



**HAL**  
open science

# Etude expérimentale et modélisation multi-échelles du comportement hygro-mécanique des matériaux de construction : cas du bois

Chady El Hachem

## ► To cite this version:

Chady El Hachem. Etude expérimentale et modélisation multi-échelles du comportement hygro-mécanique des matériaux de construction : cas du bois. Génie civil. Université Paris Saclay (COMUE), 2017. Français. NNT : 2017SACLN051 . tel-03506247

**HAL Id: tel-03506247**

**<https://theses.hal.science/tel-03506247>**

Submitted on 2 Jan 2022

**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.

# Etude expérimentale et modélisation multi-échelles du comportement hygro-mécanique des matériaux de construction : cas du bois

Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay  
Préparée à l'École normale supérieure Paris-Saclay

École doctorale n°579  
Sciences mécaniques et énergétiques, matériaux et géosciences  
Spécialité de doctorat: Génie civil

Thèse présentée et soutenue à Cachan, le 27/11/2017, par

**Chady EL HACHEM**

Composition du Jury :

Dominique BAILLIS-DOERMANN Professeur, INSA Lyon	Rapporteur
Fatima CHARRIER - EL BOUHTOURY Maître de conférences, Université de Pau et des Pays de l'Adour	Examinatrice
Frédéric DUBOIS Professeur, Université de Limoges	Rapporteur
Monika WOLOSZYN Professeur, Université Savoie Mont Blanc	Présidente
Stéphane POYET Chercheur, CEA Saclay	Examineur
Rachid BENNACER Professeur, ENS Paris-Saclay	Directeur de thèse
Kamilia ABAHRI Maître de conférences, ENS Paris-Saclay	Co-encadrante



*« Cherchons comme cherchent ceux qui trouvent et trouvons comme trouvent ceux qui doivent chercher encore. Car il est écrit : celui qui est arrivé au terme ne fait que commencer... »*

Saint Augustin

*A ma famille*

*A Maria*



## Remerciements

Ce travail de thèse a été effectué au Laboratoire de Mécanique et Technologie (LMT) de l'ENS Paris-Saclay. Je souhaite, au début de ce manuscrit, exprimer ma gratitude à toutes les personnes qui m'ont accompagné durant ces trois années, et qui ont contribué à la concrétisation de cette thèse.

Je tiens à adresser mes vifs remerciements à mon directeur de thèse, Monsieur Rachid BENNACER, Professeur à l'ENS Paris-Saclay. Sa confiance, son encouragement et ses précieux conseils m'ont toujours poussé à avancer. Mes remerciements s'adressent aussi à mon co-cadranter, Madame Kamilia ABAHRI, Maître de Conférences à l'ENS Paris-Saclay. Son assistance, son support continu, et sa motivation m'ont assuré les meilleures conditions de travail.

Je remercie vivement Madame Dominique BAILLIS-DOERMANN, Professeur à l'INSA Lyon, et Monsieur Frédéric DUBOIS, Professeur à l'Université de Limoges, pour avoir accepté de rapporter mon travail de thèse.

Je tiens de même à remercier Madame Fatima CHARRIER - EL BOUHTOURY, Maître de Conférences à l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, pour ses conseils et ses avis. Je la remercie aussi, ainsi que Madame Monika WOLOSZYN, Professeur à l'Université de Savoie-Mont Blanc, et Monsieur Stéphane POYET, chercheur au CEA Saclay, pour leur disponibilité et pour avoir accepté de faire partie du jury de thèse.

Un grand merci à tous les membres du LMT et du département de génie civil de l'ENS Paris-Saclay : amis, collègues, permanents, gestionnaires, informaticiens, techniciens, ingénieurs de recherche, et particulièrement tous les doctorants que j'ai côtoyés. J'ai beaucoup apprécié l'ambiance amicale qui règne au sein de la grande famille du LMT.

Un très grand merci à mes parents, Elias et Myrna. Je n'aurais jamais pu arriver là où je suis aujourd'hui sans leur soutien continu. Les mots ne décriront jamais de combien je leur suis et resterai pour toujours redevable. Je remercie aussi mon frère Ziad et ma sœur Rita, qui ont été présents à mes côtés et qui m'ont tout le temps encouragé. Notre solidarité demeurera une source

de force, de courage et de persistance. Je remercie de même mes beaux-parents pour leur support. Pour finir, je ne remercierai jamais assez mon épouse Maria pour avoir été si patiente et pour avoir pris grand soin de moi. Son support, son encouragement, et ses sacrifices tout au long de la thèse m'ont incité à travailler de mon mieux pour mener ce travail à terme. Merci mon « *Fan Number 1* ». Ce succès n'est qu'un premier chapitre dans notre aventure.

# Table des matières

<b>Table des matières.....</b>	<b>i</b>
<b>Liste des figures.....</b>	<b>v</b>
<b>Liste des tableaux.....</b>	<b>xi</b>
<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>2</b>
<b>CHAPITRE I. GENERALITES SUR LE MATERIAU BOIS : DE L'ANATOMIE AU COMPORTEMENT HYGRO-MECANIQUE .....</b>	<b>8</b>
I.1 Introduction.....	8
I.2 Le bois dans la construction.....	9
I.3 Structure anatomique et anisotropique.....	14
I.3.1 Echelle macroscopique.....	16
I.3.2 Echelle microscopique .....	18
I.3.3 Structure de la paroi cellulaire .....	20
I.4 Comportement hygroscopique .....	22
I.4.1 L'eau dans le bois.....	23
I.4.2 Phénomène d'hystérésis .....	23
I.4.3 Point de saturation des fibres .....	26
I.4.4 Variations dimensionnelles .....	27
I.5 Propriétés microscopiques pour le couplage hygro-mécanique.....	30
I.5.1 Propriétés hygriques .....	30
I.5.2 Propriétés mécaniques.....	33
I.5.3 Propriétés d'hygro-expansion .....	36

I.6 Etudes microscopiques thermo-hygro-mécaniques sur le bois .....	39
I.7 Conclusion .....	41
<b>CHAPITRE II. ANALYSE DU COMPORTEMENT HYGROMORPHIQUE PAR MICRO-TOMOGRAPHIE AUX RAYONS X .....</b>	<b>44</b>
II.1 Introduction .....	44
II.2 Revue bibliographique.....	45
II.3 Micro-tomographie aux rayons X (μtomo) .....	47
II.4 Caractérisation morphologique du bois d'épicéa à très haute résolution .....	48
II.4.1 Protocole expérimental .....	49
II.4.2 Traitement d'images et reconstruction 3D.....	50
II.4.3 Individualisation des lumens.....	52
II.4.4 Diamètres des lumens .....	54
II.4.5 Epaisseurs des parois cellulaires .....	55
II.5 Analyse du comportement hygromorphique .....	56
II.5.1 Protocole expérimental et montage utilisé pour le conditionnement hygrique.....	57
II.5.2 Traitement d'images et reconstruction 3D.....	60
II.5.3 Estimation du gonflement : variations dimensionnelles locales .....	61
II.5.4 Evolutions de porosité et de surface spécifique .....	67
II.6 Analyses et discussion .....	70
II.7 Conclusion .....	72
<b>CHAPITRE III. INTERACTIONS HYGRIQUES DE L'EAU LIEE ET DE L'EAU LIBRE A L'ECHELLE DE LA PAROI CELLULAIRE.....</b>	<b>76</b>
III.1 Introduction .....	76
III.2 Revue bibliographique .....	77
III.3 Suivi et quantification de l'adsorption d'humidité.....	78
III.3.1 Résonance magnétique nucléaire (RMN).....	79

III.3.2 Protocole expérimental et montage .....	81
III.3.3 Méthode de post-traitement .....	83
III.3.4 Analyse des résultats .....	85
III.4 Evolution des constituants chimiques sur le cycle de sorption .....	90
III.4.1 Diffraction des rayons X (DRX) .....	91
III.4.2 Forme cristalline de la cellulose .....	92
III.4.3 Protocole expérimental et montage .....	95
III.4.4 Méthode de post-traitement .....	97
III.4.5 Analyse des résultats .....	99
III.5 Interprétations générales .....	102
III.6 Conclusion.....	103
<b>CHAPITRE IV. REPONSE MECANIQUE SUITE A DES SOLLICITATIONS HYGRIQUES PAR CORRELATION 3D.....</b>	<b>106</b>
IV.1 Introduction.....	106
IV.2 Revue bibliographique .....	107
IV.3 Mesures de champs cinématiques : Corrélation 3D.....	108
IV.4 Méthode de travail .....	115
IV.5 Calcul d'incertitude et paramètres utilisés .....	116
IV.6 Réponse cinématique dans les différentes directions du bois .....	118
IV.7 Conclusion .....	124
<b>CHAPITRE V. MODELISATION HYGRO-MECANIQUE SUR LA STRUCTURE REELLE 3D : CAS LOCALEMENT ISOTROPE .....</b>	<b>126</b>
V.1 Introduction .....	126
V.2 Revue bibliographique .....	127
V.3 Volumes et maillages .....	130

V.3.1 Choix des volumes représentatifs pour la modélisation .....	130
V.3.2 Maillage des volumes réels.....	132
V.3.3 Projection des champs de déplacements sur le volume réel .....	133
V.4 Démarche numérique.....	134
V.5 Développement du modèle thermo-hygro-mécanique .....	136
V.5.1 Conditions aux limites hygriques et mécaniques.....	138
V.5.2 Propriétés hygriques et mécaniques locales .....	139
V.6 Sensibilité liée au choix des paramètres à identifier .....	140
V.7 Algorithme de minimisation de Levenberg-Marquardt.....	142
V.8 Identification des paramètres.....	143
V.9 Cas localement anisotrope : étude préliminaire .....	146
V.9.1 Propriétés hygriques et mécaniques locales .....	146
V.9.2 Sensibilité des paramètres.....	147
V.10 Interprétations générales.....	149
V.11 Conclusion.....	150
<b>CONCLUSIONS ET PERSPETIVES .....</b>	<b>154</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>158</b>
<b>ANNEXE.....</b>	<b>169</b>

## Liste des figures

Figure I.1 : Répartition des consommations énergétiques par secteur d'activités en France en 2016 (SOeS, 2016).....	9
Figure I.2 : Variations de l'humidité relative intérieure d'une pièce revêtue de panneaux de bois lors d'un cycle diurne, basées sur des simulations et des mesures expérimentales (Künzel et al., 2005). .....	11
Figure I.3 : Variations de la température intérieure d'une pièce d'un logement résidentiel (du 27 novembre 2013 au 28 février 2014), basées sur des simulations et des mesures expérimentales (Magalhães et al., 2016).....	12
Figure I.4 : Evolution de la conductivité thermique de l'OSB, l'isolant de fibres en bois, et le bois d'épicéa en fonction de la teneur en eau du matériau (Vololonirina et al., 2014). .....	14
Figure I.5 : Structure anatomique du bois avec les grandeurs caractéristiques de chaque échelle (Harrington et al., 1998).....	15
Figure I.6 : Structure générale d'un tronc d'arbre. ....	17
Figure I.7 : Directions et plans principaux du bois (Guitard, 1987).....	18
Figure I.8 : Exemple d'organisation cellulaire d'un bois de résineux (Pierre, 2011).....	19
Figure I.9 : Exemple d'organisation cellulaire d'un bois de feuillus (Pierre, 2011). ....	20
Figure I.10 : Représentation des couches constituant la paroi cellulaire du bois (Persson, 2000). .....	21
Figure I.11 : Courbe d'hystérésis du bois d'épicéa calculée à une température de 25°C.....	24
Figure I.12 : Courbe de sorption du bois d'épicéa, à des températures de 20, 40, 60, 80 et 100°C (Stamm, 1964).....	25

Figure I.13 : Déformation de retrait du bois d'érable à sucre en fonction de sa teneur en eau, pour une température de 21 °C (Hernández and Bizoň, 1994). .....	29
Figure I.14 : Déformation de retrait radial en fonction de la déformation de retrait tangentiel du bois d'épicéa, pour le bois de printemps et le bois d'été (Almeida et al., 2014). .....	40
Figure II.1 : Principe de la micro-tomographie aux rayons X. ....	47
Figure II.2 : Micro-tomographe MicroXCT-400 (CEREGE). .....	50
Figure II.3 : Reconstruction de scans de dimensions 300x300x300 pixel <sup>3</sup> avec une résolution de 0,5 µm/pixel : bois de printemps (a) et bois de transition (b). .....	51
Figure II.4 : Cellule sur-segmentée (a) et résultats finaux d'individualisation (b). .....	53
Figure II.5 : Cellules individualisées à une résolution de 0,5 µm/pixel. ....	53
Figure II.6 : Diamètres des lumens des bois de printemps et de transition avec une résolution de 0,5 µm/pixel. ....	54
Figure II.7 : Epaisseurs des parois cellulaires des bois de printemps et de transition avec une résolution de 0,5 µm/pixel. ....	56
Figure II.8 : Dispositif de conditionnement utilisé pour conserver la teneur en eau du matériau et pour maintenir la position de l'échantillon d'un scan à l'autre. ....	59
Figure II.9 : Micro-tomographe X50 (LMT). .....	60
Figure II.10 : Reconstruction de scans de dimensions 500x500x500 pixel <sup>3</sup> avec une résolution de 3,35 µm/pixel : bois de printemps (a) et bois de transition (b). .....	61
Figure II.11 : Diamètres des lumens d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%, avec une résolution de 3,35 µm/pixel. ....	62
Figure II.12 : Epaisseurs des parois cellulaires d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%, avec une résolution de 3,35 µm/pixel. ....	63
Figure II.13 : Diamètres des lumens d'un échantillon de bois de transition à différentes humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%, avec une résolution de 3,35 µm/pixel. ....	64

Figure II.14 : Epaisseurs des parois cellulaires d'un échantillon de bois de transition à différentes humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%, avec une résolution de 3,35 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .....	65
Figure II.15 : Diamètres des lumens d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 72%, 79%, 87% et 95%, avec une résolution de 3,35 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .....	66
Figure II.16 : Epaisseurs des parois cellulaires d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 72%, 79%, 87% et 95%, avec une résolution de 3,35 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .....	67
Figure II.17 : Le bois de transition (a) et les évolutions de porosité dans les directions tangentielle, radiale et longitudinale (b). .....	68
Figure II.18 : Porosité et surface spécifique d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 72%, 79%, 87% et 95%, avec une résolution de 3,35 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .....	69
Figure II.19 : Schématisation de la réponse microscopique du bois d'épicéa soumis à des sollicitations hygriques inférieures à 79% d'humidité relative.....	71
Figure III.1 : Phénomène de relaxation, suite à une impulsion à 90° : (a) application du champ magnétique intense $B_0$ , (b) application du champ magnétique tournant $B_1$ , (c) phénomène de relaxation.....	80
Figure III.2 : Spectroscopie-Bruker Minispec MQ20 ND-Series (CRM2 - Université de Lorraine). .....	82
Figure III.3 : Montage utilisé pour les tests RMN en fonction de l'humidité relative. ....	83
Figure III.4 : Diagramme de RMN, qui montre les temps de relaxation longitudinale $T_1$ caractéristiques de l'eau liée et de l'eau libre, avec les aires sous le pic de chacun. ....	84
Figure III.5 : Diagramme de RMN, qui montre les temps de relaxation transversale $T_2$ caractéristiques de l'eau liée et de l'eau libre, avec les aires sous les pics de chacun.....	85
Figure III.6 : Evolution des diagrammes de RMN du temps de relaxation longitudinale $T_1$ , obtenus entre des humidités relatives de 0% et 79%, avec un intervalle de 12 heures entre deux acquisitions successives. ....	86
Figure III.7 : Evolution des aires sous les pics d'eau liée et d'eau libre, entre des humidités relatives de 0% et 79%, avec un intervalle de 12 heures entre deux points successifs. ....	87

Figure III.8 : Evolution des diagrammes de RMN du temps de relaxation longitudinale $T_1$ , obtenus entre des humidités relatives de 79% et 95%, avec un intervalle de 12 heures entre deux acquisitions successives.....	88
Figure III.9 : Evolution des aires sous les pics d'eau liée et d'eau libre, entre des humidités relatives de 79% et 95%, avec un intervalle de 12 heures entre deux points successifs. ....	88
Figure III.10 : Evolution de la teneur en eau liée, en eau libre, et de la teneur en eau totale du matériau en fonction du temps.....	89
Figure III.11 : Principe de la loi de Bragg. ....	92
Figure III.12 : Structure chimique de la cellulose (Lekounougou, 2008).....	93
Figure III.13 : Spectre de DRX de la cellulose.....	94
Figure III.14 : Forme géométrique de la cellulose (a) et plan principal (002) (b).....	95
Figure III.15 : Diffractomètre Bruker D2 Phaser (SATIE - ENS Paris-Saclay).....	96
Figure III.16 : Dôme transparent avec couteau anti-diffusion.....	97
Figure III.17 : Diagramme de diffraction du bois d'épicéa obtenu à une humidité relative de 10% et une température de 25°C.....	99
Figure III.18 : Phase amorphe et bruit de fond tout au long du cycle de sorption, pour des humidités relatives de 10%, 60%, 72%, 79% et 87%.....	100
Figure III.19 : Evolution de la phase cristalline tout au long du cycle de sorption, pour des paliers d'humidités relatives de 10%, 60%, 72%, 79% et 87%.....	101
Figure III.20 : Evolution de la largeur à mi-hauteur des pics cristallins et des distances interréticulaires du plan (002), pour des humidités relatives de 10%, 60%, 72%, 79% et 87%..	101
Figure IV.1 : Principe de l'approche locale.....	109
Figure IV.2 : Principe de l'approche globale.....	110
Figure IV.3 : Niveau de gris (équivalent couleur) du volume de référence de l'échantillon de bois de printemps à un état sec, utilisé en corrélation 3D (200x200x200 pixel <sup>3</sup> ). ....	115
Figure IV.4 : Incertitude de mesure du déplacement en fonction de la taille d'éléments.....	117

Figure IV.5 : Incertitude de mesure du déplacement en fonction de la longueur de régularisation, pour une taille d'éléments de 8 pixels dans les trois directions.....	118
Figure IV.6 : Champs de résidus en niveau de gris pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.....	119
Figure IV.7 : Champs de déplacement volumique dans la direction tangentielle du bois pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.....	120
Figure IV.8 : Champs de déplacement volumique dans la direction radiale du bois pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.....	121
Figure IV.9 : Champs de déplacement volumique dans la direction longitudinale du bois pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.....	121
Figure IV.10 : Champs de déplacement transversal à mi-épaisseur dans le plan tangentiel-radial pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.....	122
Figure IV.11 : Champs de déplacement radial à mi-épaisseur dans le plan tangentiel-radial pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.....	122
Figure IV.12 : Champs de déplacement longitudinal à mi-épaisseur dans le plan tangentiel-radial pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.....	123
Figure V.1 : Volume initial utilisé pour le post-traitement sur iMorph, volume utilisé pour la corrélation d'images volumiques et volume utilisé pour la modélisation. ....	131
Figure V.2 : Seuillage et maillage de la matrice solide (a) et de la porosité (b) du volume reconstruit utilisé pour la modélisation.....	132
Figure V.3 : Projections des champs de déplacement tangentiel (a), radial (b) et longitudinal (c) sur la matrice solide du bois.....	134

Figure V.4 : Démarche numérique adoptée. ....	135
Figure V.5 : Matrice de sensibilité des paramètres mécaniques : module d'Young $E$ , coefficient de Poisson $\nu$ et coefficient de gonflement $\beta$ . ....	141
Figure V.6 : Volume initial (humidité relative de 0% et température de 25°C) utilisé en numérique (a) et volume final déformé (humidité relative de 72% et température de 25°C) avec une amplification des déplacements de 5 (b).....	144
Figure V.7 : Champs de résidus des déplacements numériques et de corrélations volumiques pour un jeu de paramètres initial ( $E=35\text{GPa}$ ; $\nu=0,3$ ; $\beta=0,4$ ) : (a) direction tangentielle, (b) direction radiale, (c) direction longitudinale.....	145
Figure V.8 : Minimisation de l'erreur entre l'expérimentation et le numérique, et identification du coefficient de Poisson $\nu$ et du coefficient de gonflement $\beta$ . ....	145
Figure V.9 : Matrice de sensibilité des paramètres mécaniques anisotropes : modules d'Young, coefficients de cisaillement, coefficients de Poisson, et coefficients de gonflement. ....	148

## Liste des tableaux

Tableau I.1 : Paramètres de rigidité équivalents déterminés à partir de modèles de parois cellulaires de bois de printemps et de bois d'été, en utilisant de faibles, moyennes, et grandes propriétés de rigidité des constituants chimiques (Persson, 2000). .....	34
Tableau I.2 : Revue de littérature sur les paramètres de rigidité de la cellulose (Persson, 2000). 35	
Tableau I.3 : Coefficients de gonflement dans les directions radiale et tangentielle des parois cellulaires du bois de printemps et du bois d'été, utilisés par (Rafsanjani et al., 2012a). .....	38
Tableau V.1 : Module d'Young (GPa), module de cisaillement (GPa), coefficient de Poisson (-) et coefficient de gonflement (% $\varepsilon$ /% w) des parois cellulaires, implémentés dans le modèle hygro-mécanique localement anisotrope. ....	147



# INTRODUCTION

## INTRODUCTION

---

Les bâtiments participent en majeure partie dans la consommation totale d'énergie en France. De ce fait, et avec la tendance actuelle de lutte contre la pollution, plusieurs mesures sont prises pour l'amélioration de la performance thermique et la réduction de l'impact environnemental du bâtiment.

En effet, les réglementations thermiques deviennent à présent de plus en plus exigeantes; ce qui nécessite premièrement une étude intensive et raffinée des propriétés des matériaux de construction, afin de maîtriser le comportement des structures et minimiser les incertitudes de calcul lors de la conception. Ceci dit, les couplages des différents aspects hygriques, thermiques et mécaniques sont pris en considération davantage, pour affiner la fiabilité des calculs numériques. Deuxièmement, le recours à des matériaux dits écologiques, et connus en tant que matériaux biosourcés (d'origine animale ou végétale), est de plus en plus répandu. Il s'agit de matériaux de construction durables, réputés pour leurs performances structurales, leurs qualités de vie habitable, leurs résistances au feu et à la chaleur, et surtout pour leurs performances environnementales et énergétiques.

Les matériaux biosourcés font l'objet de multiples applications dans le domaine du bâtiment. Le bois, existant en abondance dans la nature, est utilisé depuis toujours pour les bénéfices de ses qualités dans la construction (structure porteuse, isolant...). L'utilisation du bois massif (comme l'épicéa) est de plus en plus répandue dans le bâtiment, puisqu'il répond aux diverses exigences des réglementations thermiques des bâtiments, tout en ayant de très bonnes propriétés mécaniques.

Néanmoins, le bois, étant hygroscopique, a tendance à absorber ou à restituer l'humidité, ce qui génère respectivement un gonflement ou un retrait. D'autre part, son comportement vis-à-vis de l'humidité relative ambiante est aussi fortement dépendant de la température. De plus, à très haute humidité relative, ce matériau est victime de développement de moisissures et d'attaques d'insectes, ce qui induit à sa dégradation. Ce fort couplage thermo-hygro-mécanique affecte considérablement les propriétés physiques du matériau, et est susceptible de modifier les performances thermiques du bâtiment, et même sa durabilité. En effet, ces phénomènes

macroscopiques sont générés par diverses réactions hygriques à l'échelle microscopique, entre la matrice solide (les parois cellulaires des fibres) et les différents types d'eau (vapeur d'eau, eau liée, eau libre) qui peuvent coexister au sein du bois. Ces interactions locales du matériau sont essentiellement régies par la notion de point de saturation des fibres, et sont fortement dépendants des champs de température.

Différentes recherches dans la littérature concernent l'évaluation du comportement multi-physique du bois. La majorité de ces études ont été réalisées à l'échelle macroscopique du matériau, spécialement que les techniques adaptées à la caractérisation microscopique sont plus ou moins récentes. De ce fait, les investigations locales du comportement du bois sont de plus en plus étudiées, notamment celles qui concernent son évaluation hygrique.

Quelques études ont montré que les diverses propriétés du bois évoluent d'une façon contradictoire avec la notion de point de saturation des fibres. D'autre part, le comportement thermo-hygro-mécanique local du matériau n'a pas encore été évalué. En termes de modélisation de la réponse microscopique vis-à-vis des diverses sollicitations environnementales (humidité et température), aucun travail n'a considéré jusqu'à présent la structure réelle 3D du bois pour l'évaluation de son comportement thermo-hygro-mécanique. La forte complexité des phénomènes microscopiques dans ce matériau, qui mène à des interactions très marquées entre l'aspect mécanique et les aspects de transferts de masse et de chaleur n'a désormais pas été investie. Il demeure donc essentiel de reconnaître, de maîtriser, et de reproduire le comportement du bois dans différentes conditions environnementales représentatives du bâtiment. Les évaluations de la microstructure des matériaux méritent également plus d'attention, puisqu'elles sont capables de clarifier plusieurs phénomènes macroscopiques.

L'objectif visé par ce travail de thèse est alors l'étude et l'analyse microscopique du comportement hygro-mécanique des matériaux biosourcés, et particulièrement le bois d'épicéa. L'aspect mécanique couplé à l'aspect hygrique est abordé en prenant en considération les déformations locales de gonflement - retrait. La maîtrise de ce couplage est primordiale tant sur le plan de la prédiction de la qualité des ambiances habitables que sur l'évaluation de la durabilité de ces structures. On propose donc de travailler à la fois sur les aspects modélisation, caractérisation et évaluation des transferts hygriques.

Pour ce faire, ce travail consiste en premier lieu à caractériser expérimentalement le comportement hygro-mécanique local du bois d'épicéa à température contrôlée, une tâche qui n'est pas du tout évidente. Des dispositifs non destructifs bien particuliers seront utilisés pour avoir accès au cœur du matériau, et recueillir une bonne résolution, à savoir : la micro-tomographie aux rayons X, la résonance magnétique nucléaire et la diffraction aux rayons X. On va réaliser plusieurs campagnes expérimentales en fonction de l'état hygrique du matériau, afin de coupler les résultats des différents outils expérimentaux, et compléter le manque de connaissance qui existe toujours dans la littérature. Ces travaux concernent la structure réelle 3D du bois d'épicéa, ainsi que les diverses interactions de la structure solide du matériau avec l'humidité. On va aussi évaluer les déformations locales des parois cellulaires, en étudiant l'évolution de leurs constituants chimiques en fonction de l'humidité relative. Ces résultats permettront également de ressortir un bilan constructif, concernant la notion de point de saturation des fibres.

En deuxième lieu, ce travail consiste à modéliser de manière représentative le comportement hygro-mécanique du bois d'épicéa à l'échelle microscopique (à température contrôlée). Il s'agit de créer un modèle numérique microscopique applicable à la structure réelle 3D, qui intègre à la fois les phénomènes de transferts d'humidité (dans le vide et dans la structure solide) et de gonflement - retrait de ce matériau hygroscopique. Pour ce faire, on a mis en place une démarche numérique originale qui a servi à modéliser le comportement hygro-mécanique local des parois cellulaires, et en même temps à valider le modèle utilisé en comparant les résultats numériques aux résultats de corrélation réalisés sur des structures 3D. Cette démarche est basée sur des techniques d'imagerie non destructives (micro-tomographie aux rayons X), de la corrélation d'images volumiques, des simulations par éléments finis, ainsi qu'une validation du modèle à travers un algorithme de minimisation. Cette approche permet de mieux comprendre la sensibilité mécanique locale du bois d'épicéa vis-à-vis des sollicitations hygriques.

Pour répondre à ces problématiques, on a organisé ce travail de recherche en cinq chapitres interconnectés :

- Dans le **CHAPITRE I**, on présente le contexte général dans lequel s'inscrit ce travail. Il comporte une évaluation de la structure multi-échelles et anisotrope du bois, ainsi qu'une étude bibliographique de son comportement et de ses propriétés thermo-

- hygro-mécaniques. On a aussi réalisé un aperçu sur les travaux achevés dans la littérature, qui traitent le comportement thermo-hygro-mécanique du bois. Ce chapitre donne donc une vision critique sur la nécessité de prendre en considération le comportement couplé de ce matériau, et comprend la totalité des notions essentielles pour la réalisation du présent travail.
- Dans le **CHAPITRE II**, on a analysé la microstructure du bois d'épicéa, ainsi que son comportement hygro-mécanique à température contrôlée, en utilisant la micro-tomographie aux rayons X. Une première partie de ce chapitre décrit une étude expérimentale élaborée avec une très haute résolution de 0,5  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . Elle consiste à faire une caractérisation morphologique fine du matériau, qui permet d'identifier les propriétés de la complexité géométrique. Dans un deuxième temps, on va assurer le suivi des grandeurs géométriques caractéristiques du bois telles que les épaisseurs des parois cellulaires et les diamètres des pores en fonction de l'état hygrique du matériau. Le but de cette étude est d'élaborer une meilleure compréhension de son comportement hygro-mécanique local.
  - Dans le **CHAPITRE III**, on a cherché à justifier et à maîtriser les variations dimensionnelles évaluées dans le chapitre précédent, en examinant les diverses interactions hygriques de l'eau liée et de l'eau libre à l'échelle des parois cellulaires, en contrôlant toujours la température. Pour ce faire, on va utiliser la résonance magnétique nucléaire pour la quantification des deux types d'eau dans le bois à plusieurs paliers d'humidité relative, couvrant le cycle de sorption. Cette partie fournit beaucoup d'éléments constructifs sur la notion de point de saturation des fibres. De plus, on va se baser sur la technique de diffraction aux rayons X, pour évaluer l'effet de la constitution chimique du matériau sur l'absorption d'eau liée et le gonflement des parois cellulaires.
  - Le **CHAPITRE IV** est basé sur le calcul des champs de déplacements et les déformations subites par les échantillons scannés en micro-tomographie aux rayons X à différents états hygriques et à température constante (dans le **CHAPITRE II**). Cette investigation sera réalisée à travers la corrélation d'images volumiques. Les résultats correspondants mettront en valeur la structure anisotrope du bois, et serviront par

la suite pour la modélisation et la validation du comportement hygro-mécanique du bois sur la structure réelle 3D.

- Finalement, le **CHAPITRE V** décrira la modélisation du comportement hygro-mécanique du bois. Pour ce faire, on va se munir des volumes scannés en microtomographie aux rayons X (au **CHAPITRE II**), ainsi que des champs de déplacements correspondants qu'on aura calculés par corrélation d'images volumiques (au **CHAPITRE IV**). De plus, on va mettre en place une démarche originale qui intégrera toutes ces techniques dans un code par éléments finis, afin de modéliser le comportement hygro-mécanique du bois d'épicéa sur la structure réelle 3D. Un algorithme de minimisation jouera aussi un rôle très important dans cette démarche, afin que les résultats numériques convergent vers les résultats expérimentaux.

**CHAPITRE I**

**GENERALITES SUR LE MATERIAU BOIS :**  
**DE L'ANATOMIE AU COMPORTEMENT**  
**HYGRO-MECANIQUE**

# CHAPITRE I. GENERALITES SUR LE MATERIAU BOIS : DE L'ANATOMIE AU COMPORTEMENT HYGRO-MECANIQUE

---

## I.1 Introduction

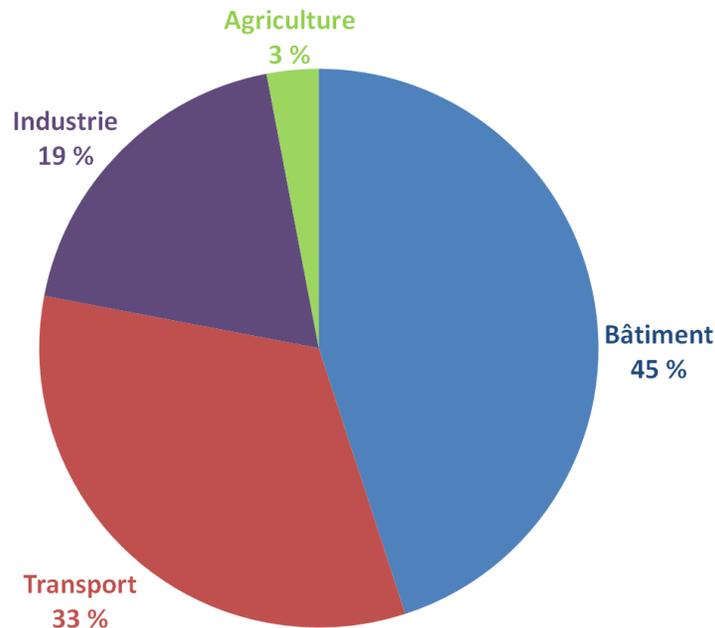
Les matériaux biosourcés, connus pour leurs performances énergétiques, sont de plus en plus utilisés dans le domaine du génie civil. La structure anatomique de ces matériaux est fortement anisotrope et hétérogène. D'autre part, leur aspect hygroscopique fait qu'il existe des interactions complexes entre la microstructure des matériaux biosourcés et l'humidité. Les phases solide et poreuse de tels matériaux présentent ainsi des propriétés thermiques, hygriques, mécaniques, et hygro-mécaniques locales, qui sont à l'origine de diverses variations dimensionnelles suite aux sollicitations hygriques. Il s'agit donc de plusieurs points importants qui caractérisent les matériaux biosourcés, et qui nécessitent d'être maîtrisés avant de présenter aucune investigation du comportement thermophysique.

Dans ce chapitre, le contexte et la problématique dans lesquels s'inscrit ce travail sont présentés. Ainsi, une étude bibliographique est exposée d'une façon structurée pour une meilleure description des enjeux environnementaux, et de leur influence sur le comportement thermo-hygro-mécanique du bois.

De ce fait, une description de l'utilisation des matériaux biosourcés, et en particulier du bois dans la construction est effectuée, pour mettre l'accent ainsi sur la diminution des consommations énergétiques dans le domaine du bâtiment, et le faible impact carbone de ces matériaux. La structure anatomique multi-échelles et anisotropique du bois, sur les échelles macroscopique, microscopique et celle des parois cellulaires est ensuite présentée. De plus, on détaillera l'aspect hygroscopique des matériaux biosourcés, en développant la relation entre l'eau et le bois, le phénomène d'hystérésis et sa dépendance de la température, la notion de Point de Saturation de Fibres (**PSF**), ainsi que les variations dimensionnelles causées par le changement de teneur en eau au sein du matériau. Par la suite, on précisera les propriétés microscopiques thermiques, hygriques et mécaniques des différentes phases du matériau. Finalement, une revue bibliographique sur les études microscopiques thermo-hygro-mécaniques réalisées sur le bois permettra de révéler les limitations et la connaissance parcellaire des travaux qui existent déjà dans la littérature.

## I.2 Le bois dans la construction

Parmi tous les secteurs d'activité en France, le bâtiment présente 45% de la consommation totale d'énergie. Il est donc le secteur qui consomme le plus d'énergie, comme le montre la **Figure I.1**. Il est de même la cause de plus que 22% des émissions nationales de CO<sub>2</sub> (SOeS, 2016). Ces statistiques ne concernent que les consommations dues aux exploitations des immeubles, bureaux, maisons... La consommation d'énergie liée à la fabrication des matériaux aux chantiers, et à la déconstruction des bâtiments, est attribuée au secteur de l'industrie. Le chauffage dans le secteur résidentiel, représente à lui seul 61% des consommations totales d'énergie (SOeS, 2016). Il existe aujourd'hui plusieurs manières pour réduire la facture énergétique. On distingue : l'utilisation du double/triple vitrage, la mise en place d'une surisolation des façades du bâtiment, et des systèmes de chauffage à très haut rendement qui font parties des procédures les plus adaptées et qui sont préconisés et exigés par les nouvelles réglementations thermiques. En plus, les consommations énergétiques peuvent encore être réduites en favorisant les apports solaires, en appliquant une ventilation performante, et en intégrant de la domotique.



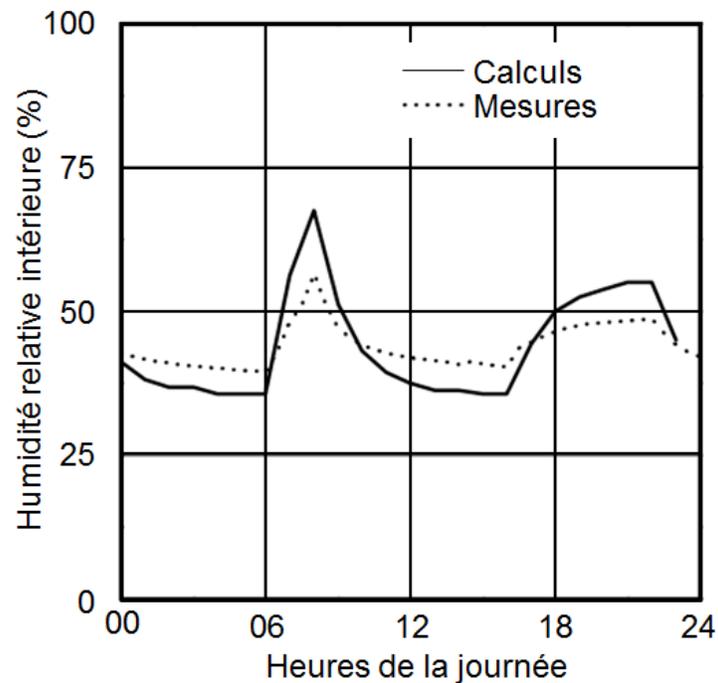
*Figure I.1 : Répartition des consommations énergétiques par secteur d'activités en France en 2016 (SOeS, 2016).*

Une phase de conception est nécessaire pour la construction de bâtiments à basse consommation énergétique. A partir de 1974, conséquence du choc pétrolier, plusieurs réglementations thermiques ont été régulièrement adoptées. En effet, des normes fixes ont été mises en place afin que les consommations d'énergie estimées lors de la conception d'un bâtiment soient inférieures au seuil prédéfini par la réglementation thermique en question. Au cours du temps, les réglementations thermiques sont devenues de plus en plus sévères envers la consommation maximale permise dans les bâtiments (EDF, 2015; CSTB, 2016). Au fur et à mesure, différentes réglementations thermiques ont été mises en vigueur, en 1974 (RT 1974), 1982 (RT 1982), 1988 (RT 1988), 2000 (RT 2000), 2005 (RT 2005) et 2012 (RT 2012). Elles ont toutes contribué à la diminution de la consommation maximale autorisée dans les nouvelles constructions jusqu'à 50 kWhEP/(m<sup>2</sup>.an). Les exigences en terme de consommation maximale dépendent aussi de plusieurs critères, comme la localisation géographique du bâtiment et son altitude. A partir de 2007, des normes spécifiques ont été fixées pour les bâtiments anciens. La réglementation thermique prévue pour l'année 2020 (RT 2020) est basée sur un nouveau concept : « Le bâtiment à énergie positive ». Ce concept vise à ce que chaque bâtiment neuf consomme moins d'énergie qu'il produit.

Les logiciels de calculs adoptés pour l'estimation des consommations d'énergie nécessitent une connaissance précise des lois de comportement ainsi que des propriétés physiques des matériaux utilisés dans la construction. Dans le cas contraire, les estimations seront considérées comme erronées, puisque les résultats de simulation dépendront désormais énormément des paramètres caractéristiques des matériaux (Spitz *et al.*, 2012). C'est pourquoi la maîtrise du comportement des matériaux utilisés en construction, notamment de ceux qui sont normalement adoptés pour une amélioration des performances énergétiques des bâtiments, est essentielle.

En effet, le comportement thermo-hygro-mécanique de l'enveloppe des bâtiments joue un rôle très important sur la majorité de leurs performances. Par exemple, dans des conditions environnementales sévères (thermiques ou hygriques), le matériau utilisé en construction peut faire signe de dégradation des performances énergétiques, ce qui peut avoir aussi une influence sur sa durabilité. Il est donc important de prendre en considération ce couplage fort et évident entre les aspects thermiques, hygriques et mécaniques (Moutee *et al.*, 2007). Par exemple,

(Künzel *et al.*, 2005) ont modélisé le comportement hygrothermique du bois, et ont comparé les résultats obtenus à des mesures expérimentales. La **Figure I.2** montre clairement un écart important entre les simulations et les mesures expérimentales, en ce qui concerne l'humidité relative intérieure dans une pièce revêtue de panneaux de bois. Ces auteurs ont insisté donc sur l'utilisation de paramètres hygrothermiques adéquats pour la modélisation des matériaux de construction.



*Figure I.2 : Variations de l'humidité relative intérieure d'une pièce revêtue de panneaux de bois lors d'un cycle diurne, basées sur des simulations et des mesures expérimentales (Künzel *et al.*, 2005).*

Une étude beaucoup plus récente concerne le calcul des températures intérieures dans plusieurs salles d'un bâtiment résidentiel, afin de comparer les résultats numériques avec des mesures expérimentales (Magalhães *et al.*, 2016). La **Figure I.3** représente les résultats obtenus dans une chambre du logement (entre le 27 novembre 2013 et le 28 février 2014), et montre toujours un écart non négligeable entre le numérique et l'expérimental. Il est donc important d'améliorer les modèles numériques, pour une meilleure représentativité du comportement hygrothermique des matériaux

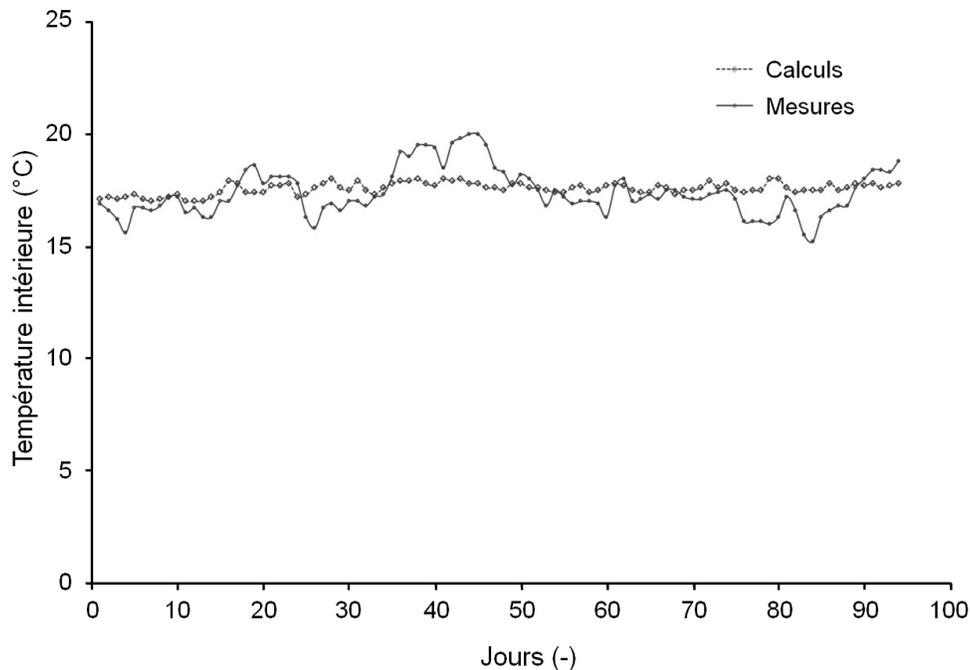


Figure I.3 : Variations de la température intérieure d'une pièce d'un logement résidentiel (du 27 novembre 2013 au 28 février 2014), basées sur des simulations et des mesures expérimentales (Magalhães et al., 2016).

D'autre part, le recours à des matériaux qui mènent à une réduction de l'impact environnemental des bâtiments, en limitant les besoins en énergies demeure nécessaire. L'appel aux matériaux biosourcés, et en particulier au bois paraît évident, comme le montrent plusieurs études. En effet, l'Analyse de Cycle de Vie (ACV) est normalement calculée pour permettre l'analyse des impacts environnementaux d'un matériau dès sa production jusqu'à sa fin de vie, en prenant en compte les phases de transport et d'utilisation. Quant aux bâtiments construits en bois, ils nécessitent moins d'énergie à la fabrication, et résultent en moins d'émission de dioxyde de carbone que les bâtiments construits avec du béton, de l'acier, de l'aluminium ou de la brique (Buchanan and Levine, 1999). Grâce à la faible énergie utilisée pour la production du matériau, ainsi qu'à la meilleure valorisation en bioénergie en fin de vie, (Dodoo *et al.*, 2012) montrent que l'ACV des constructions en bois est meilleure que celle des constructions en béton, même si ce dernier présente une plus grande inertie thermique. D'autre part, (Lawrence, 2014) montre que l'impact environnemental de la construction (émission de dioxyde carbone CO<sub>2</sub>) peut être réduit de manière significative par l'utilisation de matériaux de construction biosourcés, auxquels on attribue la notion de "puits" de CO<sub>2</sub>. En effet, ils stockent du CO<sub>2</sub> grâce à la photosynthèse lors de leur croissance, et le libèrent en fin de vie, après plusieurs décennies. En terme d'isolation, les

matériaux biosourcés et les matériaux issus de la pétrochimie ou des minéraux peuvent être utilisés. Ces deux familles présentent une conductivité thermique très faible, de l'ordre de  $0,04 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  (Cripps *et al.*, 2004). En plus du renouvellement des matières premières pour les matériaux biosourcés, l'énergie grise, nécessaire pour produire un matériau, les met en avant aussi (Conseils thermiques, 2017).

Grâce à ses propriétés structurelles (dans le cas de bois massif) et thermiques, le bois assure plusieurs fonctions dans le bâtiment (CSTB, 2010). Ce matériau dispose d'une bonne résistance en traction et en compression. Dans la direction longitudinale, il possède une rigidité spécifique équivalente à celle de l'acier. A comparer avec les autres matériaux structurels, comme le béton, l'acier, la brique et la pierre, il possède la plus faible conductivité thermique. Le bois présente aussi une bonne résistance au feu, et une faible effusivité thermique (capacité d'un matériau à échanger de l'énergie thermique, par absorption ou restitution, avec son environnement). Ce matériau joue donc un rôle structurel, que ce soit dans les ossatures, les charpentes, les planchers, les plafonds ou les fondations. De même, il intervient dans les parements, les finitions, les ameublements, et les menuiseries, que ce soit pour les couvertures, les bardages, les escaliers, les portes et les fenêtres. Finalement, l'isolation est l'un des critères les plus importants pour l'utilisation de ce matériau.

D'autre part, le bois est un matériau hygroscopique, qui adsorbe et désorbe de l'eau. Il a particulièrement une grande capacité d'adsorption, contrairement à d'autres matériaux de construction. Son comportement hygrique est dépendant de la température et de l'humidité relative de l'air environnant. Cet aspect hygroscopique fait que les dimensions et les propriétés mécaniques du bois varient en fonction des conditions environnementales, et en particulier en fonction de l'évolution de la teneur en eau du matériau. D'autre part, les propriétés d'isolation du bois se dégradent à hautes humidités relatives. Par exemple, la **Figure I.4** montre la forte dépendance de la conductivité thermique de l'OSB ("Oriented Strand Board", panneaux de bois contreplaqués), de l'isolant de fibres en bois, et du bois d'épicéa, en fonction de la teneur en eau de chaque matériau (Vololonirina *et al.*, 2014).

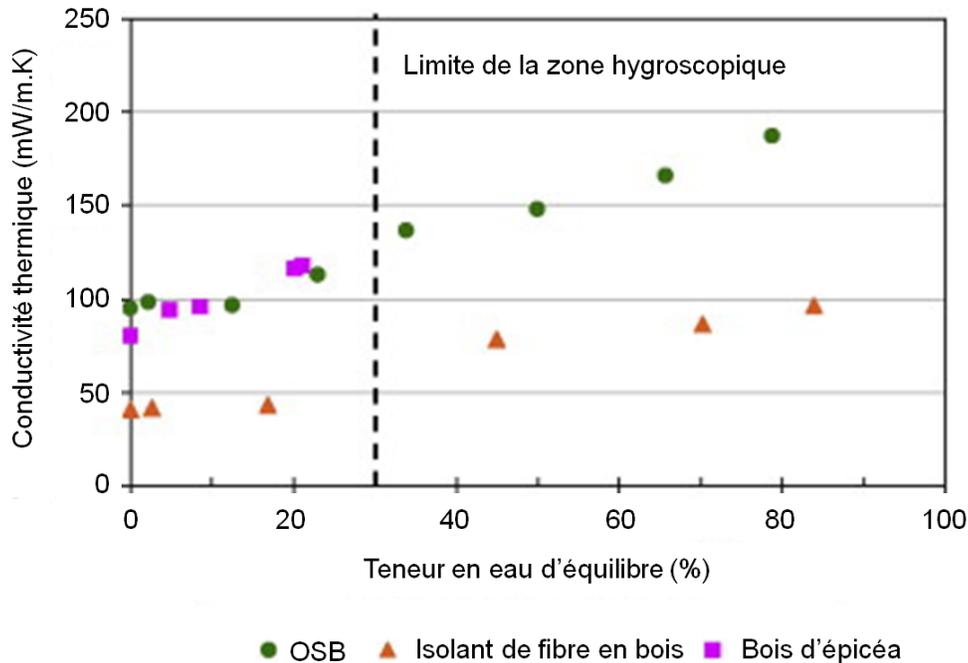


Figure I.4 : Evolution de la conductivité thermique de l'OSB, l'isolant de fibres en bois, et le bois d'épicéa en fonction de la teneur en eau du matériau (Vololonirina et al., 2014).

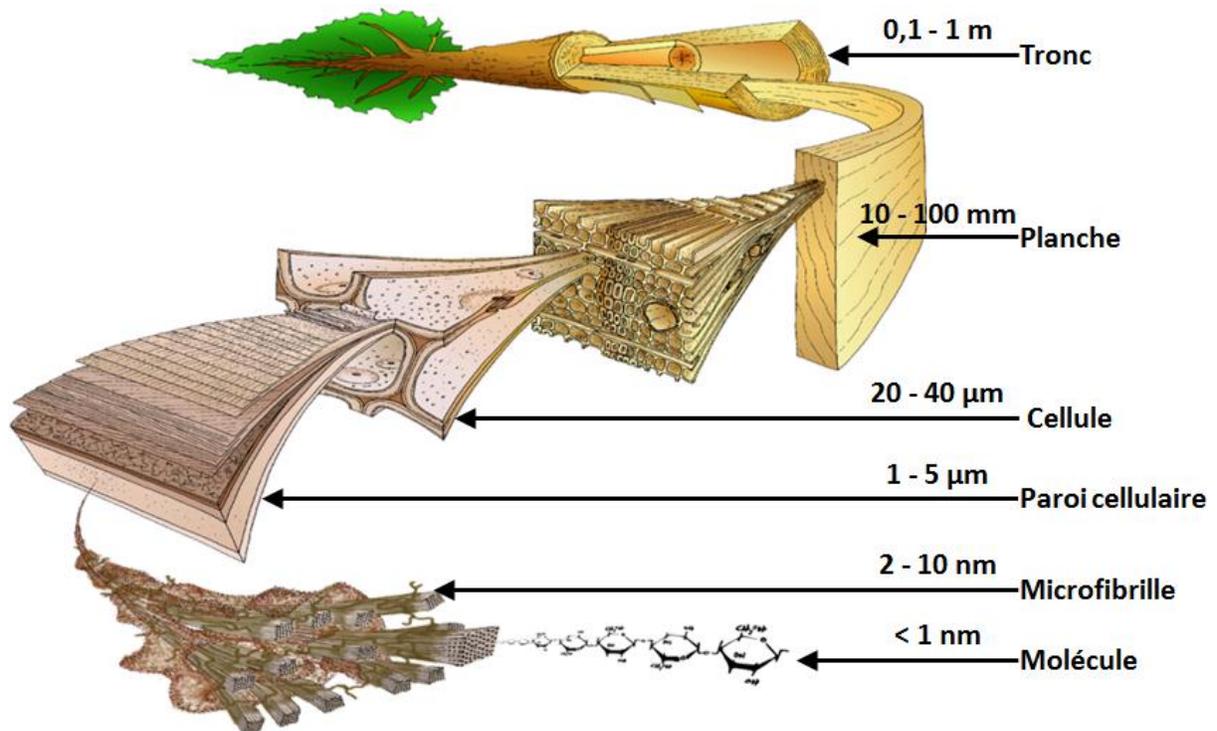
Par ailleurs, des études montrent que les modélisations réalisées sur des bâtiments en bois ne sont pas tout à fait fiables, puisque des différences significatives existent toujours avec les mesures expérimentales (Osanyintola and Simonson, 2006; Piot *et al.*, 2011). Ceci dit, l'aspect hygroscopique de ce matériau n'est pas bien assimilé pour être implémenté dans les codes de calcul. Il est donc primordial d'identifier le comportement des matériaux utilisés dans la construction pour une meilleure modélisation des transferts et simulation des consommations énergétiques des bâtiments. De ce fait, le comportement hygroscopique de ces matériaux doit obligatoirement être maîtrisé, tant qu'il induit des dégradations des propriétés d'isolation et qu'il affecte la durabilité du matériau.

### I.3 Structure anatomique et anisotropique

Les matériaux biosourcés, et en particulier le bois, sont des matériaux poreux et hétérogènes à plusieurs échelles. En effet, ils présentent une large variabilité en ce qui concerne leurs structures géométriques, leurs propriétés de transferts (hygriques et thermiques) et leurs propriétés mécaniques. Cette variabilité est remarquable selon les espèces, sans nier sa présence même à l'intérieur d'un même arbre (Du and Yamamoto, 2007).

