenne des masses de Cuivre par éprouvette ;

Ce tableau résume les gains massiques obtenus après incorporation des particules avec le procédé du jet d'azote.

Tableau 21 : Gains massiques après traitement (%)

Éprouvette	% Cu
S1	3.338
S2	3.42

H1	0.659
H2	0.648
P1	4.162
P2	4.102

D'après les résultats, le pourcentage de gain massique s'est avéré plus élevé dans le cas des éprouvettes de peuplier après vient le sapin avec à peu près 1% de différence et enfin le hêtre avec un pourcentage très faible. En analysant les résultats avec les caractéristiques des essences de bois utilisées, nous pouvons constater que moins le bois est dur plus le pourcentage est important.

- Analyse des éprouvettes lessivées et comparaison :

La même méthode de traitement est appliquée quoi que dans cette partie avant d'analyser les éprouvettes, un cycle de lessivage est réalisé selon la norme NF X 41-565.

Tableau 22 : Gains massiques après lessivage

Éprouvette	% Cu (avec lessivage)	% Cu (sans lessivage)
S1	3.245	3.338
S2	3.29	3.42
H1	0.524	0.659
H2	0.534	0.648
P1	4.021	4.162
P2	3.984	4.102

Après lessivage les éprouvettes perdent à peu près 0.1% de masse et donc de particules.

5.2 Analyse de la Silice

La fusion alcaline au borate est une méthode extrêmement efficace pour la préparation d'échantillons (roches, ciments, céramiques, etc...) pour leur analyse par XRF, ICP, etc. L'échantillon sous forme de poudre est mélangé avec un fondant, généralement avec du tétraborate de lithium ou un mélange de tétra et méta-borate de lithium. Ce mélange est chauffé

jusqu'à ce que le fondant fonde et que l'échantillon se dissout dedans, permettant d'obtenir une masse claire et homogène, appelée « perle ».

Cette perle peut être soit analysée directement par XRF (Fluorescence des rayons X) soit être dissoute dans de l'acide nitrique ou chlorhydrique dilué pour une analyse en solution [18, 19].

Le premier avantage d'une préparation par fusion alcaline au borate est le temps très court (environ une dizaine de minutes) pour obtenir une perle. Le deuxième avantage est l'homogénéité des perles obtenues au niveau atomique, éliminant l'effet de la taille des particules et les effets minéralogiques associés aux disques de presse de poudre. Pour les échantillons préparés sous forme liquide, la fusion alcaline au borate peut être plus rapide qu'une même préparation par dissolution aux micro-ondes dans des récipients sous pression et évite l'utilisation d'acides dangereux (*Géoscience Environnement Toulouse*).

Dans notre cas, cette fusion a été reprise et dissoute dans l'acide, et ensuite dosée par absorption atomique au CRPG (Centre de recherches pétrographiques et géochimiques) à Nancy.

Comme mentionné précédemment, 4 répétitions ont été considérées pour chaque traitement sans et avec lessivage. La moyenne a été, par la suite, calculée et les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 23 : Résultats des analyses des éprouvettes traitées avec des particules de Grenat

Essence de bois	Moyenne des %SiO₂ sans lessivage	Moyenne des %SiO₂ après lessivage
Peuplier	0.71	0.61
Sapin	0.6	0.47
Hêtre	< 0.1	< 0.1

Pour le cas de l'utilisation des particules de Grenat, des pourcentages de gains massiques 5 à 6 fois plus faibles sont obtenus mais aussi le pourcentage de perte de masse est presque le même après lessivage. Ceci est peut-être dû au fait que les particules de cuivre sont 2 à 3 fois moins dures que les particules de Grenat et que leur granulométrie est deux fois moins grande.

6 Résistance mécanique

La dureté du bois est souvent mesurée à l'aide des échelles Monnin pour un bois ayant une humidité comprise entre 10 et 12%. Elle permet de tester sa résistance à la pénétration sur la surface radiale du bois. Cette méthode de mesure est faite par la profondeur de l'empreinte laissée par un cylindre métallique de plus de 20 mm de longueur et de 30 mm de diamètre, avec une force de 1960 Newton appliquée. Le classement des essences de bois par niveau de dureté Monnin est :

- Bois très tendre : Dureté < 1.5
- Bois tendre : Dureté comprise entre 1.5 et 3
- Bois mi-dur : Dureté comprise entre 3 et 6
- Bois dur : Dureté comprise entre 6 et 9
- Bois très dur : Dureté > 9

La dureté Monnin de chaque essence utilisée a été indiquée dans la première partie de ce chapitre. En ce qui concerne les mesures de dureté faites durant la partie expérimentale, la dureté Brinell va être considérée pour cette caractérisation et à la comparaison de la dureté d'une éprouvette traitée et non traitée [18].