Le bois, étant un matériau d'origine biologique, se développe différemment d'une année à l'autre selon les conditions environnementales qu'il subit. En effet, pendant un cycle annuel, on distingue le développement du bois de printemps suivi par celui du bois d'été, puisque le bois ne se développe pas pendant l'automne et l'hiver. Ceci dit, la croissance du bois diffère donc d'une région à l'autre, d'une espèce à l'autre, et d'une année à l'autre.

La variabilité géométrique du bois est identifiée à plusieurs échelles : l'échelle macroscopique, l'échelle microscopique et l'échelle des parois cellulaires. La **Figure I.5** représente la structure anatomique complexe de ce matériau, avec les grandeurs caractéristiques de chaque échelle. Ceci concerne le tronc, à partir duquel on peut extraire des planches qui sont elles-mêmes formées de cellules. Ces dernières sont formées de parois cellulaires et de porosité. Les parois cellulaires sont composées de microfibrilles, qui sont constituées à la base de molécules chimiques.



*Figure I.5 : Structure anatomique du bois avec les grandeurs caractéristiques de chaque échelle (Harrington et al., 1998).*

A part cette grande variabilité qui concerne la croissance de ce matériau poreux, ce dernier présente une anisotropie géométrique évidente. Celle-ci engendre à son tour une anisotropie par rapport aux propriétés de transferts et aux propriétés mécaniques du bois.

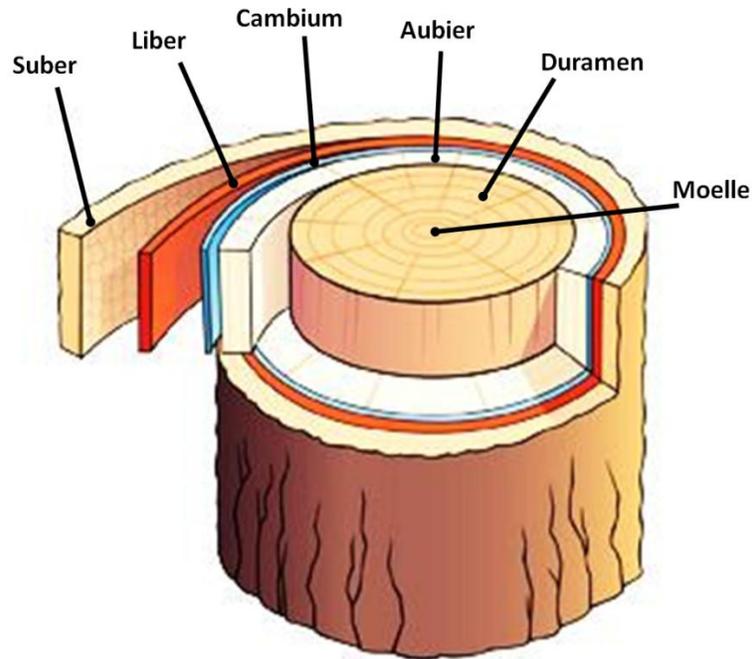
Afin de mieux comprendre le comportement anisotropique de ce matériau, une description géométrique à différentes échelles demeure nécessaire. La structure anatomique du bois est considérée aux échelles macroscopique, microscopique et celle des parois cellulaires.

Dans cette partie, la structure du bois multi-échelles et anisotropique est détaillée. En premier lieu, la structure macroscopique du bois est décrite, avant d'élaborer le développement de ce matériau à l'échelle microscopique, pour finir avec la composition chimique des parois cellulaires. A chaque échelle, l'effet de la structure poreuse du matériau sur l'anisotropie du bois sera mis en relief.

### **I.3.1 Echelle macroscopique**

Le bois est composé à l'échelle macroscopique de plusieurs parties. Les principales parties d'un tronc d'arbre observables facilement à l'échelle macroscopique, et citées en allant de l'extérieur à l'intérieur sont l'écorce (suber : écorce externe; liber : écorce interne vivante), le cambium, l'aubier (bois fonctionnel), le duramen et la moelle (bois de cœur) (Moutee, 2006). Ils sont représentés dans la **Figure I.6**. L'accroissement annuel de ce matériau est régi par l'activité cambiale, qui agit sur les faces intérieure et extérieure du cambium. Sur la face intérieure du cambium (en contact avec l'aubier), l'accroissement annuel va donner le bois, et sur la face extérieure du cambium (en contact avec l'écorce), l'accroissement annuel va donner le liber.

La croissance de l'arbre diffère beaucoup d'une saison à l'autre. En automne et en hiver, lorsque le cambium arrête de fonctionner, des limites entre les cernes annuels apparaissent. Ces limites, de couleur marron foncé, sont repérables à l'œil nu. Elles marquent la fin d'un cycle annuel (par le bois d'été) et le début d'un nouveau cycle annuel (par le bois de printemps). Il faut par contre mentionner que l'accroissement du bois n'est pas le même dans les zones tempérées et dans les zones tropicales (ou équatoriales). En effet, pour les zones tempérées, les bois présentent des limites de cernes bien visibles, contrairement aux zones tropicales où les limites de cernes sont presque inexistantes.



*Figure I.6 : Structure générale d'un tronc d'arbre.*

Pour une meilleure compréhension de la structure du bois, les trois plans orthogonaux appelés plans ligneux, doivent être examinés : la coupe transversale est perpendiculaire à l'axe du tronc de l'arbre, la coupe radiale est suivant la direction d'accroissement du bois et passant par la moelle, et la coupe tangentielle est parallèle à la coupe radiale et excentrée par rapport à l'axe du tronc. Ces plans correspondent aux trois directions principales d'anisotropie dans le bois représentées dans la **Figure I.7** :

- La direction longitudinale correspond à la direction des fibres.
- La direction radiale correspond à l'orientation de la moelle à l'écorce, en passant par l'axe du tronc.
- La direction tangentielle correspond à la tangente aux cernes annuels d'accroissement.

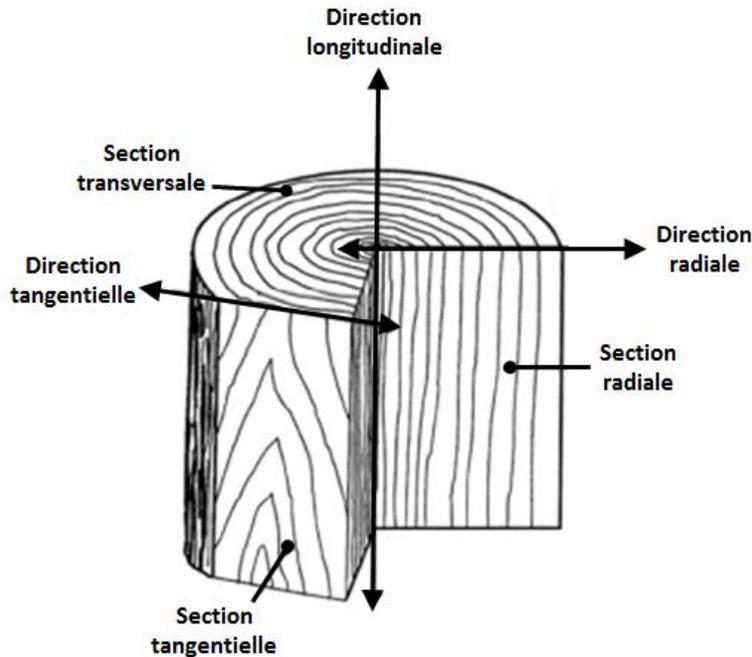


Figure I.7 : Directions et plans principaux du bois (Guitard, 1987).

### I.3.2 Echelle microscopique

Le bois présente une microstructure assez poreuse, hétérogène et anisotrope. Ce matériau est formé de plusieurs types de fibres, avec des épaisseurs de parois cellulaires et des diamètres de pores plus ou moins variables, suivant les essences. On distingue deux types d'essences du bois : les résineux (ou conifères) et les feuillus, qui présentent une microstructure différente :

- Les résineux présentent une structure relativement simple et régulière, représentée dans la **Figure I.8**. Ils sont formés de trachéides et de parenchymes. Les rayons ligneux, constitués de cellules de parenchymes, existent aussi au sein du bois. Ils transportent la sève dans le sens radial, et stockent les réserves. Environ 90% des cellules du bois correspondent aux trachéides, cellules verticales orientées dans la direction longitudinale de l'arbre (Mäkinen *et al.*, 2007). Elles soutiennent l'arbre, et jouent le rôle de conduction de la sève. Des ouvertures, appelées ponctuations aréolées, connectent les trachéides entre elles, et garantissent la circulation de la sève tout au long de l'arbre. Les ponctuations sont beaucoup plus nombreuses sur les faces radiales que sur les faces tangentielles. A l'échelle microscopique, les caractéristiques géométriques des trachéides diffèrent entre le bois de printemps et le bois d'été. Pour

le bois de printemps, les trachéides présentent de minces parois cellulaires, et des cavités de grands diamètres, appelées lumens. La masse volumique équivalente du bois de printemps est faible. D'autre part, la sève peut circuler en grande quantité à travers les lumens et les ponctuations de diamètres relativement grands. Par contre, pour le bois d'été, les trachéides présentent d'épaisses parois cellulaires, et des lumens de faibles diamètres. La masse volumique équivalente du bois d'été est donc importante. Le bois d'épicéa, est un résineux, et fera l'objet du matériau principal dans le cadre de ce travail de recherche.

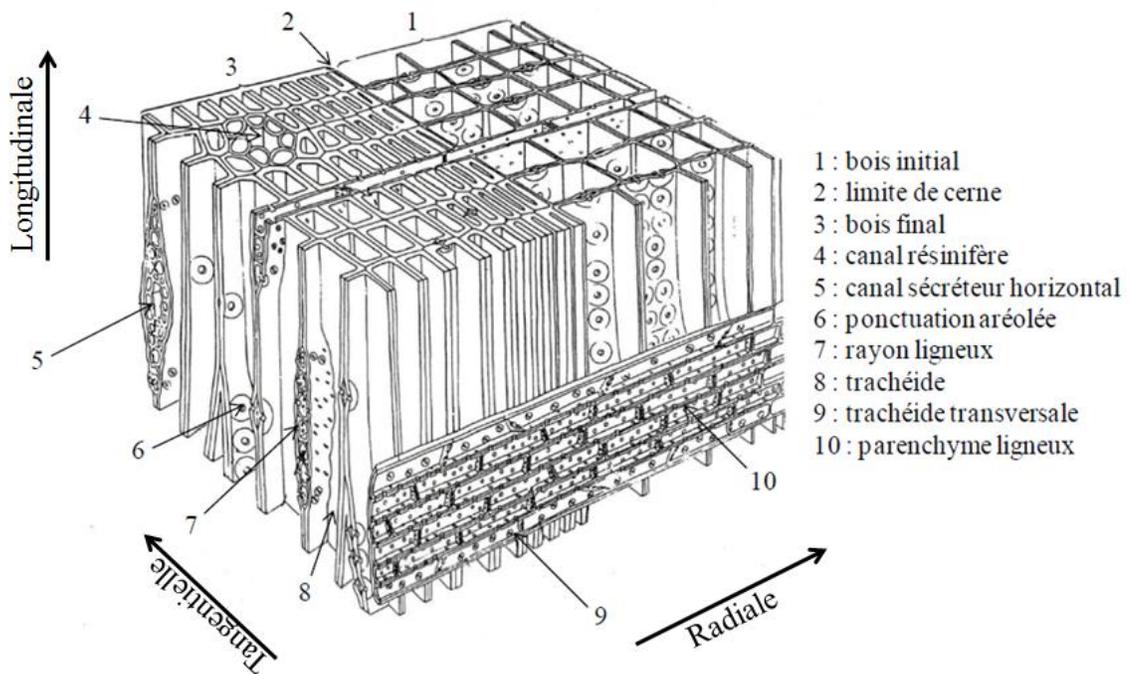


Figure I.8 : Exemple d'organisation cellulaire d'un bois de résineux (Pierre, 2011).

Dans certaines essences du bois, des canaux résinifères peuvent être présents aussi. Ils jouent alors le rôle de production de la résine. Ils sont normalement disposés suivant la direction longitudinale, parallèlement aux trachéides.

- Contrairement aux résineux, les feuillus présentent une microstructure plus complexe et diversifiée, représentée dans la **Figure I.9**. Ils sont formés de vaisseaux, trachéides et parenchymes. Ainsi, les vaisseaux sont des cellules ayant de très grands diamètres de lumens à comparer avec les diamètres des lumens des trachéides. Pour les feuillus, le rôle de conduction de la sève est plutôt attribué aux vaisseaux, et le rôle de soutien de l'arbre est attribué aux trachéides (Moutee, 2006). Des ponctuations existent

toujours et connectent les vaisseaux et les trachéides, afin de laisser passer la sève. Comme pour les résineux, les parois cellulaires du bois de printemps sont plus minces que celles du bois d'été. Quant aux diamètres des lumens, ceux de printemps sont plus grands que ceux du bois d'été.

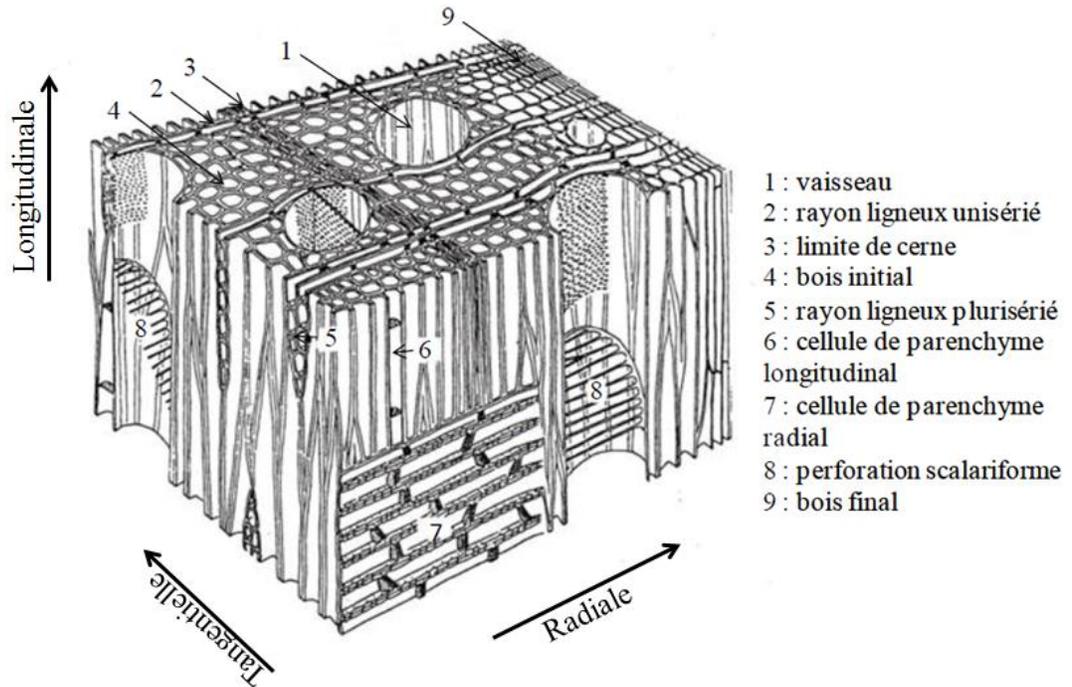


Figure I.9 : Exemple d'organisation cellulaire d'un bois de feuillus (Pierre, 2011).

Les bois de résineux ou de feuillus présentent donc une microstructure assez riche et poreuse. Le réseau poreux formé par les lumens et par les ponctuations influence énormément les propriétés mécaniques et les propriétés de transferts du matériau. D'autre part, la transition entre le bois de printemps et le bois d'été joue un rôle important dans les variations des propriétés physiques du matériau.

### I.3.3 Structure de la paroi cellulaire

La microstructure du bois est assez complexe; elle est composée de plusieurs constituants. Par contre, la complexité de ce matériau est aussi reliée à l'échelle des parois cellulaires, elles-mêmes formées de trois types de parois. La structure des parois cellulaires dont les composants sont observables à l'échelle du micron, est représentée dans la **Figure I.10**.

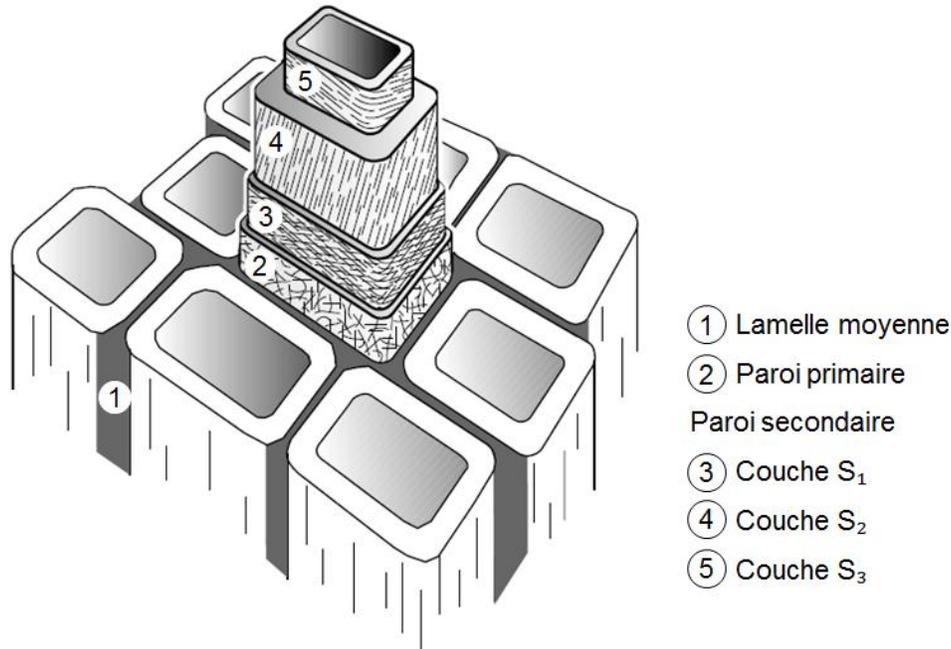


Figure I.10 : Représentation des couches constituant la paroi cellulaire du bois (Persson, 2000).

La couche intercellulaire, étant la paroi externe, appelée aussi lamelle moyenne, joue le rôle de liant des cellules entre elles. C'est une paroi isotrope et amorphe, qui comporte en majorité des substances pectiques.

Une paroi primaire et une autre secondaire, font aussi partie des parois cellulaires. La paroi primaire comporte de l'hémicellulose, de la lignine, et des microfibrilles de cellulose amorphe orientées aléatoirement.

Quant à la paroi secondaire notée S, elle est plus épaisse, plus dense et plus rigide que la paroi primaire. Elle est composée de cellulose, d'hémicellulose et de lignine (Guitard, 1987). Par contre, la cellulose cristalline est le constituant chimique principal de cette paroi. La structure de la paroi secondaire comporte trois couches notées S<sub>1</sub>, S<sub>2</sub> et S<sub>3</sub> :

- En contact direct avec la paroi primaire, la couche S<sub>1</sub> présente un angle de microfibrilles moyen élevé, qui varie de 60° à 80° ou 90° par rapport à la direction longitudinale (Yamamoto, 2004). Avec une épaisseur qui varie de 0,1 µm à 0,35 µm, cette couche représente de 5% à 10% de l'épaisseur de la paroi cellulaire.
- La couche S<sub>2</sub> est composée de microfibrilles de cellulose parallèles, disposées en forme d'hélice, et ayant toutes une même inclinaison par rapport à la direction

longitudinale. L'angle des microfibrilles est compris entre 5° et 30°, et leur épaisseur peut varier de 1 µm à 10 µm. Cette couche constitue donc 75% à 85% de l'épaisseur de la paroi secondaire. Son volume, ainsi que sa structure, lui attribuent une forte résistance mécanique.

- La dernière couche S<sub>3</sub> est très mince. Son épaisseur est inférieure à 0,1 µm. L'orientation des microfibrilles varie de 60° à 90° par rapport à la direction longitudinale.

Les propriétés physiques des constituants chimiques des parois cellulaires influencent énormément les propriétés mécaniques et les propriétés de transferts du bois. Les pourcentages et les distributions des constituants chimiques dans toutes les parois ont été calculés par plusieurs auteurs (Persson, 2000; Salmén, 2004). Tous ces travaux montrent que les proportions de chaque constituant varient selon les essences du bois, et selon les différentes couches des parois cellulaires. Ces différentes proportions peuvent aussi être à l'origine de la variabilité des propriétés physiques macroscopiques.

## **I.4 Comportement hygroscopique**

Etant un matériau hygroscopique, le bois est très sensible à l'humidité. A l'échelle des parois cellulaires, de nombreux phénomènes se déroulent. D'une part, plusieurs types d'eau, qui interagissent ou pas avec la matrice solide, peuvent exister au sein du matériau. Ces diverses interactions sont aussi dépendantes de la température. D'autre part, la présence d'une matrice solide fibreuse, déformable suite au changement d'humidité relative de l'environnement, peut causer des phénomènes qui ne sont pas complètement réversibles. En fonction de la teneur en eau du matériau, ce dernier subit des variations dimensionnelles qui peuvent affecter ses propriétés. De ce fait, il est nécessaire de maîtriser le comportement hygroscopique du bois et les variations dimensionnelles qui sont fonction de son état hygrique, ainsi que leurs effets sur ses propriétés thermiques et hygriques.

Dans cette partie, on va détailler les types d'eau qui peuvent prendre place au sein du bois, avant de procéder avec la définition du phénomène d'hystérésis. Ensuite, on va élaborer la notion de Point de Saturation des Fibres (**PSF**), pour finir par expliquer le lien avec les variations dimensionnelles que subit le matériau.

### **I.4.1 L'eau dans le bois**

Lorsque les conditions thermiques et hygriques de l'environnement évoluent, le bois tend vers un nouvel équilibre hygrothermique. Il va donc absorber ou restituer de l'eau, jusqu'à ce que sa masse soit constante.

Chaque fois que le matériau atteint l'équilibre en masse à une humidité relative et une température données, son état est caractérisé principalement par sa teneur en eau. Cette grandeur est définie comme la variation relative de la masse et donnée ci-dessous (**Équation I.1**) :

$$w = \frac{m_{\text{humide}} - m_{\text{sec}}}{m_{\text{sec}}} \quad \text{Équation I.1}$$

où  $w$  (Kg/Kg) représente la teneur en eau, et  $m_{\text{humide}}$  (Kg) et  $m_{\text{sec}}$  (Kg) représentent respectivement les masses de l'échantillon à l'état humide et l'état sec.

En effet, la teneur en eau du bois augmente lorsque l'humidité relative augmente, et diminue lorsque la température augmente (Djolani, 1972). Ces variations d'un état d'équilibre à l'autre affectent énormément les propriétés physiques du matériau.

L'eau peut se localiser dans le bois sous plusieurs formes :

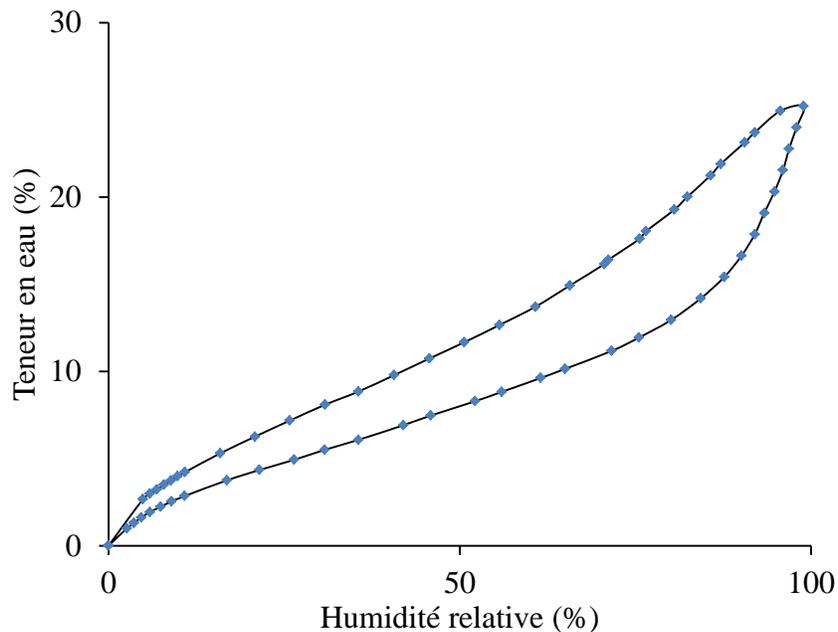
- L'eau de constitution correspond à un élément chimique du matériau et ne disparaît qu'à la destruction du bois.
- L'eau liée (appelée aussi eau hygroscopique) se localise dans les parois cellulaires. Elle est même associée à la structure des parois mais se déplace plus lentement que l'eau libre.
- L'eau liquide (appelée aussi eau capillaire) se positionne dans les cavités cellulaires (lumens). Elle peut se déplacer facilement au sein du matériau.
- La vapeur d'eau prend place dans les cavités cellulaires.

### **I.4.2 Phénomène d'hystérésis**

L'eau dans le bois est régie par des interactions bien complexes. On résume phénoménologiquement ce phénomène par l'isotherme de sorption-désorption ou même par la "courbe d'hystérésis". Cette courbe, pour une température constante, représente la teneur en eau

du matériau en fonction de l'humidité relative, tout au long des cycles de sorption et de désorption. Pour ces cycles, il s'agit d'une courbe de forme sigmoïdale. Pour les espèces de bois, cette courbe présente un taux d'adsorption d'eau toujours inférieur à celui de désorption d'eau pour une humidité relative constante (Merakeb, 2006; Kwiatkowski et al., 2009). On quantifie le "rapport d'hystérésis", par le rapport entre la teneur en eau en sorption et la teneur en eau en désorption, à une humidité relative constante.

La courbe d'hystérésis est normalement tracée à température constante. La **Figure I.11** représente un exemple de courbe d'hystérésis du bois d'épicéa qu'on a déterminée dans le cadre du présent travail, en utilisant l'équipement BELSORP-aqua3, à une température constante de 25°C.



*Figure I.11 : Courbe d'hystérésis du bois d'épicéa calculée à une température de 25°C.*

Par contre, les interactions entre l'eau et le bois sont énormément dépendantes de la température. Des études montrent même que le phénomène d'hystérésis est moins évident avec l'augmentation de température, et il disparaît complètement entre 75° et 100° en fonction de l'espèce de bois (Djolani, 1972; Engelhardt, 1979). Par exemple, la **Figure I.12** montre la forte dépendance de la courbe de sorption du bois d'épicéa en fonction de la température (Stamm, 1964). En effet, l'énergie cinétique des molécules d'eau augmente pour une température élevée,

ce qui réduit les chances de liaisons avec la matrice solide (à comparer avec des molécules d'eau peu agitées, à basse température).

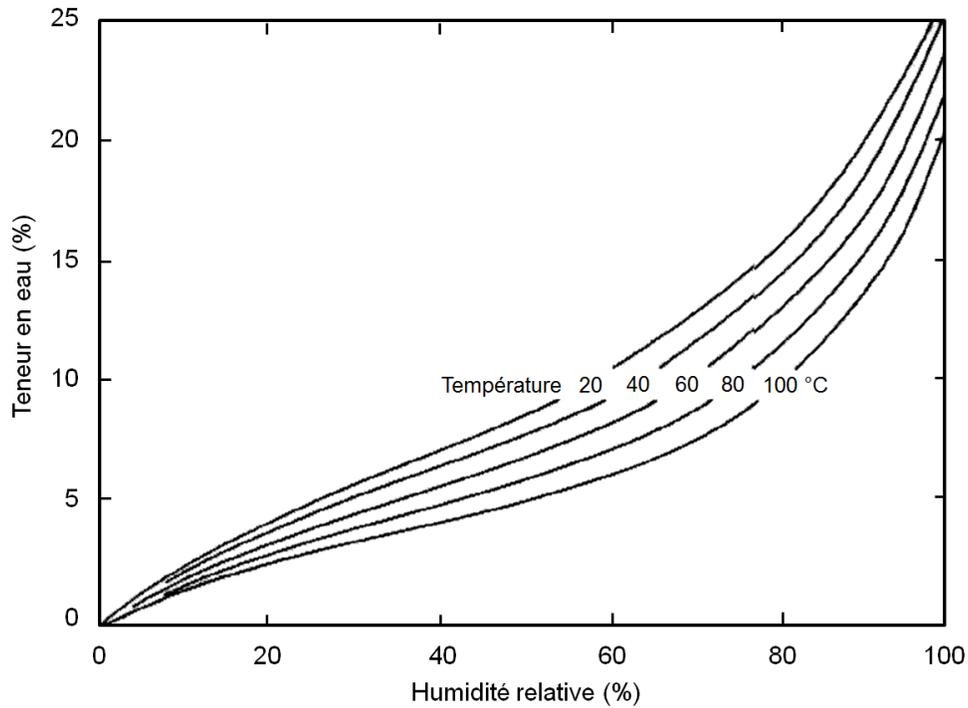


Figure I.12 : Courbe de sorption du bois d'épicéa, à des températures de 20, 40, 60, 80 et 100°C (Stamm, 1964).

Quant à la raison d'existence et d'irréversibilité du phénomène d'hystérésis, il n'y a pas d'études qui le confirment complètement. Quelques auteurs font référence aux différentes liaisons chimiques entre les matières lignocellulosiques et l'humidité relative (Djolani, 1972), ou même aux variations du taux de cristallinité du matériau en fonction de l'humidité relative (diminution du taux de cristallinité lorsque l'humidité relative de l'air augmente). D'autre part, le phénomène d'hystérésis peut avoir comme origine une évolution de la structure microscopique et de la porosité du bois entre l'adsorption et la désorption (Malmquist, 1959). Ceci engendre donc un effet structurel, qui mène à ce que l'eau soit piégée au sein du matériau. Les raisons du phénomène d'hystérésis proposées dans la littérature sont alors nombreuses, et une combinaison de plusieurs d'entre elles n'est pas du tout exclue.

### **I.4.3 Point de saturation des fibres**

Que ce soit dans le cycle de sorption ou de désorption, les mécanismes de prise et de restitution d'humidité se font de manière très complexe. Ceci engendre la présence de plusieurs types d'eau au sein du matériau, avec différentes interactions avec le bois.

En effet, la notion de "Point de Saturation des Fibres" (**PSF**) correspond à la teneur en eau pour laquelle les parois cellulaires sont complètement saturées en eau liée, et la vapeur d'eau occupe seule (sans présence d'eau libre) la porosité. Cette notion a été définie au début du vingtième siècle par Tiemann (Almeida, 2006) :

- En ce qui concerne le cycle de sorption, l'eau liée absorbée par les parois cellulaires prend place en premier lieu dans le bois pour un matériau initialement sec. Le PSF est atteint une fois que les parois cellulaires soient saturées en eau liée. Ainsi, l'eau libre vient s'installer dans la porosité.
- En ce qui concerne le cycle de désorption, à partir de 100% d'humidité relative, l'eau libre présente dans la porosité est supposée se dégager en premier lieu. Lorsqu'il ne reste plus d'eau libre dans le matériau, on considère que le PSF est atteint. La désorption se poursuit donc par l'eau liée qui commence à rompre ses liaisons avec la matrice solide, afin de se libérer vers l'extérieur.

Le domaine hygroscopique du bois est délimité par l'état sec du matériau, avec une teneur en eau et humidité relative presque nulles, et l'état qui correspond au PSF.

Le PSF varie énormément d'une espèce de bois à une autre. Néanmoins, quelques auteurs ont montré qu'il correspond à une teneur en eau aux alentours de 30% (Siau, 1984). Plusieurs facteurs peuvent influencer le PSF. Par exemple, la quantité d'extractibles dans le bois joue un rôle inversement proportionnel sur le PSF (Skaar, 1984). En plus, la température croissante jusqu'à 0° augmente le PSF, tandis qu'au-dessus de 0°, l'augmentation de température jusqu'à 140° mène à une diminution du PSF (Siau, 1995). D'autre part, le PSF augmente lorsque la masse volumique du matériau diminue (Skaar, 1984). De plus, d'autres chercheurs ont montré que l'estimation du PSF en sorption ou en désorption peut varier jusqu'à 10% (Stone and Scallan, 1967).

Un manque de connaissance et de maîtrise de la propriété de PSF est alors toujours identifiable. Quelques études montrent par exemple, l'existence d'eau liquide dans le bois au-dessous du PSF, suite au séchage du matériau (Hernández and Bizoň, 1994; Almeida and Hernández, 2006, 2007; Hernández and Cáceres, 2010). Une interprétation consiste à prédire qu'il existe de l'eau liquide piégée dans les lumens des parenchymes ou des rayons cellulaires, étant les cellules les moins perméables dans le bois (Menon *et al.*, 1987; Hernández and Bizoň, 1994). Ces phénomènes physiques locaux nécessitent une étude plus approfondie pour apporter plus d'éléments de réponses et les maîtriser.

Il y a donc plusieurs incertitudes notamment dans la définition et l'estimation du PSF. Dans ce travail, on va viser à utiliser des humidités relatives qui garantissent des teneurs en eau aux alentours du PSF, afin d'évaluer le comportement hygro-mécanique du bois vis-à-vis des types d'eau qui peuvent coexister au sein du matériau. On va utiliser plusieurs techniques non destructives afin d'avoir une meilleure compréhension des interactions de l'eau avec le matériau. La technique de résonance magnétique nucléaire (RMN) sera particulièrement adoptée afin de quantifier l'eau liée et l'eau libre dans le bois en fonction de la teneur en eau. En plus, la diffraction aux rayons X (DRX) sera utilisée afin d'évaluer les variations des constituants chimiques des parois cellulaires en fonction de la teneur en eau du matériau.

#### **I.4.4 Variations dimensionnelles**

Le bois est un matériau hygroscopique, multi-échelle, et anisotrope. Suite aux sollicitations thermiques et hygriques (qui peuvent même être couplées), il subit des variations dimensionnelles. Sur le cycle de sorption, le bois gonfle, et sur le cycle de désorption, il se rétrécit. En effet, ces variations macroscopiques sont gérées par des déformations locales à l'échelle des parois cellulaires. Le gonflement et le retrait des parois cellulaires sont causés par l'interaction des composants chimiques des parois avec l'humidité et la température. Plus précisément, c'est l'absorption ou la désorption d'eau liée par la matrice solide du matériau qui génère respectivement le gonflement ou le retrait. De ce fait, sur le cycle de sorption par exemple, l'augmentation de la teneur en eau du bois est accompagnée d'une absorption d'eau liée par les parois cellulaires, et par conséquent d'un gonflement. Lorsque le PSF est atteint, il n'y a théoriquement plus de variations dimensionnelles subites par le matériau. Toute augmentation de teneur en eau sera traduite par l'eau libre qui va s'installer dans la porosité, et

qui ne va pas causer du gonflement. En ce qui concerne le cycle de désorption, ce sont les mêmes étapes qui prennent place sur le cycle de sorption qui se reproduisent, mais dans le sens inverse. Lorsque la teneur en eau du bois à l'état saturé diminue, l'eau libre sort premièrement sans générer des variations dimensionnelles. Une fois que le PSF est atteint, lorsque la teneur en eau du matériau diminue, l'eau liée se libère des parois cellulaires, et ces dernières se rétrécissent. On observe donc un rétrécissement global du bois à l'échelle macroscopique.

Donc, la notion du PSF ne concerne pas exclusivement l'aspect hygrique du matériau. Il s'agit d'une caractéristique qui régit les variations de nombreuses propriétés du bois (Skaar, 1984; Siau, 1995).

En effet, en-dessous du PSF, le bois présente de très bonnes propriétés thermiques et d'isolation, qui se dégradent lorsque sa teneur en eau augmente. Cette dégradation prend place de manière accélérée une fois que le PSF est atteint. Un exemple qui montre l'évolution de la conductivité thermique du bois d'épicéa en fonction de sa teneur en eau est représenté dans la **Figure I.4**. Dans cette figure, la limite de la zone hygroscopique marque le PSF. On remarque donc l'augmentation rapide de la conductivité au-delà du PSF.

De même, en-dessous du PSF, le bois dispose de meilleures propriétés de résistance mécanique, qui augmentent lorsque sa teneur en eau diminue. Plusieurs travaux ont consisté à évaluer les variations dimensionnelles et les variations de propriétés mécaniques, afin de prédire la valeur exacte du PSF de plusieurs espèces de bois (Choong and Achmadi, 1991; Repellin and Guyonnet, 2005). Néanmoins, quelques travaux sont en contradiction avec le fait qu'aucune variation dimensionnelle ne prend place au-dessus du PSF (Stevens, 1963; Goulet and Hernández, 1991).

Par contre, même si elles existent, les variations dimensionnelles détectées au-dessus du PSF sont considérées négligeables par rapport à celles causées par l'absorption d'eau liée au-dessous du PSF. Par exemple, (Hernández and Bizoñ, 1994) ont vérifié que le retrait du bois d'érable à sucre était déclenché au-dessus du PSF, mais avec une cinétique réduite par rapport au retrait au-dessous du PSF. La **Figure I.13** montre le retrait en fonction de la teneur en eau du matériau que ces auteurs ont calculé, pour une température constante de 21°C. Cette figure révèle

que pour une teneur en eau du bois de 15%, le retrait tangentiel peut atteindre 6%, tandis que le retrait radial est beaucoup plus faible, avec un pourcentage de presque 2%.

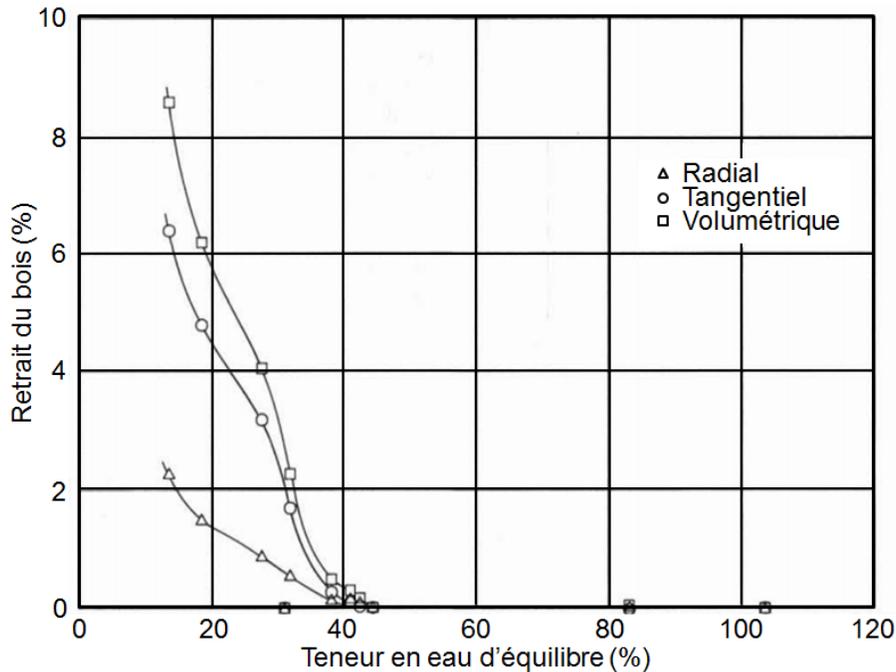


Figure I.13 : Déformation de retrait du bois d'érable à sucre en fonction de sa teneur en eau, pour une température de 21 °C (Hernández and Bizoň, 1994).

De plus, quelques études montrent qu'au-dessus du PSF, les propriétés de résistance mécanique du bois d'érable à sucre, comme la compression radiale et la traction tangentielle, sont toujours influencées par l'humidité du bois (Goulet and Hernández, 1991; Hernández and Bizoň, 1994).

En général, moins le matériau est sensible géométriquement par rapport aux sollicitations hygriques, plus on parle de "stabilité dimensionnelle" (Torelli and Gorišek, 1995). Les notions de gonflement différentiel (Noack *et al.*, 1973) et de facteur de gonflement (Chafe, 1987) existent même afin de quantifier la stabilité dimensionnelle du bois. La stabilité dimensionnelle du matériau est importante, parce que plus elle est faible, plus les phénomènes de gonflement et de retrait peuvent générer des microfissures à l'échelle des parois cellulaires et induire la dégradation de plus en plus amplifiée des propriétés mécaniques et thermiques du bois.

Suite à tout ce qui précède, il est évident que les types d'eau, le phénomène d'hystérésis, la température, la notion de PSF et les variations dimensionnelles sont tous liés. Pour une

meilleure compréhension du comportement couplé du bois, il demeure essentiel de maîtriser ses différentes propriétés physiques.

## **I.5 Propriétés microscopiques pour le couplage hygro-mécanique**

Toutes les notions présentées, notamment celles liées à la relation entre le matériau et l'eau sont directement dépendantes des propriétés locales des parois cellulaires. Ceci veut dire que les paramètres thermo-hygro-mécaniques caractéristiques des parois vont régir d'une part la cinétique des transferts (thermiques et hygriques), et d'autre part les variations dimensionnelles subites suite aux sollicitations environnementales.

En effet, chacune des propriétés physiques microscopiques est dépendante de plusieurs facteurs. Premièrement, les différentes espèces de bois ne présentent pas toutes les mêmes caractéristiques géométriques. En plus, la microstructure du bois d'été diffère de celle du bois de printemps. D'autre part, la teneur en eau et la température du matériau affectent toutes ses propriétés thermiques, hygriques et mécaniques (Bodig and Jayne, 1982; Rafsanjani *et al.*, 2013a; Pierre *et al.*, 2014). Tous ces facteurs ont donc une influence marquée sur les propriétés locales des parois cellulaires.

En ce qui concerne l'aspect thermique, quelques études ont été achevées à l'échelle microscopique, afin d'évaluer les propriétés de conduction et de diffusivité thermique locales des matériaux biosourcés (Lux *et al.*, 2006; Thoemen *et al.*, 2008; Lelievre *et al.*, 2014; Pierre *et al.*, 2014; Lagüela *et al.*, 2015). Par contre, puisque ce travail est centré sur le comportement hygro-mécanique des matériaux poreux de construction à température contrôlée, les propriétés thermiques locales ne seront pas prises en compte dans la suite du manuscrit. De ce fait, cette partie consiste à faire un aperçu sur les propriétés hygriques, mécaniques et hygro-mécaniques des parois cellulaires.

### **I.5.1 Propriétés hygriques**

Il est très important de maîtriser les propriétés hygriques du bois, puisque le comportement hygrique de ce matériau est le plus influent sur ses propriétés thermiques et d'isolation. Par contre, cette tâche n'est pas du tout évidente.

Premièrement, la diffusion au sein du matériau se fait dans les lumens (la porosité) et les parois cellulaires. En dessous du PSF, tant qu'il n'y a pas encore d'eau libre dans le matériau, on parle donc de diffusion de vapeur d'eau dans la porosité, et de diffusion d'eau liée dans les parois cellulaires. Bien évidemment, s'il existe dans la littérature des informations à propos de la diffusion de vapeur d'eau dans l'air, ce n'est pas du tout le cas pour la diffusion d'eau liée dans la matrice solide (Rice, 1955; Simpson, 1993; Mouchot *et al.*, 2000).

Dans la direction longitudinale, le transport de vapeur d'eau dans la porosité se fait à travers les lumens, orientés parallèlement à l'axe du tronc. Par contre, dans le plan tangentiel-radial, le transport de vapeur se fait de manière réduite à travers les ponctuations, et encore plus lentement à travers la diffusion d'eau liée dans les parois cellulaires.

En effet, la matrice solide est constituée de plusieurs couches, formées de cellulose cristalline et amorphe, d'hémicellulose, de lignine et d'extractibles. La cellulose cristalline, étant hydrophobe et ayant une orientation de microfibrilles bien spécifique qui augmente sa rigidité et bloque le transport d'humidité, joue le rôle de ralentisseur des transferts au sein du matériau.

Il ne s'agit donc pas de calculer des paramètres macroscopiques équivalents, mais plutôt un coefficient de diffusion locale des parois cellulaires, qui prend même en compte les différentes caractéristiques de leurs constituants (cellulose cristalline et amorphe, hémicellulose, lignine...).

Malgré l'importance d'identifier les paramètres de diffusion, ce n'est pas du tout une tâche triviale. Le comportement hygrique des matériaux biosourcés et en particulier du bois a été étudié dans la littérature expérimentalement et numériquement, pour une meilleure estimation des propriétés hygriques locales.

En ce qui concerne les méthodes expérimentales, quelques auteurs se sont intéressés à la diffusion d'eau dans le bois en se basant sur l'évaluation de la relation entre la perméabilité et la teneur en eau du matériau, et ensuite sur la diffusion d'humidité en régimes permanent et transitoire (Siau, 1984). (Siau, 1984) a proposé un rapport entre la diffusion de l'eau liée dans les parois cellulaires et la diffusion de la vapeur d'eau dans la porosité, de 0,004. Ce rapport correspond à 12% de teneur en eau du matériau. Des études plus récentes prennent en considération les différentes directions et essences du bois utilisé, pour le calcul du coefficient de

diffusion (Agoua *et al.*, 2001). D'autres travaux montrent par analyse inverse, la dépendance des coefficients de diffusion de l'eau liée en fonction de la teneur en eau du matériau (Olek *et al.*, 2005). En plus, ces auteurs ont calculé la diffusivité en régime permanent, à travers un suivi de masse d'un échantillon sur lequel un gradient d'humidité est appliqué. Le flux de vapeur traversant est évalué, et la diffusivité en régime permanent est déterminée en se basant sur la première loi de Fick (Tarmian *et al.*, 2012). Une autre étude a consisté de tester plusieurs espèces de bois, et de calculer le coefficient de diffusion selon l'épaisseur du matériau (Zhou *et al.*, 2011). Ces chercheurs ont montré que ce coefficient varie beaucoup plus en fonction de la température qu'en fonction de l'humidité relative. Malgré que ces études traitent la diffusion au sein du matériau, elles ne concernent pas toutes l'identification des coefficients de diffusion de l'eau liée dans les parois cellulaires et de la vapeur d'eau dans la porosité.

D'autre part, plusieurs travaux numériques ont été achevés, mais aucun entre eux n'avait comme objectif le calcul du coefficient de diffusion de l'eau liée dans les parois cellulaires. Par exemple, (Thoemen *et al.*, 2008) se sont basés sur des volumes de micro-tomographie aux rayons X pour examiner la perméabilité effective (et la conductivité thermique effective) au sein de fibres de bois. Ils ont utilisé la méthode des différences finies, et ils ont adopté des conditions aux limites périodiques. Les résultats numériques obtenus ont été validés en les comparant à des résultats expérimentaux présentés aussi dans leur travail. (Perré *et al.*, 2016) ont estimé par la méthode Lattice Boltzmann les coefficients de diffusion adimensionnels équivalents du bois d'épicéa (pour le bois de printemps et pour le bois d'été) dans les directions radiale et tangentielle. Par contre, les coefficients de diffusion locaux adoptés de l'eau liée dans les parois cellulaires et de la vapeur d'eau dans la porosité correspondent à ceux proposés par (Siau, 1984). Récemment, (Louërat, 2017) a calculé par la méthode Lattice Boltzmann les coefficients de diffusion équivalents de plusieurs espèces biosourcés, en allant de volumes scannés en micro-tomographie synchrotron aux rayons X. Les coefficients de diffusion locaux adoptés sont les mêmes que ceux utilisés par (Perré *et al.*, 2016).

Les méthodes numériques adoptées par la majorité des chercheurs consistent à calculer des paramètres équivalents macroscopiques à partir de propriétés locales des constituants des matériaux biosourcés. Toutes les études présentées n'ont donc pas abouti au calcul ou à l'estimation des propriétés hygriques des parois cellulaires et de la porosité de manière précise et efficace. Les valeurs de diffusion d'eau liée dans les parois cellulaires et de diffusion de vapeur

d'eau dans la porosité souvent adoptées même dans les études récentes sont celles proposées par Siau (Siau, 1984; Perré *et al.*, 2016). Elles correspondent à un rapport de diffusion dans le solide et de diffusion dans la porosité de 0,004 à 12% de teneur en eau. Ce rapport reste dépendant de la teneur en eau du matériau. Des efforts demeurent donc nécessaires pour une meilleure caractérisation des propriétés hygriques locales du bois.

### **I.5.2 Propriétés mécaniques**

Quant au comportement mécanique microscopique du bois, il n'y a que la matrice solide à prendre en compte. Par contre, la constitution chimique complexe des parois cellulaires révèle une hétérogénéité en terme de résistance mécanique. De ce fait, il est important d'évaluer les propriétés mécaniques de chacun des constituants chimiques de ces parois.

Quelques auteurs se sont déjà intéressés à ce sujet. En effet, puisque les fibres sont principalement orientées dans la direction longitudinale, la force et la rigidité sont considérablement plus grandes dans cette direction que dans les deux autres (tangentielle et radiale). Cependant, il existe quand même une différence de rigidité entre les directions tangentielle et radiale. La rigidité radiale est presque une fois et demie plus grande que la rigidité tangentielle. Cette différence est principalement causée par la structure cellulaire qui diffère d'une direction à l'autre. En plus, les rayons cellulaires orientés radialement agissent comme un renforcement dans cette direction. Néanmoins, les coefficients de rigidité varient significativement dans chaque direction.

A l'échelle microscopique, les propriétés mécaniques des fibres, dont on retrouve en grande variété, n'ont pas encore été étudiées intensivement. Les parois cellulaires du bois de printemps présentent une couche  $S_2$  beaucoup plus fine que celles du bois d'été. (Page *et al.*, 1977) ont mesuré le module d'Young longitudinal des fibres en fonction de l'angle des microfibrilles. Ils ont montré que la rigidité longitudinale diminue lorsque l'angle des microfibrilles de la couche  $S_2$  diminue. D'autre part, une étude a consisté à mesurer une rigidité transversale des fibres de bois en compression de presque 600 MPa (Hartler and Nyrén, 1970). En terme de modélisation, (Persson, 2000) a calculé les propriétés mécaniques équivalentes des parois cellulaires, par homogénéisation numérique. Il prend en considération dans ses études le bois d'été et le bois de printemps d'une part, et d'autre part de faibles, moyennes et grandes

propriétés de rigidité des constituants chimiques. Les résultats qu'il a obtenus sont représentés dans le **Tableau I.1**.

*Tableau I.1 : Paramètres de rigidité équivalents déterminés à partir de modèles de parois cellulaires de bois de printemps et de bois d'été, en utilisant de faibles, moyennes, et grandes propriétés de rigidité des constituants chimiques (Persson, 2000).*

Coefficient		Propriétés de rigidité des constituants chimiques des parois cellulaires					
		Bois de printemps			Bois d'été		
		Faibles	Moyennes	Grandes	Faibles	Moyennes	Grandes
Module d'Young (GPa)	$E_L$	33,2	38,7	44,1	43	50	56,8
	$E_R$	7,02	8,5	9,62	6,43	7,8	8,7
	$E_T$	4,36	4,9	6,66	4,77	5,67	7,07
Module de cisaillement (GPa)	$G_{LR}$	4,38	5,44	6,27	3,5	4,13	4,75
	$G_{LT}$	1,65	2,09	2,5	2,12	2,58	3,02
	$G_{RT}$	1,18	1,633	2,07	1,22	1,73	2,22
Coefficient de Poisson (-)	$\nu_{RL}$	0,112	0,115	0,116	0,0671	0,0692	0,0689
	$\nu_{TL}$	0,0233	0,0229	0,0264	0,0219	0,0224	0,0242
	$\nu_{TR}$	0,403	0,417	0,407	0,416	0,424	0,422

A une échelle encore plus fine, on s'intéresse aux propriétés mécaniques des constituants chimiques des parois cellulaires :

- La cellulose de forme I est cristalline. Ses propriétés de rigidité sont considérées comme invariantes par rapport aux diverses sollicitations hygriques. En effet, la cellulose cristalline est un constituant chimique qui est isotrope transversalement. Ceci dit, elle présente des propriétés mécaniques isotropes dans le plan transversal du bois, et une différente rigidité dans la direction longitudinale. La rigidité longitudinale de la cellulose est beaucoup plus importante que celle transversale. Son module d'élasticité longitudinale a été déterminé expérimentalement dans plusieurs travaux (Sakurada *et al.*, 1962; Matsuo *et al.*, 1990; Nishino *et al.*, 1995). Il a été aussi estimé à partir de l'utilisation de modèles moléculaires (Tashiro and Kobayashi, 1991, 1996). La majorité des mesures ont été achevées en appliquant une force sur les fibres de cellulose, et en mesurant l'élongation des cristaux par diffraction aux rayons X. Par

contre, (Mark, 1967) a constaté que les valeurs obtenues par diffraction aux rayons X sous-estiment le module d'Young longitudinale, puisque la force appliquée parallèlement à la direction longitudinal n'est pas tout à fait parallèle à la direction des microfibrilles de cellulose. D'autre part, d'après cet auteur, les propriétés obtenues à travers la modélisation surestiment le module d'Young longitudinal puisqu'elles ne prennent pas en compte l'effet de la température. En ce qui concerne toutes les autres propriétés mécaniques de la cellulose, elles ont été obtenues par la modélisation moléculaire (Cave, 1978; Tashiro and Kobayashi, 1991, 1996). (Tashiro and Kobayashi, 1991) ont même déterminé la matrice de rigidité de la cellulose. Un résumé des valeurs trouvées dans la littérature est représenté dans le **Tableau I.2**.

*Tableau I.2 : Revue de littérature sur les paramètres de rigidité de la cellulose (Persson, 2000).*

Coefficient		Valeur	Méthode et référence
Module d'Young (GPa)	E <sub>11</sub>	135	Mesuré (Sakurada <i>et al.</i> , 1962)
		138	Mesuré (Nishino <i>et al.</i> , 1995)
		140	Mesuré (Matsuo <i>et al.</i> , 1990)
		168	Modèle moléculaire (Tashiro and Kobayashi, 1991)
	E <sub>22</sub>	17,7	Modèle moléculaire (Tashiro and Kobayashi, 1991)
		27	Modèle moléculaire (Mark, 1967)
		18	Estimé (Cave, 1978)
Module de cisaillement (GPa)	G <sub>12</sub>	4,4	Modèle moléculaire (Mark, 1967)
		5,1	Modèle moléculaire (Tashiro and Kobayashi, 1991)
Coefficient de Poisson (-)	v <sub>21</sub>	0,011	Modèle moléculaire (Mark, 1967)
		<0,005	Modèle moléculaire (Tashiro and Kobayashi, 1991)
		0,047	Estimé (Cave, 1978)
	v <sub>32</sub>	0,52	Modèle moléculaire (Tashiro and Kobayashi, 1991)
		0,48	Estimé (Cave, 1978)

- L'hémicellulose est un matériau amorphe, fortement affecté par les sollicitations hygriques. Ses propriétés de rigidité se dégradent lorsque sa teneur en eau augmente.

- La rigidité d'hémicelluloses isolées a été mesurée par (Cousins, 1978). Les résultats montrent une diminution du module d'élasticité de presque 8 GPa à l'état sec jusqu'à presque 10 MPa à une teneur en eau de 70%.
- La lignine est de même un matériau amorphe dont les propriétés dépendent de sa teneur en eau. Par contre, cette dépendance n'est pas tellement particulière à comparer avec l'hémicellulose. Les propriétés mécaniques de la lignine ont été mesurées par (Cousins, 1976). Cet auteur a pris en compte aussi la dépendance du module d'élasticité par rapport à la teneur en eau, et a constaté qu'à un état presque sec, le module d'élasticité de la lignine est de presque 5,5 GPa. Par contre, vers 4% de teneur en eau, le module d'élasticité croît jusqu'à presque 6,5 GPa, et puis décroît jusqu'à presque 3 GPa pour une teneur en eau de 20%.

Les parois cellulaires, très hétérogènes, sont constituées par plusieurs couches, dont chacune comporte une certaine proportion de cellulose cristalline ou amorphe, d'hémicellulose, de lignine et d'extractibles. Pour les simulations à l'échelle microscopique, il faut donc utiliser des propriétés mécaniques équivalentes des parois cellulaires, qui prennent en compte les propriétés mécaniques locales des constituants chimiques. Les résultats obtenus par (Persson, 2000) concernent la majorité des propriétés mécaniques des parois cellulaires. Par contre, la variabilité du bois est un facteur très important à ne pas négliger. Les parois cellulaires extraites d'un bois de printemps ou d'été, d'un cycle annuel ou d'un autre, d'une région ou d'une autre, présentent des propriétés mécaniques différentes. Il est donc primordial de tenir compte de cette variabilité dans toute interprétation de résultat.

### **I.5.3 Propriétés d'hygro-expansion**

Les propriétés hygriques et mécaniques du bois sont reliées par des propriétés d'hygro-expansion (de gonflement ou de retrait) du matériau. En effet, à l'échelle macroscopique, l'anisotropie du bois fait aussi preuve. (Kollmann and Côte, 1968) ont calculé des valeurs typiques d'hygro-expansion dans chacune des directions principales du bois.

De plus, les calculs de déformation de retrait du bois d'érable à sucre en fonction de sa teneur en eau, effectués par (Hernández and Bizoň, 1994) sont présentés dans la **Figure I.13**. Par contre, ces variations dimensionnelles macroscopiques sont dues à la base aux déformations des

parois cellulaires à l'échelle microscopique, générées par l'absorption ou la restitution d'eau. Ces déformations locales sont régies respectivement par le coefficient de gonflement ou de retrait des parois cellulaires. Dans le cycle de sorption, la déformation hygrique augmente jusqu'à atteindre le PSF. Inversement, dans le cycle de désorption, elle commence à diminuer après que les parois cellulaires atteignent le PSF.

Quelques études qui prennent en considération les déformations locales de la matrice solide ont été achevées. (Derome *et al.*, 2011) ont calculé les déformations de gonflement sur des régions d'intérêts d'échantillons scannés au synchrotron, après avoir été conditionnés à plusieurs humidités relatives. Ils ont représenté les différences entre la déformée et l'état initial du volume étudié à l'échelle des parois cellulaires, en faisant une étude qualitative. Les déformations équivalentes macroscopiques du bois d'été et du bois de printemps ont été ainsi comparées. D'autre part, (Rafsanjani *et al.*, 2012a) ont fait des expérimentations et de la modélisation sur le comportement hygro-mécanique du bois. Ces travaux ont été réalisés en 2D. Expérimentalement, ces auteurs ont utilisé la microscopie électronique à balayage. Par contre, pour la modélisation, ils ont cherché à comparer les résultats numériques homogénéisés qu'ils ont obtenus aux résultats expérimentaux. Pour le calcul de l'homogénéisation, ils se sont basés sur les coefficients de gonflement locaux anisotropes des parois cellulaires du bois de printemps et du bois d'été, représentés dans le **Tableau I.3**. Ensuite, ces auteurs (Rafsanjani *et al.*, 2012b, 2013b) ont modélisé la structure microscopique du bois, et étudié l'effet de l'anisotropie et du désordre géométrique des parois cellulaires sur l'estimation des coefficients de gonflement équivalents. Les résultats obtenus en 2D consistent à comparer les gonflements dans les directions radiale et tangentielle, en prenant en compte les différentes géométries des parois adoptées. Les modèles développés prennent en considération les différentes couches des parois cellulaires, et consistent à faire une homogénéisation périodique. Récemment, (Almeida *et al.*, 2014) ont examiné le retrait du bois à l'échelle des parois cellulaires, en se basant sur le microscope électronique à balayage environnementale. Ils ont pu donc conditionner leurs échantillons à plusieurs conditions hygriques, pour sortir les déplacements locaux par corrélation d'image.

Pour résumer, la majorité des travaux effectués à l'échelle microscopique traitent des structures générées à travers des algorithmes. En plus, plusieurs études se sont contentées d'analyser les variations dimensionnelles dans le plan transversal seulement. Par contre, même si

les parois cellulaires se déforment peu suivant leur grand axe, il faudra prendre en compte la direction longitudinale. Ceci peut influencer l'estimation des coefficients de gonflement tangentiel et radial si leur calcul est basé sur des images surfaciques des échantillons. Le fait que le volume traité soit compris au sein de l'échantillon en question est très important, afin d'éviter les effets de bords. Finalement, plusieurs travaux se sont basés sur des coefficients de gonflement déjà calculés dans la littérature, afin de faire des calculs d'homogénéisation et remonter aux coefficients de gonflement macroscopiques. Ceci dit, pas toutes les études ont servi à compléter le manque de connaissance concernant les propriétés locales d'hygro-expansion.

*Tableau I.3 : Coefficients de gonflement dans les directions radiale et tangentielle des parois cellulaires du bois de printemps et du bois d'été, utilisés par (Rafsanjani et al., 2012a).*

Coefficient de gonflement (% $\epsilon$ /% w)	Direction de parois cellulaires	Bois de printemps	Bois d'été
$\beta_R$	Radiale	0,1	0,4
	Tangentielle	0,15	0,35
$\beta_T$	Radiale	0,45	0,5
	Tangentielle	0,45	0,6

Les variations dimensionnelles des parois cellulaires sont fortement dépendantes des caractéristiques hygro-mécaniques de leurs constituants chimiques. Par contre, à cette échelle, les études achevées ne sont pas assez nombreuses. Concernant les coefficients de gonflement des constituants chimiques, seuls ceux de l'hémicellulose et de la lignine peuvent être étudiés. En effet, la déformation hygrique d'un constituant chimique est due à l'évolution de sa teneur en eau. Puisque la cellulose cristalline ne réagit pas avec l'humidité, elle ne subit donc pas des déformations de gonflement ou de retrait.

En ce qui concerne l'hémicellulose, son comportement hygro-mécanique a été étudié par quelques auteurs (Cave, 1978; Mazeau, 2015). (Cave, 1978) a conclu que ce matériau ne subit pas de variations dimensionnelles dans la direction longitudinale. Il lui a attribué un coefficient de gonflement de 0,5 %  $\epsilon$ /% w dans le plan transversal. Cet auteur s'est aussi intéressé à la lignine, considérée comme un matériau isotrope, et lui a estimé un coefficient de gonflement de 0,333 %  $\epsilon$ /% w.

Les recherches spécialisées aux propriétés de gonflement des parois cellulaires sont donc quasi-inexistantes. Rares sont les études qui traitent le comportement volumique du matériau; plusieurs auteurs se sont concentrés sur l'étude du plan transversal. Par contre, l'étude surfacique du gonflement ou du retrait n'est pas toujours la plus fiable possible, spécialement que ces phénomènes sont déclenchés dans tout l'échantillon. Il faut donc éviter de travailler aux frontières du matériau, pour ne pas avoir des effets de bords. Il demeure essentiel d'estimer de manière précise ces coefficients de gonflement, en prenant en compte les propriétés des constituants chimiques des parois, ainsi que leur variabilité.

## **I.6 Etudes microscopiques thermo-hygro-mécaniques sur le bois**

Les études expérimentales ou numériques qui traitent le comportement microscopique du bois ne sont pas très nombreuses. Quelques-unes d'entre elles sont plutôt orientées vers le calcul de conductivité thermique, et l'évaluation des performances énergétiques de ce matériau (Repellin and Guyonnet, 2005; Lux *et al.*, 2006; Thoemen *et al.*, 2008; Louërat, 2017). D'autres études traitent plutôt le comportement hygrique local (Siau, 1984; Thoemen *et al.*, 2008), ou le comportement mécanique local du bois (Tashiro and Kobayashi, 1991; Persson, 2000).

Par ailleurs, dans cette partie, on propose d'aborder seulement les études qui concernent les couplages hygro-mécaniques ou thermo-mécaniques à cette échelle, afin de faire le point sur les avancements dans la littérature par rapport à l'objectif de cette thèse.

Le comportement hygro-mécanique et/ou thermo-mécanique local du bois, à l'échelle des parois cellulaires est à l'origine des variations dimensionnelles du matériau à l'échelle macroscopique. Quelques études ont été achevées à l'échelle microscopique, mais rares sont celles qui ont traité carrément du comportement couplé 3D (hygro-mécanique ou thermo-mécanique) (Lux *et al.*, 2006; Perré *et al.*, 2016).

Concernant le couplage hygro-mécanique, plusieurs études se sont basées sur la structure microscopique du bois pour calculer des propriétés et paramètres macroscopiques équivalents (Almeida and Hernández, 2006; Derome *et al.*, 2011; Patera *et al.*, 2013). Récemment, des travaux ont évalué le comportement hygro-mécanique à l'échelle microscopique pour une meilleure compréhension des phénomènes physiques locaux qui prennent place (Rafsanjani *et al.*, 2012a, 2013a; Almeida *et al.*, 2014; Kulasinski *et al.*, 2014). Par exemple, (Almeida *et al.*,

2014) ont post-traité des images prises sur le microscope électronique à balayage environnemental, d'échantillons de bois d'épicéa conditionnés à différentes humidités relatives. Chaque image comportait un nombre bien défini de cellules de bois. Ces auteurs ont calculé le rapport des déformations de retrait tangentiel sur les déformations de retrait radial de l'ensemble des cellules. Les rapports calculés varient entre 2 et 2,8 pour le bois de printemps, tandis qu'un rapport moyen de 0,9 est calculé pour le bois d'été. Ces résultats sont représentés dans la **Figure I.14**, et sont témoins de la forte anisotropie normalement retrouvée dans le bois de printemps, et du comportement plutôt isotrope du bois d'été. Néanmoins, ces auteurs n'ont pas pris en compte le couplage avec le comportement thermique du bois d'épicéa.

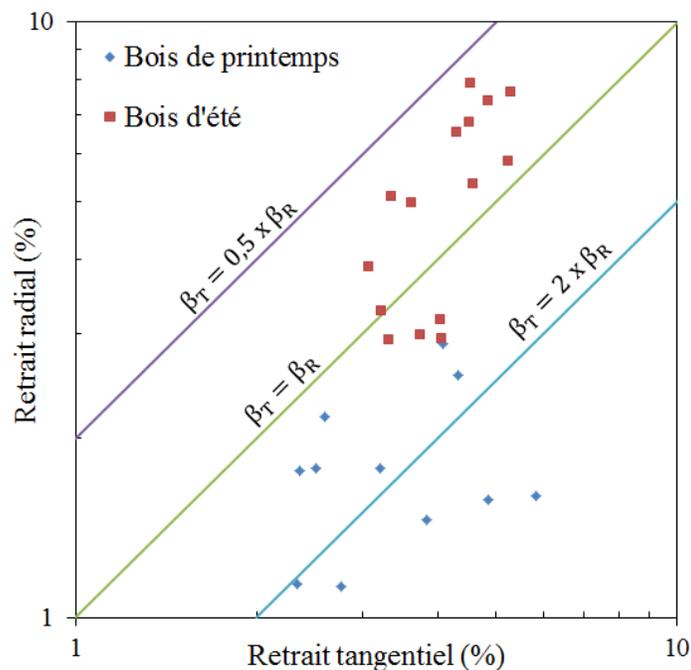


Figure I.14 : Déformation de retrait radial en fonction de la déformation de retrait tangentiel du bois d'épicéa, pour le bois de printemps et le bois d'été (Almeida et al., 2014).

Quant au couplage de l'aspect mécanique et/ou hygro-mécanique avec la thermique, plusieurs études ont été achevées sur des échantillons de bois de petites tailles (Straže et al., 2016; Zhao et al., 2016). Par contre, celles qui prennent en compte les propriétés locales de la phase solide et de la phase poreuse du matériau ne sont pas nombreuses. Par exemple, (Repellin and Guyonnet, 2005) ont calculé le PSF ainsi que le gonflement maximal de plusieurs échantillons de bois traités thermiquement. Pour ce faire, ils ont utilisé la calorimétrie différentielle à balayage

(DSC : differential scanning calorimetry). Ces auteurs ont étudié de même les variations au niveau des constituants chimiques des parois cellulaires vis-à-vis des sollicitations thermiques.

En effet, parmi les travaux déjà cités, la majorité consiste à faire des manipulations expérimentales et une étude qualitative du comportement des fibres. De plus, ces expériences servent souvent au calcul des grandeurs équivalentes, et non pas au calcul des propriétés des parois cellulaires. En terme de travail numérique, des modèles d'homogénéisation ont été plutôt développés, en se basant sur la périodicité des cellules et en utilisant des propriétés locales comme paramètres d'entrée (Rafsanjani *et al.*, 2012a, 2012b, 2013b, 2013a). De plus, la structure du bois utilisée était générée à travers des algorithmes.

Le comportement thermo-hygro-mécanique microscopique du bois n'est toujours pas maîtrisé. Ce sujet mérite donc une attention particulière. Il est important de prendre en considération la structure réelle 3D du matériau afin d'évaluer ses propriétés caractéristiques locales. En numérique, il faut choisir un modèle représentatif du comportement microscopique, et adopter les bons paramètres d'entrée thermo-hygro-mécanique.

## **I.7 Conclusion**

Au fur et à mesure, les réglementations thermiques exigent l'utilisation de matériaux de construction à faible impact environnemental. Les matériaux biosourcés, renouvelables, et ayant des propriétés d'isolations thermiques performantes, sont de plus en plus recommandés. Par contre, ces matériaux sont hygroscopiques, et présentent une structure anisotrope et hétérogène. L'état hygrique et la température des matériaux biosourcés et du bois en particulier, affectent leurs propriétés thermiques, et causent des variations dimensionnelles. Les dites variations peuvent même entraîner la dégradation du matériau. Ceci engendre donc un fort couplage thermo-hygro-mécanique, qui n'est toujours pas maîtrisé dans la littérature. En effet, les déformations (hygriques et thermiques) macroscopiques générées par les diverses sollicitations environnementales (hygriques et thermiques) se déclenchent à l'échelle des constituants chimiques des parois cellulaires. Une caractérisation fiable du comportement des matériaux biosourcés est donc nécessaire, notamment à l'échelle microscopique.

Dans ce chapitre, l'étude bibliographique détaillée s'avère essentielle pour marquer les différents aspects de nos recherches. On a premièrement élaboré l'aspect multi-échelle et

anisotrope, ainsi que le comportement hygroscopique du bois. La littérature montre la présence de plusieurs types d'eau qui peuvent coexister au sein du matériau. Ceci va générer des variations dimensionnelles locales des parois cellulaires, qui sont directement liées à la notion de Point de Saturation des Fibres (**PSF**) et de niveau de température. Toutes ces interactions sont aussi à l'origine du phénomène d'hystérésis. Un bilan sur les propriétés et les études thermo-hygro-mécaniques microscopiques du bois ont été de même réalisés. Ces travaux montrent qu'il y a un vrai manque de connaissance des propriétés locales des parois cellulaires. De plus, la majorité des travaux récents se basent sur des paramètres proposés depuis très longtemps (au vingtième siècle), définis pour des teneurs en eau et des températures bien spécifiques. En revanche, la majorité des chercheurs utilisent la structure 2D du matériau, ou même une structure virtuelle dans les calculs numériques réalisés dans la littérature. Or, ceux qui traitent la structure réelle 3D du matériau sont très rares. De plus, vu la complexité des phénomènes microscopiques, le comportement thermo-hygro-mécanique local du bois n'a pas été étudié intensivement dans la littérature (similairement aux comportements hygro-mécanique et thermo-mécanique). Cependant, les chercheurs qui s'y sont intéressés, se sont plutôt basés sur les paramètres locaux qui existent déjà dans la littérature, pour le calcul de paramètres macroscopiques homogénéisés.

## CHAPITRE II

# ANALYSE DU COMPORTEMENT HYGROMORPHIQUE PAR MICRO- TOMOGRAPHIE AUX RAYONS X

## **CHAPITRE II. ANALYSE DU COMPORTEMENT HYGROMORPHIQUE PAR MICRO-TOMOGRAPHIE AUX RAYONS X**

---

### **II.1 Introduction**

Les matériaux biosourcés sont connus par leur forte porosité microstructurée, anisotrope, et hétérogène. Cette microstructure bois est déformable, et à la base d'interactions complexes du matériau avec l'humidité. En effet, les variations des conditions environnementales (température et/ou humidité) causent le gonflement ou le retrait du bois, fonction de sa teneur en eau induite. Ces déformations macroscopiques sont générées par des phénomènes physiques qui prennent place à l'échelle microscopique (adsorption de vapeur d'eau, diffusions hygrique et thermique, interactions de l'eau liée avec les parois cellulaires et leurs constituants chimiques...). On parle donc d'un fort couplage thermo-hygro-mécanique à l'échelle locale du bois.

D'autre part, la complexité de ce comportement à l'échelle microscopique n'est pas encore maîtrisée et explicitée dans la littérature. Ainsi, une connaissance approfondie de la structure anatomique microscopique du bois demeure premièrement nécessaire. Ensuite, il s'agit d'étudier les diverses déformations locales de gonflement et de retrait du matériau, causées par les variations de sa teneur en eau locale.

Pour ce faire, une étude bibliographique est présentée en premier dans ce chapitre. Elle permettra de clarifier les limites de connaissance dans la littérature, en ce qui concerne la structure anatomique et le comportement hygro-mécanique du bois d'épicéa particulièrement. Un bilan sur les précédentes études utilisant la micro-tomographie aux rayons X est aussi élaboré, avant de présenter le principe de cette technique.

En second lieu, on a conduit une étude morphologique à très haute résolution, afin de caractériser la microstructure du matériau utilisé. Les investigations expérimentales relatives à l'étude morphologique sont présentées, en précisant le protocole expérimental adopté pour cette étude et les différentes considérations faites pour le traitement d'images et la reconstruction 3D des échantillons de bois. Cette étape conduira au descriptif d'une procédure d'individualisation de lumens développée dans ce travail. Les grandeurs morphologiques caractéristiques du bois, diamètres des lumens et épaisseurs des parois cellulaires, sont calculées.

Un deuxième grand volet dans ce chapitre concerne l'étude du comportement hygromorphique du bois choisi (épicéa), à température contrôlée. On a présenté le montage conçu et utilisé pour la conservation de la teneur en eau du matériau lors des scans en microtomographie aux rayons X et le traitement d'images adopté. Ensuite, on a assuré le suivi en fonction de l'état hygrique du matériau des évolutions des propriétés géométriques : diamètres des lumens, épaisseurs des parois cellulaires, porosité et surface spécifique. Cette étape mène à une meilleure compréhension de la manière dont le gonflement prend place à l'échelle microscopique.

Enfin, on a analysé et interprété tous ces résultats, en faisant le lien entre les diverses grandeurs microstructurales caractéristiques du bois d'épicéa et leur variation due au gonflement lors de l'humidification.

## **II.2 Revue bibliographique**

Avant d'effectuer une étude supplémentaire sur le comportement des matériaux biosourcés, une connaissance approfondie de leur microstructure est nécessaire. En effet, notamment en ce qui concerne les matériaux biosourcés, ces derniers présentent une grande hétérogénéité, anisotropie et de nombreuses irrégularités. De ce fait, une étude à partir de surface externe de ces matériaux n'est pas toujours des plus précises, et ne donne accès qu'à l'hétérogénéité macroscopique. Il est plutôt intéressant d'étudier la structure 3D en tant que telle, afin de maîtriser la complexité morphologique microscopique.

D'autre part, l'étude tridimensionnelle du comportement hygro-mécanique du bois est aussi très importante. En effet, l'absorption de l'humidité se fait au sein du matériau, à travers des équilibres complexes entre la vapeur d'eau, l'eau liée et l'eau libre. Ce phénomène prend place à l'échelle des parois cellulaires, et nécessite donc une étude précise localement. Afin d'évaluer ce phénomène, le recours à des techniques d'imagerie non destructives est de plus en plus observé dans la littérature. L'avantage de ces techniques est l'accès et la conservation de la microstructure d'un test à l'autre, ce qui rend possible d'effectuer plusieurs essais d'un même échantillon en fonction de la sollicitation (humidité relative ou température) externe.

La micro-tomographie aux rayons X est particulièrement utilisée de plus en plus par les chercheurs dans diverses études. Par exemple, (Trtik *et al.*, 2007) ont étudié la microstructure du

bois d'épicéa en scannant des échantillons de très petites dimensions en micro-tomographie aux rayons X, afin d'obtenir une résolution de 0,7  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . Ces auteurs ont travaillé à une échelle très fine, et se sont intéressés aux plus petits détails du matériau, comme les dimensions des ponctuations et les épaisseurs des parois cellulaires. D'autre part, la topologie de plusieurs types de bois ont été étudié par (Mayo *et al.*, 2010) avec une résolution qui varie entre 1,5 et 2  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . Ils ont comparé les microstructures du bois de printemps et du bois d'été, ainsi que le changement de porosité. Sur des aspects de réponse du bois aux sollicitations mécaniques, (Forsberg *et al.*, 2010) ont effectué un essai de flexion trois point à l'intérieur du synchrotron aux rayons X (résolution de 1,75  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ ). A chaque palier d'effort imposé, ces auteurs ont scanné l'échantillon, et ont assuré le suivi de déformation. Plus récemment, (Sedighi Gilani *et al.*, 2014) se sont intéressés à la dégradation du bois d'épicéa. Ils ont estimé des ordres de grandeurs morphologiques avec une résolution de 0,7  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  et ont comparé les résultats d'échantillons sains à d'autres dégradés. Une résolution qui varie entre 0,6  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  et 3  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  de plusieurs matériaux biosourcés, comme le bois d'épicéa et l'isolant de fibres en bois, est obtenue par (Louërat, 2017). Le but de ce travail était d'implémenter la structure réelle des matériaux dans les simulations afin d'utiliser la méthode Lattice Boltzmann et calculer les paramètres équivalents de transfert. Finalement, (El Hachem *et al.*, 2017) se sont intéressés à l'isolant de fibres en bois, qu'ils ont scannés en micro-tomographie aux rayons X, à plusieurs humidités relatives. La résolution obtenue est de 7,7  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . Une caractérisation microscopique a été achevée sur ce matériau, en post-traitant les volumes reconstruits. En plus, la résolution adoptée a permis de travailler en numérique sur un volume réel suffisamment grand pour le calcul de conductivité et diffusion effectives dans chacune des directions principales du matériau. Pour plus de détails sur ce travail de recherche, cet article est représenté en **ANNEXE**.

Les travaux qui concernent donc l'utilisation de la micro-tomographie aux rayons X pour la caractérisation des matériaux biosourcés ne sont pas si nombreux. La majorité de ces études a révélé des conclusions importantes quant aux choix de la bonne résolution, en fonction de l'objectif attendu. Par contre, aucune étude dans la littérature n'a utilisé cet outil pour l'évaluation du comportement hygro-mécanique (ou même thermo-mécanique) du bois. Il reste donc toujours un manque de connaissances considérable du comportement couplé d'un tel matériau, à microstructure assez complexe.

## II.3 Micro-tomographie aux rayons X ( $\mu$ tom)

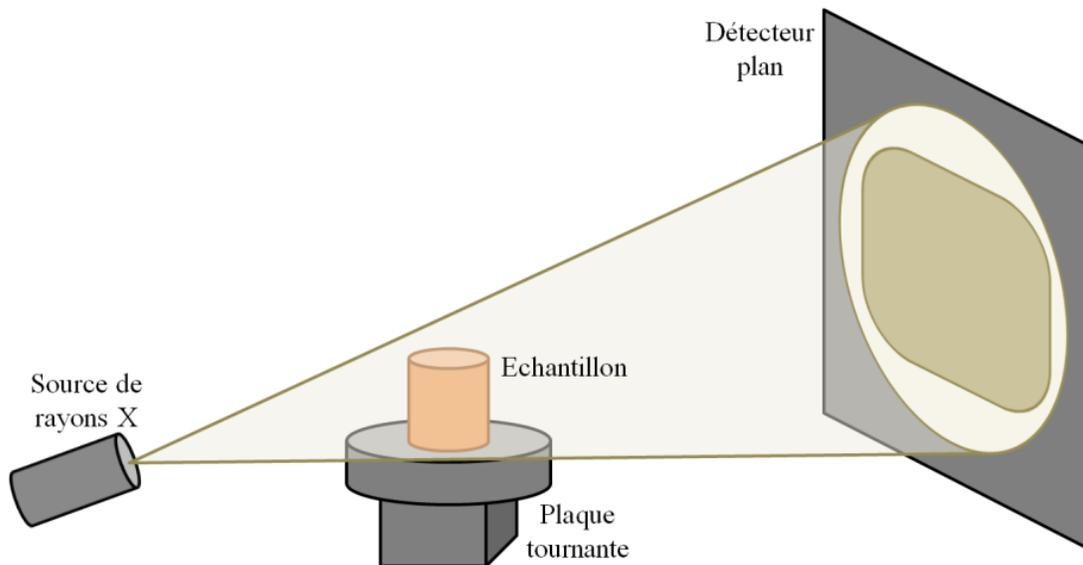
La micro-tomographie aux rayons X est un outil expérimental non destructif, qui permet d'avoir accès au sein du matériau afin d'effectuer une reconstruction tridimensionnelle de sa microstructure. La résolution spatiale de cette technique peut atteindre le submicromètre.

En effet, l'accès à la microstructure des matériaux demeure une nécessité. Il est donc primordial de comprendre les phénomènes physiques microscopiques, et les évolutions morphologiques locales qu'ils génèrent. Les sciences des matériaux reposent de plus en plus sur l'utilisation de la micro-tomographie aux rayons X, puisqu'il existe de fortes relations entre les propriétés macroscopiques et celles microscopiques (Maire *et al.*, 2001; Landis and Keane, 2010).

Le principe de cette technique est représenté dans la **Figure II.1**, et repose sur l'équation de Beer-Lambert explicitée par l'**Équation II.1** (Light *et al.*, 1994).

$$I = I_0 \exp(-\mu x)$$

*Équation II.1*



*Figure II.1 : Principe de la micro-tomographie aux rayons X.*

La source émet des rayons X, qui traversent l'échantillon et atteignent le détecteur. Lors de chaque scan, l'échantillon fait un tour de  $360^\circ$  autour de son axe, afin de prendre plusieurs images de plusieurs angles, et aboutir à calculer une image numérique. Dans l'**Équation II.1**, I

représente le nombre de photons transmis par une certaine épaisseur de matière traversée par un faisceau de rayons X, et  $I_0$  représente le nombre de photons incidents. Ces deux paramètres sont reliés par le coefficient d'atténuation linéique  $\mu$ , qui varie en fonction des propriétés de la matière traversée. En effet,  $\mu$  dépend de l'épaisseur de matière traversée, ainsi que de sa composition. Pour un matériau complètement homogène, le coefficient d'atténuation ne varie donc qu'en fonction de l'épaisseur de l'échantillon. Par contre, si le matériau est hétérogène, le coefficient d'atténuation dépend des coefficients d'atténuation locaux du matériau. L'image numérique résultante est calculée et reconstruite mathématiquement en niveaux de gris, dont chacun traduit localement le coefficient d'atténuation massique du faisceau incident. On peut donc, à l'aide de la tomographie aux rayons X, accéder au cœur de la matière pour apprécier et localiser très finement toute hétérogénéité, singularité, vide ou inclusion présents.

Ensuite, la reproduction de l'objet 3D se fait à l'aide d'images en coupe. Cette étape est réalisée avec un logiciel approprié, afin d'obtenir un volume formé de plusieurs pixels dans chacune des 3 directions de l'espace. La méthode de reconstruction la plus utilisée repose sur l'algorithme de rétroprojection filtrée, qui est la discrétisation de la transformée de Radon inverse (Müller, 1998). La taille d'un pixel représente la résolution atteinte par le scan considéré. Ce paramètre est essentiellement fonction de la distance entre l'échantillon et la source, des dimensions de l'échantillon, et des données de saisie de scans. Pour une meilleure résolution, il faut donc rapprocher l'échantillon de la source autant que possible. Néanmoins, lors de la rotation de l'échantillon, il faut toujours vérifier qu'il ne touche pas la source et que sa projection reste à l'intérieur du détecteur. De plus, augmenter le nombre d'angles de rotation de la plaque tournante, et par conséquent augmenter le nombre de positions de l'échantillon scanné, permet d'acquérir une meilleure résolution. D'autre part, le bruit des images est normalement réduit en moyennant pour chaque voxel (cube d'arête un pixel) les niveaux de gris de plusieurs acquisitions prises à chaque position de l'échantillon. L'augmentation du nombre d'images à chaque position mène donc à une meilleure qualité de volume reconstruit.

## **II.4 Caractérisation morphologique du bois d'épicéa à très haute résolution**

La caractérisation morphologique du bois d'épicéa en question est une étape très importante, qui doit être achevée avant toute évaluation de son comportement physique. La

microstructure poreuse du matériau, ainsi que la très petite taille des pores et des parois cellulaires nécessitent une très haute résolution en micro-tomographie aux rayons X.

Dans cette partie, des échantillons de bois scannés à très haute résolution de 0,5  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  sont considérés. Premièrement, le protocole expérimental et le traitement d'images adoptés sont détaillés. Ensuite, on va présenter quelques lumens individualisés (suite au développement d'une méthode d'individualisation), afin d'identifier les plus petits détails et irrégularités présents dans le bois. Finalement, les granulométries des phases poreuse et solide sont calculées, ce qui a servi pour le calcul des valeurs moyennes et les écarts-types des diamètres des lumens et des épaisseurs des parois cellulaires. Ces valeurs sont calculées pour le bois de printemps et le bois d'été.

#### **II.4.1 Protocole expérimental**

Un protocole expérimental bien spécifique à cette étude est nécessaire. En effet, puisqu'il s'agit d'une caractérisation morphologique, une très haute résolution doit être garantie, afin de sortir des grandeurs géométriques fiables, caractéristiques du matériau. En plus, il faut assurer la répétabilité des essais, et faire un choix judicieux en ce qui concerne la taille des échantillons utilisés, pour que les volumes traités soient représentatifs du matériau.

Pour ce faire, on a préparé six échantillons de bois d'épicéa de dimensions  $2 \times 2 \times 20 \text{ mm}^3$ . Ces échantillons ont été initialement conditionnés à une température contrôlée de  $25^\circ\text{C}$  et à une humidité relative stable, représentatives des conditions ambiantes. La direction longitudinale des fibres de bois est suivant l'arête de 20 mm.

La phase du bois d'été dans un cycle annuel du bois est beaucoup plus petite que celle du bois de printemps. De ce fait, trois échantillons extraits du bois de printemps et trois autres extraits du bois de transition sont étudiés. Le bois de transition représente la fin d'un cycle annuel, et le début d'un autre cycle. Il comporte donc le bois d'été de l'ancien cycle, et le bois de printemps du cycle suivant.

Les scans ont été réalisés avec le micro-tomographe MicroXCT-400 au Centre Européen de Recherche et d'Enseignement des Géosciences de l'Environnement (CEREGE), représenté dans la **Figure II.2**. Le bois étant un matériau peu absorbant des rayons X, un voltage de 80kV et

un courant de  $50\mu\text{A}$  ont été appliqués. A chaque position, 10 acquisitions ont été prises, avec un temps d'acquisition d'une image de 0,5 s. La résolution obtenue était de  $0,5\ \mu\text{m}/\text{pixel}$ , et la durée du scan d'un échantillon était de presque 20 heures. Cette résolution est considérée très haute à comparer avec la majorité de celles trouvées dans la littérature. Quant à la reconstruction 3D des échantillons, elle a été effectuée avec le logiciel efX-CT (Nikishkov *et al.*, 2016).



*Figure II.2 : Micro-tomographe MicroXCT-400 (CEREGE).*

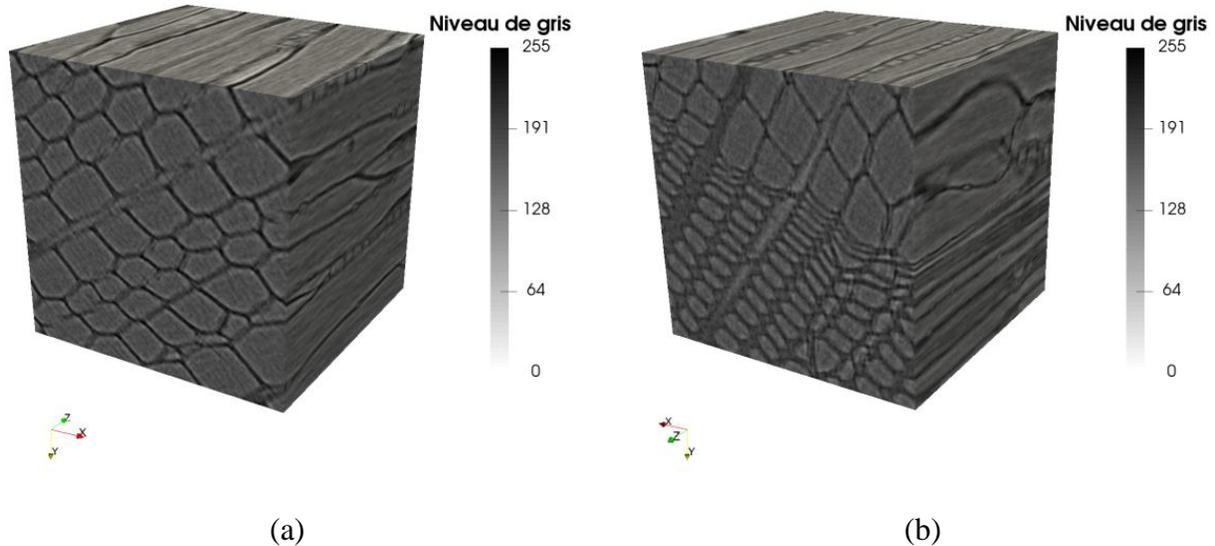
On a réalisé le post-traitement des résultats en utilisant le logiciel iMorph (Brun *et al.*, 2009). Ce dernier permet la caractérisation morphologique des milieux poreux. Les descriptions topologiques des phases poreuse et solide peuvent être analysées. En plus, une manipulation très pratique avec les objets 3D segmentés est disponible.

En prenant en compte la haute résolution obtenue, ainsi que la très bonne qualité des scans, le post-traitement des volumes scannés mène à des résultats très précis. Les lumens ont été individualisés, afin d'analyser avec précision les ponctuations connectant les différents trachéides et parenchymes. On a également calculé les valeurs moyennes et les écarts-types des épaisseurs des parois cellulaires et des diamètres des lumens, pour le bois de printemps et le bois d'été.

#### **II.4.2 Traitement d'images et reconstruction 3D**

Une fois les scans achevés, un traitement d'images particulier doit prendre place. Cette étape doit être faite de manière rigoureuse, car elle peut énormément influencer les résultats, notamment dans le cas de prise d'hypothèses non justifiées.

La reconstruction 3D des échantillons de bois permet d'obtenir des images avec des niveaux de gris différents selon les phases (solide ou porosité). La **Figure II.3** représente la reconstruction d'un échantillon de bois de printemps et d'un échantillon de bois de transition, scannés à une résolution de  $0,5 \mu\text{m}/\text{pixel}$ . Les zones avec un niveau de gris élevé (en noir) correspondent aux parois cellulaires, tandis que celles avec un bas niveau de gris (en gris) correspondent aux lumens.



*Figure II.3 : Reconstruction de scans de dimensions  $300 \times 300 \times 300 \text{ pixel}^3$  avec une résolution de  $0,5 \mu\text{m}/\text{pixel}$  : bois de printemps (a) et bois de transition (b).*

La plus grande taille des volumes traités dans cette étude est de  $600 \times 600 \times 1000 \text{ pixel}^3$ , ce qui correspond à  $0,3 \times 0,3 \times 0,5 \text{ mm}^3$ . Dans le cas de volume plus grand que celui-ci, le post-traitement est très coûteux en termes de temps de calcul.

Les volumes reconstruits étant en niveau de gris, il s'agit premièrement de faire la seuillage afin de discerner les deux phases, solide et poreuse. Dans ce travail, la phase poreuse représente toute la porosité présente dans les trachéides et les parenchymes. Quant à la phase solide, elle présente les parois cellulaires des trachéides et des parenchymes. Lors de l'identification des phases, le seuil adopté correspond au point ayant le minimum de niveau de gris, et localisé entre les deux gaussiennes représentatives de la porosité et du squelette solide. Ensuite, une rotation du volume est nécessaire afin de faire coïncider les directions x et y avec les directions principales radiale et tangentielle du bois.

Pour la suite, les volumes segmentés seront prêts pour une étude quantitative concernant le calcul de porosité, de surface spécifique, et de granulométries des phases.

### **II.4.3 Individualisation des lumens**

A une résolution de 0,5  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ , les parois cellulaires et les lumens sont finement identifiés, ainsi que la rugosité (supérieure à la résolution) de la matrice solide. Afin d'apprécier les détails morphologiques qui sont à la base des cinétiques de transfert au sein du matériau, une procédure d'individualisation des lumens a été développée dans ce travail. Ceci permettra d'identifier non seulement les lumens, mais aussi les ponctuations et les rugosités des parois cellulaires.

De ce fait, une investigation spécifique a été faite, afin d'individualiser chaque lumen, et extraire toutes ses caractéristiques morphologiques. En effet, il ne s'agit pas d'une tâche évidente (Wernersson *et al.*, 2009), vu qu'il existe plusieurs méthodes dans la littérature, et qu'elles sont dépendantes de la microstructure du matériau, et de la résolution des volumes scannés. La plupart des méthodes classiques appliquent des filtres afin de fermer les cavités dans les parois cellulaires qui peuvent exister à cause d'une faible résolution, ou même de l'interférence avec des réseaux de parenchymes.

Le logiciel de post-traitement adopté dans ce travail utilise des identifications de boules maximales pour représenter la phase poreuse, auxquelles il associe des critères de surface de contact entre différents volumes pour l'individualisation des lumens. Ainsi, en appliquant ce principe directement sur la porosité dans le bois, on obtient des pores sur-segmentés, qui sont présentés dans la **Figure II.4-a**.

A partir de cette segmentation, la surface de contact entre les pores adjacents est bien caractérisée et un graphe de connectivité qui joint les volumes poreux à partir de notion de surface de contact est construit. Les pores qui appartiennent à un même lumen vont être joints par une large surface de contact à comparer avec les pores qui appartiennent à différents lumens, et qui sont connectés par des ponctuations entre trachéïdes. Les volumes poreux ayant des grandes surfaces de contact seront donc fusionnés, tandis que ceux connectés par de petites surfaces de contact seront déconnectés. Le réseau final de l'individualisation des lumens est représenté dans la **Figure II.4-b**.

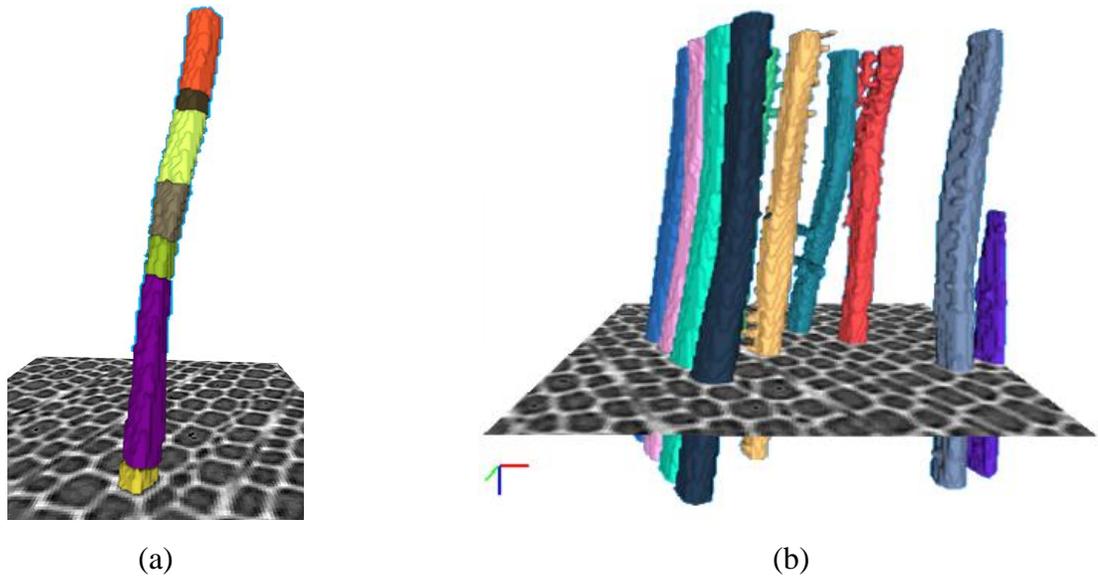


Figure II.4 : Cellule sur-segmentée (a) et résultats finaux d'individualisation (b).

Une fois qu'on a développé cette procédure d'individualisation, on peut rechercher les divers détails microstructuraux. La **Figure II.5** représente les différentes formes de porosité qu'on retrouve à l'échelle microscopique du bois, et qui peuvent même présenter des aspects géométriques particuliers. Par exemple, on a identifié les ponctuations reliant les trachéides, ainsi que la porosité présente dans les parenchymes et les trachéides. De plus, certaines irrégularités géométriques telles que des courbures accentuées des fibres, ont été observées au sein du matériau. Celles-ci peuvent être dues aux diverses sollicitations environnementales lors de la phase de croissance du bois.

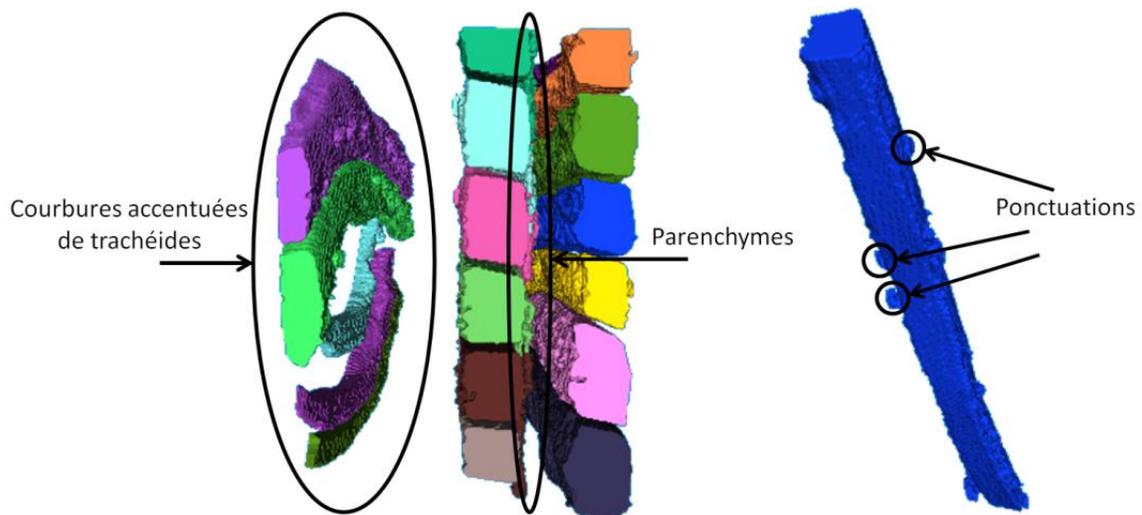


Figure II.5 : Cellules individualisées à une résolution de  $0,5 \mu\text{m}/\text{pixel}$ .

Tous ces détails microstructuraux jouent un rôle primordial notamment dans la cinétique des transferts. Leur importance ne doit donc pas être négligée. Les irrégularités retrouvées, comme les courbures accentuées des trachéides peuvent même influencer le comportement mécanique local du bois. Finalement, le domaine d'application de cette procédure d'individualisation peut être élargi pour traiter aussi d'autres matériaux dont la microstructure est formée de plusieurs phases.

#### II.4.4 Diamètres des lumens

La caractérisation morphologique du matériau consiste aussi à évaluer les grandeurs microstructurales, et à calculer leur moyenne et leur écart-type. En effet, le bois est un matériau naturel qui présente une certaine variabilité morphologique due à son environnement de croissance et aux diverses saisons de l'année. Il faut donc être conscient de ce point-là, et examiner la microstructure du matériau utilisé dans cette étude sous cet angle.

On a donc caractérisé la granulométrie de la phase poreuse pour les bois de printemps et de transition du bois d'épicéa. Elle est représentée sous forme de diamètres des lumens dans la **Figure II.6**. En effet, le fait de travailler avec une haute résolution implique l'identification d'une large variété de diamètres. De ce fait, les valeurs moyennes et les écarts-types des grandeurs géométriques recherchées peuvent être calculés de manière précise.

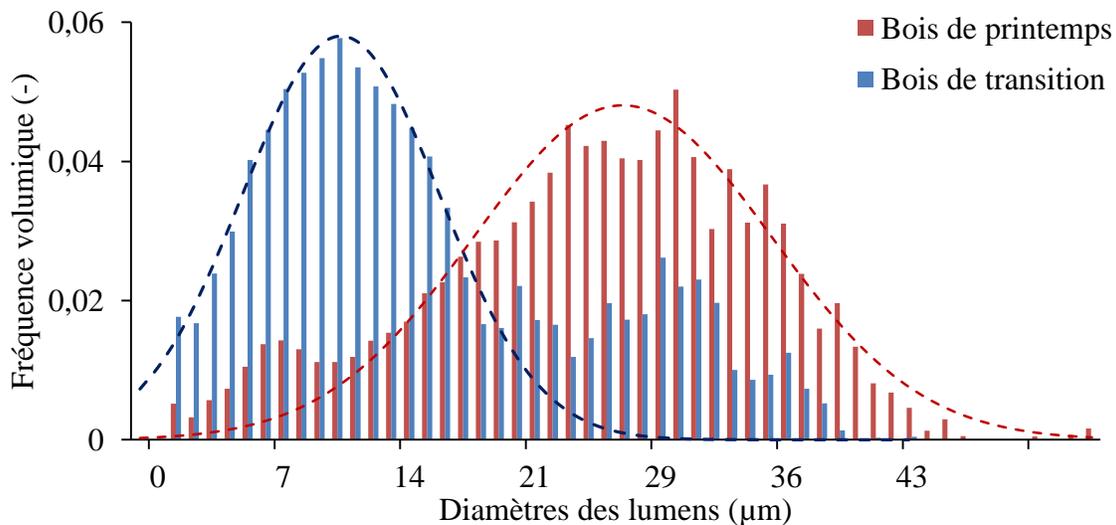


Figure II.6 : Diamètres des lumens des bois de printemps et de transition avec une résolution de  $0,5 \mu\text{m}/\text{pixel}$ .

Les deux diagrammes de la **Figure II.6** présentent des pics facilement distinguables correspondant respectivement aux petits diamètres des lumens du bois d'été, et aux grands diamètres des lumens du bois de printemps. Ces diagrammes présentent des tendances qui peuvent être assimilées à des courbes gaussiennes, comme le montre la **Figure II.6**. Le diamètre moyen et l'écart-type des lumens du bois de printemps correspondent donc à 27  $\mu\text{m}$  et à 8,5  $\mu\text{m}$  respectivement, alors que ceux du bois d'été sont de 11  $\mu\text{m}$  et de 5,5  $\mu\text{m}$  respectivement.

Ces valeurs varient d'un bois à l'autre et également sur le même bois ayant eu des conditions différentes de croissance. Par exemple, (Trtik *et al.*, 2007) ont trouvé des diamètres de lumens de l'ordre de 35  $\mu\text{m}$  avec un écart-type de 6,5  $\mu\text{m}$  pour le bois de transition. D'autre part, (Sedighi Gilani *et al.*, 2014) ont identifié un diamètre de lumen de 50  $\mu\text{m}$  pour le bois de printemps. Ceci est normal, vu la grande variabilité de la morphologie de ce matériau en fonction des conditions climatiques et de l'emplacement de l'espèce de bois en question (Mäkinen *et al.*, 2007).

#### **II.4.5 Epaisseurs des parois cellulaires**

Les fibres de bois (trachéides, parenchymes...) sont formées de lumens entourés par les parois cellulaires. L'épaisseur de ces dernières est un paramètre morphologique très important à maîtriser. En effet, il est à la base du comportement mécanique du bois, et joue un rôle non négligeable que ce soit dans l'accélération des transferts thermiques, ou dans le freinage des transferts hygriques (El Hachem *et al.*, 2017).

De ce fait, la granulométrie de la phase solide, représentée sous forme d'épaisseurs des parois cellulaires, a été également investie pour le bois de printemps et le bois de transition. Les résultats sont présentés dans la **Figure II.7**. Notamment pour cette caractéristique morphologique qui est de l'ordre de quelques microns, il est difficile de la quantifier à des résolutions plus faibles que celle adoptée dans cette étude, i.e. 0,5  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . Les courbes gaussiennes présentées sur la **Figure II.7** sont assimilées aux épaisseurs des parois cellulaires du bois de printemps et à celles du bois d'été, et sont témoins de la grande variabilité de ce paramètre morphologique. Les résultats montrent que le bois de printemps présente une épaisseur moyenne de parois cellulaires de 5,1  $\mu\text{m}$  avec un écart-type de 1,4  $\mu\text{m}$ . Par contre, le

bois d'été présente une épaisseur moyenne de parois cellulaires de 6,3  $\mu\text{m}$  avec un écart-type de 1,6  $\mu\text{m}$ .

Ce paramètre n'a pas été trop étudié dans la littérature. En effet, l'évaluation fiable de l'épaisseur des parois cellulaires nécessite une haute résolution. (Trtik *et al.*, 2007) ont trouvé une valeur moyenne aux alentours de 3  $\mu\text{m}$  et un écart-type de 0,7  $\mu\text{m}$  pour le bois de transition. Cette différence est attendue, pour les mêmes raisons citées lors de l'évaluation des diamètres des lumens. Par contre, notamment pour l'épaisseur des parois cellulaires, (Mäkinen *et al.*, 2007) montrent que cette grandeur morphologique présente une variabilité de presque 65% entre les différentes espèces de bois d'épicéa. Un second facteur qui est la pertinence du seuillage affecte fortement la taille identifiée des parois cellulaires. D'où la nécessité d'identifier ce paramètre pour toute étude qui concerne un nouvel échantillon.