Les essais de la dureté Brinell ont été faits conformément à la norme EN 408 (2003). La force a été appliquée sur trois étapes par une sphère de diamètre 10 mm. Cette force a été lentement augmentée de 0.2 kN/s sur 15 secondes. Ensuite, 3 kN de force ont été maintenue pendant 25 secondes avant d'être relâchée. 5 tests ont été réalisés pour chaque essence et chaque traitement. Ces essais ont été faits au CRITT-Bois à Épinal.



Figure 48 : Dispositif des mesures de dureté Brinell (CRITT-Bois, Epinal)

Les essais de dureté Brinell ont été effectués sur les surfaces tangentielles (T) et radiales (R) des éprouvettes de bois avec des particules de Grenat. L'échelle de Brinell mesure la dureté des matériaux en comprimant une bille, généralement en acier, sur le matériau à tester.

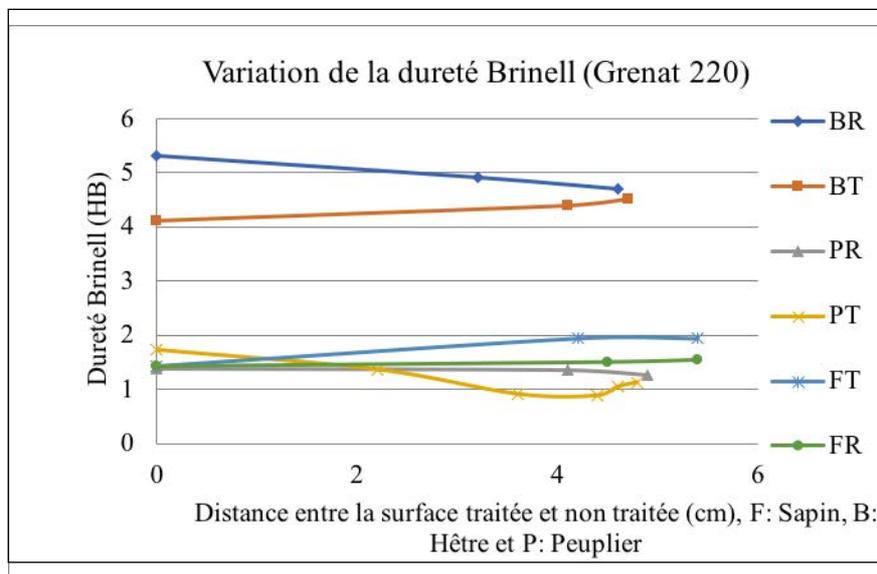


Figure 49 : Variation de la dureté Brinell

Dans le cas du *Sapin*, la dureté augmente après l'incorporation des particules pour les surfaces tangentielles et radiales.

Pour le *Peuplier*, contrairement au sapin, elle diminue.

Enfin, pour le *Hêtre*, le plus dur des essences considérées, la dureté augmente pour le cas de la surface tangentielle et diminue pour la surface radiale.

7 Tests de durabilité

Les tests de durabilité ont été réalisés sur des éprouvettes traitées avec les particules de Grenat ainsi que sur des éprouvettes traitées avec les particules de Cuivre. À la suite du traitement, certaines éprouvettes ont été lessivées pour voir l'impact du lessivage sur la durabilité. Quelques éprouvettes ont été utilisées dans leur état naturel pour qu'elles puissent servir de témoins.

Deux séries d'essais ont dû être faits à l'échelle laboratoire pour ces tests. Dans la première série, seuls les résultats des tests de durabilité du bois de hêtre traité ont été déterminés à la suite d'un souci d'humidité dans l'enceinte climatique qui a contaminé le bois de sapin et de peuplier.

Nous présenterons, en premier lieu, les résultats de la première série d'essai pour le cas du bois de hêtre traité, d'abord, avec des particules de Grenat et ensuite avec des particules de Cuivre. Nous détaillerons cette partie avec la présentation des histogrammes de perte de masse et nous donnerons un récapitulatif des résultats pour la seconde série d'essais.