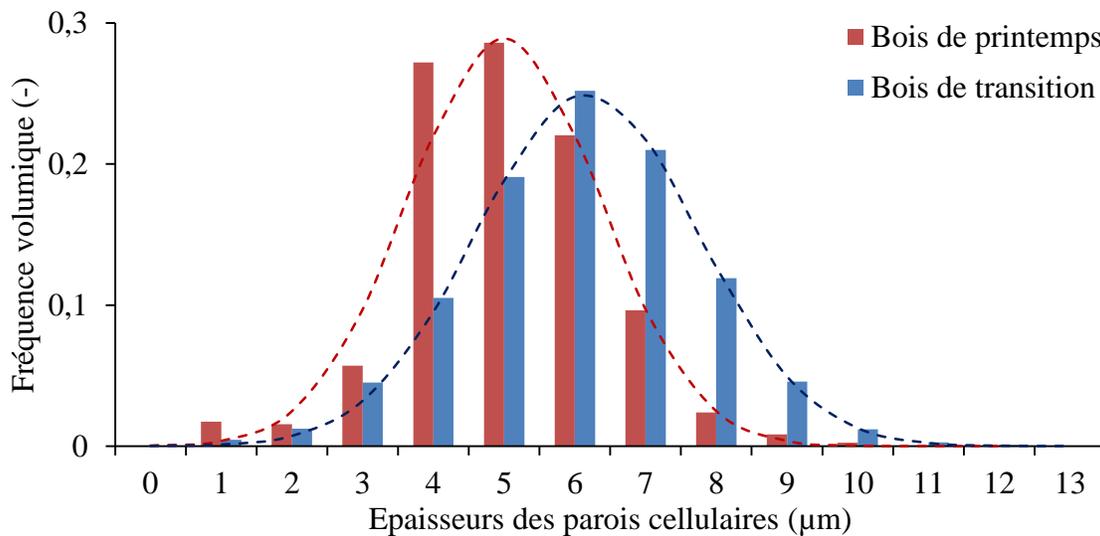


Figure II.7 : Epaisseurs des parois cellulaires des bois de printemps et de transition avec une résolution de 0,5  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .

## II.5 Analyse du comportement hygromorphique

Une fois que la microstructure du bois utilisé a été étudiée, on peut enchaîner par l'étude du comportement hygromorphique. En effet, ce matériau hygroscopique est très sensible à l'humidité, et subit des variations dimensionnelles lors du changement de son état hygrique.

On se propose dans cette partie de faire le suivi d'un certain nombre d'échantillons scannés en micro-tomographie aux rayons X, et d'étudier le comportement de chacun d'eux d'un état hygrique à l'autre. Pour ce faire, on va en premier lieu détailler le protocole expérimental adopté et le montage proposé pour la conservation de la teneur en eau du matériau lors d'un scan. Ensuite, on va présenter le traitement d'images et les reconstructions 3D effectués. En effet, chaque échantillon a été testé à plusieurs humidités relatives et à température contrôlée tout au long du cycle de sorption. Donc, un suivi des paramètres morphologiques microscopiques a finalement pris place en fonction de l'état hygrique du matériau, pour une meilleure compréhension du gonflement local des parois cellulaires. Les caractéristiques concernées sont les diamètres des lumens, les épaisseurs des parois cellulaires, la porosité et la surface spécifique.

### **II.5.1 Protocole expérimental et montage utilisé pour le conditionnement hygrique**

Concernant l'analyse du comportement hygromorphique du bois d'épicéa, un protocole expérimental différent que celui de l'étude morphologique a été considéré. En effet, afin de mener une étude concluante, on a fait le choix de la taille des échantillons, et par conséquent de la résolution, selon les critères de représentativité du volume scanné étudié et de la nature de l'étude. Donc, pour une étude hygrique, il fallait faire un compromis entre la résolution et la taille du volume traité. En effet, la résolution doit être raisonnable afin de bien distinguer les différentes phases, et le volume traité doit être suffisamment représentatif des phénomènes physiques à l'échelle étudiée.

Donc, six échantillons de bois d'épicéa, de dimensions  $3 \times 3 \times 20 \text{ mm}^3$  ont été préparés. Comme signalé précédemment, la direction longitudinale du bois était suivant l'arête de 20 mm.

Les dimensions de ces échantillons sont plus grandes que celles des échantillons utilisés pour la caractérisation morphologique, afin de traiter plus tard la zone au cœur de chaque échantillon. Ceci est considéré comme une mesure supplémentaire de sécurité pour garantir autant que possible qu'il n'y aura pas d'échanges de cette zone-là avec le milieu extérieur.

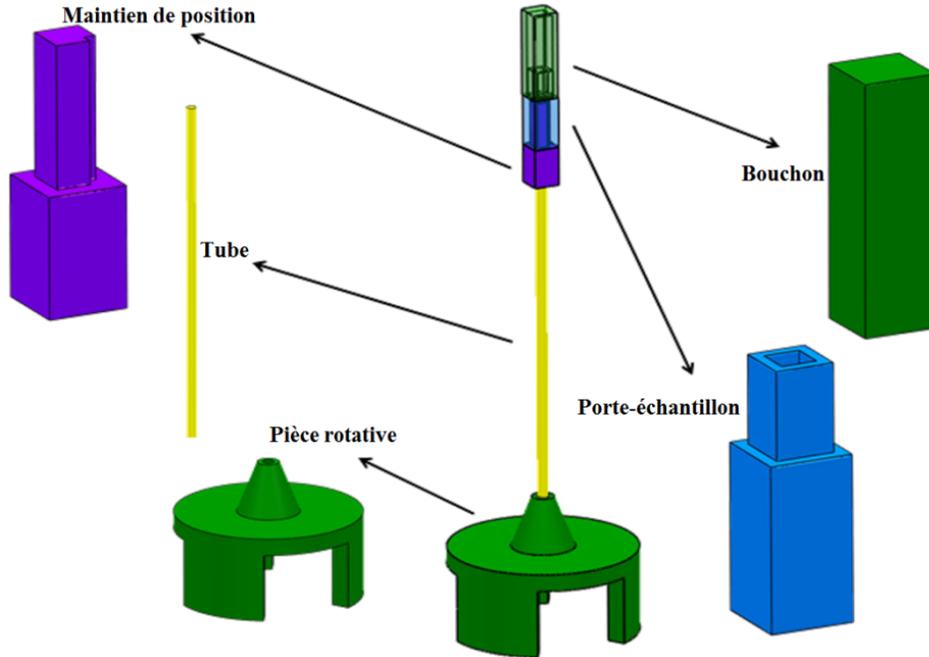
Parmi ces échantillons, la moitié est positionnée dans la partie du bois de printemps, et le reste dans la partie du bois de transition, afin d'assurer la répétabilité des essais. Ce choix est fait

afin d'évaluer l'effet de la microstructure des différents types de bois sur le comportement hygrique global du matériau.

Chaque échantillon est conditionné à plusieurs paliers d'humidité relative tout au long du cycle de sorption, pour une température constante de 25°C. Les paliers de conditionnement correspondent à des humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%. Le choix d'adopter des paliers d'humidité relative entre 60% et 95% a été fait afin d'essayer de découpler les phénomènes qui prennent place avant et après le PSF.

Un dernier échantillon de bois de printemps de dimensions 3x3x20 mm<sup>3</sup> a été également préparé, pour ensuite être conditionné à plusieurs paliers hygriques entre 72% et 95% d'humidité relative. Les paliers de conditionnement hygrique testés correspondent à des humidités relatives de 0%, 72%, 79%, 87% et 95%.

A chaque fois qu'un échantillon atteint l'équilibre en masse, on considère qu'il n'y a plus de phénomènes de transfert qui prennent place au sein de l'échantillon. Ceci dit, la matrice solide ne subit plus de variations dimensionnelles causées par le changement d'humidité (la température est toujours contrôlée à 25°C). Donc, une fois que l'équilibre de masse est atteint, l'échantillon est scanné en micro-tomographie aux rayons X. Afin de conserver la teneur en eau de chaque échantillon lors du scan, et afin de maintenir la même position de l'échantillon d'un scan à l'autre, un montage spécifique a été schématisé, modélisé et ensuite réalisé via une imprimante 3D. Le matériau utilisé pour l'impression du conditionneur est le polystyrène, imperméable et transparent aux rayons X. Le montage est représenté dans la **Figure II.8**. Il s'agit d'un porte-échantillon et d'un bouchon. Ce dernier est mis dans les enceintes de conditionnement à proximité de l'échantillon, jusqu'à ce que ce dernier atteigne l'équilibre de masse. Ensuite, toujours à l'intérieur de l'enceinte de conditionnement, le bouchon est placé en haut du support contenant l'échantillon, de telle façon à assurer une étanchéité du matériau vis-à-vis de l'extérieur. Après chaque scan, on a vérifié l'invariabilité de la teneur en eau des échantillons par pesée.



*Figure II.8 : Dispositif de conditionnement utilisé pour conserver la teneur en eau du matériau et pour maintenir la position de l'échantillon d'un scan à l'autre.*

Le traitement des données morphologiques 3D a été réalisé sur des zones extraites du cœur de l'échantillon. Ces conditions expérimentales, qui consistent à traiter la zone du cœur de l'échantillon, en plus d'utiliser le montage décrit, permettent de garantir le maintien de la teneur en eau lors du scan de la zone étudiée. Ceci mène à quantifier les variations morphologiques internes (liées au gonflement) en passant d'un état hygrique à l'autre.

Les scans ont été établis au Laboratoire de Mécanique et Technologie (LMT) à l'ENS Paris-Saclay, équipé d'un micro-tomographe X50, représenté dans la **Figure II.9**. Un voltage de 80kV et un courant de 50 $\mu$ A ont été appliqués, qui sont les mêmes que ceux utilisés sur le MicroXCT-400 au CEREGE. A chaque position, 10 acquisitions ont été prises, avec un temps d'acquisition d'une image de 0,5 s. La résolution obtenue était de 3,35  $\mu$ m/pixel, et la durée du scan était de presque 2 heures. Les reconstructions 3D ont été achevées en utilisant toujours le logiciel efX-CT (Nikishkov *et al.*, 2016).



*Figure II.9 : Micro-tomographe X50 (LMT).*

On a réalisé le post-traitement des reconstructions à travers le logiciel iMorph (Brun *et al.*, 2009) où l'analyse a été spécialement développée pour des matériaux à base de fibres végétales. Ainsi, on a calculé l'épaisseur des parois cellulaires, les diamètres des lumens, la porosité, l'évolution de porosité dans les 3 directions principales du bois et la surface spécifique pour chaque palier d'humidité relative.

### **II.5.2 Traitement d'images et reconstruction 3D**

Après avoir effectué les scans, il faut enchaîner par le traitement d'images et la reconstruction 3D. En effet, puisque chaque échantillon est scanné à plusieurs paliers d'humidité relative, les étapes et critères adoptés pour chaque scan doivent être exactement les mêmes (position de l'échantillon par rapport à la source et au détecteur, paramètres de saisies des scans, zone du cœur traitée), afin de faire une étude comparative correcte.

On a donc réalisé la reconstruction 3D des échantillons de bois, et obtenu des images avec des niveaux de gris différents (solide ou porosité). La **Figure II.10** représente les volumes reconstruits d'un échantillon de bois de printemps et d'un échantillon de bois de transition scannés (résolution de  $3,35 \mu\text{m}/\text{pixel}$ ).

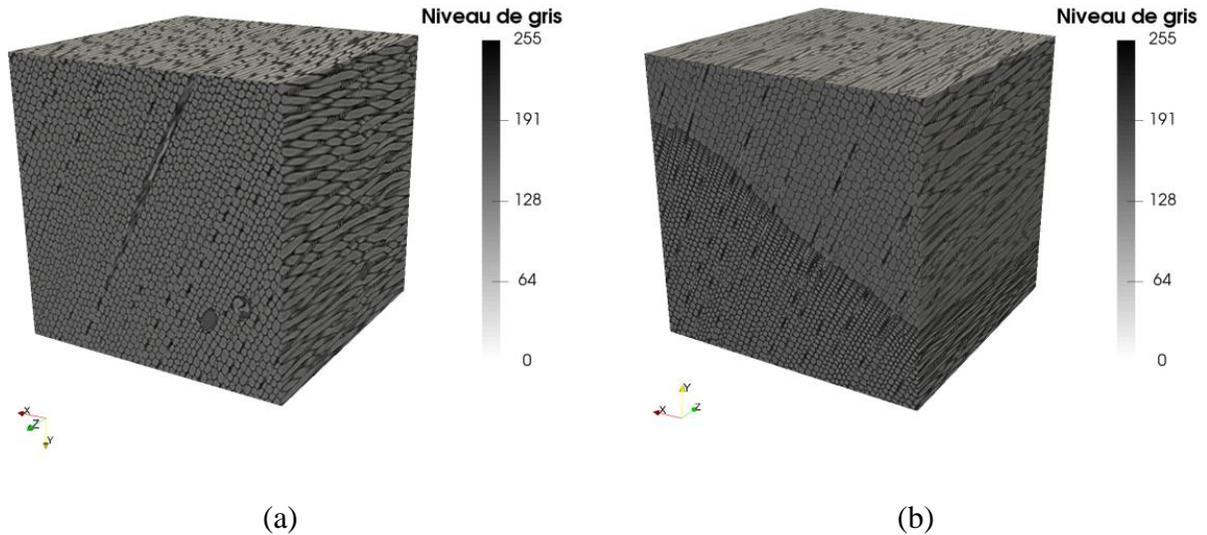


Figure II.10 : Reconstruction de scans de dimensions  $500 \times 500 \times 500 \text{ pixel}^3$  avec une résolution de  $3,35 \mu\text{m}/\text{pixel}$  : bois de printemps (a) et bois de transition (b).

Concernant cette étude, les dimensions des volumes traités sont de  $500 \times 500 \times 500 \text{ pixel}^3$ , ce qui correspond à presque  $1,7 \times 1,7 \times 1,7 \text{ mm}^3$ . De cette manière, environ  $0,65 \text{ mm}$  seront non analysés de chaque côté de l'échantillon. Ce volume non scanné servira à bien isoler la partie scannée et par la suite traitée, afin qu'elle n'échange pas avec le milieu extérieur. Ceci est considéré comme une mesure de sécurité supplémentaire à l'utilisation du montage représenté dans la **Figure II.8**, pour garantir le maintien de l'état hygrique de la zone étudiée.

Le seuillage des volumes reconstruits pour l'identification des phases solide et poreuse a été achevé en prenant des critères similaires à ceux expliqués dans la **section II.4.2**. De même, les rotations nécessaires ont été effectuées pour que les directions  $x$  et  $y$  et les directions principales radiale et tangentielle du bois soient respectivement confondues.

Une fois que toutes ces étapes ont été achevées, on peut se focaliser sur l'analyse du gonflement local, au travers du calcul des épaisseurs des parois cellulaires, des diamètres des lumens, de la porosité et de la surface spécifique.

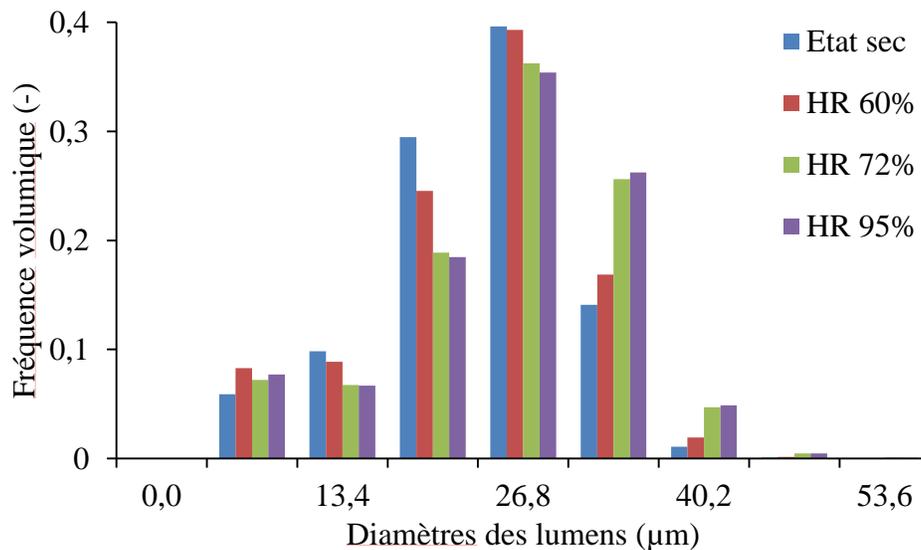
### II.5.3 Estimation du gonflement : variations dimensionnelles locales

Les phases solide et poreuse sont concernées par les variations dimensionnelles locales. En effet, il s'agit d'interactions de la matrice solide avec l'eau liée, et la localisation de l'eau libre dans la porosité une fois que le PSF est atteint. Donc, le suivi d'un échantillon tout au long

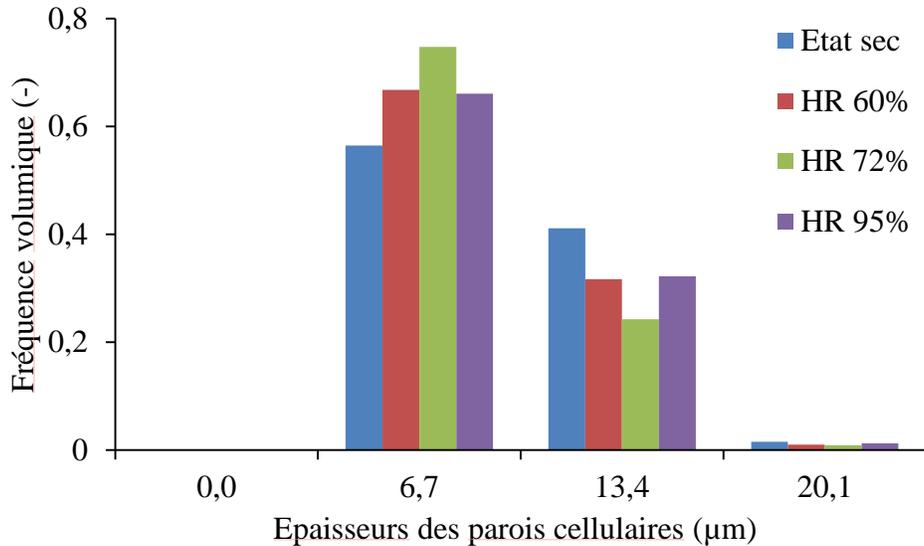
du cycle de sorption aura deux intérêts. D'une part, il servira pour la compréhension des phénomènes physiques locaux tel que le gonflement des parois cellulaires, en évaluant le comportement des grandeurs morphologiques (épaisseurs des parois cellulaires et diamètres des lumens) en fonction de l'humidité relative. D'autre part, ce suivi mènera à une meilleure compréhension et localisation du PSF pour le bois d'été.

Dans cette partie, une étude qualitative a été réalisée. En effet, avec une résolution de 3,35  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ , il est difficile de mener une étude quantitative concernant l'évolution des grandeurs géométriques microstructurales. En effet, les granulométries des phases sont calculées à travers l'identification de boules maximales caractérisées par leur rayon. Il faut donc avoir des boules sphériques de presque 2 pixels de diamètres afin qu'elles soient identifiées. Néanmoins, une estimation qualitative de ces grandeurs mène à des interprétations évidentes et claires entre les divers états hygriques, qu'on explicitera par la suite.

La **Figure II.11** et la **Figure II.12** montrent respectivement les évolutions des diamètres des lumens et des épaisseurs des parois cellulaires d'un échantillon de bois de printemps. Ces grandeurs sont calculées pour des humidités relatives de 0% (état sec), 60%, 72% et 95%.



*Figure II.11 : Diamètres des lumens d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%, avec une résolution de 3,35  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .*



*Figure II.12 : Épaisseurs des parois cellulaires d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%, avec une résolution de 3,35 μm/pixel.*

Un pic correspondant au diamètre moyen des lumens de bois de printemps est distingué parmi toutes les colonnes représentées dans la **Figure II.11**. Ce pic correspond à presque 26,8 μm, et quel que soit l'état hygrique concerné du matériau, il reste voisin du pic de 27 μm qu'on a précédemment calculé dans l'étude morphologique.

L'épaisseur des parois cellulaires est représentée dans la **Figure II.12** par deux valeurs, 6,7 μm et 13,4 μm. Il est évident qu'avec une résolution de 3,35 μm/pixel, on n'arrive pas à avoir la même répartition que celle obtenue avec une résolution de 0,5 μm/pixel. Par contre, on observe une première valeur de 6,7 μm qui représente l'épaisseur des parois cellulaires. On observe de même de plus grandes valeurs qui peuvent représenter l'épaisseur de parois cellulaires de différentes fibres adjacentes assez proches, qu'on n'arrive pas à distinguer avec une telle résolution, ainsi qu'aux irrégularités du bois.

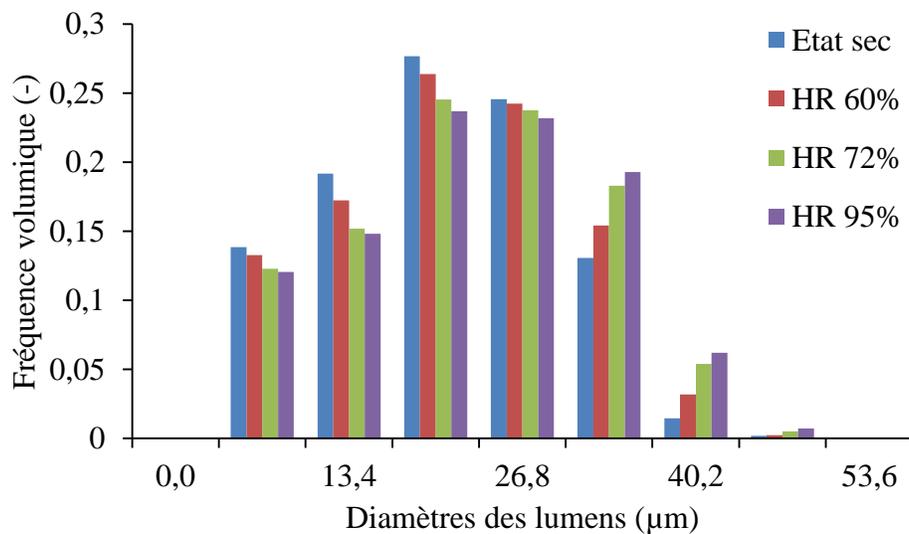
Sur le cycle de sorption, les analyses des réponses hygriques montrent deux comportements différents de deux zones hygriques adjacentes. Le premier concerne l'état sec du bois, ainsi que les paliers d'humidité relative de 60% et 72%, et le deuxième concerne le palier de 95% d'humidité relative. En effet, le premier comportement montre que l'humidité relative croissante est accompagnée par une diminution de la taille des lumens de petits diamètres, et une augmentation de celle des lumens de grands diamètres, ainsi qu'une diminution des épaisseurs des parois cellulaires. Par exemple, à l'état sec, on a observé plus de petits diamètres et moins de

grands diamètres de lumens qu'à 72% d'humidité relative, ainsi que des parois cellulaires plus épaisses à l'état sec que celles observées à 72% d'humidité relative.

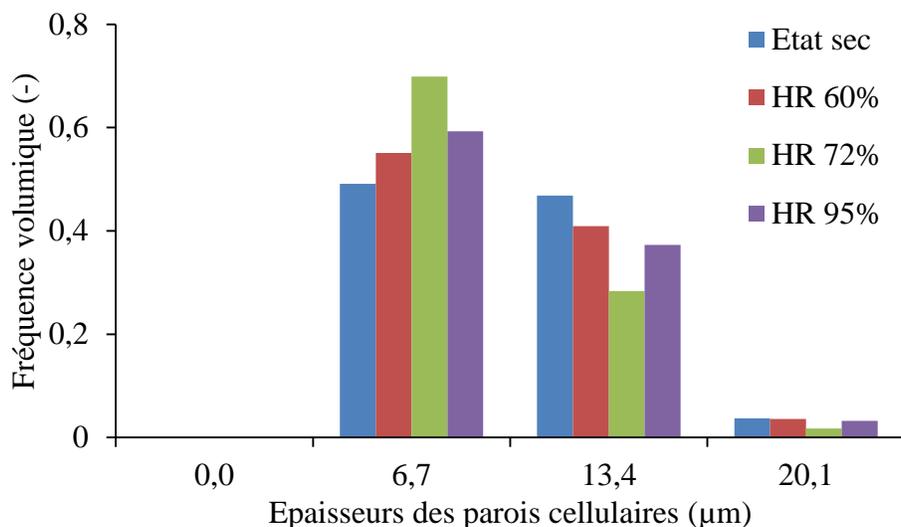
Entre 72% et 95% d'humidité relative, le comportement des parois cellulaires n'est pas du tout le même, puisque ces évolutions ont dévié par rapport aux tendances précédentes, observées entre l'état sec et 72% d'humidité relative.

La **Figure II.13** et la **Figure II.14** montrent respectivement les diamètres des lumens et les épaisseurs des parois cellulaires d'un échantillon de bois de transition. Ces grandeurs sont calculées pour les divers états d'humidités relatives de 0% (état sec), 60%, 72% et 95%.

Le calcul de granulométrie de la phase poreuse montre dans ce cas une répartition beaucoup plus homogène des diamètres des pores par rapport au bois de printemps. Ceci est dû à la présence de lumens de bois de printemps (de grands diamètres) et de bois d'été (de petits diamètres) dans le bois de transition. L'épaisseur des parois cellulaires est représentée par deux valeurs, 6,7  $\mu\text{m}$  et 13,4  $\mu\text{m}$ . Vu la résolution adoptée dans cette étude, la répartition des épaisseurs des parois cellulaires du bois d'été ne diffère pas beaucoup de celle du bois de printemps. En effet, les épaisseurs de 5,1  $\mu\text{m}$  et 6,3  $\mu\text{m}$  trouvées respectivement pour le bois de printemps et pour le bois d'été dans la **section II.4.5**, apparaissent toutes dans le pic de 6,7  $\mu\text{m}$  de la **Figure II.12** et de la **Figure II.14**.



*Figure II.13 : Diamètres des lumens d'un échantillon de bois de transition à différentes humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%, avec une résolution de 3,35  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .*



*Figure II.14 : Epaisseurs des parois cellulaires d'un échantillon de bois de transition à différentes humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%, avec une résolution de 3,35 μm/pixel.*

De même pour ce type d'échantillon, deux comportements différents sont discernés, le premier concernant les états hygriques inférieurs à 72% d'humidité relative, et le deuxième concernant le palier de 95% d'humidité relative. Les évolutions des diamètres des lumens et des épaisseurs de parois cellulaires sont similaires à celles obtenues pour le bois de printemps. Elles montrent donc une augmentation des diamètres de lumens et une diminution des épaisseurs des parois cellulaires, jusqu'à 72% d'humidité relative. Au-delà de ce palier, on observe une déviation des évolutions, notamment en ce qui concerne les épaisseurs des parois cellulaires.

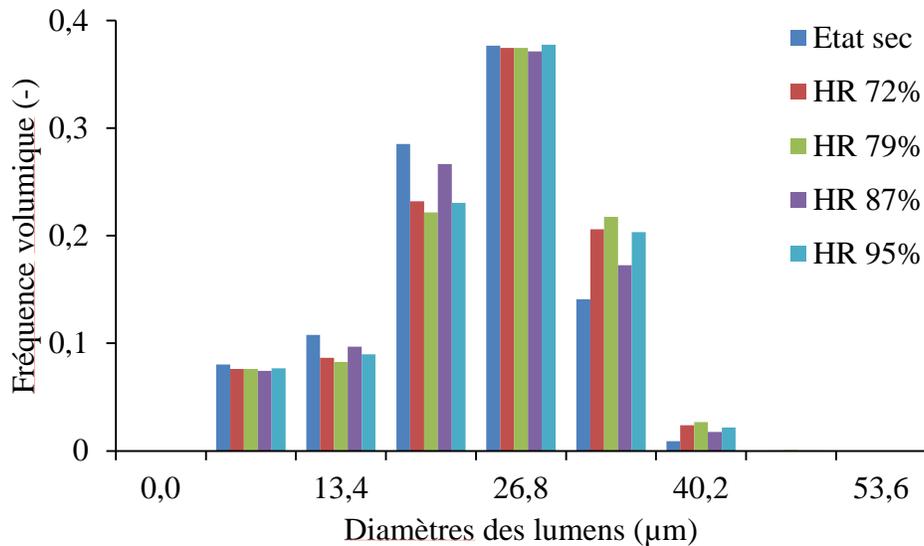
En effet, en allant d'un état sec à une humidité relative plus élevée, le bois va absorber la vapeur d'eau en premier lieu, elle se retrouvera ensuite dans la matrice solide sous forme d'eau liée. Celle-ci va se localiser dans les parois cellulaires, ce qui va générer leur gonflement. Ce phénomène est la cause de ce qui est observé jusqu'à 72% d'humidité relative. Le gonflement à l'échelle macroscopique est conduit par une augmentation des diamètres des lumens et un rétrécissement des parois cellulaires dans le plan tangentiel-radial à l'échelle microscopique.

Par contre, à une humidité relative de 95%, il est très probable que l'eau libre (même en faible quantité) soit déjà présente au sein de l'échantillon. D'autre part, l'eau libre au sein du matériau peut énormément influencer les résultats de tomographie, d'autant plus que sa masse volumique est très proche que celle des parois cellulaires. Pour cela, une faible quantité d'eau libre, qui vient se localiser dans les petites cavités, va avoir un niveau de gris très proche et

confondu avec celui de la matrice solide. Par conséquent, le seuillage étant influencé par la présence d'eau libre dans le matériau, les granulométries des phases solide et poreuse le seront aussi.

On a ensuite fait le choix de raffiner les paliers d'humidité relative entre 72% et 95%, afin d'avoir plus d'éléments de réponses concernant la présence d'eau libre dans le matériau et la détermination du PSF. Les diamètres des lumens et les épaisseurs des parois cellulaires d'un échantillon supplémentaire de bois de printemps sont représentés dans la **Figure II.15** et la **Figure II.16**. Cette fois, les paliers pris en compte correspondent à des humidités relatives de 0%, 72%, 79%, 87% et 95%.

Ces résultats sont toujours en concordance avec les résultats précédents, obtenus pour des paliers d'humidités relatives de 0%, 60%, 72% et 95%. Par contre, le comportement jusqu'à 72% d'humidité relative, est encore observé à 79% d'humidité relative. Donc, sur le cycle de sorption, jusqu'à 79% d'humidité relative, les diamètres des lumens augmentent et les épaisseurs des parois cellulaires diminuent.



*Figure II.15 : Diamètres des lumens d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 72%, 79%, 87% et 95%, avec une résolution de 3,35 µm/pixel.*

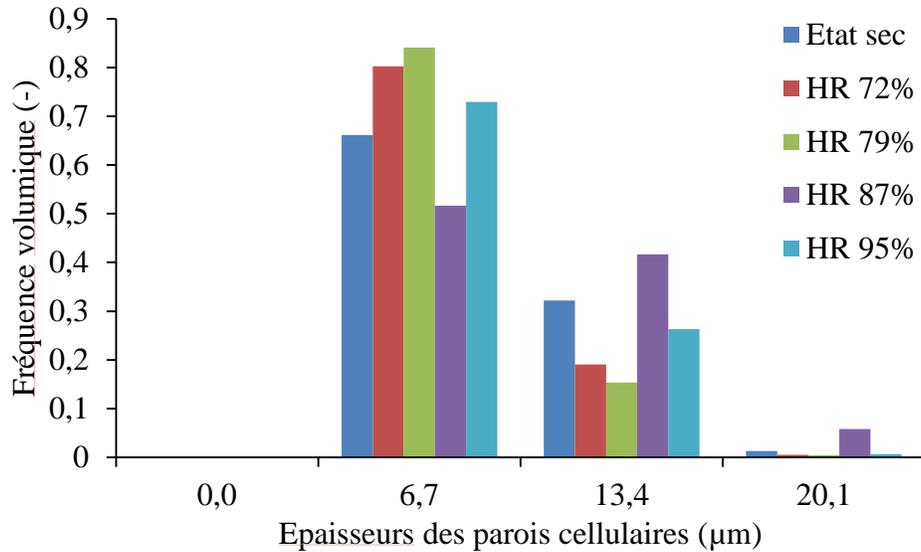


Figure II.16 : Epaisseurs des parois cellulaires d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 72%, 79%, 87% et 95%, avec une résolution de 3,35  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .

En ce qui concerne les paliers de 87% et 95% d'humidité relative, les résultats ne montrent aucune tendance particulière. La divergence des résultats pour les derniers paliers d'humidité relative est de nouveau supposée être causée par la présence d'eau libre dans la porosité.

Ces résultats montrent le lien fort entre la morphologie du bois d'épicéa et l'humidité, qui s'installe dans le matériau sous forme d'eau liée et d'eau libre. Néanmoins, il reste plusieurs points d'interrogation qui nécessitent d'approfondir les recherches pour trouver des réponses fiables.

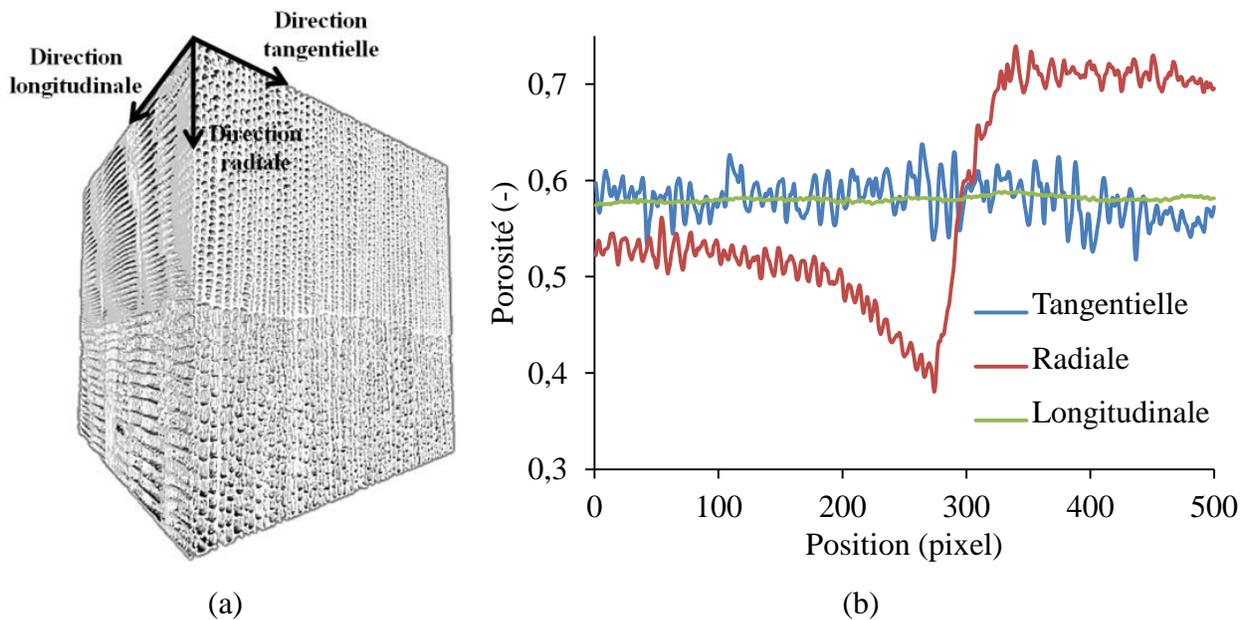
#### II.5.4 Evolutions de porosité et de surface spécifique

Les diamètres des lumens et les épaisseurs des parois cellulaires calculés dans la [section II.5.3](#) sont liés à la porosité de l'échantillon et à sa surface spécifique. Par exemple, l'augmentation des diamètres des lumens signifie que la porosité et la surface spécifique du matériau augmentent. Par contre, vu que la matrice solide du bois est déformable, il y a un couplage beaucoup plus complexe entre ces paramètres à prendre en compte.

En premier lieu, l'effet de l'anisotropie du bois d'épicéa à l'échelle microscopique sur l'évolution de la porosité dans chaque direction est étudié. Une reconstruction 3D d'un volume

d'échantillon de transition est de nouveau représentée dans la **Figure II.17-a**, avec la rotation nécessaire pour un meilleur alignement des directions radiale et tangentielle. Il est à rappeler que le bois d'été est caractérisé par des cellules de parois épaisses et de petites cavités (lumens). De même, plus on se rapproche de la transition bois d'été/bois de printemps, plus les parois deviennent épaisses, et plus les cavités deviennent petites. Concernant le bois de printemps, il est caractérisé par des cellules de parois minces et de grandes cavités (lumens).

La porosité globale calculée de cet échantillon est de 58%. Mais au vu de l'hétérogénéité et l'anisotropie du matériau, des évolutions de la porosité sont attendues. Ces évolutions dans les trois directions principales de cet échantillon sont représentées dans la **Figure II.17-b**. Dans chacune des courbes, il s'agit d'un plan virtuel qu'on va déplacer suivant l'épaisseur de l'échantillon dans la direction considérée. A chaque position de ce plan, on va calculer une porosité surfacique.



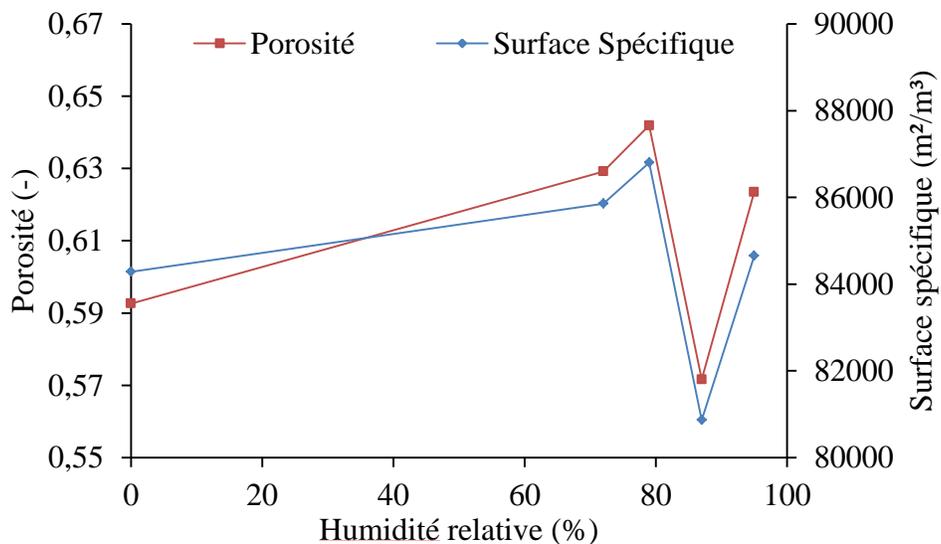
*Figure II.17 : Le bois de transition (a) et les évolutions de porosité dans les directions tangentielle, radiale et longitudinale (b).*

Concernant la direction longitudinale, qui est celle des trachéides, l'évolution de porosité ne varie pas beaucoup, et présente un écart-type de moins de 0,5%. Ceci est normal, vu la grande similarité morphologique entre les différents plans tout au long de cette direction.

Evidemment, dans la direction tangentielle, la porosité varie légèrement d'un plan (virtuel) à l'autre, puisqu'on se retrouve sur plus ou moins de lumens (ou inversement, sur plus ou moins de parois cellulaires). Néanmoins, l'évolution de la porosité dans cette direction varie toujours aux alentours de la porosité globale de l'échantillon.

Finalemnt, l'évolution de la porosité dans la direction radiale présente le plus de fluctuations par rapport à la porosité globale de l'échantillon. En effet, cette direction correspond à celle de développement annuel du bois. Ainsi, dans la phase qui correspond au bois d'été, proche de la transition, l'évolution de la porosité décroît jusqu'à atteindre presque 37%. Sur la phase de transition, elle augmente brusquement, jusqu'à atteindre presque 74% au début de la phase de bois de printemps. Ces valeurs sont très proches de celles trouvées par (Sedighi Gilani *et al.*, 2014), qui sont de 76% et 27% pour le bois de printemps et le bois d'été respectivement.

La porosité et la surface spécifique du dernier échantillon testé dans la [section II.5.3](#), à différents niveaux d'humidités relatives de 0%, 72%, 79%, 87% et 95% sont ensuite calculées à chaque palier. Elles sont représentées dans la [Figure II.18](#).



*Figure II.18 : Porosité et surface spécifique d'un échantillon de bois de printemps à différentes humidités relatives de 0%, 72%, 79%, 87% et 95%, avec une résolution de 3,35  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .*

Cette figure montre que la porosité et la surface spécifique varient de la même manière en fonction de l'état hygrique du matériau. Les évolutions de ces paramètres confirment donc les variations des tailles précédemment identifiées. Entre l'état sec et le palier de 79% d'humidité

relative, ces grandeurs augmentent. Pour les paliers de 87% et 95% d'humidité relative, elles fluctuent de manière non significative.

Ces résultats sont complètement en accord avec les interprétations précédentes qui concernent les évolutions des diamètres des lumens et des épaisseurs des parois cellulaires tout au long du cycle de sorption. En effet, jusqu'à 79% d'humidité relative, les diamètres des lumens augmentent et les épaisseurs des parois cellulaires diminuent, et par conséquent la porosité et la surface spécifique augmentent. Au-delà de 79% d'humidité relative, toutes les grandeurs recherchées varient d'une manière qu'on juge sûrement reliée à la présence d'eau libre dans le matériau.

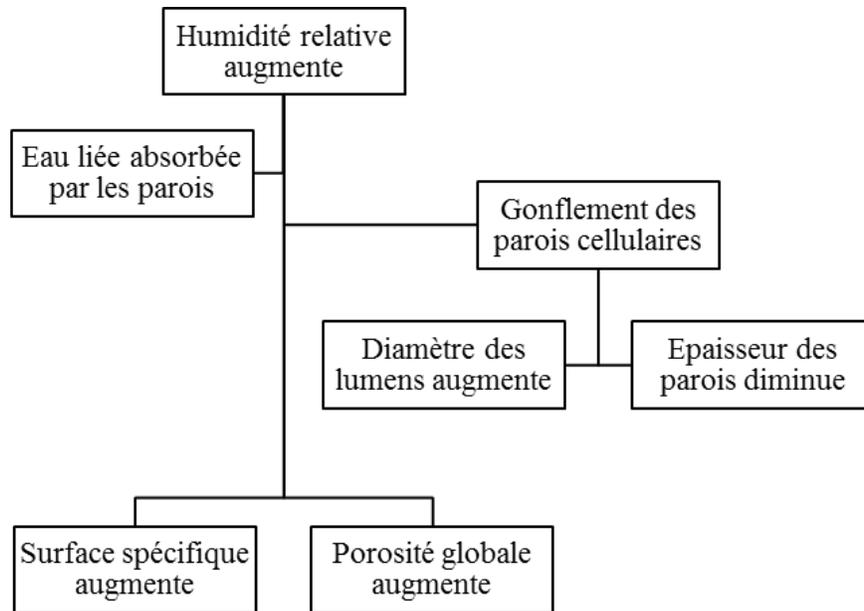
## **II.6 Analyses et discussion**

La morphologie complexe du bois d'épicéa, ainsi que son aspect hygroscopique, ont nécessité d'effectuer une identification précise de sa microstructure et une étude hygromorphique à température contrôlée, pour évaluer son comportement hygro-mécanique.

L'étude morphologique à très haute résolution de 0,5  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  a permis de calculer les valeurs moyennes ainsi que les écarts-types des diamètres des lumens et des épaisseurs des parois cellulaires, pour les cellules de bois d'été et de bois de printemps. En effet, le bois est un matériau dont les tailles caractéristiques de sa microstructure varient énormément en fonction du climat, de son altitude, de sa hauteur, de son âge (Mäkinen *et al.*, 2007)... De ce fait, les grandeurs morphologiques doivent être recherchées pour tout matériau, avant de caractériser ses comportements physiques. Cette fine caractérisation permet d'affiner le seuillage à une résolution moindre, afin de couvrir un volume représentatif, et d'identifier pas que les propriétés, mais aussi leurs taux de variabilités.

Ces grandeurs morphologiques révèlent subir de variations dimensionnelles non négligeables vis-à-vis des sollicitations hygriques, ce qui a été vérifié dans la [section II.5](#). En effet, un échantillon initialement sec, et mis à un état hygrique plus élevé mais toujours inférieur à 79% d'humidité relative, commence premièrement par absorber l'eau liée. Celle-ci vient s'installer dans les parois cellulaires du matériau. Lors de la prise d'humidité, le bois va gonfler, et ceci va engendrer localement une augmentation des diamètres des pores ainsi qu'une diminution des épaisseurs des parois cellulaires dans le plan tangentiel-radial. Comme

conséquence, la porosité et la surface spécifique du matériau vont augmenter. Cette interprétation de la réponse du matériau à l'échelle microscopique est schématisée dans la **Figure II.19**. Or, les divers constituants chimiques des parois cellulaires ont différents comportements lors de la prise d'humidité. De ce fait, une explication plus détaillée sur les variations dimensionnelles des parois cellulaires sera élaborée dans le **CHAPITRE III**, à travers une étude basée sur la technique de Diffraction aux Rayons X (DRX).



*Figure II.19 : Schématisation de la réponse microscopique du bois d'épicéa soumis à des sollicitations hygriques inférieures à 79% d'humidité relative.*

A partir d'une humidité relative de 79%, il est probable que l'eau libre commence à prendre place au sein du matériau. Ayant une masse volumique proche que celle des parois cellulaires, l'eau libre est difficile à identifier par micro-tomographie aux rayons X. Au contraire, les erreurs de seuillage peuvent avoir lieu, de telle sorte que l'eau libre soit confondue avec la matrice solide. De plus, la présence d'eau libre en tomographie n'est toujours pas souhaitée, ce qui peut considérablement influencer le calcul des paramètres morphologiques du matériau.

L'hypothèse qui concerne la présence d'eau libre au sein du matériau à partir d'une humidité relative comprise entre 79% et 87% est contradictoire avec la notion de PSF. En se basant sur cette notion, c'est aux alentours de 30% de teneur en eau du bois d'épicéa (cette teneur en eau correspond à une humidité relative plus élevée que 90%) que les parois cellulaires deviennent saturées en eau liée, et que l'eau libre commence à se localiser dans les pores (Siau,

1984). Malgré que la détection d'eau libre en-dessous du PSF a été révélée par quelques chercheurs (Hernández and Bizoň, 1994; Almeida and Hernández, 2006, 2007; Hernández and Cáceres, 2010), cette hypothèse forte devrait être de nouveau validée. On aura donc recours à d'autres méthodes expérimentales, afin d'avoir une meilleure compréhension des phénomènes physiques locaux qui prennent place au sein du matériau, notamment à des humidités relatives élevées. En plus, l'hypothèse adoptée, qui repose sur la présence d'eau libre dans le bois, et par conséquent son influence sur les résultats de tomographie, doit être confirmée. De ce fait, une étude basée sur la technique de Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) est élaborée dans le **CHAPITRE III**.

L'étude de l'influence de ces paramètres physiques intervenant aux petites échelles au niveau microscopique est primordiale pour la compréhension des phénomènes de transfert macroscopiques à l'échelle du matériau (migration liquide et vapeur, hystérésis des isothermes de sorption). En effet, la variation de porosité, ainsi que les variations dimensionnelles des parois cellulaires peuvent avoir une influence énorme sur les transferts au sein du bois, ainsi que sur ses propriétés mécaniques. En plus, dans un matériau tellement anisotrope, les transports hygriques sont susceptibles de favoriser une direction sur d'autres. Par exemple, la cinétique de transfert dans la direction longitudinale est sûrement plus rapide que celles dans les directions radiale et tangentielle.

## **II.7 Conclusion**

Dans ce chapitre, on a en premier présenté une revue bibliographique qui résume les travaux achevés dans la littérature, qui traitent le bois d'épicéa en se basant sur la technique de micro-tomographie aux rayons X. Ensuite, on a détaillé le principe de cet outil expérimental.

Par la suite, un premier grand volet concernait la caractérisation morphologique du bois d'épicéa à une très haute résolution de 0,5  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . Pour ce faire, on a commencé par exposer le protocole expérimental et le traitement d'images adoptés. Ainsi, les volumes réels 3D scannés ont été reconstruits. De même, une méthode d'individualisation de lumens a été développée, ce qui a servi à accentuer des détails morphologiques au sein du matériau. Ce volet a finalement consisté à évaluer les diamètres des lumens et les épaisseurs des parois cellulaires du bois d'épicéa. La valeur moyenne et l'écart-type des diamètres des lumens sont respectivement de 27

$\mu\text{m}$  et  $8,5 \mu\text{m}$  pour le bois de printemps, et de  $11 \mu\text{m}$  et  $5,5 \mu\text{m}$  pour le bois d'été. Quant à la valeur moyenne et l'écart-type des épaisseurs des parois cellulaires, elles sont respectivement de  $5,1 \mu\text{m}$  et  $1,4 \mu\text{m}$  pour le bois de printemps, et de  $6,3 \mu\text{m}$  et  $1,6 \mu\text{m}$  pour le bois d'été.

Un deuxième grand volet a consisté à étudier le comportement hygromorphique du bois d'épicéa à température constante, et à évaluer le gonflement sous humidification. Ainsi, on a élaboré le protocole expérimental et le montage développé pour la conservation de la teneur en eau des échantillons lors des scans. Le traitement d'images et les reconstructions 3D nécessaires pour le post-traitement ont été exposés. Ensuite, on a évalué les variations dimensionnelles locales des diamètres des lumens et des épaisseurs des parois cellulaires en fonction de l'humidité relative. Toujours en fonction de l'état hygrique du matériau, on a calculé la porosité et la surface spécifique de ce dernier.

Les résultats ont montré que jusqu'à 79% d'humidité relative, le gonflement des parois cellulaires engendre une augmentation des diamètres des lumens, de la porosité et de la surface spécifique du matériau. D'autre part, ceci est accompagné d'un rétrécissement des épaisseurs des parois cellulaires dans le plan tangentiel-radial. Par contre, pour des humidités relatives supérieures à 79%, les interprétations des résultats ne rejoignent pas nécessairement les précédentes. Ceci est probablement dû à la présence d'eau libre au sein du matériau, à partir d'un certain palier hygrique. Les scans correspondants, et par conséquent leur reconstructions 3D sont donc considérés imprécis, étant probablement influencés par l'eau libre.

Ce chapitre a mis en évidence la complexité de la microstructure des matériaux poreux de construction et la difficulté de compréhension des phénomènes physiques locaux comme le gonflement. A ce titre, il sera important de découpler les phénomènes derrière les variations dimensionnelles ainsi que le gonflement, l'instabilité due à l'anisotropie du matériau, et les différentes propriétés des constituants chimiques des parois. De ce fait, le chapitre suivant sera consacré à l'élaboration d'une description fine et complète des phénomènes physiques qui interviennent à l'échelle microscopique. Ainsi, les propriétés des constituants chimiques et les différentes interactions hygriques de l'eau liée et de l'eau libre à l'échelle des parois cellulaires seront évaluées, par des méthodes de RMN et DRX.



## CHAPITRE III

# INTERACTIONS HYGRIQUES DE L'EAU LIEE ET DE L'EAU LIBRE A L'ECHELLE DE LA PAROI CELLULAIRE

## CHAPITRE III. INTERACTIONS HYGRIQUES DE L'EAU LIÉE ET DE L'EAU LIBRE A L'ECHELLE DE LA PAROI CELLULAIRE

---

### III.1 Introduction

Dans le **CHAPITRE II**, les variations dimensionnelles des diamètres des lumens et des épaisseurs des parois cellulaires causées par le changement d'humidité relative ont été investiguées. En effet, l'origine de ces variations revient d'une part à l'anisotropie de la microstructure du bois, et d'autre part aux gonflements et retraits générés par le changement de l'état hygrique du matériau; il s'agit de diverses interactions entre la matrice solide du bois et les deux types d'eau, liée et libre, résultant des transferts. De plus, les constituants chimiques des parois cellulaires induisent localement des propriétés mécaniques, hygriques et thermiques différentes. Cette variabilité au niveau des propriétés des constituants chimiques est à la base des phénomènes physiques qui prennent place à l'échelle des parois cellulaires suite aux diverses sollicitations environnementales.

De ce fait, ce chapitre traite des interactions hygriques de l'eau liée et de l'eau libre à l'échelle de la paroi cellulaire. On a donc mené une étude bibliographique, qui résume les travaux achevés dans la littérature, et qui met en relief le manque de connaissance en ce qui concerne les interactions aux niveaux des parois cellulaires et de leurs constituants chimiques lors du changement d'humidité.

La première partie du chapitre concerne la quantification des deux types d'eau, liée et libre, lors de l'adsorption d'humidité, par des méthodes de Résonance Magnétique Nucléaire (RMN). Pour ce faire, on a premièrement détaillé le principe de cet outil expérimental. Ensuite, on a expliqué le protocole expérimental ainsi que la méthode de post-traitement adoptée, avant de présenter les résultats qu'on a obtenus et analysés.

La deuxième partie se concentre sur les interactions entre l'humidité relative et le matériau, à l'échelle des constituants chimiques des parois cellulaires, par des méthodes de Diffractions aux Rayons X (DRX). On a donc expliqué le principe de cette méthode, avant de clarifier la forme cristalline de la cellulose, qui joue un rôle très important dans la cinétique des transferts, ainsi que dans la résistance mécanique des matériaux biosourcés. Ensuite, le protocole

expérimental, le montage et la méthode de post-traitement adoptés ont été détaillés, avant de présenter les résultats et les analyser.

Finalement, on a clôturé ce chapitre par une interprétation globale des travaux présentés dans les deux premières parties, prenant ainsi en compte les interactions des parois cellulaires, et de leurs constituants chimiques aussi, avec l'humidité. On a de même réalisé un aperçu des interprétations évaluées au **CHAPITRE II** et au **CHAPITRE III**, puisqu'il s'agit de différentes physiques qui peuvent être couplées à travers ces divers travaux expérimentaux.

### **III.2 Revue bibliographique**

Il est essentiel de maîtriser les interactions de l'humidité avec le matériau, notamment à l'échelle des parois cellulaires. Ceci dit, il s'agit d'identifier la présence d'eau, liée ou libre, en fonction de l'état hygrique du bois. Cette tâche n'est pas évidente, spécialement que les outils expérimentaux qui donnent accès à ces informations sont très limités. Dans ce travail, on s'est basé sur la RMN, qui est de plus en plus utilisée dans le domaine du génie civil.

L'imagerie par résonance magnétique (IRM), basée sur la RMN, a été utilisée par (Almeida *et al.*, 2008) dans le but d'évaluer la restitution d'humidité lors du séchage d'échantillons de bois de Douglas initialement saturés. Ces auteurs ont fait une étude comparative entre le bois d'été et le bois de printemps, pour des échantillons découpés dans les directions radiale et longitudinale. D'autre part, lors d'un test de séchage du bois d'érable à sucre, (Hernández and Cáceres, 2010) ont montré par IRM la présence de l'eau libre au sein du matériau même au-dessous du PSF. Récemment, (Fourmentin *et al.*, 2016) ont étudié la saturation de la chènevotte, initialement sec, par la méthode de spectroscopie, qui repose sur le principe de RMN. Ces auteurs ont montré que l'eau libre s'installe très rapidement dans les pores, tandis que l'intégration de l'eau liée dans la matrice solide nécessite plusieurs jours.

Ces études traitent plusieurs matériaux biosourcés, et fournissent des informations concluantes à propos du PSF, de la cinétique des transferts hygriques, de l'installation et de la restitution de l'eau libre dans la porosité. Par contre, ces travaux concernent en majorité le cycle de désorption.

En effet, les phénomènes de transfert, ainsi que les différentes interactions de l'humidité avec la matrice solide des matériaux biosourcés se font à travers ses constituants chimiques. Dans ce chapitre, on va utiliser la DRX, une méthode expérimentale très utile qui donne accès aux constituants chimiques de la matrice solide.

Cette méthode n'a pas été assez élaborée par les chercheurs dans le but d'évaluation du comportement hygrique des matériaux biosourcés. Son utilisation concernait plutôt l'identification et la caractérisation de la cellulose cristalline (Park *et al.*, 2010). La seule étude hygro-mécanique a été réalisée par (Yamamoto *et al.*, 2010), elle concernait la réponse mécanique de la forme cristalline de la cellulose de chêne, vis-à-vis de sollicitations hygriques.

Les travaux effectués dans la littérature ne couvrent pas le comportement hygro-mécanique du bois à l'échelle de ses constituants chimiques. De plus, la majorité de ces travaux concernent le cycle de désorption, ou la saturation, et jamais le bois d'épicéa. De ce fait, le comportement hygro-mécanique local de ce matériau nécessite une investigation particulière.

### **III.3 Suivi et quantification de l'adsorption d'humidité**

Dans cette partie, le suivi des différents états de l'eau (libre, liée, constitutive) dans le matériau lors de l'adsorption d'humidité est étudié par la méthode de Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) en fonction du temps, afin de prendre en compte l'évolution de l'état de l'eau présente. En effet, le recours à cette technique est considéré primordial lors de l'étude des modes d'adsorption d'eau dans les matériaux, notamment pour les matériaux à bases de fibres végétales.

L'étude des phénomènes d'adsorption d'eau dans les cellules végétales a été souvent complexe et imprécise. A titre d'exemple, le suivi exact de PSF reste à ce jour un point de dichotomie dont l'identification expérimentale reste imprécise. Il est alors important d'affiner ces phénomènes à travers une mise au point de la technique de RMN. Notre contribution apparaît dans la considération des paliers hygriques couvrant le cycle de sorption d'eau en commençant par le point de séchage et en balayant plusieurs paliers d'humidité relative dans le domaine hygroscopique. Cela permet une meilleure étude quantitative de l'eau liée et de l'eau libre au sein du matériau en fonction de l'état hygrique de ce dernier. Ce genre d'informations n'est toujours pas examiné dans la littérature, et surtout pas en se servant de la technique de RMN. En effet, les variations dimensionnelles subites par les parois cellulaires vis-à-vis des sollicitations

hygriques dépendent en grande partie de la présence d'eau liée dans le matériau. Cette partie mènera donc à avoir une meilleure compréhension sur la nature de l'eau, et par conséquent, sur les variations dimensionnelles en fonction de l'humidité relative. De plus, cette contribution permettra une évaluation plus précise et correcte du PSF du bois d'épicéa.

On a d'abord détaillé les principes qui régissent le fonctionnement de la RMN. Le protocole expérimental, le montage, ainsi que la méthode de post-traitement utilisés sont ensuite développés, pour finir par une analyse et une interprétation des résultats.

### **III.3.1 Résonance magnétique nucléaire (RMN)**

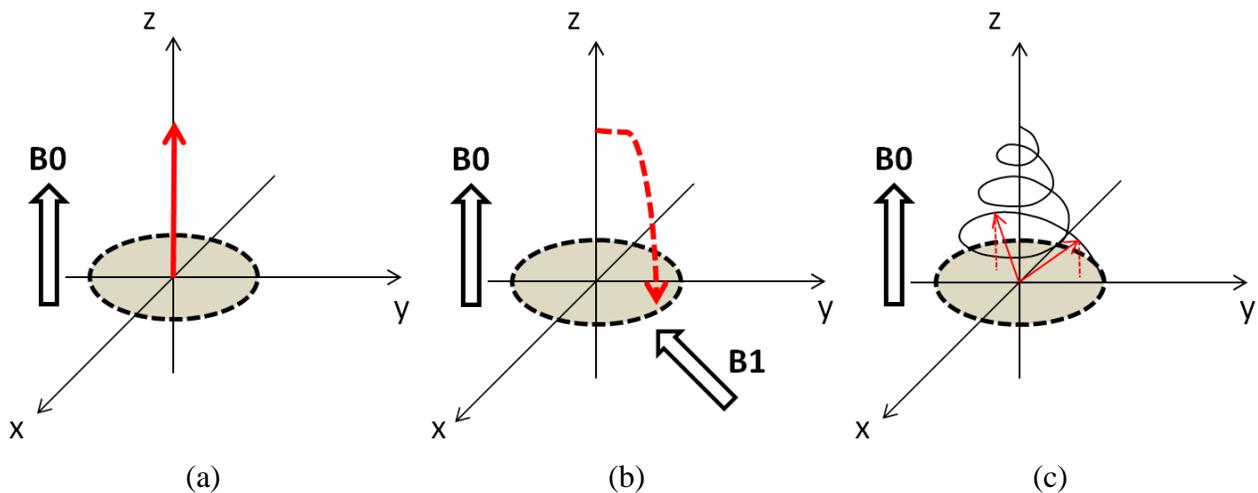
La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) est une technique expérimentale non destructive, qui sert à la caractérisation des matériaux, notamment en ce qui concerne les modes d'adsorption d'eau.

Cette technique est principalement connue dans le domaine médical et dans des applications pour la caractérisation de molécules organiques. En effet, la RMN est récemment adoptée pour des applications qui concernent le génie civil. Par exemple, cette technique peut être utilisée pour la caractérisation des structures poreuses des matériaux, la quantification de l'eau dans les pores et de l'eau qui interagit avec la matrice solide du matériau. Dans ce travail, l'eau libre dans la porosité, et l'eau liée absorbée par les parois cellulaires sont expérimentalement distinguées. L'appareil utilisé dans cette étude (Spectroscopie-Bruker Minispec MQ20 ND-Series) ne permet pas de reconnaître les atomes d'hydrogène présents naturellement dans les constituants chimiques du bois.

Elle consiste à modifier l'aimantation de spins nucléaires de certains atomes, suite à l'activité de deux champs magnétiques  $B_0$  et  $B_1$ . Le champ magnétique  $B_0$  présente une intensité élevée et fixe, tandis que le champ magnétique  $B_1$  est tournant (Keeler, 2011). Le noyau de l'atome d'hydrogène  $^1\text{H}$  est le plus étudié. Il a un spin de  $1/2$ , et un moment magnétique intrinsèque élevé, de  $42,6 \text{ MHz}\cdot\text{T}^{-1}$ . De plus, cet atome est très abondant dans la nature, le phénomène de résonance généré est donc très net.

Il s'agit premièrement de placer l'échantillon étudié dans le champ magnétique homogène  $B_0$ . Ceci est à la base d'une magnétisation longitudinale macroscopique  $M$  parallèle

au champ intense  $B_0$ . Ensuite, une radiofréquence de courte durée (quelques microsecondes), de composante magnétique  $B_1$  tournant, perpendiculaire à  $B_0$ , provoque le basculement de cette magnétisation sur un autre plan. La composante longitudinale de l'aimantation induite va diminuer, et les spins seront mis en phase lors de l'excitation des atomes. Ceci provoque la magnétisation transversale, qui est la composante transversale de l'aimantation induite. A la fin de l'impulsion, les noyaux étant dans une position énergétique défavorable, ils vont tendre à revenir vers leur position initiale par un phénomène de relaxation. Pour cela, ils vont osciller autour de l'axe à la fréquence de précession des noyaux. Cette fréquence est spécifique à chaque espèce de noyaux. Un exemple montrant le phénomène de relaxation, suite à une impulsion à  $90^\circ$  est représenté dans la **Figure III.1**.



*Figure III.1 : Phénomène de relaxation, suite à une impulsion à  $90^\circ$  : (a) application du champ magnétique intense  $B_0$ , (b) application du champ magnétique tournant  $B_1$ , (c) phénomène de relaxation.*

Il existe deux types de relaxation, transversale et longitudinale. Suite à l'impulsion, le temps de relaxation transversale  $T_2$  (ou relaxation spin-spin) correspond au temps pour lequel la magnétisation transversale induite s'annule. D'autre part, le temps de relaxation longitudinale  $T_1$  (ou relaxation spin-réseau) correspond au temps pour lequel la magnétisation induite revient à sa position longitudinale initiale.

En effet, l'environnement des protons influence énormément les deux temps de relaxation. La lecture du signal est achevée à travers une bobine réceptrice (et excitatrice) localisée dans le plan (xOy) afin de mesurer les temps nécessaires pour que  $M_z$  atteigne sa valeur

initiale, et  $M_{xy}$  s'annule. Les temps de relaxation vérifient toujours la relation suivante (**Équation III.1**) :

$$T_2 \leq T_1$$

*Équation III.1*

D'autre part, (Brownstein and Tarr, 1979) ont proposé une théorie qui relie les temps de relaxation aux diamètres des pores. De ce fait, les différentes tranches de temps de relaxation distinguées, représentées par un pic dans le graphe de RMN, permettent de discerner et de quantifier l'eau libre, localisée dans la porosité, et l'eau liée qui s'intègre dans les parois cellulaires.

### **III.3.2 Protocole expérimental et montage**

L'utilisation de la technique RMN dans ce travail vise à étudier et quantifier la présence d'eau liée et d'eau libre dans le bois d'épicéa en fonction de l'état hygrique de ce dernier.

Pour ce faire, on a choisi de conditionner des échantillons à différentes humidités relative de 0% (état sec, conditionnement avec du gel de silice), 79% et 95%. Ces trois paliers d'humidité relative sont identiques à ceux adoptés lors des essais de micro-tomographie aux rayons X, élaborés dans le **CHAPITRE II**. De plus, on a adopté particulièrement l'humidité relative de 79% puisqu'au-dessus de ce palier, les interprétations des résultats présentées au **CHAPITRE II** supposent que l'eau libre s'installe dans le matériau avant que les parois cellulaires soient saturées en eau liée (avant d'atteindre le PSF); ce phénomène se déclenche pour une humidité relative comprise entre 79% et 87%. De cette manière, les analyses des résultats des différents chapitres seront complémentaires et plus constructives.

Ainsi, on a préparé six échantillons de bois d'épicéa de dimensions  $2,5 \times 2,5 \times 20 \text{ mm}^3$  suivant la direction longitudinale du bois. Tous les échantillons ont été en premier lieu séchés dans des dessiccateurs à l'aide de gel de silice. Ensuite, on les a placés tous dans un tube RMN spectroscopie, le signal mesuré en RMN étant proportionnel à la quantité de matière présente dans le tube. De cette manière, l'équilibre de masse de tous les échantillons est atteint beaucoup plus rapidement que dans le cas où un seul échantillon de grand volume serait utilisé. En effet, chaque échantillon présente six facettes libres, ce qui facilite et accélère l'échange hygrique avec

l'humidité relative assurée lors de chaque essai RMN. Une température de 25°C était maintenue constante tout au long des essais.

Le dispositif de RMN utilisé est un Spectroscopie-Bruker Minispec MQ20 ND-Series, avec une fréquence de résonance des protons  $^1\text{H}$  de 20MHz, au Laboratoire de Cristallographie, Résonance Magnétique et Modélisations (CRM2) à l'Université de Lorraine. Il est représenté dans la **Figure III.2**. Le diamètre du tube RMN est de 10 mm. A chaque état hygrique, on a mis une solution saline qui garantit une humidité relative bien contrôlée dans un petit tube de diamètre 6 mm, qu'on a placé sur un support en téflon, l'ensemble à l'intérieur du tube RMN. Le support en téflon présente plusieurs trous afin de laisser passer l'humidité dans le tube, et par conséquent avoir un milieu à humidité homogène. Le tube RMN est fermé puis recouvert par un film en nylon imperméable, afin d'éviter tout échange d'humidité avec le milieu extérieur. Le montage formé du support en téflon, du tube RMN, du tube contenant la solution saline, et de l'échantillon est représenté dans la **Figure III.3**.

Dès qu'on place le tube RMN dans le dispositif de spectroscopie, on calcule le temps de relaxation transversale  $T_2$ . Ensuite, le temps de relaxation longitudinale  $T_1$  est calculé à plusieurs reprises, avec un intervalle de temps d'une heure entre deux calculs consécutifs. Finalement, lorsque l'équilibre de masse est atteint, on recalcule le temps de relaxation transversale  $T_2$ .



*Figure III.2 : Spectroscopie-Bruker Minispec MQ20 ND-Series (CRM2 - Université de Lorraine).*

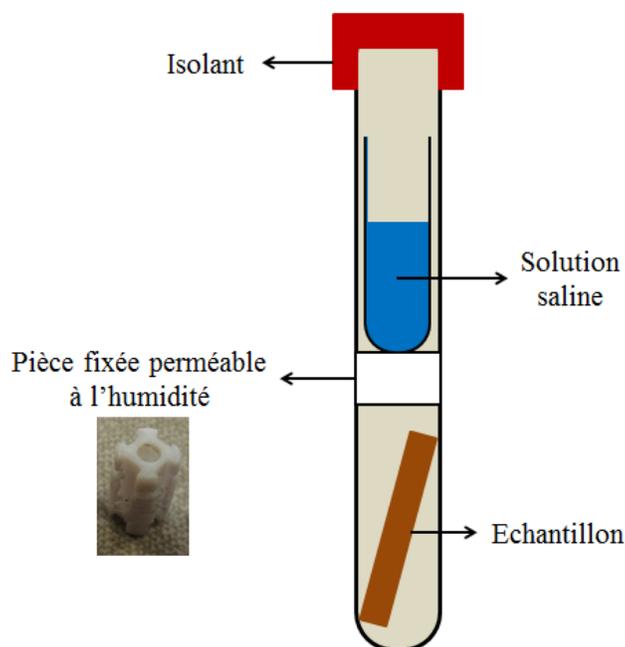


Figure III.3 : Montage utilisé pour les tests RMN en fonction de l'humidité relative.

Pour chaque calcul des temps de relaxation longitudinale  $T_1$ , on a effectué 16 scans par point de mesure, avec un temps de recyclage de 2 s, un gain de 90 dB, et 50 points espacés logarithmiquement par un temps d'écho entre 0,1 ms et 1 s. Quant au calcul des temps de relaxation transversale  $T_2$ , on a effectué 512 scans, avec un temps de recyclage de 1 s, un gain de 90 dB, un temps d'écho de 80  $\mu$ s, et 200 points de mesures.

Le calcul de  $T_1$  se fait point par point. Pour chaque point logarithmique, on a donc réalisé 16 scans afin de lui attribuer une valeur. Le calcul de  $T_2$  se fait pour tous les points en même temps, les points étant corrigés à chaque scan.

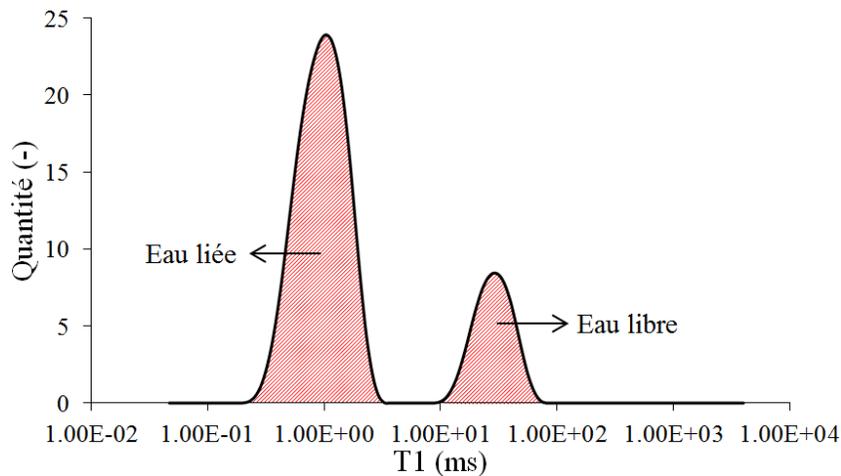
A chaque palier d'humidité relative, une fois que l'équilibre de masse est atteint, on extrait le petit tube contenant la solution saline du tube RMN, et on le remplace par un autre tube de même dimension contenant une autre solution saline représentative d'un autre niveau hygrique. A chaque fois qu'on remplace la solution saline, on répète la procédure décrite concernant les calculs des temps de relaxations longitudinale et transversale.

### III.3.3 Méthode de post-traitement

Le traitement des temps de relaxations longitudinale et transversale est fait par inversion de Laplace, à travers le logiciel UPENWIN (Borgia *et al.*, 2000). Les diagrammes

correspondants représentent la quantité de signal mesurée pour chaque temps de relaxation. Par contre, le traitement par transformation de Laplace inverse entraîne des pics assez larges. A partir du positionnement approximatif des pics, on peut repérer la nature de l'eau présente dans le matériau. En effet, chaque pic est représentatif d'une taille de pores dans lesquels s'installent les protons d'hydrogène. De ce fait, l'eau liée localisée dans les parois cellulaires, et l'eau libre localisée dans la porosité peuvent être identifiées. Pour la spectroscopie, la quantification de chaque type d'eau est régie par l'aire sous les pics, et non pas par le positionnement exact des pics. Ceci est représenté dans la **Figure III.4** pour le temps de relaxation longitudinale  $T_1$ , et dans la **Figure III.5** pour le temps de relaxation transversale  $T_2$ .

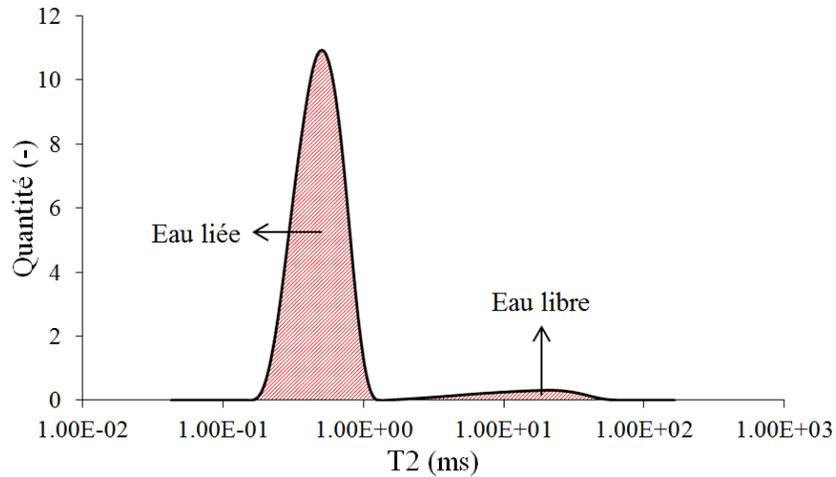
Par exemple, dans le cas du bois d'épicéa, concernant le temps de relaxation longitudinale  $T_1$ , l'eau liée et l'eau libre apparaissent respectivement aux alentours de 1 ms et 50 ms (**Figure III.4**). Concernant le temps de relaxation longitudinale  $T_2$ , l'eau liée et l'eau libre apparaissent respectivement aux alentours de 0,5 ms et 10 ms (**Figure III.5**). Ces temps de relaxation ne sont pas les mêmes pour tous les matériaux, puisqu'ils dépendent énormément de la taille des pores. Ensuite, à partir de l'intégrale du signal sous le pic (l'aire sous le pic), on peut quantifier les types d'eau présents.



*Figure III.4 : Diagramme de RMN, qui montre les temps de relaxation longitudinale  $T_1$  caractéristiques de l'eau liée et de l'eau libre, avec les aires sous le pic de chacun.*

En effet, les protons solides sont caractérisés par des temps de relaxation transversale  $T_2$  très courts, qu'on ne voit pas avec le dispositif utilisé. Par contre, ces protons peuvent tarder à revenir à leur position longitudinale initiale, et peuvent donc présenter des temps de relaxation

longitudinale  $T_1$  élevés. De ce fait, il s'agit de vérifier que les temps de relaxation longitudinale  $T_1$  des pics qu'on a identifiés correspondent bien aux temps de relaxation transversale  $T_2$  de l'eau liée et de l'eau libre, et non pas des protons solides. La **Figure III.5** représente le diagramme RMN des temps de relaxation transversale  $T_2$ , dans lequel on arrive à distinguer deux pics. L'existence de ces deux pics dans ce diagramme valide la présence de l'eau liée et de l'eau libre qu'on a identifiées dans la **Figure III.4**.



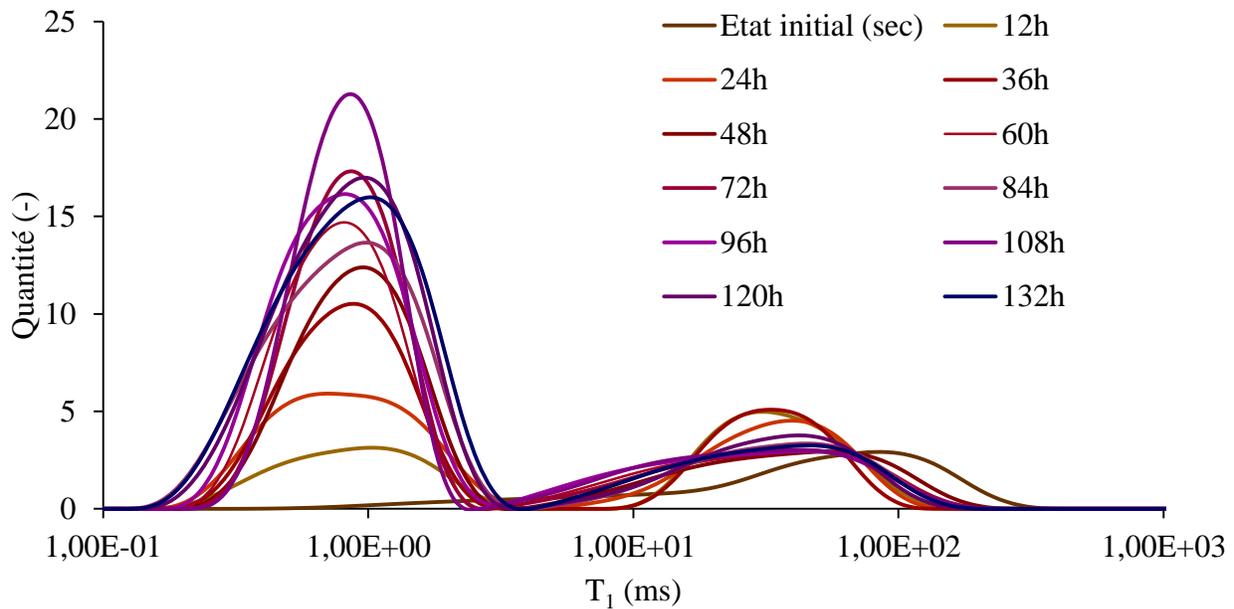
*Figure III.5 : Diagramme de RMN, qui montre les temps de relaxation transversale  $T_2$  caractéristiques de l'eau liée et de l'eau libre, avec les aires sous les pics de chacun.*

Comme on a effectué les mesures RMN en temps de relaxation longitudinale  $T_1$  toutes les heures jusqu'à ce que l'échantillon atteigne l'équilibre, il est possible de mener une étude comparative en fonction de la cinétique des transferts. Pour chaque mesure, on a calculé les aires sous les pics qui correspondent à l'eau liée et à l'eau libre, afin de quantifier toute nature d'eau, et tracer son évolution temporelle. Les résultats sont finalement interprétés, en faisant le lien avec le gonflement des parois cellulaires qui, lui, est fonction de l'eau liée dans le matériau.

### **III.3.4 Analyse des résultats**

Dans cette partie, on va présenter les résultats des essais réalisés d'un état sec du matériau au palier de 79% d'humidité relative, pour finalement atteindre le palier de 95% d'humidité relative. Le but de cette expérience est la détection et la quantification de l'eau liée et de l'eau libre au sein des échantillons. Les résultats donneront aussi accès à l'évolution des types d'eau en fonction du temps.

Les diagrammes de RMN qui correspondent au temps de relaxation longitudinale  $T_1$ , obtenus d'un état sec jusqu'à une humidité relative de 79% sont représentés dans la **Figure III.6**. Les acquisitions sont prises avec un écart d'une heure, mais dans cette figure on a retenu un intervalle de 12 heures pour améliorer la clarté des résultats. Pour chaque acquisition, on arrive à discerner deux pics : le pic aux alentours de 1 ms correspond à l'eau liée, et le pic entre 50 et 100 ms correspond à l'eau libre. D'un point de vue général, le pic représentant l'eau liée par une gaussienne à gauche du graphe, subit une évolution en fonction du temps. Quant au pic d'eau libre, il est toujours localisé entre 50 et 100 ms. Par contre, la forme de la courbe qui lui correspond évolue. Néanmoins, les différentes formes de courbes discernées ne semblent pas présenter des aires sous les courbes qui varient. En effet, comme déjà mentionné précédemment, c'est l'aire sous les pics qu'il faut prendre en considération pour la quantification des types d'eau présents.



*Figure III.6 : Evolution des diagrammes de RMN du temps de relaxation longitudinale  $T_1$ , obtenus entre des humidités relatives de 0% et 79%, avec un intervalle de 12 heures entre deux acquisitions successives.*

Pour cela, et afin de confirmer les interprétations de la **Figure III.6**, on a calculé les aires sous chaque pic pour chaque acquisition en allant de l'état sec au palier de 79% d'humidité relative. Elles sont représentées dans la **Figure III.7**, qui montre que la quantité d'eau liée, initialement nulle dans le matériau, croît rapidement au cours du temps, jusqu'à atteindre une

valeur constante. En revanche, l'eau libre reste plus ou moins constante. En effet, ce résultat est cohérent, spécialement qu'à 79% d'humidité relative, le PSF n'est pas encore atteint, ce qui révèle que jusqu'à ce palier hygrique, l'eau liée et libre ne coexistent pas en même temps au sein du matériau.

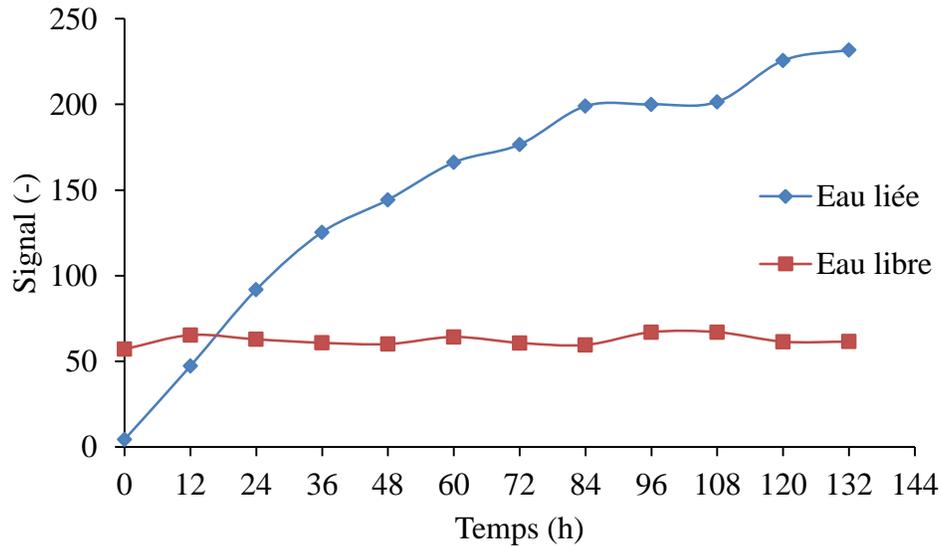


Figure III.7 : Evolution des aires sous les pics d'eau liée et d'eau libre, entre des humidités relatives de 0% et 79%, avec un intervalle de 12 heures entre deux points successifs.

Les échantillons étant conditionnés à 79% d'humidité relative, on a remplacé la solution saline dans le tube RMN par une autre garantissant 95% d'humidité relative, et déclenché les acquisitions des scans. La **Figure III.8** représente les diagrammes de RMN correspondant au temps de relaxation longitudinale  $T_1$ , obtenus d'une humidité relative de 79% à 95%. Comme précédemment, on a présenté les acquisitions avec un intervalle de 12 heures. Les deux pics représentant l'eau liée et l'eau libre sont toujours présents. Dans ce cas, les deux pics semblent évoluer en fonction du temps.

Les aires sous chaque pic, calculées à chaque acquisition sont représentés dans la **Figure III.9**. Cette figure montre que les deux pics croient en fonction du temps. Contrairement au cas précédent (état sec à 79% d'humidité relative), jusqu'à 95% d'humidité relative, les quantités d'eau liée et d'eau libre évoluent en même temps dans le matériau.

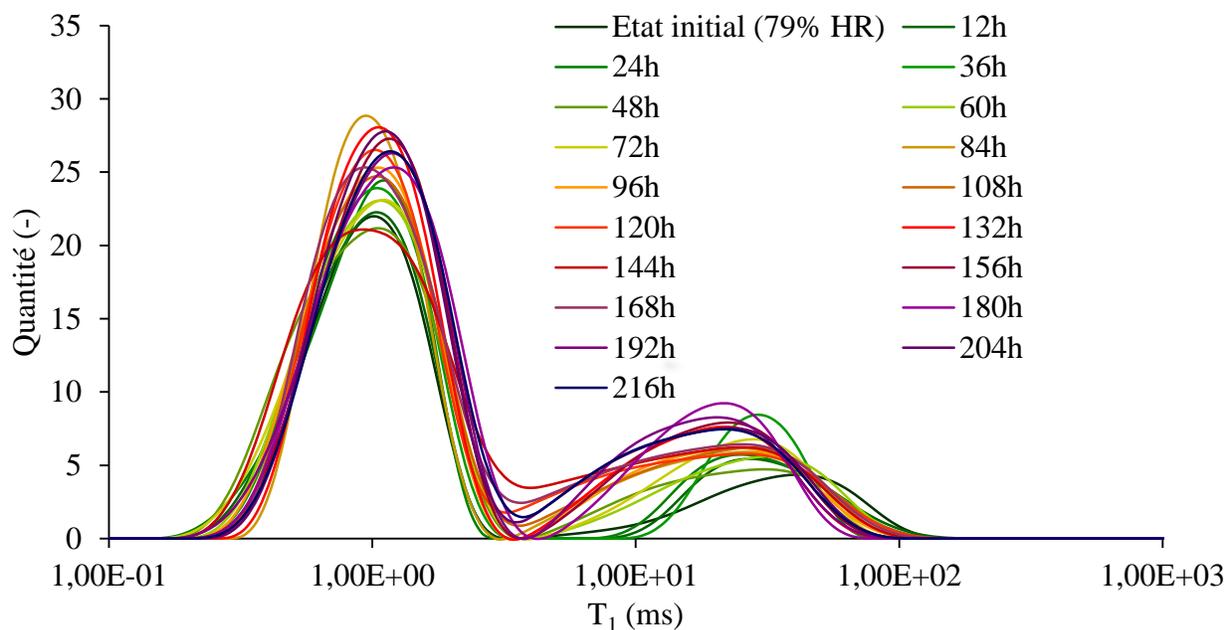


Figure III.8 : Evolution des diagrammes de RMN du temps de relaxation longitudinale  $T_1$ , obtenus entre des humidités relatives de 79% et 95%, avec un intervalle de 12 heures entre deux acquisitions successives.

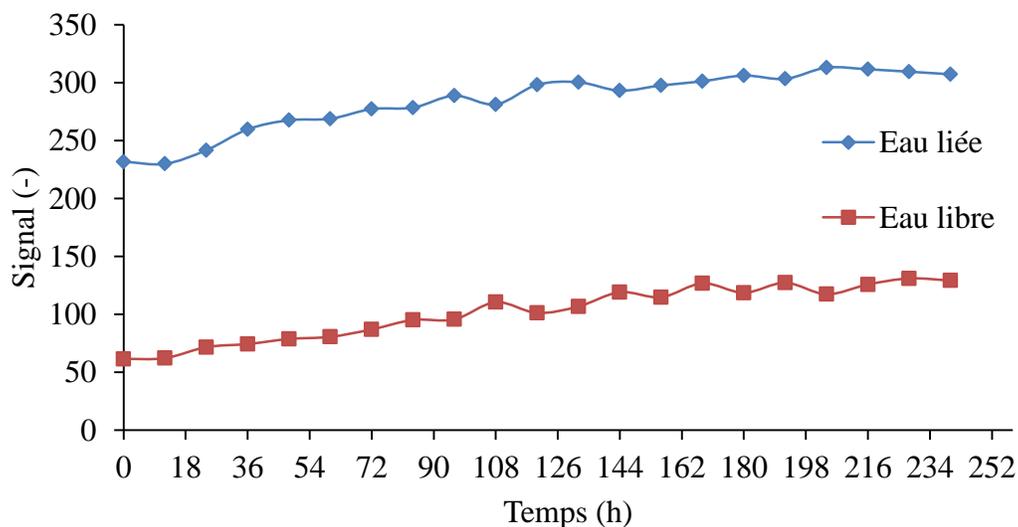
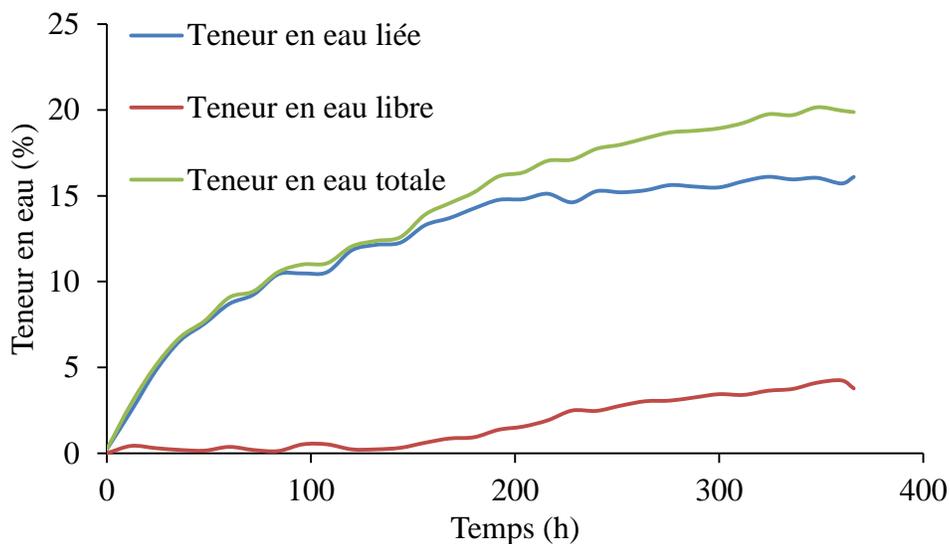


Figure III.9 : Evolution des aires sous les pics d'eau liée et d'eau libre, entre des humidités relatives de 79% et 95%, avec un intervalle de 12 heures entre deux points successifs.

En effet, d'après la littérature et la courbe d'hystérésis du matériau (**Figure I.11**), on est encore loin d'atteindre le PSF à 79% d'humidité relative (Siau, 1984). De plus, il est évident dans la **Figure III.9**, que jusqu'à 95% d'humidité relative, la quantité d'eau liée est toujours en train d'évoluer; même si à partir de 126 heures son évolution est ralentie. Par contre, la quantité

d'eau libre croît très rapidement, en parallèle avec celle de l'eau liée. En effet, le PSF est défini comme la teneur en eau pour laquelle les fibres sont complètement saturées en eau liée, et l'eau libre ne s'est pas encore installée dans la porosité. De ce fait, le résultat qu'on a obtenu entre les paliers de 79% et 95% d'humidité relative est en contradiction avec la notion de PSF. Néanmoins, il rejoint les résultats obtenus par d'autres chercheurs (Hernández and Bizoñ, 1994; Almeida and Hernández, 2006, 2007). Ces derniers ont démontré lors du séchage de matériaux biosourcés, que le matériau commence à restituer l'eau liée, avant que l'eau libre ne soit complètement évacuée.

On a mesuré la masse des échantillons au début et à la fin de l'expérience, pour remonter à la teneur en eau du matériau, et réaliser des interprétations quantitatives. En allant d'un état sec on retrouve une teneur en eau du matériau de 19,87%, à 95% d'humidité relative. En prenant en compte cette valeur, et en couplant les résultats présentés dans la **Figure III.7** et la **Figure III.9**, on peut tracer l'évolution de la teneur en eau liée, en eau libre, et de la teneur en eau totale du matériau en fonction du temps. Ce résultat est présenté dans la **Figure III.10**.



*Figure III.10 : Evolution de la teneur en eau liée, en eau libre, et de la teneur en eau totale du matériau en fonction du temps.*

Il est remarquable que jusqu'à la fin de la première expérience (ce qui correspond à presque 138 heures, au moment où on a remplacé la solution saline garantissant 79% d'humidité relative par une autre garantissant 95% d'humidité relative), la teneur en eau totale du matériau est presque confondue avec la teneur en eau liée. Avec cette technique, on retrouve donc une

teneur en eau liée de presque 12% à 79% d'humidité relative. A partir de 138 heures, la teneur en eau totale comporte une partie qui représente l'eau liée et une autre qui représente l'eau libre. Les teneurs en eau liée et en eau libre à 95% d'humidité relative sont de presque 16,1% et 3,8% respectivement.

### **III.4 Evolution des constituants chimiques sur le cycle de sorption**

L'évolution des constituants chimiques de la fibre végétale suite aux diverses réactions avec l'eau, mérite une fine investigation. En effet, il demeure essentiel de répondre aux problématiques d'absorption d'eau et d'interaction avec les cellules du bois, notamment que le gonflement et le retrait de ce matériau sont à l'origine des réactions chimiques des molécules de vapeur d'eau et des groupements cellulose, hémicellulose et lignine. Il est donc très important d'élaborer le lien entre les variations dimensionnelles et la réponse du matériau à l'échelle de ses constituants chimiques.

De ce fait, le recours aux méthodes de Diffraction des Rayons X (DRX) permet de suivre l'évolution des différentes phases en fonction de l'humidité relative.

Dans cette partie, une étude à l'échelle des constituants chimiques des parois cellulaires est effectuée en se basant sur la technique de DRX. En effet, les différentes propriétés des constituants sont à la base des phénomènes physiques de gonflement et de retrait des parois cellulaires. Par exemple, l'absorption d'eau liée à cette échelle est fortement dépendante des propriétés de chacun des constituants chimiques. Ce travail va donner des informations à propos des réactions entre les molécules chimiques et l'humidité relative.

De plus, on peut calculer à travers la DRX les distances entre les molécules cristallines retrouvées parmi les constituants chimiques du bois, en fonction de l'état hygrique du matériau. Ce genre d'information donne une idée sur les contraintes de compression ou de traction qui peuvent exister à cause des variations dimensionnelles locales des parois (Yamamoto *et al.*, 2010).

Les principes et les équations qui régissent la méthode de DRX sont d'abord expliqués. On a aussi détaillé la forme de la molécule de cellulose cristalline. Ensuite, on a élaboré le

protocole expérimental, le montage, et les méthodes de post-traitement qu'on a adoptés. Pour finir, on a analysé et interprété les résultats.

### III.4.1 Diffraction des rayons X (DRX)

On a introduit dans cette section les bases de la DRX. Un corps cristallin est considéré comme un assemblage de plans atomiques plus ou moins denses, appelés plans réticulaires. Les distances caractéristiques qui séparent ces différents plans sont appelées distances interréticulaires. L'existence des plans réticulaires et des distances interréticulaires est à la base de la technique de DRX.

La théorie de la DRX a été élaborée par W.L. Bragg. Son principe ainsi que son utilisation sont détaillés dans la relation de Bragg. La longueur d'onde  $\lambda$  d'un rayon X monochromatique est de l'ordre de grandeur des distances interréticulaires, comprise entre 0,1 Å pour des rayons X durs, et 50 Å pour des rayons X mous. Ainsi, par un phénomène d'interférences constructives et destructives, un rayonnement X monochromatique est diffracté sur des plans d'indices de Miller (h, k, l), s'il satisfait la loi de Bragg (Langford and Louër, 1996). L'équation qui régit la relation de Bragg est représentée dans l'**Équation III.2**. Cette équation lie les angles de Bragg  $\theta$  à la longueur d'onde  $\lambda$ , la distance interréticulaire de la famille de plans {h,k,l} qui diffractent les rayons incidents  $d_{hkl}$  et l'ordre de diffraction n. Pour une distance interréticulaire  $d_{hkl}$ , un ordre de diffraction n et une longueur d'onde  $\lambda$  du rayonnement X, l'angle du faisceau incident  $\theta$  doit être égal à l'angle de Bragg pour qu'il y ait diffraction des rayons X.

$$\sin \theta = \frac{n\lambda}{2d_{hkl}} \qquad \text{Équation III.2}$$

Le principe de la loi de Bragg est illustré dans la **Figure III.11**.

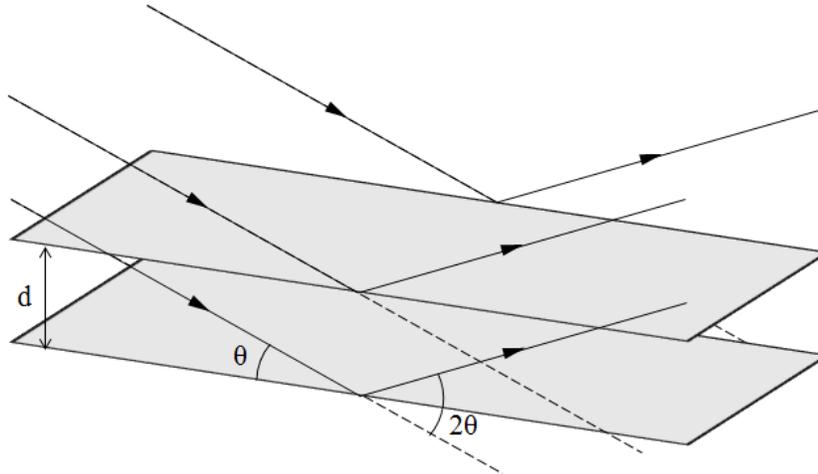


Figure III.11 : Principe de la loi de Bragg.

Le faisceau de rayons X est donc diffracté suivant des angles spécifiques. Ceci peut fournir des informations concernant la structure cristalline en présence mais également la texture et le degré de cristallinité d'un matériau (Liang *et al.*, 1997).

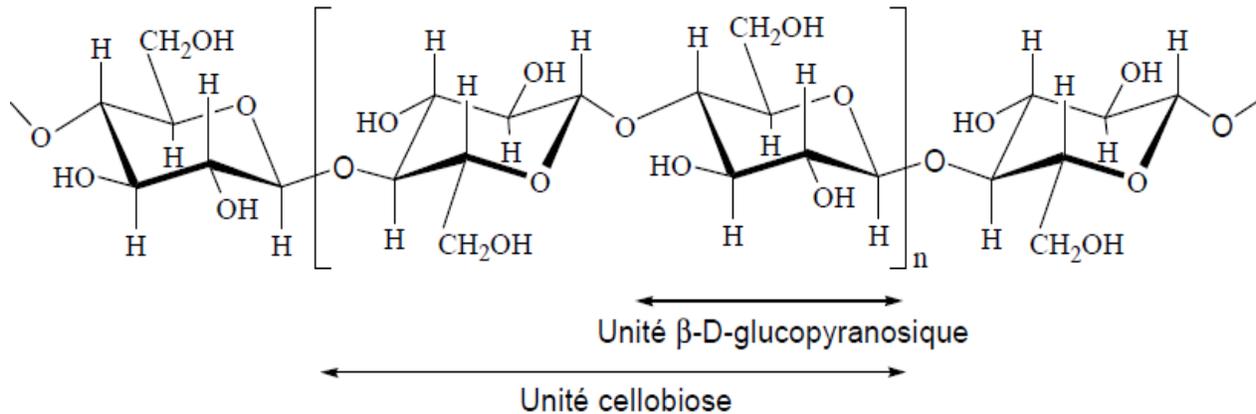
La caractérisation de la structure des matériaux cristallins est faite à partir des lois de diffraction. Par contre, il s'agit de choisir parmi deux modes de diffractions. D'une part, la source est monochromatique, et donc le faisceau incident de rayons X comporte des rayons X de même longueur d'onde. D'autre part, la source est polychromatique, et donc le faisceau incident de rayons X comporte des rayons X de différentes longueurs d'onde. Dans ce cas, les vecteurs d'onde auront la même direction, mais des normes différentes.

Les rayons X diffractés lors du balayage angulaire de la surface irradiée de l'échantillon sont collectés par un détecteur de rayons X. Le signal est enregistré sous forme de diagramme de diffraction, et représente l'intensité mesurée par le détecteur en fonction de la valeur de  $2\theta$  (angle entre le faisceau incident et le faisceau réfracté). A partir des angles des pics de diffraction observés, les distances interréticulaires des familles de plans cristallins peuvent être calculées, grâce à la loi de Bragg. De cette manière, on peut identifier la structure cristallographique du matériau.

### III.4.2 Forme cristalline de la cellulose

Parmi les constituants chimiques des parois cellulaires, l'hémicellulose et la lignine ne sont présentes qu'en phase amorphe. Par contre, la cellulose existe dans le bois en forme

cristalline et amorphe. De ce fait, les pics cristallins qu'on va détecter en DRX correspondent à la cellulose cristalline. La formule chimique de celle-ci est  $(C_6H_{10}O_5)_n$ . Elle est représentée dans la **Figure III.12**. La cellulose amorphe, l'hémicellulose et la lignine seront confondues dans le fond continu des résultats de DRX.



*Figure III.12 : Structure chimique de la cellulose (Lekounougou, 2008).*

La cellulose cristalline présente dans les parois cellulaires, est de type  $I_\beta$  et de forme monoclinique, avec les paramètres caractéristiques de maille suivants (Yamamoto *et al.*, 2010) :

- $c/a = 0,949$
- $a/b = 0,795$
- $c/a = 0,755$
- $\alpha = 90^\circ$
- $\beta = 95,80^\circ$
- $\gamma = 90^\circ$

Les grandeurs  $a$ ,  $b$  et  $c$  correspondent aux dimensions de la maille cristalline dans les trois directions de l'espace, et les angles  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  correspondent aux trois angles caractéristiques de cette maille.

Le spectre de DRX de la cellulose cristalline est représenté dans la **Figure III.13** à l'aide des fiches ICDD (PDF-2). Les différents plans cristallins sont de même représentés. Le graphe de diffraction dans la **Figure III.13** présente deux pics évidents pour des valeurs de  $2\theta$  de  $17,2^\circ$

et  $26,4^\circ$ . Pour l'analyse des résultats dans la [section III.4.5](#), le pic de valeur  $2\theta$  égale à  $26,4^\circ$  sera utilisé, puisqu'il est le pic principal. Il correspond au plan (002).

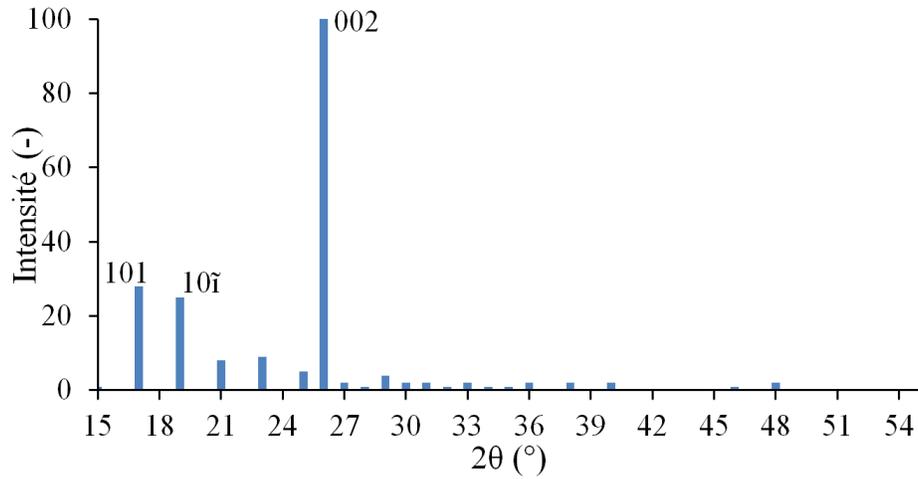


Figure III.13 : Spectre de DRX de la cellulose.

D'autre part, quelques études ont été réalisées dans la littérature concernant la forme cristalline de la cellulose. Par exemple, des valeurs de distances interréticulaires et de cristallinité de cellulose, calculées par (Ju *et al.*, 2015) sont présentées :

- $d_{002} = 0,389$  nm
- $d_{10\bar{1}} = 0,531$  nm
- $d_{101} = 0,593$  nm

La forme géométrique de la cellulose, ainsi que le plan principal (002), et les distances interréticulaires  $d_{002}$  sont illustrés dans la [Figure III.14](#).

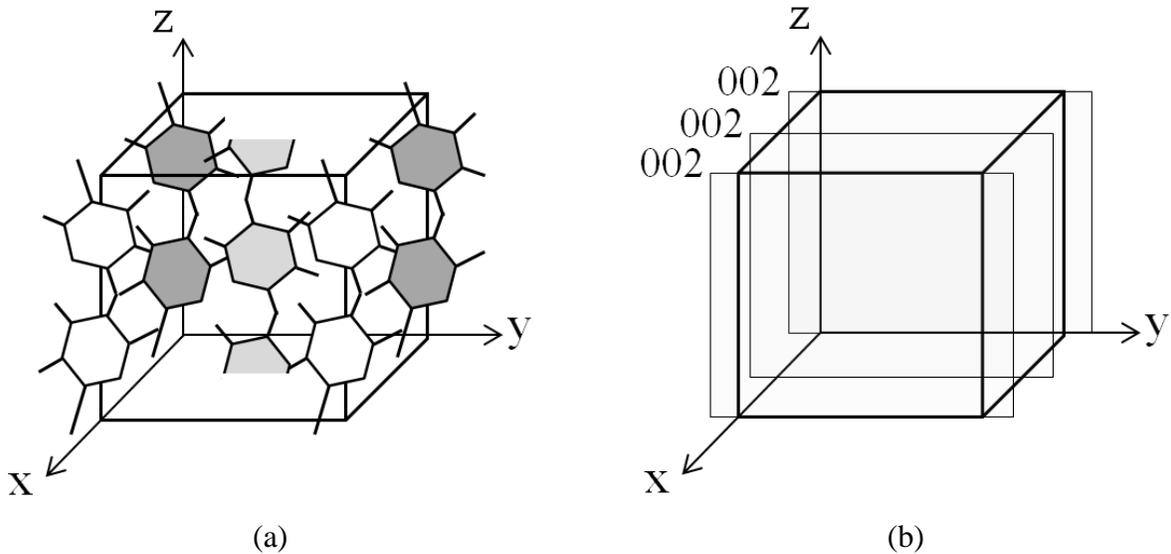


Figure III.14 : Forme géométrique de la cellulose (a) et plan principal (002) (b).

### III.4.3 Protocole expérimental et montage

L'intérêt de cette investigation adaptée au bois est d'identifier d'une part la phase cristalline dans le matériau, et d'autre part, de comprendre les diverses interactions entre les constituants chimiques du bois d'épicéa et l'humidité. Une adaptation des dispositifs utilisés pour maintenir l'humidité relative lors des essais est nécessaire.

La stratégie adoptée dans toutes ces mesures (techniques non destructives) est de conserver les mêmes états hygriques et la même température pour toutes les techniques (DRX, RMN, et micro-tomographie aux rayons X) afin de converger vers des conclusions pertinentes et à la fois cohérentes concernant le comportement microscopique du bois d'épicéa vis-à-vis des sollicitations hygriques.