7.1 Cas du bois de hêtre

7.1.1 Traitement avec des particules de Grenat

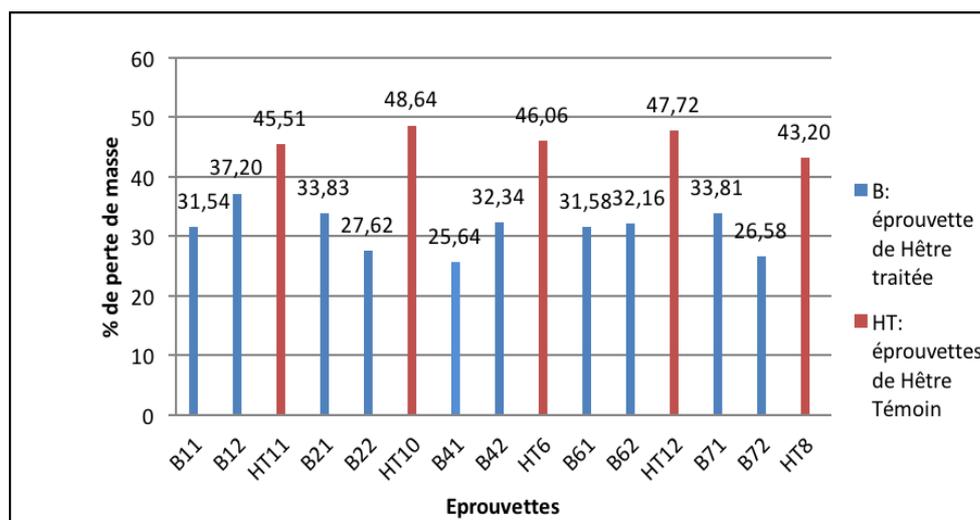


Figure 50 : Pourcentages de perte de masse pour les éprouvettes traitées avec des particules de Grenat

La figure ci-dessus représente les résultats de durabilité contre les champignons avec les particules de Grenat 220 mesh. Dans chaque boîte de pétri, on a introduit 2 éprouvettes traitées et une éprouvette non traitée qui sert comme témoin, dont la répartition sur l'histogramme par groupe de trois. On remarque que la différence des pourcentages de pertes de masses entre ceux des éprouvettes traitées et ceux des éprouvettes témoins (non traitées) n'est pas énorme, ce qui nous amène à dire que ce traitement n'est pas efficace pour la lutte contre les champignons. La silice, étant présente à un pourcentage bien défini dans le Grenat ($(\text{SiO}_2)_3$ à 30%), peut expliquer le fait que le traitement n'a pas donné les résultats souhaités. La silice étant aussi connue plutôt comme barrière pour les termites ce qui nous a amené à utiliser les particules de Cuivre, qui contrairement à la silice, est connu pour être un obstacle contre les champignons.

7.1.2 Traitement avec des particules de Cuivre

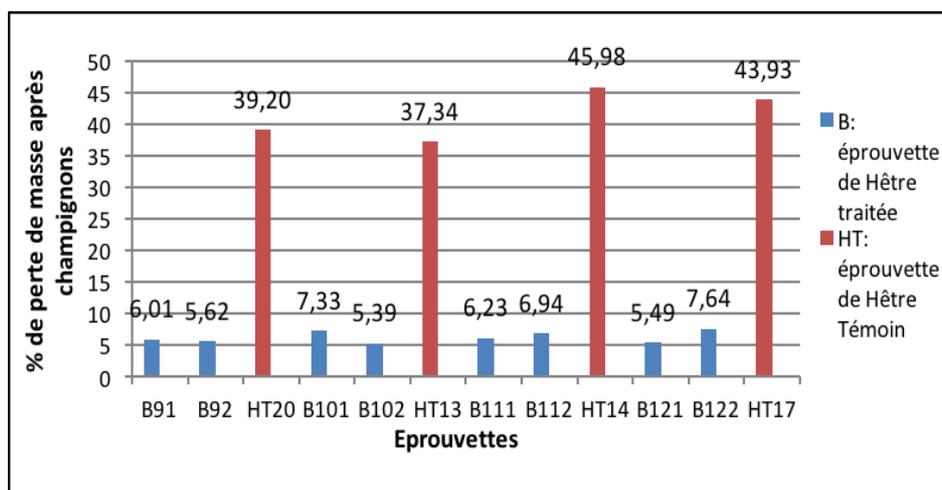


Figure 51 : Pourcentages de perte de masse pour les éprouvettes de Hêtre traitées avec des particules de Cuivre

Dans cette figure, les pourcentages de pertes de masse des éprouvettes traitées sont compris entre 5 et 8%. Ceci fait une différence importante par rapport aux éprouvettes non traitées dont les pourcentages de pertes de masses dépassent les 37%. Selon la norme NF EN 113 (1996-12-01), les pertes de masses des éprouvettes traitées doivent être entre 3 et 5% pour que le traitement puisse être considéré comme un traitement efficace mais dans la norme la méthode utilisée pour le traitement est l'imprégnation de l'éprouvette par une solution liquide d'où, peut-être, la légère différence qui peut se justifier ainsi. La protection apportée au bois par cette méthode de traitement peut donc être considérée comme suffisante et ceci confirme la bibliographie par rapport à l'efficacité de l'emploi du cuivre pour la préservation du bois contre les champignons.