De ce fait, comme précédemment, on a préparé trois échantillons cylindriques, de diamètre 20 mm et d'épaisseur 2 mm. Le plan circulaire correspond au plan tangentiel du bois. On a conditionné les échantillons dans une enceinte climatique contrôlée en température et en humidité relative. A la température fixée de 25°C, on a testé les humidités relatives de 10%, 60%, 72%, 79% et 87%. Ainsi, on a étudié la majorité des états hygriques couvrant le cycle de sorption, ce qui permet particulièrement d'extraire de nouvelles conclusions concernant le PSF et la présence d'eau libre. On peut donc mener une étude comparative, puisque les paliers d'humidité relative adoptés en micro-tomographie aux rayons X et en RMN ont été conservés

pour les essais de DRX. A chaque humidité relative, lorsqu'un échantillon atteignait l'équilibre de masse, on le testait en DRX, puis le plaçait dans une enceinte climatique programmée à une humidité relative différente (la température étant toujours à 25°C).

L'appareil qu'on a utilisé est un diffractomètre Bragg-Brentano ( $\theta/2\theta$ ) de marque Bruker D2 Phaser au SATIE (Systèmes et Applications des Technologies de l'Information et de l'Energie) représenté dans la **Figure III.15**. Il est équipé d'un tube à rayons X à anticathode en cobalt ( $\lambda_{K\alpha} = 1,78897\text{\AA}$ ) et d'un détecteur linéaire LYNXEYE avec une ouverture maximale de  $10^\circ$ , permettant un gain important en intensité et une acquisition rapide de diagrammes de diffraction. On a adopté des fentes de 0,6 mm et 8 mm respectivement au niveau de la source et du détecteur.



*Figure III.15 : Diffractomètre Bruker D2 Phaser (SATIE - ENS Paris-Saclay).*

Afin de maintenir l'humidité relative souhaitée lors des essais de DRX, on a utilisé un support d'échantillon avec dôme comportant un couteau anti-diffusion. Le dôme est serré au support par l'intermédiaire d'une paroi en caoutchouc étanche. A chaque fois qu'un échantillon atteignait l'équilibre en masse, il était couvert par le dôme à l'intérieur de l'enceinte climatique, afin de réaliser le test de DRX correspondant. Le dôme utilisé est représenté dans la **Figure III.16**.



*Figure III.16 : Dôme transparent avec couteau anti-diffusion.*

Les diagrammes de DRX présentés dans cette étude ont été effectués sur un intervalle angulaire compris entre  $5^\circ$  et  $70^\circ$ . On a choisi un temps d'acquisition d'une seconde par point et un pas de  $0,02^\circ$ . On a utilisé une haute tension de 30 kV, qui représente le rapport signal sur bruit optimum pour la source en cobalt. Quant à l'intensité de courant, on a adopté la valeur maximale de 10 mA autorisée par l'appareil de DRX.

#### **III.4.4 Méthode de post-traitement**

L'objectif de cette étude est de suivre les évolutions des diagrammes de diffraction d'un état hygrique à l'autre. Pour ce faire, on a réalisé le post-traitement des données obtenues par DRX à travers le logiciel Diffrac.EVA.

De ce fait, on a commencé par l'identification des phases cristalline et amorphe, ainsi que du bruit de fond instrumental. Dans l'évaluation de la phase amorphe, il faut soustraire le bruit de fond instrumental. Ensuite, il est possible d'évaluer la phase cristalline en se basant sur les fiches ICDD (PDF-2).

Pour la quantification des différentes phases présentes dans le diagramme de diffraction, il s'agit de calculer l'intégrale de l'intensité de l'ensemble des points qui réfèrent à chaque phase, représentée par la surface qui se trouve entre la courbe et la ligne de fond continue. Cette surface nette est connue au nom d'intensité intégrale. Le rapport d'intensité des diverses phases dépend du rapport de leur proportion au sein du matériau. Ceci est le principe de base par rapport aux méthodes d'analyses quantitatives en DRX. Ainsi, il ne faut surtout pas prendre comme référence le rapport d'intensité des pics des divers constituants. Ce critère, qui se base sur la

hauteur du pic de diffraction, peut entraîner des erreurs qui peuvent atteindre 20% (Cyr *et al.*, 1998).

Donc, qualitativement, dans le cas d'un mélange de phase, plus la surface nette d'une phase est grande, plus cette phase est présente en grande proportion. Il est par la suite possible de sortir la composition du matériau en pourcentages massiques. Dans ce travail, puisque la cellulose est le seul constituant chimique présent en phase cristalline, tout pic cristallin détecté lui sera assimilé. Concernant la phase amorphe, elle peut être quantifiée en supposant qu'elle correspond à l'intensité du halo (bosse) dû au désordre des rayons X diffusés (Cyr *et al.*, 1998). La méthode des surfaces consiste à calculer le taux de phase amorphe comme le rapport de la surface du halo et celle de la totalité du diagramme de diffraction. On a calculé les différentes surfaces à l'aide du logiciel Diffrac.EVA, après avoir corrigé les diagrammes de diffraction.

Ainsi, on a premièrement soustrait le bruit de fond des diagrammes de diffraction. Ensuite, on a déduit l'aire de la phase amorphe en soustrayant l'aire du diagramme brut de l'aire sous la courbe du halo. Finalement, la phase cristalline est définie en soustrayant les aires du bruit de fond et de la phase amorphe de la surface totale du diagramme de diffraction.

L'**Équation III.3** et l'**Équation III.4** résument le calcul des taux de phases amorphe et cristalline.

$$\text{Taux phase amorphe} = 100 \times \frac{\text{Surface amorphe}}{\text{Surface amorphe} + \text{Surface cristalline}} \quad \text{Équation III.3}$$

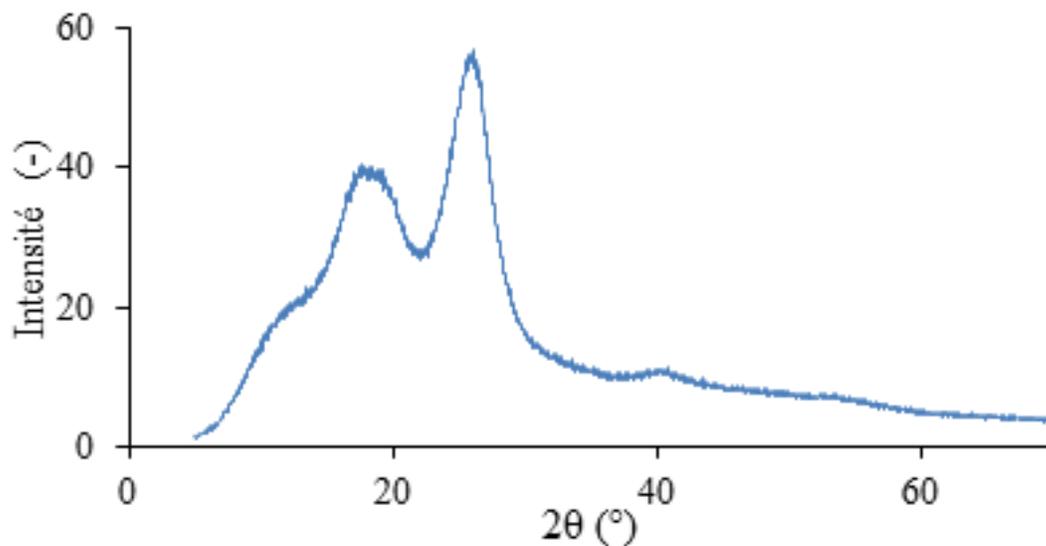
$$\text{Taux phase cristalline} = 100 \times \frac{\text{Surface cristalline}}{\text{Surface amorphe} + \text{Surface cristalline}} \quad \text{Équation III.4}$$

Chaque phase est ensuite représentée sur un diffractogramme. On a ensuite comparé les phases cristallines à celles tabulées dans les fiches ICDD (PDF-2), et étudié les évolutions des phases cristallines et amorphes en fonction de l'humidité relative. Ceci est régi d'une part par le suivi de l'aire sous la courbe qui représente la phase amorphe, d'autre part par le suivi de la largeur à mi-hauteur de la phase cristalline, et finalement par le suivi des distances interréticulaires de la phase cristalline.

### III.4.5 Analyse des résultats

Un exemple de diagramme de diffraction obtenu sur un échantillon de bois d'épicéa est représenté dans la **Figure III.17**.

La démarche adoptée consiste premièrement à estimer le bruit de fond et la phase amorphe. Ainsi, on peut identifier la phase cristalline. Ensuite, on calcule la largeur à mi-hauteur du pic cristallin du plan (002) et la distance interréticulaire correspondante. On a appliqué cette démarche pour chaque état hygrique, afin de faire une étude comparative des différentes quantités des constituants chimiques des parois cellulaires, en fonction de l'humidité relative.



*Figure III.17 : Diagramme de diffraction du bois d'épicéa obtenu à une humidité relative de 10% et une température de 25°C.*

Les courbes représentant le bruit de fond et la phase amorphe pour chaque état hygrique traité sont représentées dans la **Figure III.18**.

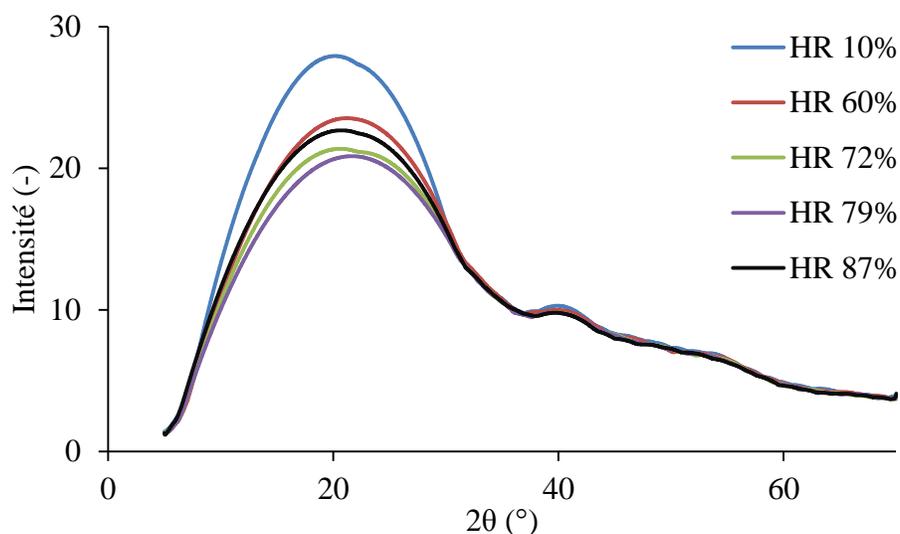


Figure III.18 : Phase amorphe et bruit de fond tout au long du cycle de sorption, pour des humidités relatives de 10%, 60%, 72%, 79% et 87%.

Ces courbes (**Figure III.18**) montrent que jusqu'à 79% d'humidité relative, la quantité de phase amorphe diminue lorsque l'humidité relative augmente. En effet, plusieurs éléments sont à prendre en considération. L'eau liée est absorbée par les parois, et particulièrement par la phase amorphe des parois. Ceci prend place à travers la rupture des ponts d'hydrogène dans l'hémicellulose et la cellulose amorphe. Lorsque l'humidité relative augmente, l'hémicellulose et la cellulose amorphe dans les parois cellulaires peuvent se dissoudre (Kulasinski *et al.*, 2015). Ceci engendre une diminution de la phase amorphe dans la **Figure III.18**.

Entre 79% et 87% d'humidité relative, la quantité de phase amorphe augmente. En effet, on a constaté d'après les essais réalisés en micro-tomographie aux rayons X (dans le **CHAPITRE II**) et en RMN (dans la **section III.3** de ce chapitre) que l'insertion d'eau libre au sein du bois se déclenche à un état hygrique intermédiaire entre les paliers de 79% et 87% d'humidité relative. De plus, dans le diagramme de DRX, la présence d'eau libre (considérée comme phase amorphe) dans l'échantillon testé va induire une augmentation du halo (Yamamoto *et al.*, 2010). Donc, l'augmentation de la phase amorphe entre 79% et 87% d'humidité relative est en principe due à la présence d'eau libre dans le matériau.

Les courbes représentant la phase cristalline sous le pic (002) pour chaque état hygrique traité sont représentées dans la **Figure III.19**. Les évolutions des distances interréticulaires et des largeurs à mi-hauteur des pics cristallins (002) sont représentées dans la **Figure III.20**.

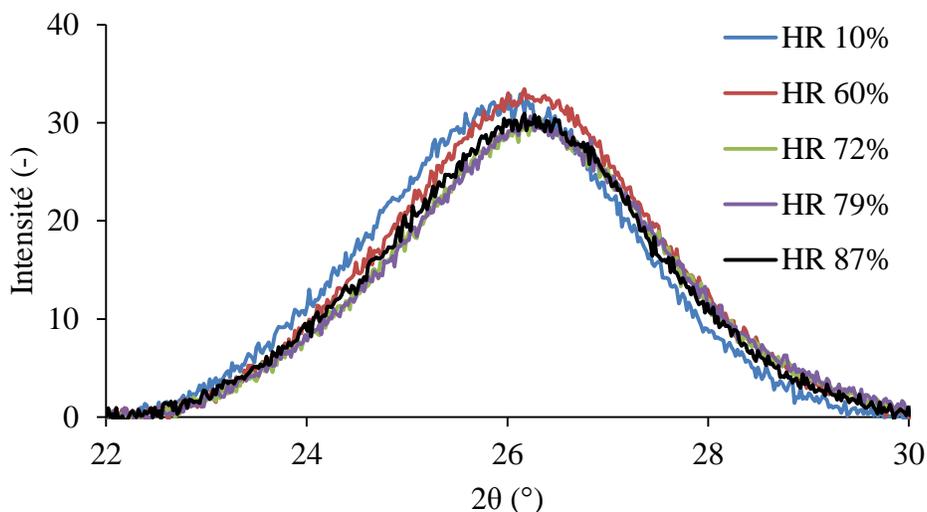


Figure III.19 : Evolution de la phase cristalline tout au long du cycle de sorption, pour des paliers d'humidités relatives de 10%, 60%, 72%, 79% et 87%.

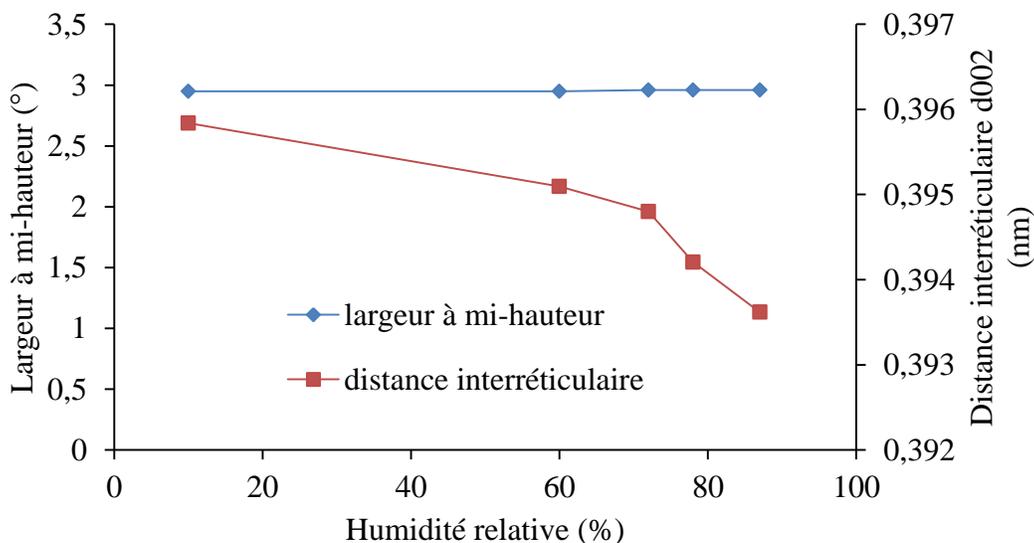


Figure III.20 : Evolution de la largeur à mi-hauteur des pics cristallins et des distances interréticulaires du plan (002), pour des humidités relatives de 10%, 60%, 72%, 79% et 87%.

Les aires sous les courbes et les largeurs à mi-hauteur des pics sont deux manières différentes pour la quantification de la cellulose cristalline. Ces méthodes ne montrent aucune variation significative de la phase cristalline entre tous les paliers hygriques. Par contre, les distances interréticulaires d'un état hygrique à l'autre diminuent.

En effet, la phase cristalline représente seulement la cellulose cristalline, qui est hydrophobe (Park *et al.*, 2010; Kulasinski *et al.*, 2015). Elle est suffisamment bien orientée pour

empêcher les interactions avec l'humidité. De ce fait, il est normal qu'elle ne réagisse pas avec l'humidité, et par conséquent que sa quantité reste plus ou moins constante. Ceci est prouvé par le calcul de la largeur à mi-hauteur du pic cristallin (002) et par l'aire sous la courbe.

Par contre, la diminution des distances interréticulaires d'un état hygrique à l'autre peut être témoin de contraintes mécaniques de compression dans la couche secondaire des parois cellulaires, dans le plan tangentiel-radial du bois. En effet, les variations dimensionnelles de gonflement de l'hémicellulose et de la cellulose amorphe génèrent des contraintes de compression au niveau de la cellulose cristalline dans la couche secondaire. Ces contraintes sont donc probablement à l'origine du rapprochement des divers plans interréticulaires de la cellulose cristalline.

### **III.5 Interprétations générales**

Dans le **CHAPITRE II**, on a effectué une étude expérimentale basée sur la microtomographie aux rayons X. Cette étude a montré qu'en dessous de 79% d'humidité relative, lorsque la teneur en eau augmente, le diamètre des lumens augmente, et l'épaisseur des parois cellulaires diminue. Au-dessus de 79% d'humidité relative, les résultats étaient supposés être influencés par la présence d'eau libre dans le matériau. On a donc décidé dans ce chapitre de mener une première campagne expérimentale en utilisant la RMN, et une seconde en utilisant la DRX, afin d'avoir plus d'éléments de réponses concernant les interactions hygriques au sein du bois.

Les résultats élaborés dans ce chapitre sont en totale cohérence avec les résultats et les interprétations élaborés dans le **CHAPITRE II**. En effet, en utilisant la RMN, on a démontré que jusqu'à 79% d'humidité relative, il n'y avait que de l'eau liée dans le matériau. Par contre, entre 79% et 95% d'humidité relative, l'eau liée et l'eau libre coexistaient au sein du matériau, dès le début de l'expérience. D'où, il est cohérent qu'au-dessus de 79% d'humidité relative, les résultats de micro-tomographie aux rayons X qu'on a obtenus dans le **CHAPITRE II** soient influencés par la présence d'eau libre dans les lumens. Les résultats de RMN justifient donc les résultats qu'on a élaborés précédemment.

Par contre, d'après (Siau, 1984), le PSF du bois est normalement atteint pour une teneur en eau de presque 30%. D'après la courbe d'hystérésis, cette teneur en eau correspond à une

humidité relative supérieure à 95%. Ceci dit, on n'était pas censé identifier de l'eau libre au sein du matériau jusqu'au palier de 95% d'humidité relative, ce qui est en contradiction avec la notion de PSF. Par contre, ce travail n'est pas le premier à révéler l'existence d'eau libre dans le bois au-dessous du PSF. Par exemple, des études précédentes montrent que lors du séchage du bois, l'évacuation d'eau liée des parois cellulaires commence avant que la totalité d'eau libre ne soit sortie (Hernández and Bizoň, 1994; Almeida and Hernández, 2006, 2007). Il est donc nécessaire que la notion de PSF soit réexaminée, à la lumière de ces révélations.

D'autre part, l'expérience réalisée en utilisant la DRX a rapporté des explications constructives concernant le rétrécissement des parois cellulaires observé dans le **CHAPITRE II**. En effet, lors de la prise d'humidité, une partie des hémicelluloses est susceptible de se dissoudre, et le reste des constituants amorphes des parois cellulaires gonfle. De plus, on a vérifié que les distances interréticulaires des molécules de cellulose cristalline diminuent lorsque l'humidité relative augmente. Il existe donc un rétrécissement au niveau de la cellulose cristalline dans le plan tangentiel-radial du bois.

Ces résultats sont tout à fait reliés. En effet, l'augmentation de l'humidité relative engendre le gonflement des constituants amorphes du bois, ce qui peut générer des contraintes de compression au niveau de la paroi secondaire, et par conséquent mener à un rétrécissement de la cellulose cristalline. Cette interprétation justifie donc les résultats investis dans le **CHAPITRE II**, en ce qui concerne le rétrécissement des parois cellulaires dans le plan tangentiel-radial du bois, ainsi que l'augmentation des diamètres des lumens, dans le cycle de sorption.

Ce travail montre donc la forte complémentarité des différentes techniques utilisées (RMN, DRX, micro-tomographie aux rayons X) à l'échelle microscopique du bois. Les résultats obtenus dans ce chapitre sont particulièrement intéressants, puisqu'ils n'ont jamais été élaborés à cette échelle, et surtout pas en utilisant la RMN et/ou la DRX.

### **III.6 Conclusion**

Les résultats obtenus au **CHAPITRE II** font appel à d'autres investigations qui concernent la présence d'eau libre dans le bois, et les diverses interactions hygro-mécaniques qui sont à l'origine des variations dimensionnelles des parois cellulaires.

Pour ce faire, on a mené dans ce chapitre deux campagnes expérimentales pour une meilleure caractérisation du comportement hygro-mécanique à l'échelle des parois cellulaires. Premièrement, on a adopté la méthode de RMN afin d'évaluer et de quantifier l'augmentation de l'eau liée et de l'eau libre au sein du matériau, tout au long du cycle de sorption, et pour une température constante de 25°C. D'autre part, on a fait recours à la méthode de DRX pour une meilleure compréhension des interactions de l'humidité avec les constituants chimiques des parois cellulaires.

Les résultats de RMN montrent l'augmentation de l'eau liée seule dans le matériau entre l'état sec et une humidité relative de 79%. Par contre, entre 79% et 95% d'humidité relative, l'eau liée et l'eau libre augmentent en même temps au sein du matériau. Ceci dit, la notion de PSF nécessite une réévaluation. De plus, ce résultat justifie complètement l'imprécision des résultats de micro-tomographie aux rayons X obtenus dans le **CHAPITRE II**, pour une humidité relative supérieure à 79%.

D'autre part, les résultats de DRX montrent que dans le cycle de sorption, jusqu'à 79% d'humidité relative, les constituants amorphes des parois cellulaires absorbent l'humidité et gonflent. Une certaine quantité d'hémicellulose peut se dissoudre suite à la rupture des ponts d'hydrogène. Quant à la quantité de cellulose cristalline, celle-ci ne varie pas en fonction de l'humidité relative, mais subit un rétrécissement dans le plan tangentiel-radial du bois, suite aux contraintes de compression exercées par le gonflement des constituants amorphes. Ces déformations à l'échelle des constituants chimiques, justifient les diverses variations dimensionnelles des parois cellulaires et des lumens vis-à-vis des sollicitations hygriques, élaborées dans le **CHAPITRE II**.

Une autre manière de quantifier les déplacements et les déformations volumiques générés par les sollicitations hygriques est la corrélation d'images volumique. Dans le **CHAPITRE IV**, on a utilisé cette technique afin de prédire les variations dimensionnelles des volumes de micro-tomographie aux rayons X présentés dans le **CHAPITRE II**.

CHAPITRE IV

REPONSE MECANIQUE SUITE A DES  
SOLLICITATIONS HYGRIQUES PAR  
CORRELATION 3D

## CHAPITRE IV. REPONSE MECANIQUE SUITE A DES SOLLICITATIONS HYGRIQUES PAR CORRELATION 3D

---

### IV.1 Introduction

Le comportement thermo-hygro-mécanique des matériaux bio-sourcés, et en particulier du bois est très complexe, et résulte de plusieurs interactions à l'échelle des parois cellulaires. La réponse du matériau soumis à diverses conditions environnementales doit être maîtrisée. De ce fait, un post-traitement global sur le comportement des fibres (parois cellulaires et lumens) au sein du matériau est nécessaire. En plus, une meilleure compréhension de l'absorption d'eau liée et d'eau libre est primordiale, notamment l'eau liée qui est à l'origine des variations dimensionnelles des parois cellulaires. A une échelle plus fine, le comportement hygrique des constituants chimiques des parois cellulaires n'a pas été encore étudié de manière approfondie. Finalement, le comportement mécanique du bois, généré par les sollicitations environnementales, doit être quantifié en calculant les champs de déplacement et de déformation 3D, lors du passage du matériau d'un état hygrique à l'autre.

Dans le **CHAPITRE II**, un suivi par des essais de micro-tomographie aux rayons X du comportement d'échantillons soumis à différentes humidités relatives a été achevé. Le post-traitement des volumes reconstruits a mené à prendre connaissance des différentes variations dimensionnelles que subit le bois à l'échelle microscopique. Ces déformations ont été par la suite globalement justifiées dans le **CHAPITRE III**, à travers des essais de RMN et de DRX, menés à différentes humidités relatives. Ces tests ont permis une meilleure compréhension des interactions hygriques de l'eau liée et de l'eau libre à l'échelle des parois cellulaires, et de leurs constituants chimiques.

Dans ce chapitre, on se propose de quantifier la réponse mécanique générée par les sollicitations hygriques, de volumes de micro-tomographie aux rayons X reconstruits dans le **CHAPITRE II**. On utilisera donc la corrélation d'images volumique. De plus, ce chapitre fera le lien entre les travaux expérimentaux (réalisés dans le **CHAPITRE II** et le **CHAPITRE III**) et les travaux numériques présentés au **CHAPITRE V**, et qui concernent la modélisation du comportement hygro-mécanique du bois. Les résultats qu'on va obtenir dans ce chapitre serviront donc dans le **CHAPITRE V** pour la validation du modèle numérique proposé.

Pour ce faire, une étude bibliographique, qui résume les études déjà achevées sur le bois en se basant sur la corrélation d'images est premièrement menée. Le principe des mesures de champs cinématiques et la méthode de travail adaptée sont ensuite détaillés. Par la suite, on a calculé l'incertitude due au logiciel de corrélation d'images utilisé, aux acquisitions des scans tomographiques et au logiciel de reconstruction. Ceci servira pour justifier le choix des paramètres de corrélation utilisés. Finalement, les champs de déplacements 3D sont mesurés, et la déformation moyenne est calculée dans toutes les directions principales du bois d'épicéa. Les résultats sont de même analysés, avant de clôturer ce chapitre.

## **IV.2 Revue bibliographique**

L'analyse des champs de déplacements subis par le bois suite à des sollicitations environnementales est indispensable. D'une part, elle est nécessaire pour acquérir une meilleure compréhension du comportement anisotrope et hétérogène du matériau. D'autre part, les champs de déplacements expérimentaux jouent un rôle très important car ils représenteront la base de référence dans la validation du modèle numérique dans le **CHAPITRE V**.

Les techniques classiques, comme la LVDT, déterminent les déplacements ponctuels subis par un matériau. D'autre part, les jauges de déformations estiment les déformations surfaciques en des points discrets. La méthode expérimentale qui permet le calcul de champs de déplacements continus aux frontières d'un objet est celle basée sur la corrélation d'images. Cette méthode est intéressante puisqu'elle permet de choisir l'échelle à laquelle on souhaite travailler (nanoscopique à macroscopique) (Besnard *et al.*, 2006). En effet, il s'agit à l'origine d'une méthode optique expérimentale, 2D (ou 3D), qui permet de déterminer les différents champs de déplacements entre deux instants d'acquisitions d'une image, de la frontière externe d'un objet. La corrélation d'images a donc été adoptée pour la caractérisation des matériaux biosourcés, et en particulier du bois.

Par contre, la majorité des travaux dans la littérature concerne l'échelle macroscopique. En plus, ces dernières ont traité le comportement mécanique du matériau, et elles n'ont été faites qu'en surfacique, 2D (Méité *et al.*, 2013; Xavier *et al.*, 2015a, 2015b; Jeong and Park, 2016).

Par exemple, Jeong et Park (Jeong and Park, 2016) ont calculé par corrélation d'images suite à un essai de traction, les grandeurs mécaniques de différents types de bois. Les grandeurs

macroscopiques calculées sont les modules d'Young, les modules de cisaillement, et les coefficients de Poisson.

Des travaux achevés à l'échelle microscopique existent aussi dans la littérature, on citera ceux de (Farruggia and Perré, 2000) qui ont mesuré les propriétés élastiques d'un groupe de trachéides dans le plan transversal. La méthode est basée sur des essais de traction sous microscope connecté à un logiciel de corrélation. De plus, (Badel and Perré, 2001) ont étudié les propriétés de retrait du bois. Ils ont développé un protocole expérimental qui consiste à conditionner l'échantillon dans une chambre climatique régulée en humidité relative, et prendre des images successives du matériau. Ensuite, à travers la corrélation d'images, ils ont remonté aux déformations de retrait. D'autre part, (Forsberg *et al.*, 2010) ont réalisé un essai de flexion trois points au sein du synchrotron aux rayons X, et ont ainsi évalué la réponse mécanique du bois à travers la corrélation volumique. Récemment, (Rafsanjani *et al.*, 2013c) ont utilisé la corrélation d'images comme données expérimentales pour la validation d'un modèle d'homogénéisation du comportement hygro-mécanique du bois. Finalement, (Almeida *et al.*, 2014) ont calculé les coefficients de retrait tangentiel et radial de quelques fibres de bois de printemps et de bois d'été du bois d'épicéa. Ces auteurs se sont basés sur deux images d'un échantillon, initialement saturé, et à un état final sec.

Il y a donc plusieurs études qui ont eu recours à la méthode de corrélation d'images, que ce soit en 2D ou en 3D. La majorité de ces travaux cherche à caractériser le comportement mécanique du bois, à l'échelle microscopique et macroscopique. D'autre part, aucune de ces études ne traite le comportement hygro-mécanique des matériaux biosourcés à l'échelle microscopique et en 3D.

### **IV.3 Mesures de champs cinématiques : Corrélation 3D**

Dans cette partie, on a détaillé le principe des mesures de champs cinématiques 3D en se basant sur plusieurs travaux achevés dans la littérature. En particulier, les travaux de (Leclerc *et al.*, 2012) expliquent le principe de cette technique de manière très approfondie. On se contentera donc de résumer l'essentiel de cette méthode.

La mesure de champs cinématiques surfacique a premièrement existé à travers la corrélation d'images optiques numérisées. Ensuite, suite à son développement, elle a mené à la

corrélation d'images volumiques (DVC : Digital Volume Correlation) (Sutton *et al.*, 1983; Chu *et al.*, 1985; Besnard *et al.*, 2006).

En premier lieu, les implémentations de code de corrélation traitaient des sous-volumes ou des petits volumes, afin de quantifier leurs translations d'un état référent à un état déformé (Bay *et al.*, 1999). Les rotations locales et les distorsions de ces volumes ont ensuite été prises en compte dans les codes de DVC (Smith *et al.*, 2002; Verhulp *et al.*, 2004). Il s'agit d'approche locale, représentée dans la **Figure IV.1**. En effet, les analyses des déplacements d'un état initial à un état déformé se font de manière locale, sans prendre en considération les différentes interactions entre les volumes voisins. De plus, les contraintes cinématiques correspondantes ne sont pas considérées. Le cadre théorique de cette approche a été développé sur un cas à deux dimensions par (Sutton *et al.*, 1983). La région d'intérêt étudiée est en premier lieu décomposée en plusieurs petites régions. Le déplacement moyen  $\underline{u}(\underline{x})$  entre l'état initial et l'état déformé de chacune de ces petites régions est calculé de manière indépendante, et est affecté en son centre. Le champ de déplacement n'étant pas continu, une interpolation des champs de déplacements demeure nécessaire (Bornert *et al.*, 2004). Cette étape est achevée à la fin de la démarche, et ne prend pas compte des images analysées, ce qui constitue le point faible de cette approche. Par contre, l'avantage de cette dernière est qu'elle permet la parallélisation des calculs, et que les mémoires de stockages nécessitées s'en trouvent réduites.

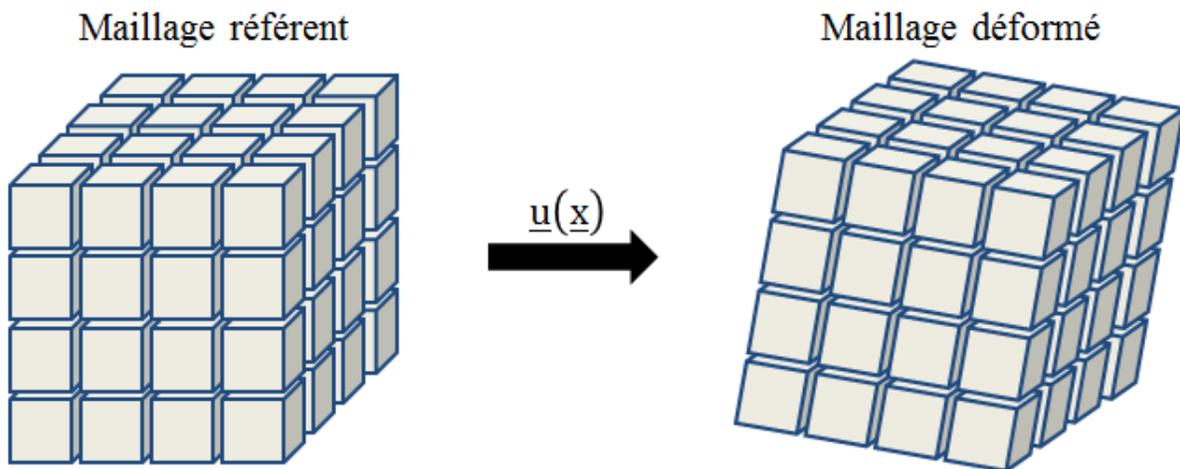
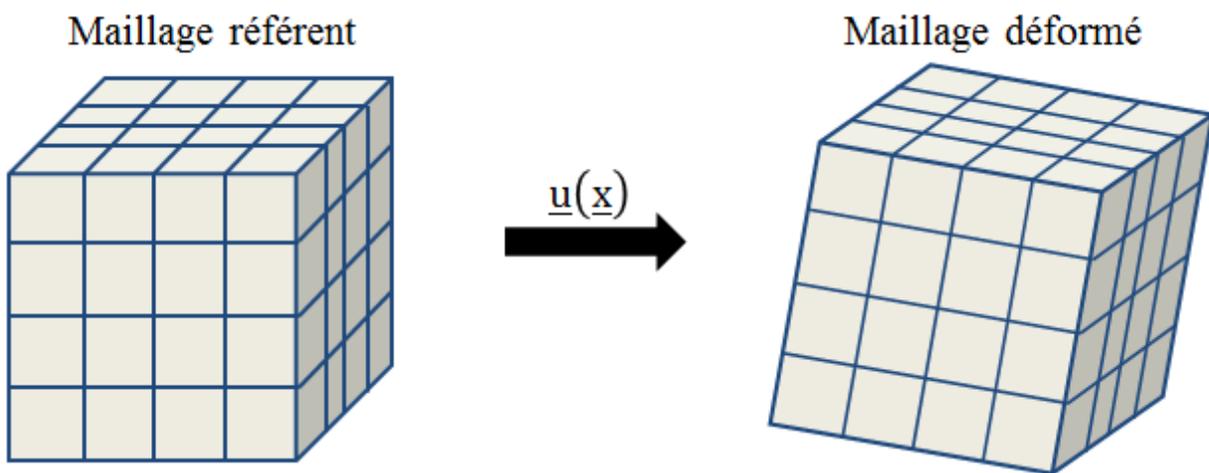


Figure IV.1 : Principe de l'approche locale.

Par la suite, une approche globale pour la mesure des champs cinématiques a été développée (Roux *et al.*, 2008). Dans cette approche, le champ de déplacement  $\underline{u}(\underline{x})$  en question

est déterminé sur l'ensemble du volume, ou de la région d'intérêt. En effet, plusieurs types de champs disponibles dans la littérature peuvent être appliqués (Besnard *et al.*, 2006; Hild and Roux, 2006). Par contre, les fonctions formes de types éléments finis sont particulièrement attractives à cause du lien qu'elles fournissent entre les mesures des champs des déplacements et les modèles numériques (Besnard *et al.*, 2006). De cette manière, la projection des champs de déplacement sur une base continue de type éléments finis est appliquée (Roux *et al.*, 2008). Ce type d'approche est représenté dans la **Figure IV.2**. Dans le cas de discontinuités de déplacement, des cinématiques enrichies ont été exposées (Réthoré *et al.*, 2008; Rannou *et al.*, 2010). D'autre part, la nécessité que les champs de déplacements soient mécaniquement admissibles mène à régulariser le problème de corrélation (Leclerc *et al.*, 2011, 2012). Cette régularisation est avantageuse notamment dans les zones qui ne sont pas bien contrastées, puisqu'elle aboutit à interpoler les champs de déplacement.



*Figure IV.2 : Principe de l'approche globale.*

Si deux volumes sont considérés, l'un correspond à l'état de référence, et l'autre correspond à l'état déformé. Ces volumes sont respectivement représentés par des fonctions tridimensionnelles de niveaux de gris  $f(\underline{x})$  et  $g(\underline{x})$ . Si on considère que  $\underline{u}(\underline{x})$  est le champ de déplacement recherché, la conservation du niveau de gris entre l'état référent et l'état déformé est régi par l'**Équation IV.1**.

$$f(\underline{x}) = g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x}))$$

*Équation IV.1*

Afin de calculer le champ de déplacement, il s'agit de minimiser le carré du résidu  $\phi_c(\underline{x})$  obtenu par corrélation, et représenté dans l'**Équation IV.2**.

$$\phi_c = \left| g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})) - f(\underline{x}) \right| \quad \text{Équation IV.2}$$

Pour la minimisation de  $\phi_c^2$ , le problème est non linéaire et mal posé. En effet, il demeure impossible de calculer indépendamment le déplacement de chaque voxel, puisqu'il s'agit de trois composantes inconnues pour un niveau de gris. De ce fait, le champ de déplacement est restreint à un sous-espace vectoriel, engendré par une base de champs de vecteurs  $\underline{\Psi}_n(\underline{x})$ , comme le montre l'**Équation IV.3**.

$$\underline{u}(\underline{x}) = \sum_i u_n \underline{\Psi}_n(\underline{x}) \quad \text{Équation IV.3}$$

où  $u_n$  sont les degrés de liberté associés aux champs de vecteurs  $\underline{\Psi}_n$ . Il s'agit d'un développement avec une formulation faible basée sur des éléments finis cubiques à huit nœuds. Quant à la discrétisation éléments finis pour la région d'intérêt, une interpolation des champs de déplacements est faite à travers des fonctions de forme trilineaire (Roux *et al.*, 2008). La fonctionnelle qui correspond au résidu de corrélation global  $\phi_c^2$  calculé après l'intégration sur la totalité de la région d'intérêt  $\Omega$ , est représentée dans l'**Équation IV.4**.

$$\phi_c^2 = \frac{1}{2} \int_{\Omega} (g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})) - f(\underline{x}))^2 d\underline{x} \quad \text{Équation IV.4}$$

Il s'agit donc de minimiser  $\phi_c^2$  par rapport aux degrés de liberté inconnus  $u_n$ . Après diverses linéarisations et corrections, le système à résoudre est présenté par le système d'équations suivant : **Équation IV.5**, **Équation IV.6** et **Équation IV.7**. Dans ces équations,  $i$  est le nombre d'itérations et  $\tilde{g}^i(\underline{x})$  correspond au volume déformé corrigé par le champ de déplacement.

$$[M] \{\delta u\} = \{b\}^i \quad \text{Équation IV.5}$$

$$M_{mn} = \int_{\Omega} (\underline{\nabla} f(\underline{x}) \underline{\Psi}_m) (\underline{\nabla} f(\underline{x}) \underline{\Psi}_n) d\underline{x} \quad \text{Équation IV.6}$$

$$b_m^i = \int_{\Omega} (\underline{\nabla} f(\underline{x}) \underline{\Psi}_m) (f(\underline{x}) - \tilde{g}^i(\underline{x})) d\underline{x} \quad \text{Équation IV.7}$$

De plus, [M] est la matrice de corrélation DVC, et b contient les différences entre le volume référent et le volume déformé corrigé par le champ de déplacement estimé à l'itération i. Il s'agit donc de diminuer autant que possible le résidu global, afin que la convergence soit garantie.

Plusieurs difficultés peuvent être rencontrées lors la mesure de champs de déplacement. D'où le recours à la régularisation, qui est normalement présentée à travers le choix d'une base cinématique continue. En effet, le comportement mécanique du matériau est souvent connu, et peut être intégré dans la procédure de corrélation afin de réduire l'incertitude de mesure sur les champs de déplacements calculés et renforcer la convergence. Ce type de régularisation correspond à la régularisation mécanique (Leclerc *et al.*, 2009; Réthoré, 2010; Roux *et al.*, 2012; Tomičević *et al.*, 2013; Taillandier-Thomas *et al.*, 2014a). Dans ce travail, une régularisation mécanique basée sur une solution élastique des nœuds au cœur du volume dans le domaine calculé est introduite. Le matériau en question se comporte donc suivant une loi élastique linéaire. Dans l'absence de forces appliquées, le champ de déplacement des nœuds au cœur de l'échantillon peut être calculé à travers l'**Équation IV.8**.

$$[K] \{u\} = \{0\} \quad \text{Équation IV.8}$$

[K] représente la matrice de raideur associée aux nœuds à l'intérieur de la région d'intérêt.

Les valeurs des inconnues cinématiques u qui ne satisfont pas l'équilibre, vont engendrer un écart à minimiser en plus du résidu de corrélation  $\phi_c^2$ . Cet écart est représenté dans l'**Équation IV.9**, et il correspond à la fonctionnelle mécanique du calcul de corrélation.

$$\phi_m^2 = \{u\}^t [K]^t [K] \{u\} \quad \text{Équation IV.9}$$

La minimisation des résidus mécaniques intègre l'admissibilité mécanique des champs cinématiques mesurés. Cependant, cette stratégie ne peut pas être utilisée pour les nœuds de bords du domaine, sauf s'il s'agit de bords libres. Pour le reste des nœuds de bords, une régularisation bien spécifique est utilisée, dont le résidu à minimiser est représenté dans l'**Équation IV.10** (Tomičević *et al.*, 2013; Taillandier-Thomas *et al.*, 2014a). Ceci correspond à la fonctionnelle numérique du calcul de corrélation.

$$\phi_b^2 = \{u\}^t [L]^t [L] \{u\} \quad \text{Équation IV.10}$$

L'opérateur mathématique [L] n'est que l'équivalent de la matrice [K] dans l'**Équation IV.9**. La régularisation des nœuds de bords (non libres) est numérique, puisqu'elle n'a pas de sens mécanique. Ses fondements sont donc moins solides que celle des nœuds qui se situent à l'intérieur du domaine.

Puisque les unités physiques utilisées pour les différents résidus entre les volumes référent et déformé ne sont pas les mêmes, il demeure nécessaire d'introduire un champ de déplacement test  $v$  afin de normaliser chaque fonctionnelle. Le champ de déplacement normalisé est associé à une onde plane de vecteur d'onde  $k$  et d'amplitude infinitésimale. Les fonctionnelles normées peuvent être combinées, puisqu'elles sont sans dimension. Leur somme correspond à la fonctionnelle totale  $\phi_t^2$  à minimiser. Cette dernière est représentée dans l'**Équation IV.11** :

$$(1 + w_m + w_b) \phi_t^2 = \tilde{\phi}_c^2 + w_m \tilde{\phi}_m^2 + w_b \tilde{\phi}_b^2 \quad \text{Équation IV.11}$$

$\tilde{\phi}_c^2$ ,  $\tilde{\phi}_m^2$  et  $\tilde{\phi}_b^2$  étant respectivement les écarts normés de la corrélation, de la régularisation mécanique au sein du matériau, et de la régularisation numérique aux bords du domaine. Ces derniers sont définis par l'**Équation IV.12**, l'**Équation IV.13** et l'**Équation IV.14** :

$$\tilde{\Phi}_c^2 = \frac{\Phi_c^2}{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{M}] \{\mathbf{v}\}} \quad \text{Équation IV.12}$$

$$\tilde{\Phi}_m^2 = \frac{\Phi_m^2}{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{K}] [\mathbf{K}]^t \{\mathbf{v}\}} \quad \text{Équation IV.13}$$

$$\tilde{\Phi}_b^2 = \frac{\Phi_b^2}{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{L}] [\mathbf{L}]^t \{\mathbf{v}\}} \quad \text{Équation IV.14}$$

En plus, des fonctions poids  $w_m$  et  $w_b$ , qui dépendent des longueurs de régularisation, font partie des fonctionnelles normalisées. L'Équation IV.15 et l'Équation IV.16 décrivent les relations qui relient les fonctions poids et les longueurs de régularisation  $l_m$  et  $l_b$ .

$$w_m = (2 \pi \|k\| l_m)^4 \quad \text{Équation IV.15}$$

$$w_b = (2 \pi \|k\| l_b)^4 \quad \text{Équation IV.16}$$

Finalement, la procédure de corrélation régularisée consiste à résoudre le système d'équations linéaires représenté par l'Équation IV.17 et l'Équation IV.18. La résolution du système d'équations se fait de manière itérative.

$$([\mathbf{M}] + [\mathbf{N}]) \{\delta \mathbf{u}\} = \{\mathbf{b}\} - [\mathbf{N}] \{\mathbf{u}\} \quad \text{Équation IV.17}$$

$$[\mathbf{N}] = w_m \frac{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{M}] \{\mathbf{v}\}}{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{K}]^t [\mathbf{K}] \{\mathbf{v}\}} [\mathbf{K}]^t [\mathbf{K}] + w_b \frac{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{M}] \{\mathbf{v}\}}{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{L}]^t [\mathbf{L}] \{\mathbf{v}\}} [\mathbf{L}]^t [\mathbf{L}] \quad \text{Équation IV.18}$$

Dans ces équations,  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{u}$  sont mis à jour à chaque itération. Le volume est donc mis à jour après chaque estimation du champ de déplacement. Par contre, les matrices  $[\mathbf{M}]$  et  $[\mathbf{N}]$  sont calculées une seule fois au début du calcul de corrélation. Ce dernier se termine lorsque l'incrément de déplacement devient plus petit que le seuil prédéfini par l'utilisateur.

Après avoir défini le principe des mesures de champs cinématiques 3D (corrélation volumique), on va procéder par expliquer la méthode de travail adoptée, et finalement par l'application de cette technique sur les volumes scannés en micro-tomographie aux rayons X, à plusieurs conditions environnementales.

#### IV.4 Méthode de travail

Dans cette partie, deux volumes représentatifs de dimensions  $200 \times 200 \times 200$  pixel<sup>3</sup> sont extraits d'échantillons de bois de printemps. Ces derniers ont été conditionnés à des paliers d'humidité relative qui correspondent à deux états, 0% (état sec) et 72%. Le premier palier correspond à l'état du volume référent, et le second palier correspond à l'état du volume déformé. Ce choix est fait afin de garantir que les volumes reconstruits soient fiables, et qu'ils ne soient pas influencés par la présence d'eau libre au sein du matériau. En effet, dans le **CHAPITRE II** et le **CHAPITRE III**, on a démontré qu'à partir de 79% d'humidité relative, l'eau libre se localise dans la porosité du bois d'épicéa avant que le PSF soit atteint. De ce fait, pour le palier de 72% d'humidité relative, il n'y a alors que de la vapeur d'eau et de l'eau liée au sein du matériau (il n'existe pas encore d'eau libre). Donc, l'absence d'eau libre permet de travailler avec des volumes reconstruits plus précis, et de ne modéliser que deux phases dans la partie numérique traitée dans le **CHAPITRE V** (la porosité et la matrice solide). Après calage des volumes, la zone analysée correspond à  $160 \times 160 \times 160$  pixel<sup>3</sup>. Le volume de référence est représenté dans la **Figure IV.3**.

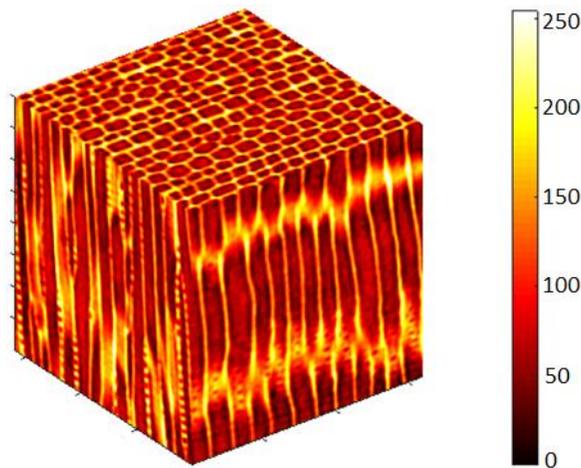


Figure IV.3 : Niveau de gris (équivalent couleur) du volume de référence de l'échantillon de bois de printemps à un état sec, utilisé en corrélation 3D ( $200 \times 200 \times 200$  pixel<sup>3</sup>).

La corrélation 3D, en se basant sur une discrétisation éléments finis, donnera accès aux déplacements dus à la sollicitation hygrique en question. Le logiciel C8R, développé au sein du LMT (Laboratoire de Mécanique et Technologie) est utilisé (Bouterf *et al.*, 2014). Par contre, les paramètres adoptés lors de cette investigation sont énormément dépendants des incertitudes dues aux acquisitions en microtomographie aux rayons X, au logiciel de reconstruction, ainsi qu'au logiciel de corrélation lui-même. De ce fait, ce critère a été bien pris en compte par la suite, plus spécifiquement lors de la comparaison des résultats de corrélation avec les résultats numériques achevés dans le **CHAPITRE V**. De plus, la taille d'éléments utilisés en corrélation, est d'une manière ou d'une autre dépendante de la microstructure du matériau. Tous ces facteurs influent sur l'incertitude des mesures cinématiques, et nécessitent une considération particulière afin de choisir les paramètres idéaux de corrélation et de maillage.

D'autre part, une fois la taille d'éléments déterminée, l'incertitude peut toujours être diminuée, en utilisant une régularisation mécanique (Leclerc *et al.*, 2011; Taillandier-Thomas *et al.*, 2014a). De ce fait, les incertitudes dues à la micro-tomographie aux rayons X, et aux logiciels de reconstruction et de corrélation volumique doivent premièrement être quantifiées. Les valeurs d'incertitude correspondent à l'écart-type des déplacements entre deux volumes identiques scannés. Pour ce faire, un échantillon à humidité relative ambiante est scanné à deux reprises avec exactement les mêmes paramètres de tests, et en utilisant le même montage que celui exposé dans la **section II.5.1** du **CHAPITRE II**. Les reconstructions de ces deux scans feront l'objet de volumes référent et déformé. A cause du bruit de mesure en micro-tomographie et des artefacts dus à la reconstruction, les deux volumes considérés ne sont pas tout à fait identiques. Les déplacements résiduels entre ces volumes sont calculés par corrélation volumique. A partir de ceci, les incertitudes causées par les facteurs précédemment cités sont calculées à chaque taille d'éléments utilisés. Le choix des paramètres pour le calcul de corrélation volumique de l'échantillon conditionné à différentes humidités relatives est finalement établi.

#### **IV.5 Calcul d'incertitude et paramètres utilisés**

Un premier calcul de corrélation volumique sur deux volumes identiques est achevé. Les paramètres des scans et les conditions environnementales sont pratiquement les mêmes. La **Figure IV.4** montre l'évolution de l'incertitude des mesures de corrélation en fonction de la

taille d'éléments utilisés. On observe que lorsque la taille d'éléments adoptée augmente, l'incertitude diminue. D'autre part, il a été montré dans la littérature que la résolution spatiale est proportionnelle à la taille des éléments et à la longueur de régularisation (Leclerc *et al.*, 2012). Donc, l'augmentation de cette résolution est accompagnée par la diminution de l'incertitude sur le déplacement.

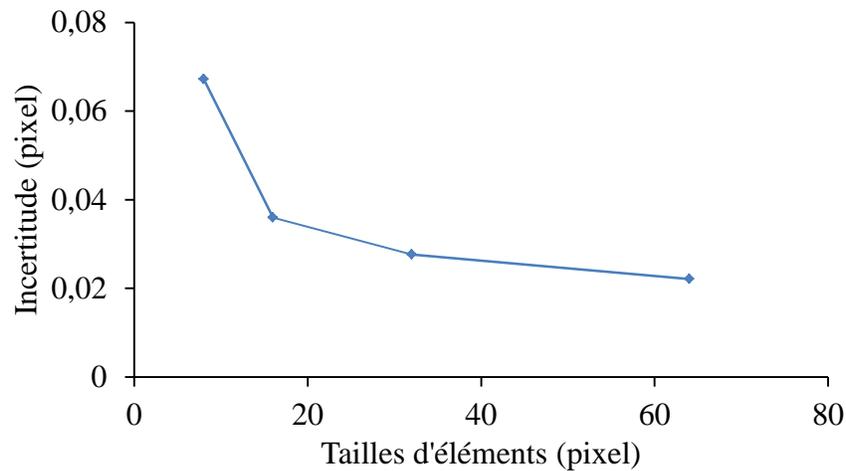


Figure IV.4 : Incertainude de mesure du déplacement en fonction de la taille d'éléments.

Dans ce chapitre, la taille d'éléments utilisés en corrélation est de 8 pixels dans les trois directions. Ce choix est fait afin que les éléments adoptés en corrélation soient suffisamment petits pour garantir une bonne précision des résultats, et en même temps suffisamment grands pour qu'ils contiennent un grand nombre de voxels et quelques hétérogénéités. Cette taille d'éléments utilisés mène à une incertitude sur le déplacement (un écart-type) de 0,067 pixels, qui représente la limite au-dessous de laquelle les mesures de déplacements ne sont pas fiables.

En effet, cette valeur d'incertitude peut aussi être diminuée. Pour ce faire, il s'agit d'utiliser une certaine longueur de régularisation. Cette dernière, bien qu'elle serve à la diminution de l'incertitude de mesures, influe sur l'allure des champs de déplacement. L'évolution de l'incertitude sur le déplacement, obtenue pour une taille d'éléments de 8 pixels, et avec une régularisation mécanique de longueur de régularisation variable, est représentée dans la **Figure IV.5**. Un gain significatif est achevé au niveau de l'incertitude, lorsque la longueur de régularisation mécanique augmente. L'incertitude diminue de 0,067 pixels sans régularisation, à un seuil de 0,019 pixels qui est presque maintenu à partir d'une longueur de régularisation de 64

pixels. Ceci correspond à un rapport (longueur de régularisation/taille d'éléments) de 8 entre la longueur de régularisation de 64 pixels et la taille d'éléments de 8 pixels.

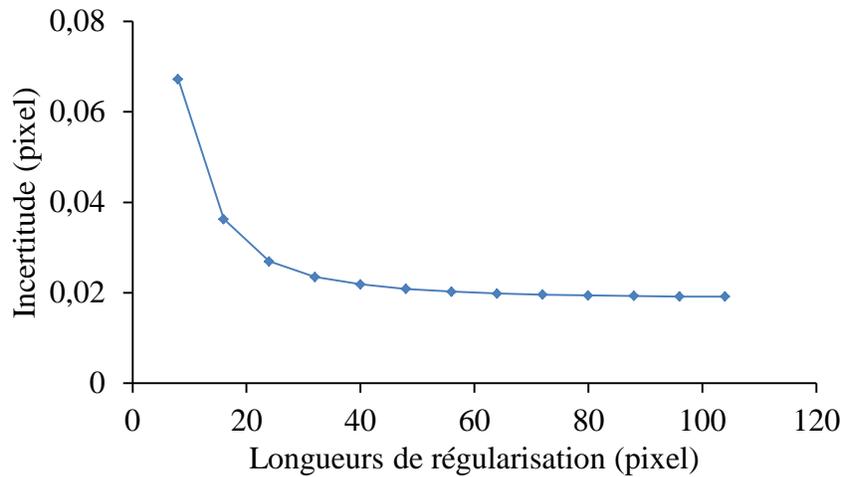


Figure IV.5 : Incertitude de mesure du déplacement en fonction de la longueur de régularisation, pour une taille d'éléments de 8 pixels dans les trois directions.

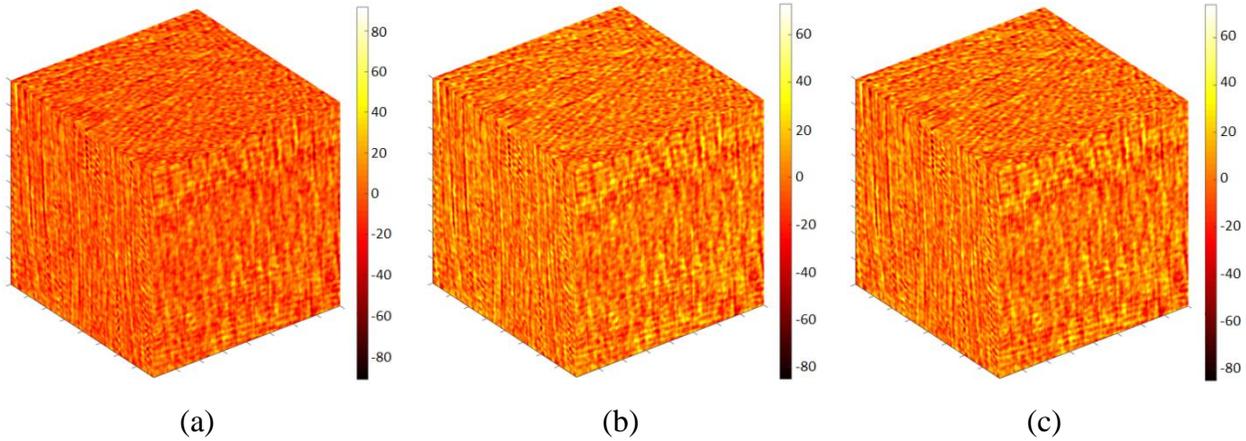
Pour la suite, la réponse cinématique dans les différentes directions du bois est calculée pour une taille d'éléments de 8 pixels. Les déplacements calculés dans chaque direction sont comparés, afin de mettre en relief l'effet de l'anisotropie du bois sur sa réponse hygro-mécanique. Trois cas sont pris en compte. Le premier est fait à travers la procédure de relaxation (sans régularisation mécanique). Les deux autres sont faits avec une longueur de régularisation de 16 pixels et 24 pixels respectivement. Ce choix est fait puisque la **Figure IV.5** montre que les variations les plus significatives en termes d'incertitude sur le déplacement de corrélation prennent place entre ces deux valeurs de longueurs de régularisation. Les différents résultats sont analysés et comparés, afin d'accentuer l'influence du choix de la longueur de régularisation.

## IV.6 Réponse cinématique dans les différentes directions du bois

L'étude de la réponse cinématique du matériau suite aux diverses sollicitations hygriques nécessite toujours toute une procédure de corrélation.

En réalisant la corrélation 3D entre le volume à l'état sec (réfèrent) et le volume à 72% d'humidité relative (déformé), le second est premièrement corrigé par une estimation du déplacement en corps rigide. La différence finale entre le volume réfèrent et le volume déformé corrigé représente le champ de résidu en niveau de gris. Ceci ne sert pas seulement pour

contrôler la qualité des scans, mais il fournit aussi un outil de précision pour le calcul des champs cinématiques. La **Figure IV.6** montre les champs de résidu en niveau de gris en fonction de différentes longueurs de régularisation, en vue 3D.



*Figure IV.6 : Champs de résidus en niveau de gris pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.*

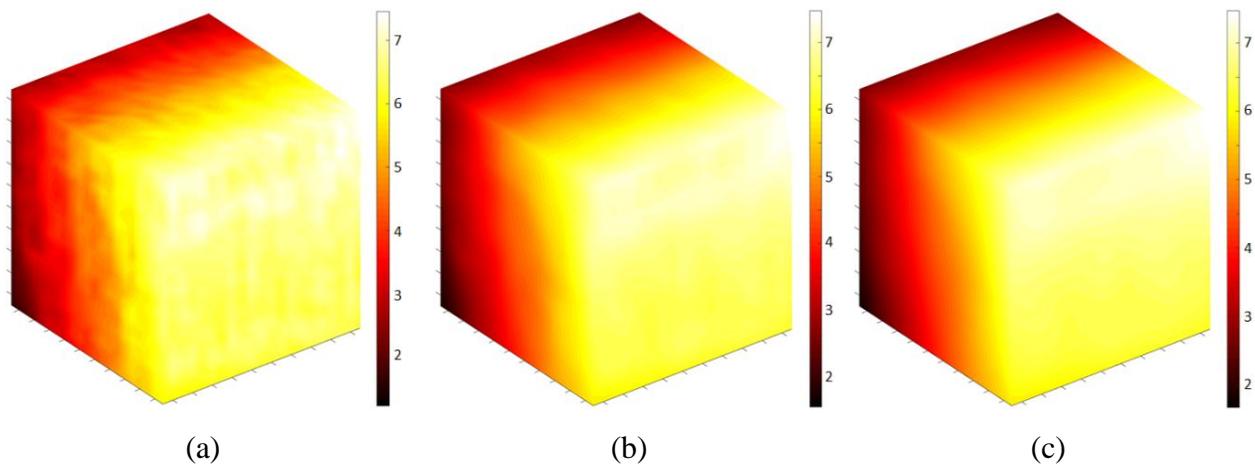
Cette figure montre des valeurs du résidu suffisamment petites pour les trois cas, ce qui indique la convergence avec succès des calculs de corrélation. Il est de même évident que le calcul sans régularisation mécanique (**Figure IV.6-a**) présente des pics bien localisés, d'amplitudes plus élevées que ceux des calculs avec régularisation (**Figure IV.6-b** et **Figure IV.6-c**). En effet, la régularisation mécanique sert aussi à étaler les pics afin d'avoir des champs de résidus et par conséquent des champs de déplacements plus ou moins continus. Par contre, il n'y a pas de différence significative entre les champs de résidus calculés pour des longueurs de régularisation de 16 et 24 pixels (**Figure IV.6-b** et **Figure IV.6-c**).

Les champs de déplacement volumiques de l'échantillon de bois d'épicéa ( $160 \times 160 \times 160$  pixel<sup>3</sup>) dans les directions tangentielle, radiale et longitudinale sont ensuite calculés. Ils sont représentés dans la **Figure IV.7**, la **Figure IV.8** et la **Figure IV.9** respectivement. De même, les déplacements dans les directions tangentielle, radiale et longitudinale, subits par la coupe à mi-épaisseur dans le plan transversal-radial sont respectivement représentés dans la **Figure IV.10**, la **Figure IV.11** et la **Figure IV.12**.

Les trois cas traités dans chacune de ces figures (**Figure IV.7**, **Figure IV.8**, **Figure IV.9**, **Figure IV.10**, **Figure IV.11** et **Figure IV.12**) correspondent à des calculs de corrélation sans

longueur de régularisation, et avec des longueurs de régularisation de 16 et 24 pixels respectivement. Les déplacements moyens entre ces différents paramètres ne diffèrent pas beaucoup. Par contre, c'est plutôt l'écart-type du déplacement, et donc l'incertitude, qui croit ou décroît en fonction de la longueur de régularisation. Ceci est aussi observé dans la **Figure IV.6**. La solution relaxée (sans régularisation mécanique) permet une meilleure identification de la cinématique des hétérogénéités, et par conséquent une meilleure estimation locale des déplacements du volume déformé. En plus, puisque le matériau concerné présente une grande porosité et une matrice solide déformable en fonction de sa teneur en eau, l'utilisation d'une régularisation mécanique linéaire n'est pas nécessairement avantageuse. En effet, avoir des champs de déplacement continus ne représente pas obligatoirement la réponse exacte du matériau vis-à-vis des sollicitations hygriques. Par contre, adopter la solution relaxée nécessite à prendre en considération un facteur très important, qui est l'incertitude des mesures.

D'autre part, la solution obtenue en utilisant une régularisation mécanique fournit des champs de déplacements étalés et continus. Il demeure plus difficile d'identifier la localisation des déplacements dus à certaines hétérogénéités ou irrégularités dans le matériau.



*Figure IV.7 : Champs de déplacement volumique dans la direction tangentielle du bois pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.*

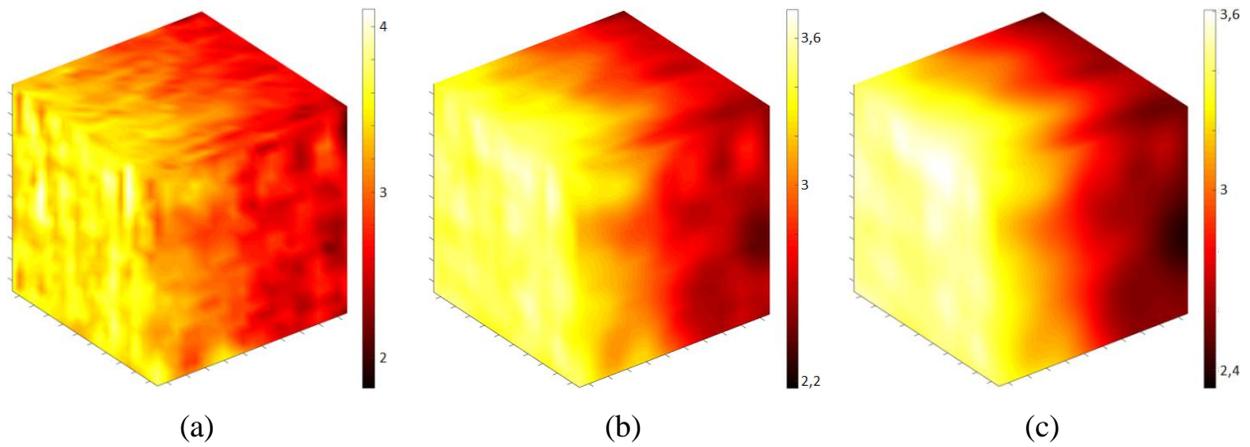


Figure IV.8 : Champs de déplacement volumique dans la direction radiale du bois pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.

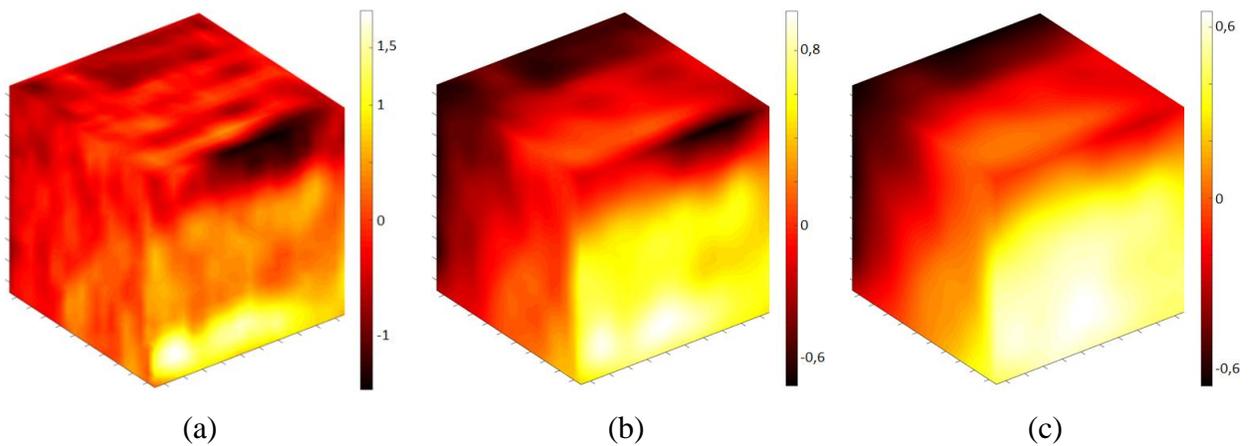


Figure IV.9 : Champs de déplacement volumique dans la direction longitudinale du bois pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.

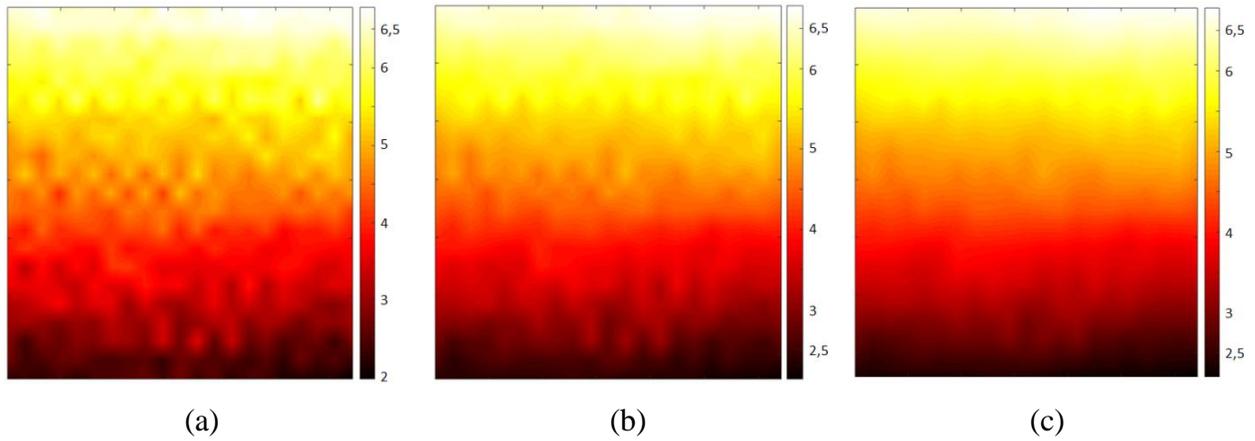


Figure IV.10 : Champs de déplacement transversal à mi-épaisseur dans le plan tangentiel-radial pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.

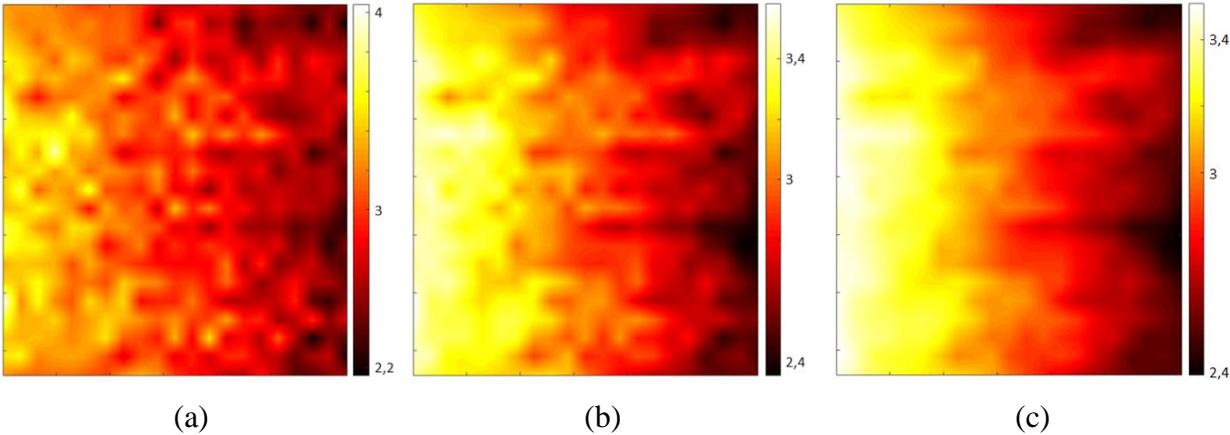


Figure IV.11 : Champs de déplacement radial à mi-épaisseur dans le plan tangentiel-radial pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.

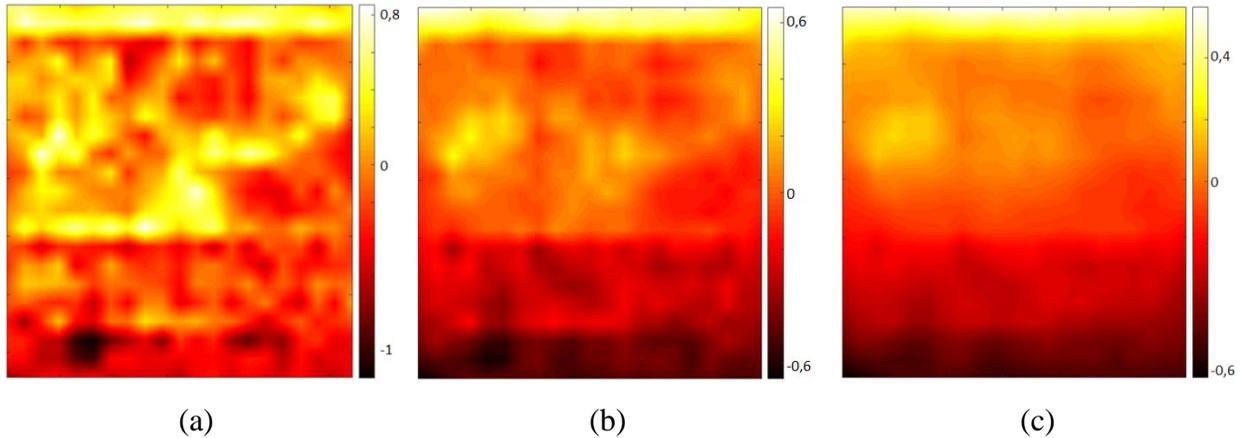


Figure IV.12 : Champs de déplacement longitudinal à mi-épaisseur dans le plan tangential-radial pour différentes longueurs de régularisation mécanique : (a) sans régularisation, (b) 16 pixels, (c) 24 pixels.

Quant aux valeurs des déplacements, la direction tangentielle présente le plus de déplacement (**Figure IV.7**). En divisant la différence des intégrales des déplacements des deux faces tangentielles du volume traité par l'épaisseur de ce dernier, on trouve une déformation tangentielle de 3,75%. Dans la direction radiale, il y a moins de déplacements engendrés par les sollicitations hygriques (**Figure IV.8**), et la déformation radiale est estimée de 1,6%. Contrairement aux deux autres directions, le bois dans la direction longitudinale présente le moins de déplacement (**Figure IV.9**), et la déformation longitudinale qu'on a calculée est de 0,9%. Ces résultats montrent donc un gonflement du matériau évident dans la direction tangentielle, un gonflement un peu plus faible dans la direction radiale, et très faible dans la direction longitudinale.

Ces valeurs obtenues pour le bois de printemps correspondent à 72% d'humidité (presque 11% de teneur en eau). Ces valeurs sont de même ordre de grandeur que celles trouvées par (Rafsanjani *et al.*, 2013c). En effet, ces auteurs ont trouvé des déformations transversale et radiale de 6% et 2% respectivement pour le bois de printemps, pour des échantillons ayant atteint le PSF. Il est donc normal que les valeurs obtenues dans ce travail soient un peu inférieures à celles calculées par (Rafsanjani *et al.*, 2013c). Néanmoins, l'ordre de grandeur des déformations reste cohérent.

De ce fait, les champs de déplacement obtenus avec la solution relaxée présentent des déformations moyennes avec un ordre de grandeur cohérent. D'autre part, ils présentent une

précision locale à l'échelle des parois cellulaires, et prennent en compte les différentes hétérogénéités et l'anisotropie du bois. Ces résultats seront donc utilisés dans le **CHAPITRE V**, et serviront pour la validation du modèle numérique proposé, représentatif du comportement hygro-mécanique du bois. Il demeure par contre nécessaire de prendre en considération l'incertitude de mesures, qui est de 0,067 pixels.

## **IV.7 Conclusion**

Dans ce chapitre, on a étudié un échantillon de bois d'épicéa scanné par microtomographie aux rayons X à des humidités relative de 0% (état sec) et de 72% (**CHAPITRE II**). Les déplacements locaux engendrés par les sollicitations hygriques ont été calculés par mesures de champs cinématiques volumiques. Ces mesures tridimensionnelles concernaient les trois directions principales du bois, et ont été faites avec et sans régularisation mécanique. Les résultats ont montré que sans régularisation, les déplacements calculés sont plus précis localement, mais l'incertitude des mesures est élevée. Par contre, en utilisant une régularisation mécanique, les champs de déplacement sont plus étalés, ce qui mène à avoir une faible précision localement mais globalement une meilleure incertitude des mesures. Dans le cas du bois d'épicéa, étant un matériau poreux, anisotrope, hétérogène, et qui présente certaine irrégularités structurelles, il est plus judicieux de ne pas adopter de régularisation mécanique. En effet, même si l'incertitude globale du calcul de corrélation augmente, on aura une meilleure précision locale, ce qui mènera à un suivi plus adéquat du comportement du matériau.

Finalement, les déformations tangentielle, radiale et longitudinale ont été calculées, et les valeurs trouvées sont de 3,75%, 1,6% et 0,9% respectivement, montrant un gonflement généré par la variation de teneur en eau du matériau, qui est beaucoup plus accentué dans la direction tangentielle et radiale que dans la direction longitudinale. A part l'analyse des champs de déplacement 3D engendrés par les sollicitations hygriques, les résultats obtenus dans ce chapitre serviront de manière significative dans le chapitre suivant.

Le chapitre suivant consiste à développer un modèle numérique hygro-mécanique local, représentatif du comportement expérimental du bois. Les résultats de corrélation obtenus dans ce chapitre sont donc implémentés dans le modèle, afin d'achever une comparaison des résultats et une validation du modèle proposé.

## CHAPITRE V

# MODELISATION HYGRO-MECANIQUE SUR LA STRUCTURE REELLE 3D : CAS LOCALEMENT ISOTROPE

# CHAPITRE V. MODELISATION HYGRO-MECANIQUE SUR LA STRUCTURE REELLE 3D : CAS LOCALEMENT ISOTROPE

---

## V.1 Introduction

Dans les chapitres précédents, il s'est avéré que les déformations hygriques (ou thermiques) générées à l'échelle microscopique des matériaux poreux de construction sont fonctions de plusieurs facteurs. D'une part, les parois cellulaires sont déformables, notamment à cause du changement d'humidité ou de température, où la présence d'eau liée et d'eau libre, et leur interaction avec le matériau est fortement dépendante de la teneur en eau de ce dernier. D'autre part, les différents constituants chimiques des parois cellulaires réagissent différemment lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations hygriques ou thermiques. Finalement, les diverses irrégularités du bois et son hétérogénéité, ainsi que l'existence de bois d'été et de bois de printemps rendent la compréhension des phénomènes qui agissent à cette échelle de plus en plus difficile. De ce fait, il demeure très intéressant de développer un modèle numérique, représentatif des phénomènes physiques qui prennent place à l'échelle microscopique.

Pour ce faire, on se propose de modéliser le comportement hygro-mécanique de la structure réelle 3D du bois, et de valider la modélisation en se basant sur les résultats de corrélation volumique calculés dans le **CHAPITRE IV**. Premièrement, une revue bibliographique qui résume les études numériques achevées dans la littérature à l'échelle microscopique du matériau, a été présentée. Ensuite, on a élaboré les procédés nécessaires pour la préparation des volumes réels utilisés et des maillages correspondants. Ainsi, les champs de déplacement calculés en corrélation 3D sont projetés sur la base éléments finis pour la partie modélisation. On a aussi détaillé la démarche numérique tout en précisant l'aspect original adopté pour la validation du travail numérique. D'abord, on a développé un modèle thermo-hygro-mécanique : le comportement hygro-mécanique sera pris en compte dans ce chapitre, et le couplage avec l'aspect thermique est développé pour fournir plus de détails numériques en ce qui concerne l'article présenté en **ANNEXE** (El Hachem *et al.*, 2017). On a donc affecté les conditions aux limites et les propriétés hygriques et mécaniques aux différentes phases du bois (solide et poreuse). On a ensuite mené un calcul de sensibilité, afin de choisir les paramètres du modèle à identifier. Ces derniers sont calculés via l'algorithme de minimisation de Levenberg-Marquardt. On a aussi conduit une étude préliminaire, qui consiste à utiliser un modèle hygro-mécanique

localement anisotrope. Ainsi, on a détaillé le modèle en question, les propriétés hygriques et mécaniques anisotropes des phases, ainsi que la sensibilité des paramètres du modèle nécessaire pour faire le choix des paramètres à identifier. Une interprétation des résultats est finalement présentée, avant de conclure le chapitre.

## V.2 Revue bibliographique

L'utilisation du bois est de plus en plus répandue dans le domaine de la construction, notamment à cause de ses performances thermiques et de ses qualités environnementales et énergétiques. Par contre, étant un matériau hygroscopique, ce matériau subit des variations dimensionnelles lors de l'évolution de l'humidité relative de l'ambiance extérieure. De plus, à très hautes hygrométries, ce matériau présente de forts risques de condensation menant à une détérioration de la structure, avec un risque potentiel de développement de moisissures. La durabilité du bois est aussi affectée, puisque ses propriétés hygrothermiques et mécaniques se dégradent. Il s'agit donc d'un fort couplage des aspects thermique, hygrique et mécanique du bois, qui influence fortement son comportement.

De ce fait, plusieurs auteurs se sont intéressés à faire des expérimentations afin de maîtriser la réponse du matériau suite aux diverses sollicitations environnementales (Lux *et al.*, 2006; Krause *et al.*, 2013; Abahri *et al.*, 2015). La plupart de ces travaux ont consisté à modéliser le comportement du bois à l'échelle macroscopique (Zhou *et al.*, 2000; Abahri *et al.*, 2016; Simo-Tagne *et al.*, 2016).

En effet, le gonflement ou le retrait du bois sont liés au PSF, et à la température (Eitelberger and Hofstetter, 2011). Ce phénomène prend lieu au sein du matériau, et à l'échelle des parois cellulaires. Ceci dit, la réponse mécanique macroscopique du bois suite à un changement de teneur en eau et/ou de température, est initialement due à des phénomènes locaux à l'échelle des parois cellulaires.

Une étude numérique microscopique de ce couplage thermo-hygro-mécanique demeure donc nécessaire pour une meilleure maîtrise du comportement local des parois cellulaires. En effet, très peu de travaux dans la littérature se sont intéressés à la modélisation du comportement local du bois. De ce fait, on a porté l'attention à des travaux similaires, achevés à l'échelle

microscopique, et qui concernent soit le bois, soit d'autres milieux poreux, hygroscopiques et fibreux. Parmi ces travaux, on peut distinguer deux catégories :

- La première catégorie concerne les calculs appliqués sur des morphologies reconstruites numériquement, représentatives du matériau en question. La majorité de ces travaux ont consisté à évaluer les propriétés physiques équivalentes de la microstructure. On note par exemple les travaux de (Perré and Turner, 2005a) qui ont calculé les propriétés équivalentes homogénéisées de diffusivité d'eau liée et de conductivité thermique dans les diverses directions du bois en fonction de sa densité. Ces paramètres sont calculés en se basant sur un modèle représentatif du comportement de trachéide, développé aussi par (Perré and Turner, 2005b). Par ailleurs, (Wang *et al.*, 2007) ont évalué la conductivité équivalente de matériaux fibreux, et l'influence de la taille, de l'orientation et de la porosité des fibres. D'autre part, (Neagu and Gamstedt, 2007) ont modélisé les propriétés hygro-mécaniques équivalentes d'une fibre isolée, assimilée à un cylindre multi-couches. De même, (Wang and Pan, 2008) ont réalisé une investigation numérique pour l'analyse des propriétés physiques équivalentes de matériaux composites, y compris les matériaux fibreux. Les résultats sont comparés à ceux issus de l'expérimentation pour validation numérique. Les calculs sont effectués sur des structures créées par un algorithme de croissance par génération stochastique. (Xuan *et al.*, 2010) se sont plutôt intéressés au calcul de la diffusivité massique effective de milieux poreux 2D et 3D, à la comparaison entre des structures régulières et aléatoires, ainsi qu'à l'étude de l'influence des tailles des grains. Une méthode de reconstruction a été adoptée pour la génération des morphologies, afin de refléter la distribution stochastique des phases, caractéristique des milieux poreux. D'autre part, (Rafsanjani *et al.*, 2012a, 2012b; Derome *et al.*, 2013; Rafsanjani *et al.*, 2013a, 2013b) ont modélisé la structure anatomique d'une fibre de bois, considérée périodique en 2D, en calculant ses propriétés thermiques, hygriques et mécaniques homogénéisées. L'influence des divers paramètres géométriques de la fibre est aussi prise en compte; ceci concerne la forme hexagonale ou rectangulaire, les angles géométriques et les différentes épaisseurs des parois cellulaires. Finalement, (Fang *et al.*, 2016) se sont intéressés à la conductivité équivalente de matériaux hétérogènes et anisotropes. Les constituants

- des matériaux étudiés sont eux aussi considérés anisotropes. Une cellule unitaire représentative qui englobe tous les constituants a été adoptée, vu que la structure microscopique des matériaux est périodique. Les résultats numériques étaient confrontés aux résultats expérimentaux.
- La deuxième catégorie concerne les calculs appliqués sur des morphologies réelles représentatives du matériau. Par exemple, (Lux *et al.*, 2006) se sont basés sur la structure scannée en micro-tomographie aux rayons X de l'isolant de fibres en bois, pour modéliser le comportement thermique de la structure 3D du matériau. L'objectif de ce travail était de déterminer un volume élémentaire représentatif, d'effectuer un calcul thermique et de prédire les paramètres macroscopiques équivalents. D'autre part, (Koivu *et al.*, 2009) ont étudié la perméabilité du papier de bois de feuillu scannée en micro-tomographie aux rayons X. Ces travaux ont été donc achevés sur des sous-volumes de la structure réelle du matériau. De plus, (Perré *et al.*, 2016) ont évalué les diffusivités massique et thermique et le comportement mécanique de la structure réelle du bois d'épicéa, obtenue par microscopie électronique à balayage environnementale. Parmi les hypothèses sélectionnées, ils ont attribués des propriétés isotropes à chacune des phases solide et poreuse pour le calcul des diffusivités massique et thermique. Concernant le comportement mécanique, ils ont adopté un module d'Young anisotrope à la phase solide. Les grandeurs recherchées ont été calculées dans les directions tangentielle et radiale. D'autre part, (Louërat, 2017) a calculé la conductivité thermique et la diffusivité massique équivalentes du bois d'épicéa et des panneaux des fibres. Ces travaux ont été réalisés en 3D, en utilisant des volumes scannés en micro-tomographie aux rayons X. Finalement, (El Hachem *et al.*, 2017) ont calculé la conductivité thermique équivalente de l'isolant de fibres en bois dans toutes les directions du matériau, en se basant sur la structure réelle scannée en micro-tomographie aux rayons X (présenté en [ANNEXE](#)).

Il est donc remarquable que parmi toutes ces études, celles qui traitent le bois d'épicéa ne sont pas nombreuses. D'autre part, les études les plus représentatives, effectuées sur la structure réelle du matériau, ne concernent que les propriétés hygriques ou thermiques du bois. Les propriétés hygro-mécaniques (même thermo-mécaniques) ne sont pas encore prises en compte à

l'échelle microscopique, et sur la morphologie réelle. De plus, les travaux réalisés sur des structures 3D du matériau sont limités.

D'où l'originalité du présent travail, dans lequel on se propose d'étudier la structure réelle 3D du matériau et de modéliser le comportement hygro-mécanique qui présente l'enjeu le plus important dans l'utilisation du bois dans la construction. D'autre part, la validation du modèle adopté par une comparaison avec les résultats de corrélation volumique effectués au **CHAPITRE IV**, renforce la pertinence de cette démarche.

### **V.3 Volumes et maillages**

Le choix des volumes étudiés dans la modélisation doit se faire de manière très judicieuse. Il faut qu'ils soient suffisamment représentatifs des phénomènes qui interagissent à l'échelle des parois cellulaires. De plus, les résultats expérimentaux obtenus en corrélation volumique sont utilisés pour la validation du modèle numérique développé. Le volume adopté pour la modélisation doit donc forcément être extrait des volumes précédemment utilisés dans la corrélation.

Dans cette partie, les deux volumes scannés dans le **CHAPITRE II**, et traités à travers la corrélation volumique dans le **CHAPITRE IV**, sont considérés. Par contre, il s'agit de discerner la région à traiter en numérique. De ce fait, une attention particulière est portée au choix représentatif des dimensions des volumes utilisés dans la modélisation, au maillage des phases solide et poreuse, et à la projection des champs de déplacement sur la matrice solide.

#### **V.3.1 Choix des volumes représentatifs pour la modélisation**

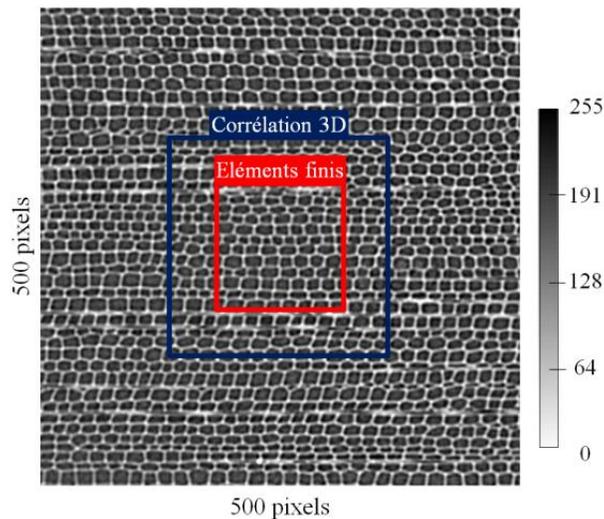
La modélisation tridimensionnelle du comportement couplé est une tâche qui nécessite un temps de calcul très grand, fortement dépendant du raffinement du maillage. Dans ce travail, il faut donc faire le compromis entre un maillage suffisamment raffiné et un temps de calcul raisonnable, tout en garantissant la représentativité du volume étudié.

Les volumes sur lesquels on va se baser pour le travail numérique ont été initialement évoqués dans le **CHAPITRE II** et le **CHAPITRE IV**. Les zones traitées dans le **CHAPITRE II** en micro-tomographie aux rayons X sont de dimensions 500x500x500 pixel<sup>3</sup>. Des volumes de 200x200x200 pixel<sup>3</sup> sont extraits pour la corrélation d'images volumiques au **CHAPITRE IV**, et

après calage des volumes référent et déformé, la zone analysée par corrélation correspond à  $160 \times 160 \times 160$  pixel<sup>3</sup>.

Dans ce chapitre, les champs de déplacement déjà calculés par corrélation volumique sont implémentés dans la modélisation. Ils vont servir pour la validation du modèle numérique développé, ainsi que pour l'application des conditions aux limites mécaniques issues de l'expérimentation aux bords du volume. L'intérêt des résultats de corrélation dans la modélisation est détaillé dans la suite.

Par contre, il a déjà été montré dans le **CHAPITRE IV** que les mesures des champs cinématiques aux bords des volumes sont moins précises qu'au sein des volumes (Tomičević *et al.*, 2013; Taillandier-Thomas *et al.*, 2014b). De ce fait, les volumes finaux utilisés pour la partie numérique sont extraits du cœur des volumes utilisés en corrélation, et ont des dimensions de  $96 \times 96 \times 96$  pixel<sup>3</sup>. De cette manière, l'incertitude sur les champs de déplacement calculés est minimisée. Les volumes en question sont choisis comme le montre la **Figure V.1**.



*Figure V.1 : Volume initial utilisé pour le post-traitement sur iMorph, volume utilisé pour la corrélation d'images volumiques et volume utilisé pour la modélisation.*

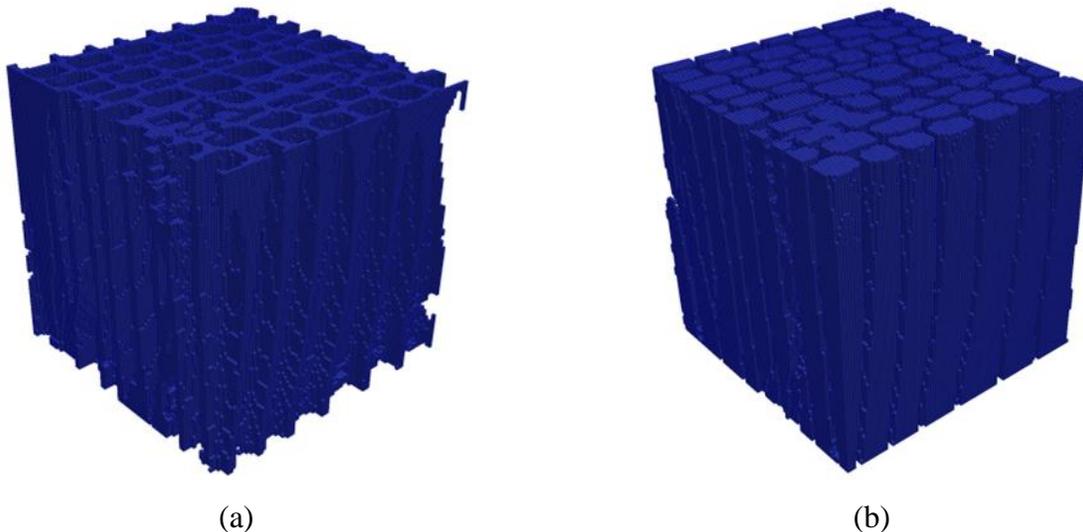
La question de représentativité du volume pour les calculs numériques reste validée. En effet, la morphologie du volume qu'on a choisi correspond à une cinquantaine de fibres, interconnectées entre elles par des ponctuations au travers de l'épaisseur du volume dans la direction longitudinale. Cette microstructure est bien caractéristique du bois de printemps, ce qui induit à la réalisation d'une étude représentative du comportement de ce matériau.

### V.3.2 Maillage des volumes réels

Le maillage des matériaux réels et des structures issues d'images est une tâche compliquée, pour laquelle plusieurs approches sont proposées dans la littérature (Zhang *et al.*, 2005; Young *et al.*, 2008). Une méthode directe consiste en premier lieu à seuiller l'image ou le volume. Ainsi, le contour des interfaces solide et poreuse est détecté. Finalement, le maillage volumique des différentes phases est construit (Zhang *et al.*, 2005).

De ce fait, on a commencé par le seuillage de l'histogramme en niveau de gris du volume réérent reconstruit. Le seuil qui discerne les deux phases (la matrice solide et la porosité) a été défini comme le point ayant le minimum de niveau de gris entre les deux gaussiennes qui représentent la matrice solide et la porosité. Les deux phases ont été implémentées dans Cast3m (Bernard-Michel *et al.*, 2004).

Le maillage des phases doit être raffiné, pour une meilleure description de la microstructure du matériau. Ainsi, les tailles d'éléments utilisés en modélisation sont équivalentes à  $1 \times 1 \times 1 \text{ pixel}^3$ , ce qui correspond à une précision de l'ordre d'un voxel. Les phases solide et poreuse sont donc maillées par des éléments cubiques à 8 nœuds chacun. Ceci correspond à un total de 857375 éléments. Les deux phases sont représentées dans la **Figure V.2**.



*Figure V.2 : Seuillage et maillage de la matrice solide (a) et de la porosité (b) du volume reconstruit utilisé pour la modélisation.*

Ce maillage va par la suite servir pour deux étapes importantes. Premièrement, les champs de déplacement calculés en corrélation volumique vont être projetés particulièrement sur la phase solide du maillage, ce qui est représenté dans le paragraphe suivant. Deuxièmement, la modélisation hygro-mécanique sera réalisée sur les maillages 3D de la structure réelle du matériau. Les deux phases sont prises en compte pour les calculs hygriques, et la phase solide seule est considérée pour la prédiction du comportement mécanique.

### **V.3.3 Projection des champs de déplacements sur le volume réel**

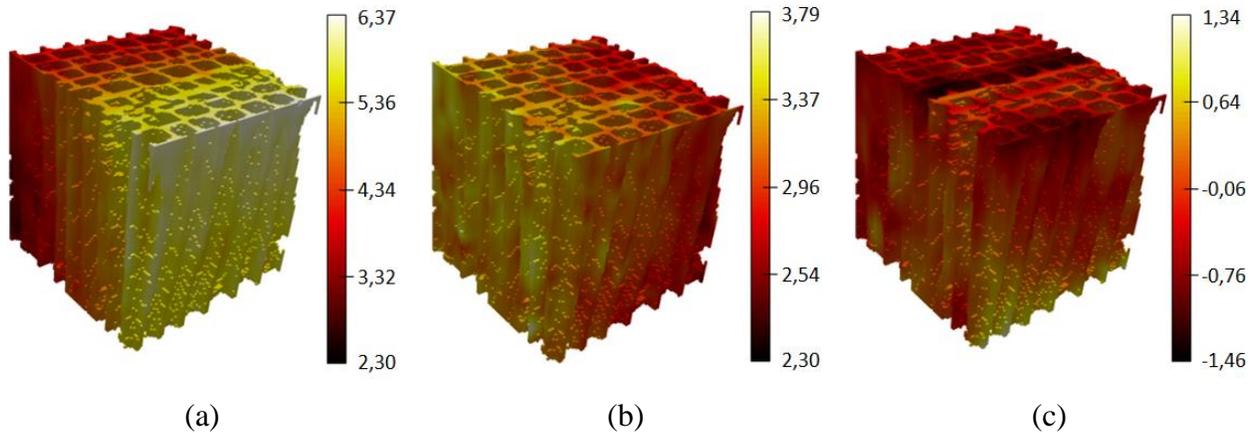
Les maillages des phases solide et poreuse sont utilisés par la suite afin de reproduire le comportement hygro-mécanique du bois. Par contre, en plus du travail sur la structure réelle du matériau, on a assuré dans une démarche originale, la validation des résultats numériques en faisant une comparaison avec les résultats expérimentaux obtenus par corrélation volumique.

Le matériau est composé de la porosité et des parois cellulaires qui forment la phase solide. Quant aux déplacements, ils doivent être projetés sur la phase solide seulement. Une fois la matrice solide identifiée, un travail spécifique a été achevé afin de projeter les déplacements correspondants dessus.

En effet, les champs de corrélation sont calculés à travers le logiciel C8R, sur un maillage éléments finis constitué d'éléments cubiques à 8 nœuds, d'arêtes 8 pixels (chaque élément cubique comporte 8 nœuds, et l'arête du cube correspond à 8 pixels; cet élément comporte donc  $8 \times 8 \times 8 = 512$  voxels). Par contre, le maillage éléments finis utilisé en modélisation est constitué d'éléments cubiques à 8 nœuds formés d'un voxel chacun (chaque élément cubique comporte 8 nœuds, et l'arête du cube correspond à 1 pixel; cet élément comporte donc  $1 \times 1 \times 1 = 1$  voxel). De ce fait, une interpolation des champs de déplacements calculés en corrélation d'images volumiques sur la base éléments finis adoptée en modélisation demeure nécessaire. Une interpolation linéaire des champs de déplacement de corrélation est donc réalisée, et ces derniers sont projetés sur le volume total maillé.

Ensuite, il s'agit de projeter les déplacements sur la phase solide seulement. En effet, puisque le seuillage du volume référent a été déjà effectué, les maillages des phases solide et poreuse sont facilement identifiés. De ce fait, on a réalisé un traitement bien spécifique afin de projeter les champs de déplacements sur la matrice solide seulement. Un exemple des projections

des champs de déplacement tangentiel, radial et longitudinal sur la matrice solide est représenté dans la **Figure V.3**.



*Figure V.3 : Projections des champs de déplacement tangentiel (a), radial (b) et longitudinal (c) sur la matrice solide du bois.*

Dans ce qui a précédé, on a investi le choix des zones des échantillons à utiliser pour la partie numérique. Ces derniers ont été maillés, et les champs de déplacement correspondant au changement d'humidité qu'on a calculés par corrélation volumique ont été ainsi projetés sur la matrice solide. Il s'agit par la suite de décrire la démarche numérique adoptée, qui va servir à réaliser une meilleure modélisation du comportement couplé du bois.

#### **V.4 Démarche numérique**

Afin d'établir un modèle représentatif du comportement hygro-mécanique microscopique du bois, on a mis en place une démarche numérique qui repose à la fois sur des investigations expérimentales et numériques. Elle consiste à combiner les volumes de micro-tomographie aux rayons X reconstruits dans le **CHAPITRE II**, la corrélation volumique effectuée dans le **CHAPITRE IV**, et le maillage des volumes en question présenté dans ce chapitre. Finalement, pour la validation du modèle numérique, on a abordé une procédure d'identification des paramètres caractéristiques du matériau, en faisant une étude comparative des résultats numériques avec les résultats expérimentaux projetés sur la matrice solide du matériau (parois cellulaires).

En effet, la particularité de cette démarche se fait repérer par l'implémentation des volumes réels dans le modèle éléments finis, et par l'utilisation d'une procédure originale de

validation du travail numérique, en se basant sur les résultats expérimentaux. De ce fait, la démarche numérique adoptée est représentée en détail dans la **Figure V.4**.

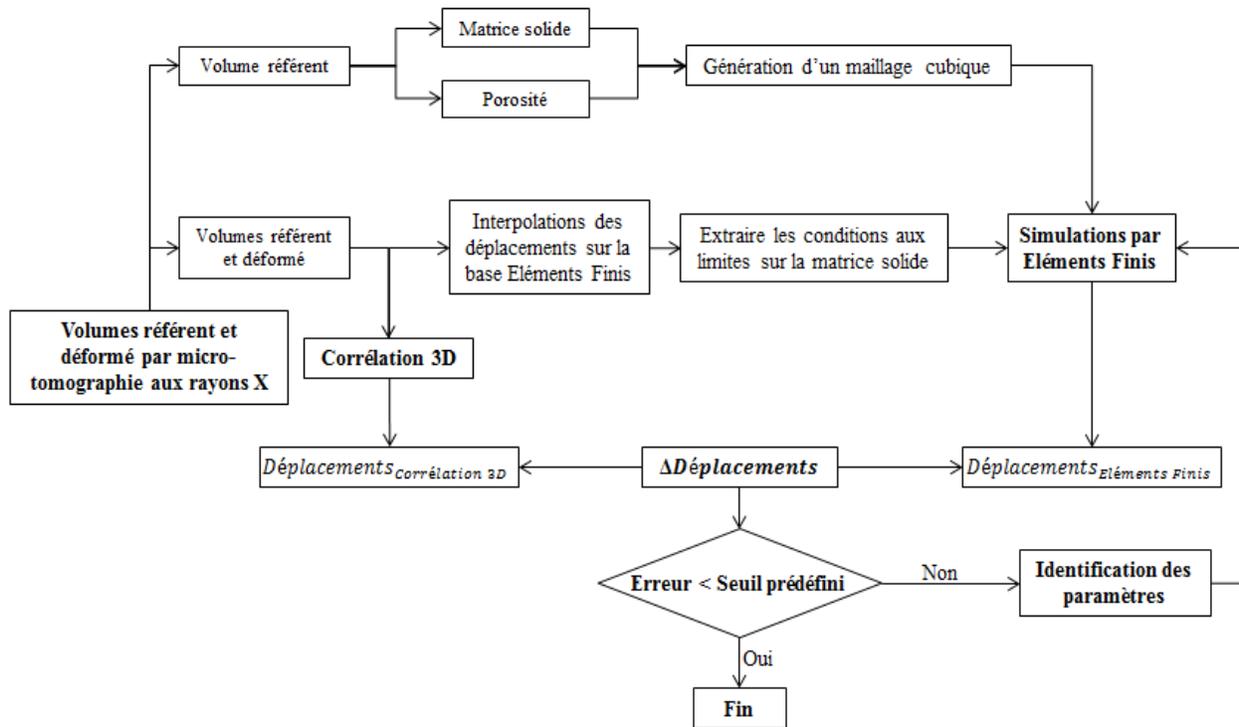


Figure V.4 : Démarche numérique adoptée.

En allant des volumes de micro-tomographie aux rayons X déjà scannés, on a seuillé le volume référent, afin de discerner les phases solide et poreuse. Ces dernières sont ensuite maillées, et serviront ultérieurement lors des simulations numériques. Un soin particulier est nécessaire afin de garantir la reproductibilité et en évitant les situations critiques avec de l'eau libre dans les capillaires. En effet, les densités des parois cellulaires saturées, et celles de l'eau libre sont presque indiscernables. D'autre part, on s'est basé sur les résultats de corrélation d'images volumiques obtenus dans le **CHAPITRE IV** pour l'achèvement de la démarche numérique. Premièrement, ces résultats ont servi pour la génération des conditions aux limites mécaniques, ce qui est détaillé dans la **section V.5.1**. Deuxièmement, ils ont servi pour la comparaison des champs de déplacement numériques et expérimentaux. Par ailleurs, comme mentionné dans la **section V.3.3**, l'interpolation des champs de déplacements et leur projection sur la matrice solide représentent une étape primordiale de la démarche numérique adoptée.

Les simulations par éléments finis sont faites sur le volume qu'on a maillé, en utilisant le logiciel Cast3m (Bernard-Michel *et al.*, 2004). On a développé un modèle thermo-hygro-mécanique isotrope local en premier lieu, et on a attribué des propriétés hygriques, thermiques et mécaniques à chacune des phases. Il s'agit de faire d'abord un calcul de sensibilité des paramètres, afin d'évaluer ceux qui affectent significativement les résultats numériques. Ceux-ci seront donc identifiés de manière à assurer la convergence des résultats du modèle numérique et des résultats expérimentaux. En allant d'un jeu de paramètres initial, on détermine à chaque fois l'erreur du modèle, qui correspond aux différences de déplacements calculées par le modèle éléments finis et par corrélation volumique. On considérera le calcul convergé, lorsque l'erreur devient inférieure à un seuil prédéfini. Ce seuil doit être consistant physiquement et ne peut forcément être inférieur à l'incertitude du logiciel de corrélation et des scans de tomographie, qu'on a évaluée dans le **CHAPITRE IV**. Si l'erreur est supérieure au seuil, il faut refaire une nouvelle identification des paramètres afin d'atteindre la convergence numérique, à l'aide d'un algorithme de minimisation. Dans ce travail, l'algorithme de minimisation adopté est celui de Levenberg-Marquardt, défini ci-après (Marquardt, 1963). Par contre, si l'erreur tend vers le seuil prédéfini, l'identification est considérée réussite, et le modèle numérique a bien convergé. On aura donc identifié les bonnes valeurs des propriétés locales (paramètres locaux).

On va enchaîner par l'explication des diverses étapes principales de la démarche numérique. Les différentes tâches doivent être réalisées rigoureusement, pour ne pas entraîner des erreurs d'une étape à l'autre.

## **V.5 Développement du modèle thermo-hygro-mécanique**

A l'échelle microscopique, le bois peut comprendre plusieurs phases : la porosité, l'eau libre, et la matrice solide (confondue avec l'eau liée). Par contre, tant que le matériau ne comporte pas encore de l'eau libre, sa réponse hygro-mécanique est à modéliser sur les deux phases : la porosité et la matrice solide, ce qui n'engendre pas de pression capillaire. Dans ce travail, on a vérifié la présence d'eau libre au-dessous du PSF (à partir de 79% d'humidité relative). Pour cela, on a considéré deux paliers d'humidité relative où on peut garantir l'absence d'eau libre au sein du matériau (moins de 72% d'humidité relative). De ce fait, il faut attribuer des propriétés locales aux phases solide et poreuse seulement.