La différence entre les valeurs peut se traduire par une erreur due aux mesures de masses mais aussi à la non homogénéité du traitement.

7.2 Tableau récapitulatif des tests de durabilité

Le tableau ci-dessous résume les résultats des tests de durabilité sur les trois essences de bois étudiées avec les deux types de particules avec ou sans lessivage.

Tableau 24 : Tableau récapitulatif des résultats des tests de durabilité

Essence	Lessivage	Perte de masse sur les témoins	Perte de Masse (%)	
			Traitement avec du Cuivre	Traitement avec du Grenat
Hêtre	Non	45.33±2.257	6.504±0.872	31.231±2.608
	Oui		17.425±0.45	40.52±1.95
Sapin	Non	60.773±3.943	7.256±0.63	40.585±2.143
	Oui		18.52±0.75	49.426±2.655
Peuplier	Non	44.716±5.02	5.75±0.452	35.28±1.24
	Oui		16.86±0.84	45.245±1.954

En concluant après les différents tests, le traitement des éprouvettes avec des particules de Cuivre est plus efficace contre les champignons. Entre les éprouvettes lessivées et non lessivées, il existe une différence de pourcentage de perte de masse égal à peu près à 10%.

La comparaison des résultats des trois essences sera peu convaincante vu que les valeurs des pertes de masses ne sont pas très éloignées les unes des autres. Il est quand même possible de conclure que le Hêtre a donné le meilleur résultat ensuite le Peuplier et enfin le Sapin. Par rapport au lessivage, il y a une assez importante perte de particules de Cuivre quel que soit l'essence du bois utilisée.

8 Conclusion

Grace à la diversité des essences de bois en Europe et dans le monde ainsi que le large choix possible sur les particules au niveau du marché industriel, nous pouvons affirmer que plusieurs autres types de traitements sont possibles. En effet, la composition du bois fonctionnel ne se limiterait donc pas aux choix préalablement cités.

Les caractérisations faites que ce soit par techniques d'imageries ou encore les caractérisations mécaniques, chimiques mais aussi microbiologiques ont montré que le bois traité par la technologie du jet d'azote acquière de nouvelles propriétés et s'enrichit par rapport à son état naturel.

Conclusion générale et perspectives

Le bois est un matériau à la fois naturel, renouvelable, recyclable et biodégradable. Sa description fût le sujet du deuxième chapitre de la thèse. Cependant, malgré ses qualités, il présente, comme tout autre matériau, quelques inconvénients. Vu l'intérêt qu'il porte nationalement et internationalement, diverses recherches, que ce soit à l'échelle laboratoire ou dans les centres de recherches industrielles, ont été menées pour améliorer les méthodes de son traitement et ceci dans le but de le fonctionnaliser.

Toujours dans l'esprit de pouvoir produire un « *bois intelligent* », dans le cadre de cette thèse, notre objectif était de prouver la faisabilité d'une nouvelle approche technologique innovante visant la fonctionnalisation du matériau : le procédé utilisé est le jet d'azote à haute pression et à basse température installée au sein du CRITT-TJFU de Bar le Duc. Étant les premiers à avoir essayé ce procédé sur le matériau bois, au début, nous avons commencé par une étude de faisabilité et ensuite nous avons poursuivi en fixant certaines propriétés à analyser après traitement. Le troisième chapitre a décrit, en premier lieu, les différentes méthodes standards utilisées pour le traitement du bois et, en un second lieu, il a présenté la technologie de jet d'azote avec ses différents éléments et son fonctionnement.

Après avoir présenté notre matériau et la technologie choisie pour son traitement, nous sommes passés au quatrième chapitre constituant le cœur de cette thèse. Premièrement, nous avons présenté l'étude de faisabilité de l'incorporation des particules dans le matériau bois. Par la suite, nous avons décrit également les matériels et les méthodes expérimentales destinés à la caractérisation des éprouvettes de bois traitées et, enfin, nous avons conclu avec les résultats obtenus et leurs interprétations.

Grace à la diversité des essences de bois et le large choix possible des particules, nous pouvons affirmer que plusieurs autres types de traitements sont possibles et peuvent bien faire l'objet d'ultérieures recherches sur le bois : Ce qui enrichit encore plus ce sujet avec des perspectives bien prometteuses et diversifiées. En effet, le bois fonctionnel ne se définit pas seulement avec notre choix, au contraire, il est possible de varier sa composition selon l'objectif désiré. Les caractérisations microscopiques, mécaniques, chimiques et biologiques ont prouvé que le bois traité par le procédé du jet d'azote peut acquérir de nouvelles fonctionnalités et s'enrichir en tant que matériau.

Étant innovant, ce sujet promet différentes ouvertures vers d'autres caractérisations selon l'essence du bois et les particules utilisées. Les perspectives s'avèrent alors nombreuses et

intéressantes. Parmi les fonctions que le matériau bois peut acquérir après traitement, nous avons pu prouver surtout la fonction biologique par rapport à la résistance aux champignons durant ces travaux de thèse. Il existe plusieurs autres fonctions à étudier dont :

- Les fonctions écologiques : Antipollution, résistance au feu, bio-construction...
- Les fonctions écrans : Conduction magnétique (antennes, déconnexion de certaines fréquences de réseau...)
- Les fonctions mécaniques : Application au plancher antidérapant...
- Les fonctions visuelles : Couleur sèche, effets réfléchissants (guide de lumière, confort visuel...) ...
- Les fonctions thermiques : Conduction thermique par effet Joule, conduction électrique, application au plancher chauffant...

Pour consolider les résultats des tests de durabilité contre les champignons et affirmer les améliorations apportées au matériau bois par ce traitement vis-à-vis les fonctions biologiques pouvant être acquises, des tests de durabilité sont en cours pour la résistance des éprouvettes traitées contre les termites.

Mis à part les caractérisations expérimentales, une étude de modélisation a été entamée au début de la thèse pour mieux comprendre le procédé du jet d'azote entraînant des particules et se projetant sur le matériau. Une modélisation de l'écoulement de l'ensemble « azote + particules » serait un atout afin de mieux analyser le phénomène ainsi qu'une modélisation du matériau bois après traitement pour voir les différentes possibilités d'incrustation des particules et /ou leur déformation. En annexe, nous avons mis une première partie de la modélisation d'un matériau poreux à étudier plus en détails dans d'ultérieures sujets de recherches.

Grace à ces travaux de thèse, ce matériau fonctionnel « intelligent » fait preuve d'innovation et de promesses vers des recherches plus approfondies et un avenir valorisant encore plus le bois.

Annexes

1 Modélisation du matériau étudié

Comme nous l'avons mentionné précédemment au départ le sujet de la thèse était basé sur une étude numérique de l'écoulement bi-phasique liquide-gaz du jet d'azote abrasif suivie d'une modélisation du bi-matériau bois-particules accompagnée de simulations étudiant sa conductivité thermique.

Cette partie a donc été entamée au début de la thèse et une série de simulations a été étudiée dans le cadre de la modélisation du matériau. Nous présenterons dans cette partie les premiers résultats numériques obtenus et nous notons qu'une suite de travail sur cette partie peut faire projet d'une grande partie des perspectives. Cette partie a été réalisée avec la collaboration de Pr. Rachid Bennacer de l'ENS-Cachan.

1.1 Contexte

Le fait de percoler le bois par un effet Joule peut donner une puissance qui peut être exploitée par la suite à l'échelle industrielle. Le bois étant thermosensible, il faut donc s'assurer durant son emploi de pas atteindre sa température de dégradation.

Pour avoir une idée sur le comportement physique du bi matériau, on va simuler un substrat (cube) avec des particules à l'intérieur en fixant le rapport de conductivité solide/solide, la profondeur de dopage qui représente la profondeur d'incrustation des particules, le terme source appliqué et la porosité.

Les effets étudiés sont :

- Effet du seuillage ;
- Effet du taux de chargement (profondeur des inclusions)
- Effet du terme source (pour une densité donnée, i.e. seuillage fixé)
- Effet conductivité (avec le profil de température)

1.2 Effet du seuillage :

Différentes morphologies du matériau sont présentées dans Figure 52 pour différents niveaux de seuillage qui correspondent à différentes valeurs de porosité. Pour cela, quatre niveaux de seuillage ont été étudiés.

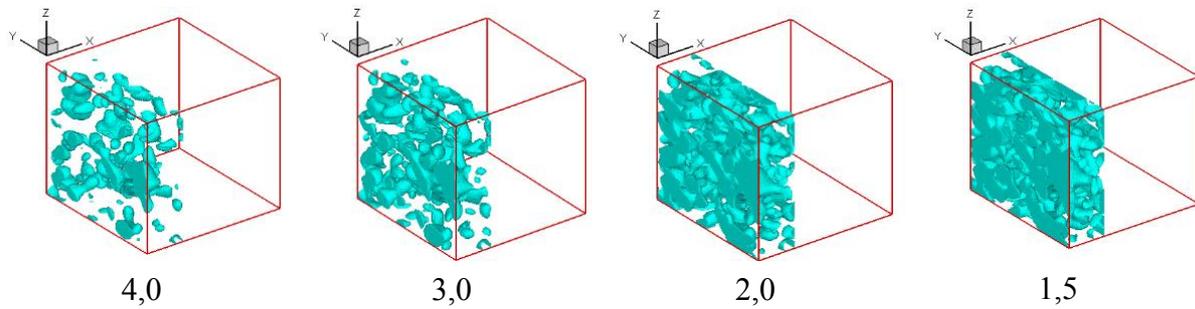


Figure 52 : Excursion d'une réalisation aléatoire corrélée d'un champ 3D d'un solide très poreux à un domaine de faible porosité pour différentes valeurs du seuil

Sur les Figure 53, les surfaces gauche et droite sont considérées à des températures constantes mais différentes imposées. Pour les deux exemples ci-dessous, le terme source a été fixé à 60°C . En agissant sur le seuillage, on peut modifier la structure et par conséquent la porosité.

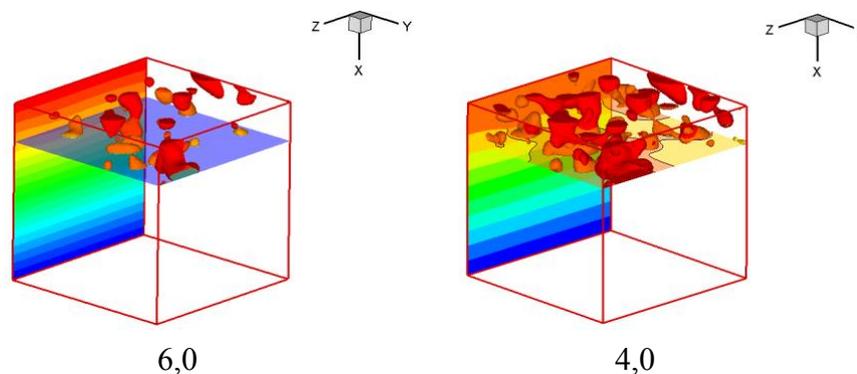
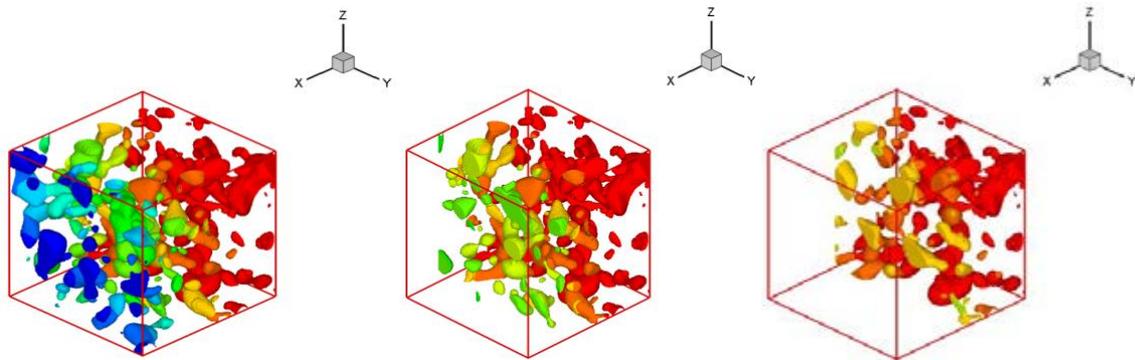


Figure 53 : Modélisation 3D d'un solide poreux soumis à un terme source de 60°C pour deux différents seuils

1.3 Effet de la profondeur d'inclusion

Les résultats obtenus suite aux essais précédemment présentés dans ce même chapitre ont montré que la profondeur d'incrustation varie selon l'essence du bois choisie et les particules utilisées. La simulation nous donne la possibilité de délimiter la profondeur de dopage (de

l'incrustation des particules) comme le montrent les figures ci-dessous.



1.4 Effet du terme source

Pour un seuil égal à 4,0 on remarque l'effet de la température appliquée à chaque fois sur le modèle considéré dans les exemples ci-dessous :

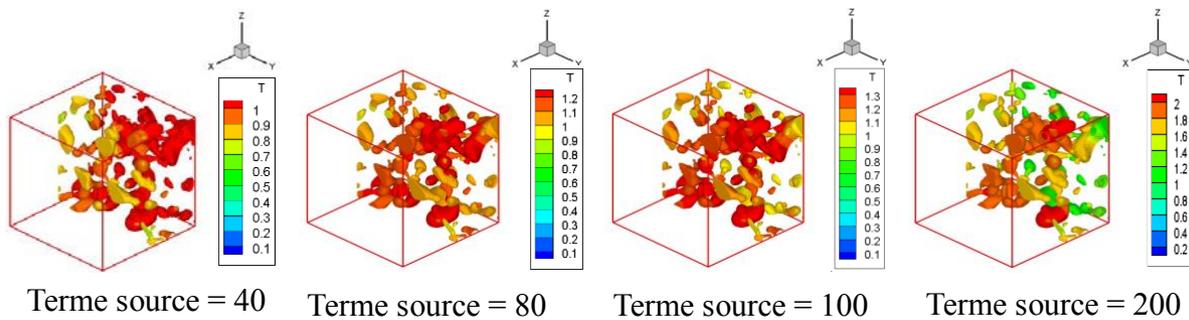
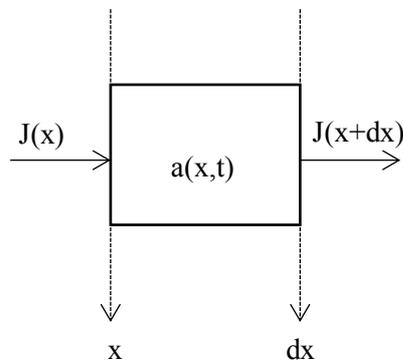


Figure 54 : Effet du terme source

Plus on augmente le terme source, plus on a un phénomène d'échauffement dans le volume. L'équation de la chaleur est détaillée ci-après.



Le bilan global sur cette tranche élémentaire donne :

$$\frac{\partial a(x, t)}{\partial t} = -\frac{\partial J(x, t)}{\partial x} + r(x, t)$$

Avec $r(x, t)$ si il y a réaction de $a(x, t)$ avec un taux r , c'est ce qu'on définira par « terme source ».

Appliquons cette expression à l'énergie en supposant que le milieu est fixe et de densité constante et en reliant les variations d'énergie aux variations de température :

$$\frac{\partial a(x, t)}{\partial t} = \rho C_p \frac{\partial T(x, t)}{\partial t}$$

On définit $J=q$ le flux d'énergie, d'après la loi de Fourier :

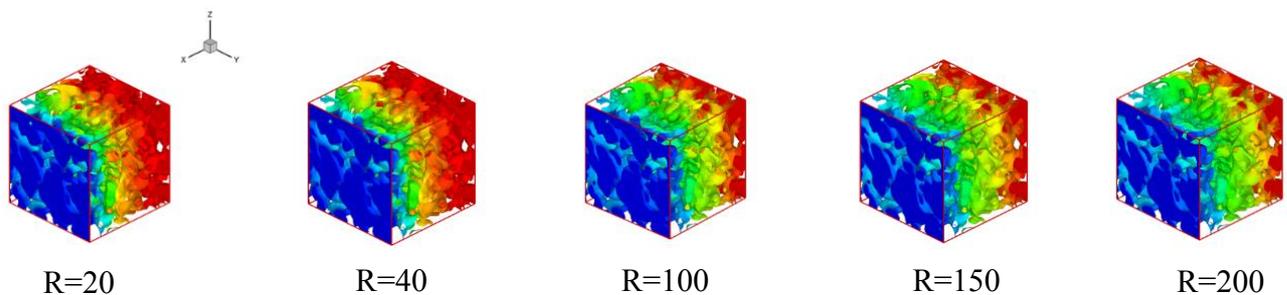
$$q = -k \frac{\partial T(x, t)}{\partial x}$$

Avec k : le coefficient de conductivité thermique, d'où l'équation finale suivante :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(k \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \right) + r$$

1.5 Effet conductivité (avec profil de température)

Les valeurs fixées pour l'étude de l'effet du rapport de conductivité sont : un Terme source de 30°C et un seuil minimal de 1,0. Les courbes ci-dessous dessinent les profils de la température pour différents rapports de conductivités.



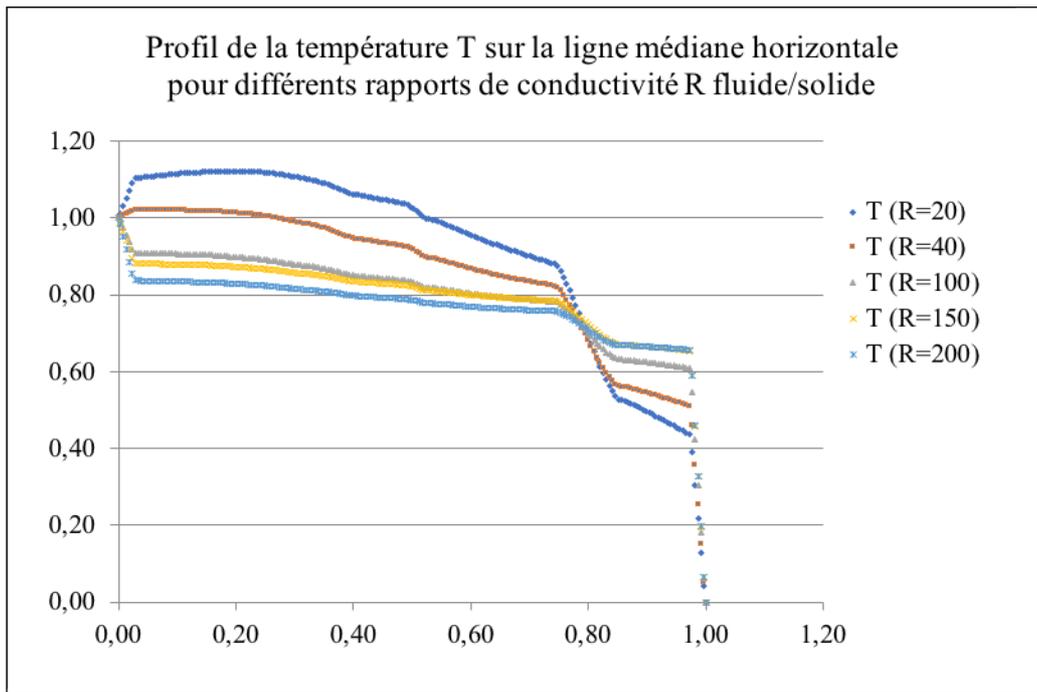


Figure 55 : Profil de la température sur la ligne médiane horizontale pour différents rapports de conductivité

Résumé

Le bois est un matériau à la fois naturel, renouvelable, recyclable et biodégradable. Cependant, malgré ses qualités, il présente, comme tout autre matériau, quelques inconvénients. Ce sujet de thèse porte sur une étude de faisabilité technologique d'enrichissement d'un substrat bois par des charges, aux propriétés physiques et chimiques données, incorporées par voie physique au moyen d'un procédé innovant qui est le procédé de jet d'azote à haute pression installé dans la plateforme expérimentale du CRITT-TJFU. L'innovation consiste à conférer aux particules des vitesses élevées (400-700 m/s) par la seule action de la pression hydrodynamique du flux d'azote, sans apport de chaleur. Les températures mises en jeu sont compatibles pour un usage sur bois sans altération des propriétés mécaniques et géométriques de la structure enrichie. Trois essences de bois (sapin, peuplier et hêtre) ont été traitées sous différentes conditions d'impact de deux types de particules (grenat et cuivre). Les caractérisations réalisées que ce soit par techniques d'imageries ou encore les caractérisations mécaniques, chimiques mais aussi microbiologiques ont montré que le bois traité par la technologie du jet d'azote acquiert de nouvelles propriétés et s'enrichit par rapport à son état naturel.

Mots clés : Bois, jet d'azote, particule, fonctionnalisation...

Abstract :

Wood is a material that is both natural, renewable, recyclable and biodegradable. However, despite its qualities, it presents, like any other material, some disadvantages. This PhD thesis deals with a technological feasibility study for the enrichment of a wood substrate by fillers, with specific physical and chemical properties, incorporated by physical means using an innovative process that is the nitrogen jet process at high pressure installed in the experimental platform of the CRITT-TJFU. The innovation consists in giving the particles high velocities (400-700 m/s) by the only action of the hydrodynamic pressure of the nitrogen flow, without any addition of heat. The temperatures are compatible for use on wood without altering the mechanical and geometrical properties of the enriched structure. Three types of wood (fir, poplar and beech) were treated under different impact conditions of two types of particles (garnet and copper). The characterizations carried out either by imaging techniques or even the mechanical, chemical but also microbiological characterizations have shown that wood treated by nitrogen jet technology acquires new properties and is enriched compared to its natural state.

Key words : Wood, nitrogen jet, particle, functionalization ...