En effet, la modélisation du comportement couplé du matériau, réalisée dans ce chapitre, prend en compte les échantillons scannés en micro-tomographie aux rayons X dans le **CHAPITRE II**. Ces volumes étaient conditionnés à des humidités relatives de 0% et de 72%, et à une température contrôlée de 25°C. Puisqu'expérimentalement la température était constante tout au long des essais, l'aspect thermique sera négligé et ne sera pas couplé aux aspects hygrique et mécanique dans ce chapitre. Par contre, on va développer le modèle couplé thermo-hygro-mécanique dans cette partie, pour donner plus de détails en ce qui concerne l'article présenté en **ANNEXE**, qui traite les différents aspects thermique, hygrique et mécanique de l'isolant de fibres en bois (El Hachem *et al.*, 2017).

Dans cette partie, on a donc développé le modèle numérique thermo-hygro-mécanique isotrope qui décrit le comportement du matériau. Ensuite, on a décrit les conditions aux limites hygriques et mécaniques adoptées et on a défini les propriétés attribuées aux phases solide et poreuse.

Pour la partie hygrique, on a utilisé la diffusion de Fick/Fourier, régie par l'**Équation V.1**.

$$J = (D, \lambda) \nabla(w, T) \quad \text{Équation V.1}$$

où  $J$  ( $\text{Kg/m}^2.\text{s}$  ou  $\text{W/m}^2$ ) est le flux massique/thermique,  $(D, \lambda)$  ( $\text{m}^2/\text{s}$  ou  $\text{W/m.K}$ ) représente la diffusion massique/conductivité thermique,  $w$  (%) correspond à la teneur en eau, et  $T$  (K) correspond à la température. Pour la partie hygrique, un coefficient de diffusion est attribué à chaque phase.

Concernant la partie mécanique, on a utilisé un modèle isotrope élastique. Le comportement est régi par la loi de Hooke, représentée par l'**Équation V.2**.

$$\sigma = C : \varepsilon_{\text{mécanique}} \quad \text{Équation V.2}$$

où  $\sigma$  (Pa) est la contrainte mécanique,  $\varepsilon_{\text{mécanique}}$  est la déformation mécanique et  $C$  représente la matrice de raideur isotrope du matériau. Le module d'Young (Pa) et le coefficient de Poisson (-) qui interagissent dans la matrice de raideur ne sont attribués qu'à la matrice solide.

Le transfert hygrique ou thermique dans le bois engendre un gonflement qui est à l'origine des déformations locales des parois cellulaires. La déformation hygrique ou thermique est donc régie par l'**Équation V.3** ou l'**Équation V.4** :

$$\varepsilon_{\text{hygrique}} = \beta \Delta w \quad \text{Équation V.3}$$

$$\varepsilon_{\text{thermique}} = \alpha \Delta T \quad \text{Équation V.4}$$

où  $\beta$  (-) et  $\alpha$  ( $\text{K}^{-1}$ ) sont respectivement les coefficients de gonflement hygrique et thermique (dilatation thermique) des parois cellulaires, et ne sont attribués qu'à la matrice solide du matériau.

D'autre part, la déformation totale, représentée dans l'**Équation V.5**, est la somme des déformations mécanique, hygrique et thermique.

$$\varepsilon_{\text{totale}} = \varepsilon_{\text{mécanique}} + \varepsilon_{\text{hygrique}} + \varepsilon_{\text{thermique}} \quad \text{Équation V.5}$$

Le modèle couplé étant développé, il faut appliquer les conditions aux limites, et attribuer les propriétés hygriques, thermiques et mécaniques des phases solide et fluide. Comme évoqué précédemment, on va étudier le comportement hygro-mécanique du matériau, et négliger l'aspect thermique, puisqu'on avait des conditions expérimentales isothermes. Ensuite, les calculs de sensibilité des paramètres sont achevés afin de choisir ceux à identifier pour converger vers les résultats expérimentaux.

### **V.5.1 Conditions aux limites hygriques et mécaniques**

Le choix du modèle est très important pour la convergence des résultats numériques et des résultats expérimentaux. Par contre, le choix des conditions aux limites hygrique et mécanique joue un rôle primordial dans la validation du modèle. En effet, plus ces conditions sont proches des conditions expérimentales, plus le modèle lui-même est mis en évaluation par le calcul d'erreur entre les résultats numériques et les résultats expérimentaux. De ce fait, il est essentiel d'appliquer les mêmes sollicitations hygriques et chargements mécaniques expérimentaux aux bords du volume référent sélectionné pour l'étude numérique.

Concernant les conditions aux limites hygriques, l'état initial sec du matériau correspond à une humidité relative de 0%, et l'état final est de 72% d'humidité relative. Afin de connaître la teneur en eau du matériau qui correspond à 72% d'humidité relative, il faut se référer à la courbe d'isotherme de sorption-désorption du bois d'épicéa, représentée dans la **Figure I.11**. D'après la courbe de sorption, une humidité relative de 72% correspond à 11% de teneur en eau. Donc, les conditions aux limites hygriques utilisées en numérique correspondent à un état initial sec du matériau (0% de teneur en eau) et un flux de 11% de teneur en eau appliqué sur toutes les faces du volume étudié.

Néanmoins, les conditions aux limites mécaniques nécessitent aussi une attention particulière. En effet, ces conditions jouent un rôle primordial dans la validation du modèle en question, qui est du même ordre que le choix du modèle et des paramètres utilisés. Il est donc judicieux d'importer les conditions aux limites expérimentales et de les appliquer sur le cas d'étude numérique. De ce fait, les déplacements dus aux sollicitations hygriques, calculés en corrélation volumique sont implémentés dans le modèle en tant que conditions aux limites sur les faces extérieures du volume étudié. Par la suite, seulement les déplacements des nœuds de la matrice solide sont pris en compte (et non pas la porosité), que ce soit pour l'application des conditions aux limites, ou pour la validation du modèle numérique.

De cette manière, les conditions aux limites hygriques et mécaniques sont identiques aux conditions expérimentales, et les écarts qu'on va calculer entre les déplacements numériques et la corrélation pour chaque jeu de paramètres ne seront dus qu'au choix du modèle.

### **V.5.2 Propriétés hygriques et mécaniques locales**

Une considération particulière est portée aux propriétés hygriques et mécaniques des phases solide et poreuse, qui doivent être attribuées de manière précise, avant d'évaluer l'influence de chacune d'elles sur les résultats numériques.

En effet, les résultats numériques sont dépendants des propriétés hygriques et mécaniques des différentes phases. Le choix de ces dernières va influencer d'une part le chemin de convergence vers les résultats expérimentaux, et d'autre part, la possibilité de trouver des couples de propriétés différents selon l'initialisation, si le minimum est plat (cas d'optimum avec vallée). Il est donc essentiel d'attribuer des paramètres hygriques et mécaniques fiables aux

phases solide et poreuse. Ensuite, le jeu de paramètres initial proposé sert à calculer la sensibilité des résultats par rapport à chaque paramètre. Ceux qui présentent le plus d'influence sur les résultats seront par la suite identifiés. Il est important de noter que le choix de l'algorithme de minimisation peut énormément influencer la vitesse de convergence, ainsi que la convergence elle-même.

Puisqu'on se base sur un modèle hygro-mécanique isotrope local, il s'agit d'attribuer des propriétés hygriques et mécaniques isotropes à chacune des phases.

Concernant les propriétés hygriques, on a adopté les coefficients de diffusion des phases solide et poreuse de  $10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$  et  $2,5 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  respectivement, soit un rapport de  $\frac{D_{\text{matrice solide}}}{D_{\text{porosité}}}$  de 0,004. Ce rapport correspond à une teneur en eau du matériau de 12% (Siau, 1984).

Les paramètres mécaniques jouent un rôle important dans la démarche numérique. En effet, les critères de comparaison entre l'expérimental et le numérique sont tous reliés à la réponse mécanique du matériau. Par contre, seules les parois cellulaires subissent des variations dimensionnelles en fonction de l'humidité relative. Donc, pour les paramètres mécaniques, on va définir uniquement ceux attribués à la matrice solide. Le jeu de paramètres initial qu'on a choisi va être évalué lors du calcul de la sensibilité des paramètres dans la **section V.6**. De ce fait, on a attribué à la phase solide des paramètres mécaniques initiaux qui présentent un ordre de grandeur réaliste. Une valeur de 35 GPa est choisie pour le module d'Young élastique, et une valeur de 0,3 est désignée pour le coefficient de Poisson  $\nu$ . Concernant les déformations hygriques, ils sont calculés à travers le coefficient de gonflement, pour lequel on a attribué une valeur de 0,4. Ainsi, les paramètres qui influent le plus sur la convergence du modèle numérique aux résultats expérimentaux seront par la suite identifiés à travers un algorithme de minimisation.

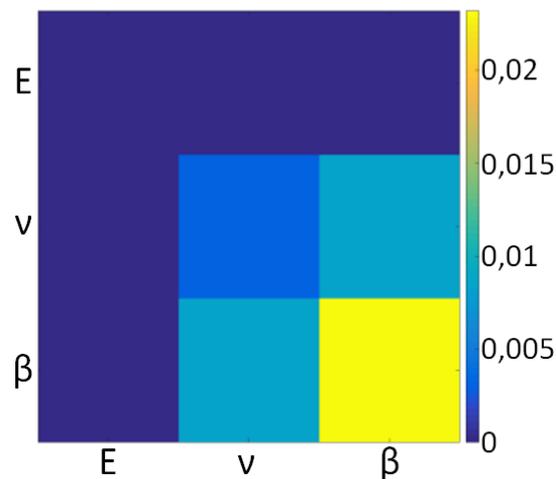
## **V.6 Sensibilité liée au choix des paramètres à identifier**

Cette étape est primordiale afin de choisir les paramètres à identifier. En effet, chaque paramètre peut influencer d'une manière ou d'une autre sur la convergence des résultats numériques et des mesures expérimentales. Par contre, l'identification de tous les paramètres en même temps ne paraît pas un choix judicieux. En effet, un grand nombre de paramètres à

identifier mène d'une part à une augmentation énorme du temps du calcul, et cause d'autre part une diminution des chances de convergence.

Dans ce cas d'étude, on a testé expérimentalement deux paliers d'humidité relative, et les scans sont faits à l'équilibre de masse. De plus, les propriétés mécaniques attribuées à la phase solide sont considérées constantes, et indépendantes de la teneur en eau instantanée des parois cellulaires. De ce fait, la corrélation 3D ne tient compte que du régime permanent, régi par les champs des déplacements à l'état final. Donc, la cinétique des transferts hygriques n'a aucune influence sur les critères de convergence. Ceci dit, tant que dans les simulations, le régime permanent est garanti, il n'y a pas du tout de nécessité de calculer la sensibilité des paramètres hygriques attribués aux deux phases.

En ce qui concerne les paramètres mécaniques de la phase solide, le calcul de sensibilité est achevé pour le module d'Young  $E$ , le coefficient de Poisson  $\nu$  et le coefficient de gonflement  $\beta$ , en utilisant une variation relative de 25% pour chaque paramètre. Le calcul de sensibilité est représenté dans la **Figure V.5**. Ensuite, les paramètres ayant le plus d'influence sur les critères de convergence sont choisis afin qu'ils soient identifiés.



*Figure V.5 : Matrice de sensibilité des paramètres mécaniques : module d'Young  $E$ , coefficient de Poisson  $\nu$  et coefficient de gonflement  $\beta$ .*

Evidemment, le modèle numérique est le plus sensible au coefficient de gonflement  $\beta$ , un peu moins au coefficient de Poisson  $\nu$ , et presque pas sensible du tout au module d'Young  $E$ . Ceci est plutôt attendu, spécialement que les déformations de gonflement sont les plus dominants dans le cas de sollicitations hygriques, à comparer avec les déformations mécaniques (il n'y a pas

de sollicitations mécaniques externes). D'autre part, vu la forte porosité et l'anisotropie du matériau, ainsi que l'application des conditions aux limites mécaniques aux bords du volume, le coefficient de Poisson s'exprime clairement. Puisque l'influence du module d'Young sur les résultats numériques est presque négligeable, l'identification des paramètres ne va donc concerner que le coefficient de gonflement et le coefficient de Poisson.

## V.7 Algorithme de minimisation de Levenberg-Marquardt

Une fois que le calcul de sensibilité des paramètres est achevé, on a identifié les paramètres qui affectent le plus les résultats numériques pour qu'ils soient identifiés. L'utilisation d'un algorithme de minimisation est essentielle pour la convergence numérique aux résultats expérimentaux, à travers l'identification des paramètres.

Ainsi, on a adopté l'algorithme de minimisation de Levenberg-Marquardt (Marquardt, 1963). Il s'agit donc de résoudre l'**Équation V.6**.

$$\Delta p^k = (J^T J + \lambda I)^{-1} J^T R^k \quad \text{Équation V.6}$$

où  $\Delta p$  est la variation des paramètres à identifier,  $J$  est la matrice jacobienne,  $R$  correspond aux résidus de déplacements dont la norme est à minimiser,  $k$  est le numéro de l'itération, et  $\lambda$  représente le terme d'amortissement de Levenberg-Marquardt. Le terme d'amortissement est mis à jour à chaque itération, et joue un rôle important dans la convergence. Si le terme d'amortissement est grand, la variation des paramètres est petite, et l'algorithme de Levenberg-Marquardt tend vers l'algorithme du gradient (Transtrum and Sethna, 2012). Par contre, pour des petites valeurs du terme d'amortissement, l'algorithme utilisé dans ce travail tend vers la méthode de Gauss-Newton, et la convergence vers le minimum local est achevée rapidement (Transtrum and Sethna, 2012).

Dans l'algorithme de minimisation, à chaque itération trois critères sont calculés, qui sont la moyenne par nœud des résidus de déplacements entre l'expérimental et le numérique, dans chacune des trois directions ( $MR_{\text{tangentielle}}$ ,  $MR_{\text{radiale}}$  et  $MR_{\text{longitudinale}}$ ). Ces trois critères sont représentés dans l'**Équation V.7**, l'**Équation V.8** et l'**Équation V.9**.

$$MR_{\text{tangentielle}} = \frac{\text{Somme des résidus de déplacement tangentiel}}{\text{Nombre de noeuds}} \quad \text{Équation V.7}$$

$$MR_{\text{radiale}} = \frac{\text{Somme des résidus de déplacement radial}}{\text{Nombre de noeuds}} \quad \text{Équation V.8}$$

$$MR_{\text{longitudinale}} = \frac{\text{Somme des résidus de déplacement longitudinal}}{\text{Nombre de noeuds}} \quad \text{Équation V.9}$$

Le critère de convergence final adopté ( $\chi^2$ ) est représenté dans l'**Équation V.10**, et il correspond à la norme de ces trois critères (**Équation V.7**, **Équation V.8** et **Équation V.9**).

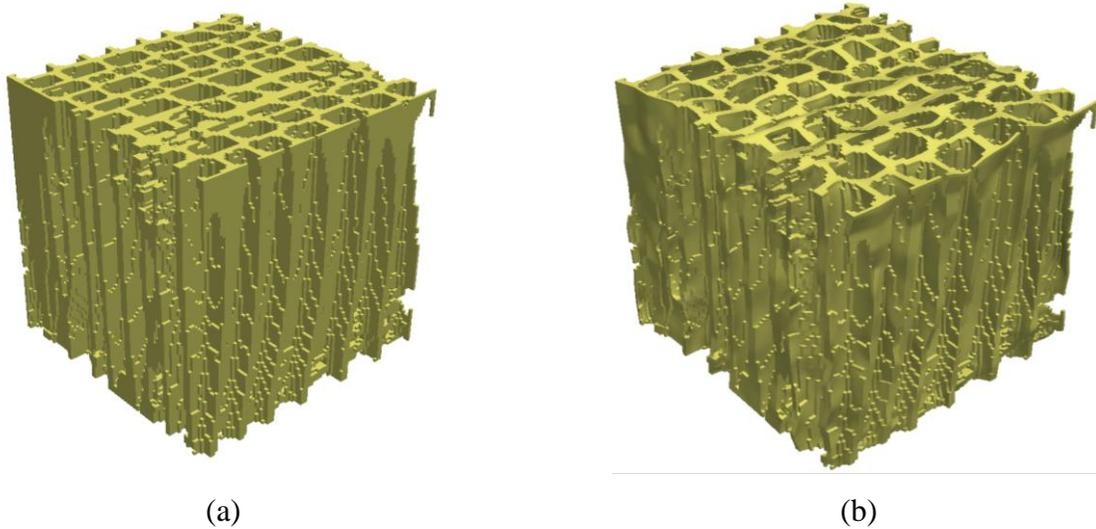
$$\chi^2 = \sqrt{MR_{\text{tangentielle}}^2 + MR_{\text{radiale}}^2 + MR_{\text{longitudinale}}^2} \quad \text{Équation V.10}$$

Afin que la minimisation soit considérée réussie, il faut que le critère de convergence tende idéalement à l'incertitude des résultats de corrélation 3D. Sinon, les paramètres à identifier sont mis à jour régulièrement et l'algorithme de minimisation continue la recherche des bons paramètres. A chaque itération, la matrice jacobienne est calculée de nouveau. L'incrément utilisé pour le calcul du hessien  $J^T J$  est de 2%. D'autre part, une variation maximale de plus ou moins 10% des paramètres à identifier est permise entre deux itérations.

## V.8 Identification des paramètres

On a attribué les choix du modèle, des conditions aux limites, des paramètres hygriques et mécaniques des phases ainsi que des paramètres à identifier. L'identification consiste donc à trouver pour quel jeu des paramètres qu'on va identifier, on arrive à minimiser l'erreur entre les déplacements issus de la corrélation et les déplacements calculés dans la partie numérique. Bien sûr, l'identification est faite en garantissant un jeu de paramètres réaliste, qui assure une modélisation du comportement hygro-mécanique représentative du matériau. Une fois que les paramètres à identifier sont choisis, le calcul de minimisation du critère de convergence peut être lancé. Toutes les simulations, ainsi que l'algorithme de minimisation de Levenberg-Marquardt sont développés sur Cast3m (Bernard-Michel *et al.*, 2004).

Le volume initial utilisé en numérique et le volume final déformé qui correspond à une teneur en eau de 11% sont représentés dans la **Figure V.6**. Les déplacements de la déformée à l'état final sont amplifiés par 5.



*Figure V.6 : Volume initial (humidité relative de 0% et température de 25°C) utilisé en numérique (a) et volume final déformé (humidité relative de 72% et température de 25°C) avec une amplification des déplacements de 5 (b).*

Les champs de résidus des déplacements numériques et de corrélation 3D pour un jeu de paramètres initial sont représentés dans la **Figure V.7**. Les directions tangentielle, radiale et longitudinale sont prises en compte. Ces résultats montrent que globalement, sur le maillage éléments finis, l'écart entre l'expérimental et le numérique n'est pas très grand. Ceci est rassurant, spécialement que lors de la minimisation, ces écarts diminuent encore.

La **Figure V.8** montre la minimisation de l'erreur entre l'expérimentation et le numérique, ainsi que l'identification du coefficient de Poisson  $\nu$  et du coefficient de gonflement  $\beta$  d'une itération à l'autre. Lors de l'évolution de ces paramètres, l'erreur, qui est la norme des résidus ( $\chi^2$ ), a diminué de 0,27 à 0.19 pixels. Néanmoins, elle reste supérieure à l'incertitude de 0,067 pixels, qui correspond au cumul des incertitudes du logiciel de corrélation, du dispositif de micro-tomographie aux rayons X et du logiciel de reconstruction 3D. Les valeurs du coefficient de Poisson et du coefficient de gonflement varient dans ce cas de 0,4 et 0,3 à presque 0,1 et 0,09 respectivement.

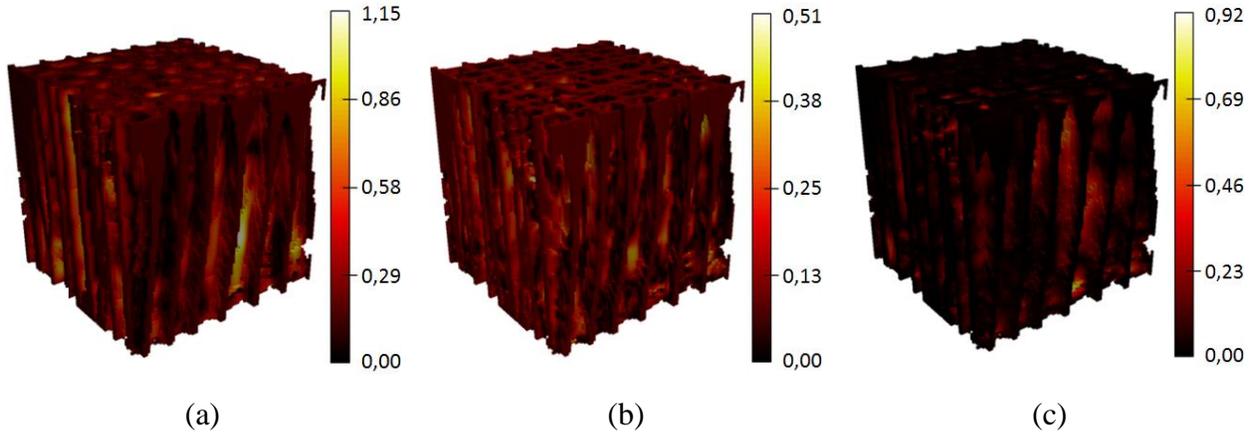


Figure V.7 : Champs de résidus des déplacements numériques et de corrélations volumiques pour un jeu de paramètres initial ( $E=35\text{GPa}$ ;  $\nu=0,3$ ;  $\beta=0,4$ ) : (a) direction tangentielle, (b) direction radiale, (c) direction longitudinale.

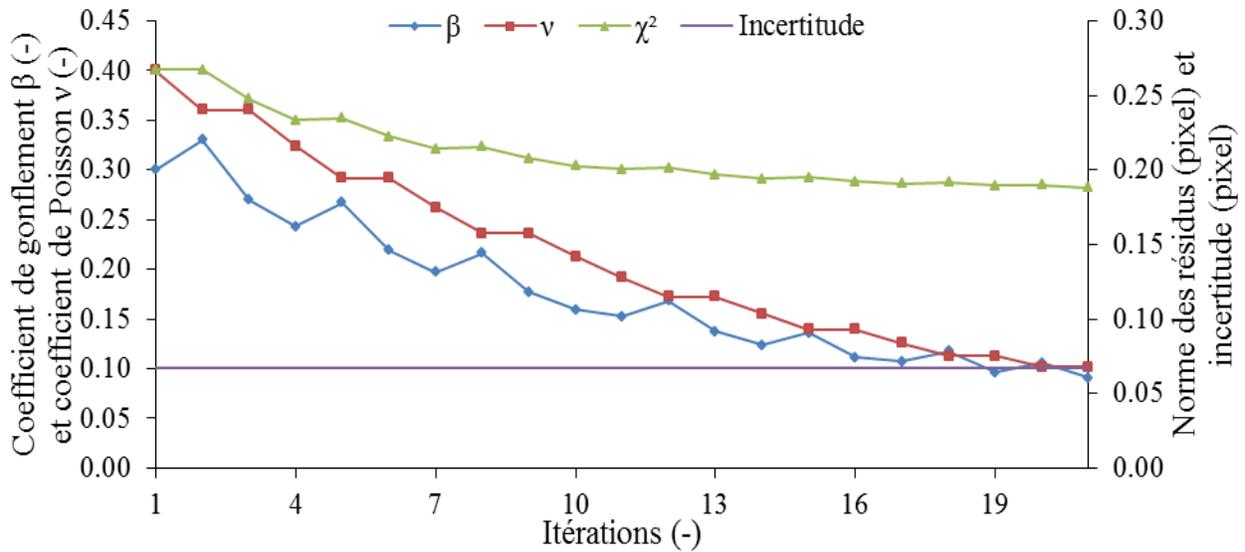


Figure V.8 : Minimisation de l'erreur entre l'expérimentation et le numérique, et identification du coefficient de Poisson  $\nu$  et du coefficient de gonflement  $\beta$ .

Ces résultats montrent une bonne convergence de la norme des résidus, et une estimation physique des paramètres identifiés. Néanmoins, des modifications peuvent être rapportées au modèle utilisé afin de représenter au mieux la structure complexe du bois. Par exemple, il est possible d'utiliser un modèle avec une loi de comportement hygro-mécanique localement anisotrope, ou aussi des paramètres matériaux qui évoluent en fonction de la teneur en eau.

## V.9 Cas localement anisotrope : étude préliminaire

Le bois présente trois directions principales : transversale, radiale et longitudinale. Chacune de ces directions dispose d'une microstructure tellement complexe, avec des propriétés hygriques et mécaniques bien spécifiques. Ceci fait du bois un matériau anisotrope. Cette anisotropie prend place aussi à l'échelle des parois cellulaires.

De ce fait, dans cette partie, on a mené une étude préliminaire, en utilisant un modèle hygro-mécanique élastique localement anisotrope; le but étant d'arriver à reproduire le comportement microscopique de ce matériau, et de converger encore plus par rapport aux résultats expérimentaux.

On va premièrement présenter les propriétés hygriques et mécaniques des phases qu'on a adoptées. Finalement, un calcul de sensibilité des différents paramètres est achevé. Les conditions aux limites sont les mêmes que celles utilisées avec le modèle hygro-mécanique localement isotrope.

### V.9.1 Propriétés hygriques et mécaniques locales

En utilisant un modèle hygro-mécanique localement anisotrope, les paramètres mécaniques des parois cellulaires du bois de printemps doivent être définis dans les trois directions. En effet, les paramètres attribués aux parois cellulaires prennent en compte la composition de ces dernières, ainsi que les propriétés de leurs constituants chimiques. De cette manière, l'anisotropie du bois à l'échelle microscopique sera mieux représentée, et le comportement hygro-mécanique sera mieux maîtrisé.

Les valeurs attribuées dans chaque direction au module d'Young  $E$ , au module de cisaillement  $G$ , au coefficient de Poisson  $\nu$  et au coefficient de gonflement  $\beta$  sont extraits des travaux de (Persson, 2000) et (Rafsanjani *et al.*, 2012a). Elles sont représentées dans le **Tableau V.1**. Ces valeurs sont considérées comme étant les propriétés effectives des parois cellulaires.

*Tableau V.1 : Module d'Young (GPa), module de cisaillement (GPa), coefficient de Poisson (-) et coefficient de gonflement (% $\epsilon$ /%w) des parois cellulaires, implémentés dans le modèle hygro-mécanique localement anisotrope.*

Module d'Young (GPa)	$E_L$	$E_R$	$E_T$
	33,20	7,02	4,36
Module de cisaillement (GPa)	$G_{LR}$	$G_{LT}$	$G_{RT}$
	4,38	1,65	1,18
Coefficient de Poisson (-)	$\nu_{RL}$	$\nu_{TL}$	$\nu_{TR}$
	0,112	0,023	0,403
Coefficient de gonflement (% $\epsilon$ /%w)	$\beta_L$	$\beta_R$	$\beta_T$
	0,01	0,125	0,45

### V.9.2 Sensibilité des paramètres

Comme pour le modèle hygro-mécanique localement isotrope, cette étape est primordiale afin de choisir les bons paramètres à identifier. Elle est même plus importante dans le cas d'un modèle localement anisotrope, afin de réduire le nombre de paramètres à identifier (vu le grand nombre de paramètres d'entrée du modèle). En effet, passer d'un modèle isotrope à un autre anisotrope est sûrement avantageux en termes de précision et de représentativité. Néanmoins, ceci engendre une augmentation de paramètres à identifier, et par conséquent augmente énormément le temps de calcul.

Le calcul de sensibilité concerne dans ce cas les 12 paramètres mécaniques anisotropes cités dans le **Tableau V.1**. Comme pour le modèle isotrope, les paramètres hygriques ne sont pas pris en considération, puisque les scans de tomographie sont faits à l'équilibre de masse. Néanmoins, il faut vérifier numériquement que le régime permanent soit atteint. Ensuite, on va choisir les paramètres qui influencent fortement les critères de convergence pour être identifiés. On a réalisé le calcul de sensibilité en adoptant une variation relative de 25% pour chaque paramètre. Le résultat qui concerne les paramètres mécaniques du modèle anisotrope est représenté dans la **Figure V.9**.

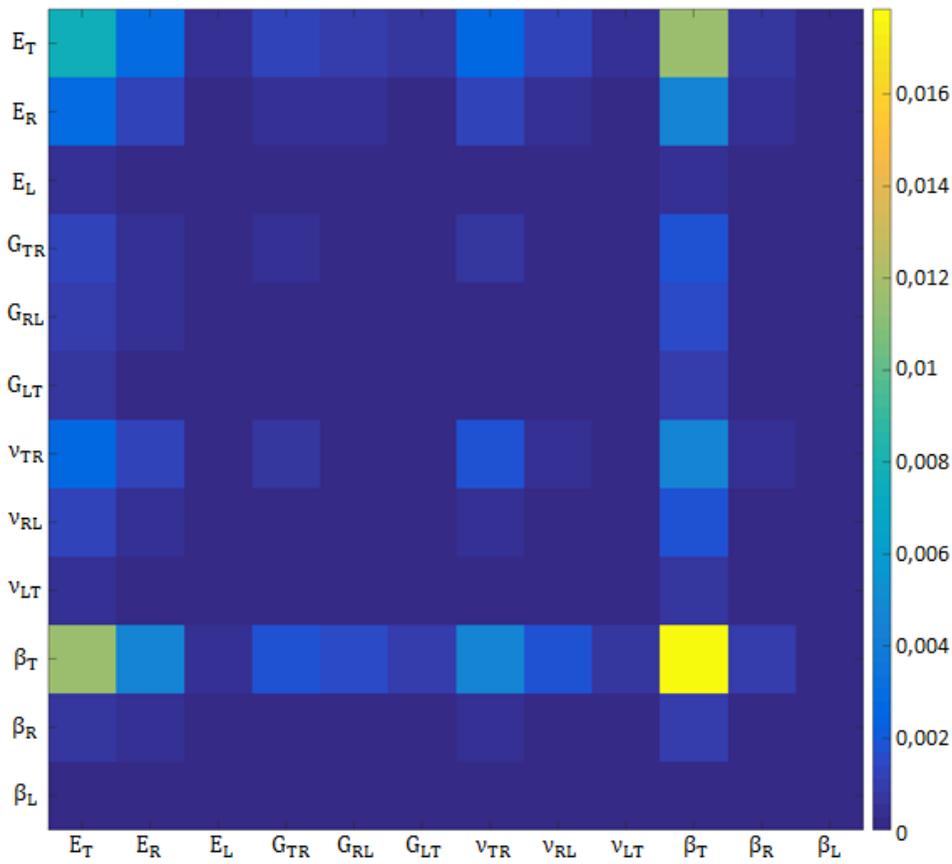


Figure V.9 : Matrice de sensibilité des paramètres mécaniques anisotropes : modules d'Young, coefficients de cisaillement, coefficients de Poisson, et coefficients de gonflement.

Ce résultat montre particulièrement l'influence du coefficient de gonflement tangentiel  $\beta_T$ , qui est largement supérieure que celle des autres paramètres. En effet, ceci est cohérent, vu qu'il s'agit de sollicitations hygriques, et que le coefficient de gonflement tangentiel  $\beta_T$  est suffisamment grand à comparer avec les coefficients de gonflement radial et longitudinal. De plus, les autres paramètres affectent la convergence du numérique et de l'expérimental. Par contre, cette dernière est le plus sensible aux modules d'Young longitudinal  $E_L$  et radial  $E_R$ , au coefficient de cisaillement  $G_{RT}$ , au coefficient de Poisson  $v_{TR}$  et au coefficient de gonflement  $\beta_T$ . De ce fait, l'identification de tous les autres paramètres en même temps n'est pas vraiment nécessaire, spécialement que ceci affecte beaucoup le temps de calcul. Un choix d'identifier les cinq paramètres ayant le plus d'influence sur la convergence du numérique et de l'expérimental est donc fait. Par contre, l'identification des paramètres n'est pas présentée dans ce travail, puisqu'elle fait partie des perspectives de cette thèse.

## V.10 Interprétations générales

La modélisation microscopique du comportement hygro-mécanique du bois n'est pas une tâche évidente. En effet, quelques auteurs s'y sont déjà intéressés. Par contre, la majorité des travaux déjà achevés dans la littérature étaient réalisés sur des structures 2D. D'autre part, plusieurs auteurs ont cherché à modéliser la structure 2D du bois, en se basant essentiellement sur une morphologie reconstruite.

La nouveauté introduite dans ce travail consiste à travailler d'une part en 3D, d'autre part sur la structure réelle du matériau, et finalement valider le modèle proposé en comparant les résultats numériques aux résultats expérimentaux. Ce travail compliqué mais aussi original a nécessité l'implémentation des conditions aux limites expérimentales hygriques et mécaniques (issues de la corrélation volumique) dans la modélisation. De ce fait, on a à priori mené un traitement bien spécifique sur les volumes scannés en micro-tomographie aux rayons X.

Dans un premier temps, on a adopté un modèle hygro-mécanique localement isotrope. Les paramètres identifiés sont le coefficient de Poisson  $\nu$  et le coefficient de gonflement  $\beta$ , et les valeurs trouvées après convergence des calculs sont respectivement 0,1 et 0,09. Quant à l'erreur du modèle, elle a été diminuée de 0,27 à 0,19 pixels. La convergence des résultats est rassurante et satisfaisante. Par contre, l'erreur doit idéalement diminuer jusqu'à l'incertitude du logiciel de corrélation, de la micro-tomographie aux rayons X et du logiciel de reconstruction 3D. Cette incertitude est de 0,067 pixels. De ce fait, d'autres modèles doivent être utilisés afin de mieux converger vers les résultats expérimentaux.

Un autre modèle proposé est le modèle hygro-mécanique localement anisotrope, où les paramètres hygriques et mécaniques des phases solide et poreuse sont attribués dans chacune des directions principales du bois. Vu que le comportement réel du bois est anisotrope, on s'attend à une meilleure convergence des résultats numériques aux résultats expérimentaux. On a réalisé un calcul préliminaire, avec les paramètres matériaux proposés par (Persson, 2000) et (Rafsanjani *et al.*, 2012a). Ce calcul montre une influence marquée du coefficient de gonflement tangentiel  $\beta_T$ , des modules d'Young longitudinal  $E_L$  et radial  $E_R$ , du coefficient de cisaillement  $G_{RT}$ , et du coefficient de Poisson  $\nu_{TR}$ . Il demeure donc essentiel de faire un choix judicieux en ce qui concerne les paramètres à identifier. En effet, l'identification de beaucoup de paramètres en

même temps peut conduire à des problèmes de convergence. Quant au temps de calcul, c'est un facteur qu'il faut obligatoirement prendre en compte. Cette modélisation est sûrement plus réaliste, en considérant un modèle hygro-mécanique localement anisotrope bien représentatif du comportement local des parois cellulaires. Il reste à vérifier de combien une identification des paramètres réussie va diminuer l'erreur, dans le cas d'un modèle anisotrope. La réponse à cette question ne fait malheureusement pas partie de ce manuscrit.

## V.11 Conclusion

Dans ce chapitre, on a mis en place une démarche numérique originale, le but étant de modéliser de manière représentative le comportement hygro-mécanique local de la structure réelle 3D du bois. Le second objectif original était d'utiliser ce modèle pour une identification des paramètres afin de converger vers nos résultats expérimentaux. Ces résultats sont préalablement traités via la corrélation volumique effectuée à deux humidités relatives distinctes.

Pour ce faire, on a réalisé un traitement bien spécifique du volume initial scanné en micro-tomographie aux rayons X (**CHAPITRE II**), qui consiste à seueillir et mailler les phases solide et poreuse. Les résultats de corrélation issus de l'expérimentation ont été projetés sur la phase solide. Une investigation a été aussi achevée pour l'interpolation des déplacements de corrélation volumique sur le maillage par éléments finis.

En premier lieu, on a adopté un modèle hygro-mécanique localement isotrope, on a appliqué les conditions aux limites expérimentales (hygriques et mécaniques) sur le volume numérique, et on a attribué les propriétés hygriques et mécaniques des phases solide et poreuse. Le calcul de sensibilité des paramètres a mené à l'identification du coefficient de Poisson et du coefficient de gonflement attribués aux parois cellulaires. Les valeurs finales des paramètres identifiés sont respectivement 0,1 et 0,09. Par contre, des efforts doivent être faits afin d'avoir une meilleure convergence entre les résultats numériques et expérimentaux.

En deuxième lieu, on a proposé une étude préliminaire qui consiste à adopter un modèle hygro-mécanique anisotrope. La validation de ce modèle à l'échelle des parois cellulaires est coûteuse en termes de temps de calculs et de paramètres à identifier. Par contre, il demeure intéressant de s'y mettre, afin de garantir une meilleure convergence vers les résultats

expérimentaux quantifiés par corrélation volumique. Cette tâche fait partie des perspectives du présent travail.

La clôture de ce dernier chapitre pose plusieurs questions ouvertes sur les travaux expérimentaux et numériques du comportement couplé des matériaux biosourcés, et en particulier du bois d'épicéa. Les perspectives les plus importantes portent sur une modélisation plus représentative du comportement hygro-mécanique du bois, ainsi que sur la prise en compte de l'aspect thermique.



## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

---

L'objectif principal de ce travail de thèse était l'étude du couplage hygro-mécanique du bois d'épicéa à l'échelle microscopique pour mieux appréhender son comportement à l'échelle macroscopique.

L'originalité de ce travail demeure dans plusieurs aspects. D'une part, il s'agit d'une étude microscopique approfondie du comportement hygro-mécanique du bois d'épicéa, qui a révélé beaucoup d'informations constructives à propos des phénomènes physiques locaux. Ceci a nécessité l'utilisation de plusieurs dispositifs expérimentaux, très peu adoptés pour les matériaux biosourcés, et rarement abordés en fonction de l'état hygrique du matériau : la micro-tomographie aux rayons X, la résonance magnétique nucléaire et la diffraction aux rayons X. Tous ces travaux ont entraîné la mise en place de montages bien spécifiques pour l'élaboration des essais en fonction de l'humidité relative.

D'autre part, on a mis en place une démarche numérique originale pour la validation de la modélisation du comportement hygro-mécanique du bois d'épicéa sur la structure réelle 3D. Cette approche englobe l'utilisation de volumes scannés en micro-tomographie aux rayons X, l'implémentation des champs de déplacements correspondants calculés par corrélation d'images volumique, et l'application d'un algorithme de minimisation pour la validation du modèle.

On a premièrement réalisé une caractérisation morphologique fine du bois de printemps et du bois d'été en adoptant une résolution de  $0,5 \mu\text{m}/\text{pixel}$ , considérée parmi les plus hautes obtenues lors de la caractérisation des matériaux biosourcés. Ainsi, le développement d'une méthode d'individualisation de lumens a permis d'apprécier les différentes propriétés de la complexité géométrique, ainsi que la forte anisotropie de ce matériau.

De plus, on a évoqué dans ce travail la grande complexité des phénomènes qui prennent place à l'échelle microscopique. En effet, dans le cycle de sorption, on a montré qu'en absence d'eau libre, les parois cellulaires gonflent notamment dans le plan tangentiel-radial. Ceci engendre une augmentation des diamètres des lumens, de la porosité et de la surface spécifique du matériau, tandis qu'il mène à une diminution des épaisseurs des parois cellulaires. On a révélé que ce comportement est dû au rétrécissement des distances interréticulaires de la cellulose

cristalline. Ce phénomène est probablement causé par les contraintes de compression exercées à partir du gonflement des constituants amorphes des parois cellulaires.

D'autre part, on a montré que l'eau libre s'installe dans le matériau bien avant que les parois cellulaires soient saturées en eau liée. On a donc révélé que la notion de point de saturation des fibres n'est pas toujours valable, et nécessite une réévaluation.

Quant à la démarche numérique développée, elle a premièrement consisté à évaluer par corrélation d'images volumiques la réponse mécanique suite aux sollicitations hygriques des volumes scannés en micro-tomographie aux rayons X. Ces volumes ne contiennent pas d'eau libre dans la porosité, et correspondent à un état sec et à une humidité relative de 72%. Le calcul de déformation montre que le gonflement est le plus marqué dans la direction tangentielle (3,75%) et un peu moins dans la direction radiale (1,6%). Ainsi, les champs de déplacement implémentés dans la démarche numérique sont calculés sans régularisation mécanique, afin de prendre en considération l'aspect poreux, anisotrope et hétérogène du bois. On a donc adopté un modèle hygro-mécanique localement isotrope du matériau, qu'on a appliqué sur la structure réelle maillée. La particularité de la démarche numérique adoptée concerne aussi l'application des conditions hygriques et mécaniques expérimentaux aux bords du maillage. L'utilisation de l'algorithme de minimisation de Levenberg-Marquardt a permis la convergence des résultats numériques aux résultats expérimentaux. Ainsi, les valeurs finales identifiées du coefficient de Poisson et du coefficient de gonflement sont respectivement 0,1 et 0,09.

Finalement, on a réalisé une étude préliminaire en utilisant un modèle hygro-mécanique localement anisotrope, pour lequel on a effectué un calcul de sensibilité des paramètres du modèle.

Ces travaux de thèse ouvrent plusieurs perspectives, dans la complémentarité des études réalisées, tant au niveau de la caractérisation expérimentale, qu'au niveau de la modélisation du comportement des matériaux biosourcés :

- Une première perspective consiste à évaluer le comportement expérimental d'autres espèces de bois (résineux et feuillus). En effet, il est important de vérifier le comportement local des parois cellulaires et des lumens, et leur interaction avec

- l'humidité, afin d'effectuer des interprétations globales du bois et développer un modèle général pour ce matériau.
- Dans ce travail, on s'est focalisé sur le comportement hygro-mécanique du bois d'épicéa. Par contre, ce matériau présente un fort couplage thermo-hygro-mécanique, qui mérite d'être maîtrisé. Il est donc essentiel d'évaluer le comportement de la structure microscopique du bois soumise à des sollicitations thermiques. Pour ce faire, on se propose d'évaluer ce couplage, en utilisant des dispositifs bien adaptés en micro-tomographie aux rayons X.
  - On a révélé la nécessité que le point de saturation des fibres soit réévalué. La résonance magnétique nucléaire, adoptée dans ce travail, a donné des résultats très constructifs et satisfaisants. Ainsi, plusieurs paliers d'humidité relative compris dans la zone hygroscopique doivent être étudiés en utilisant cette technique. De cette manière, on aura une idée beaucoup plus claire et précise sur la cinétique de transfert de l'eau liée et de l'eau libre au sein du bois.
  - On a mis en place une démarche qui consiste à coupler les résultats numériques aux mesures expérimentales à travers la corrélation d'images volumiques et la micro-tomographie aux rayons X, afin d'identifier les propriétés intrinsèques des phénomènes et du matériau. On a validé cette démarche en utilisant un modèle hygro-mécanique localement isotrope. Par contre, le bois est un matériau anisotrope. De ce fait, il serait intéressant de modéliser son comportement par un modèle hygro-mécanique localement anisotrope. On a déjà présenté dans le **CHAPITRE V** une étude préliminaire, dans laquelle on a évalué la sensibilité des paramètres de ce modèle, comme première étape envers la réalisation de cette perspective.
  - La démarche numérique qu'on a mise en place fait partie de l'originalité de ce travail. Il est donc intéressant de s'en servir pour d'autres cas d'études : autres matériaux, autres lois de comportement...

# BIBLIOGRAPHIE

## BIBLIOGRAPHIE

---

Abahri, K., Belarbi, R., and El Hachem, C. (2015). *Caractérisation macro-hydrauliques des matériaux biosourcés* (Bayonne, France: Rencontres Universitaires de Génie Civil).

Abahri, K., Bennacer, R., and Belarbi, R. (2016). Sensitivity analyses of convective and diffusive driving potentials on combined heat air and mass transfer in hygroscopic materials. *Numer. Heat Transf. Part Appl.* *69*, 1079–1091.

Agoua, E., Zohoun, S., and Perré, P. (2001). A double climatic chamber used to measure the diffusion coefficient of water in wood in unsteady-state conditions: determination of the best fitting method by numerical simulation. *Int. J. Heat Mass Transf.* *44*, 3731–3744.

Almeida, G. (2006). *Influence de la structure du bois sur ses propriétés physico-mécaniques à des teneurs en humidité élevées*. Thèse de doctorat. Université Laval.

Almeida, G., and Hernández, R.E. (2006). Changes in physical properties of tropical and temperate hardwoods below and above the fiber saturation point. *Wood Sci. Technol.* *40*, 599–613.

Almeida, G., and Hernández, R.E. (2007). Changes in physical properties of yellow birch below and above the fiber saturation point. *Wood Fiber Sci.* *38*, 74–83.

Almeida, G., Leclerc, S., and Perre, P. (2008). NMR imaging of fluid pathways during drainage of softwood in a pressure membrane chamber. *Int. J. Multiph. Flow* *34*, 312–321.

Almeida, G., Huber, F., and Perré, P. (2014). Free shrinkage of wood determined at the cellular level using an environmental scanning electron microscope. *Maderas Cienc. Tecnol.* *16*, 187–198.

Badel, E., and Perré, P. (2001). Using a digital X-ray imaging device to measure the swelling coefficients of a group of wood cells. *NDT E Int.* *34*, 345–353.

Bay, B.K., Smith, T.S., Fyhrie, D.P., and Saad, M. (1999). Digital volume correlation: Three-dimensional strain mapping using X-ray tomography. *Exp. Mech.* *39*, 217–226.

Bernard-Michel, G., Le Potier, C., Beccantini, A., Gounand, S., and Chraïbi, M. (2004). The andra complex 1 test case: comparisons between finite-element, mixed hybrid finite element and finite volume element discretizations. *Comput. Geosci.* *8*, 187–201.

Besnard, G., Hild, F., and Roux, S. (2006). “Finite-element” displacement fields analysis from digital images: application to Portevin–Le Châtelier bands. *Exp. Mech.* *46*, 789–803.

Bodig, J., and Jayne, B.A. (1982). *Mechanics of wood and wood composites* (Van Nostrand Reinhold).

- Borgia, G.C., Brown, R.J.S., and Fantazzini, P. (2000). Uniform-penalty inversion of multiexponential decay data: II. Data spacing, T2 data, systematic data errors, and diagnostics. *J. Magn. Reson.* *147*, 273–285.
- Bornert, M., Chaix, J.-M., Doumalin, P., Dupré, J.-C., Fournel, T., Jeulin, D., Maire, E., Moreaud, M., and Moulinec, H. (2004). Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l'analyse des matériaux et des structures. *Instrum. Mes. Métrologie* *4*, 43–88.
- Bouterf, A., Roux, S., Hild, F., Adrien, J., Maire, E., and Meille, S. (2014). Digital volume correlation applied to X-ray tomography images from spherical indentation tests on lightweight gypsum. *Strain* *50*, 444–453.
- Brownstein, K.R., and Tarr, C.E. (1979). Importance of classical diffusion in NMR studies of water in biological cells. *Phys. Rev. A* *19*, 2446–2453.
- Brun, E., Vicente, J., Topin, F., Occelli, R., and Clifton, M.J. (2009). Microstructure and transport properties of cellular materials: representative volume element. *Adv. Eng. Mater.* *11*, 805–810.
- Buchanan, A.H., and Levine, S.B. (1999). Wood-based building materials and atmospheric carbon emissions. *Environ. Sci. Policy* *2*, 427–437.
- Cave, I.D. (1978). Modelling moisture-related mechanical properties of wood Part I: Properties of the wood constituents. *Wood Sci. Technol.* *12*, 75–86.
- Chafe, S.C. (1987). Collapse, volumetric shrinkage, specific gravity and extractives in Eucalyptus and other species. *Wood Sci. Technol.* *21*, 27–41.
- Choong, E.T., and Achmadi, S.S. (1991). Effect of extractives on moisture sorption and shrinkage in tropical woods. *Wood Fiber Sci.* *23*, 185–196.
- Chu, T.C., Ranson, W.F., and Sutton, M.A. (1985). Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics. *Exp. Mech.* *25*, 232–244.
- Conseils thermiques (2017). Comparatif des matériaux isolants (Conseils Thermiques).
- Cousins, W.J. (1976). Elastic modulus of lignin as related to moisture content. *Wood Sci. Technol.* *10*, 9–17.
- Cousins, W.J. (1978). Young's modulus of hemicellulose as related to moisture content. *Wood Sci. Technol.* *12*, 161–167.
- Cripps, A., Handyside, Rcihard, Dewar, Liam, and Fovargue, Jonathan (2004). Crops in construction handbook (CIRIA).
- CSTB (2010). Prescrire le bois dans les bâtiments de demain (Centre Scientifique et Technique du Bâtiment).

- CSTB (2016). Les économies d'énergie dans le bâtiment (Centre Scientifique et Technique du Bâtiment).
- Cyr, M., Husson, B., and Carles-Gibergue, A. (1998). Détermination, par diffraction des rayons X, de la teneur en phase amorphe de certains matériaux minéraux. *J. Phys. IV* 8, 23–30.
- Derome, D., Griffa, M., Koebel, M., and Carmeliet, J. (2011). Hysteretic swelling of wood at cellular scale probed by phase-contrast X-ray tomography. *J. Struct. Biol.* 173, 180–190.
- Derome, D., Rafsanjani, A., Hering, S., Dressler, M., Patera, A., Lanvermann, C., Sedighi-Gilani, M., Wittel, F.K., Niemz, P., and Carmeliet, J. (2013). The role of water in the behavior of wood. *J. Build. Phys.* 36, 398–421.
- Djolani, B. (1972). Hystérèse et effets de second ordre de la sorption d'humidité dans le bois aux températures de 5°, 21°, 35°, 50° C. *Ann. Sci. For.* 29, 465–474.
- Dodoo, A., Gustavsson, L., and Sathre, R. (2012). Effect of thermal mass on life cycle primary energy balances of a concrete- and a wood-frame building. *Appl. Energy* 92, 462–472.
- Du, S., and Yamamoto, F. (2007). An overview of the biology of reaction wood formation. *J. Integr. Plant Biol.* 49, 131–143.
- EDF (2015). Il était une fois les réglementations thermiques... (Electricité de France).
- Eitelberger, J., and Hofstetter, K. (2011). A comprehensive model for transient moisture transport in wood below the fiber saturation point: Physical background, implementation and experimental validation. *Int. J. Therm. Sci.* 50, 1861–1866.
- El Hachem, C., Ye, P., Abahri, K., and Bennacer, R. (2017). Fiber's hygromorphic effect on thermal conductivity of wooden fibrous insulation characterized by X-ray tomography. *Constr. Build. Mater.* 150, 758–765.
- Engelhardt, F. (1979). Untersuchungen über die wasserdampfsorption durch buchenholz im temperaturbereich von 110 bis 170°C. *Holz Als Roh- Werkst.* 37, 99–112.
- Fang, W.-Z., Chen, L., Gou, J.-J., and Tao, W.-Q. (2016). Predictions of effective thermal conductivities for three-dimensional four-directional braided composites using the lattice Boltzmann method. *Int. J. Heat Mass Transf.* 92, 120–130.
- Farruggia, F., and Perré, P. (2000). Microscopic tensile tests in the transverse plane of earlywood and latewood parts of spruce. *Wood Sci. Technol.* 34, 65–82.
- Forsberg, F., Sjö Dahl, M., Mooser, R., Hack, E., and Wyss, P. (2010). Full three-dimensional strain measurements on wood exposed to three-point bending: Analysis by use of digital volume correlation applied to synchrotron radiation micro-computed tomography image data. *Strain* 46, 47–60.

- Fourmentin, M., Faure, P., Pelupessy, P., Sarou-Kanian, V., Peter, U., Lesueur, D., Rodts, S., Daviller, D., and Coussot, P. (2016). NMR and MRI observation of water absorption/uptake in hemp shives used for hemp concrete. *Constr. Build. Mater.* *124*, 405–413.
- Goulet, M., and Hernández, R. (1991). Influence of moisture sorption on the strength of sugar maple wood in tangential tension. *Wood Fiber Sci.* *23*, 197–206.
- Guitard, D. (1987). *Mécanique du matériau bois et composites* (Toulouse, France).
- Harrington, J.J., Booker, R., and Astley, R.J. (1998). Modelling the elastic properties of softwood Part I: The cell-wall lamellae. *Holz Als Roh- Werkst.* *1*, 37–41.
- Hartler, N., and Nyrén, J. (1970). Transverse compressibility of pulp fibers II: Influence of cooking method, yield, beating, and drying. *Tappi* *53*, 820–823.
- Hernández, R.E., and Bizoň, M. (1994). Changes in shrinkage and tangential compression strength of sugar maple below and above the fiber saturation point. *Wood Fiber Sci.* *26*, 360–369.
- Hernández, R.E., and Cáceres, C.B. (2010). Magnetic resonance microimaging of liquid water distribution in sugar maple wood below fiber saturation point. *Wood Fiber Sci.* *42*, 259–272.
- Hild, F., and Roux, S. (2006). Digital image correlation: from displacement measurement to identification of elastic properties – a review. *Strain* *42*, 69–80.
- Jeong, G.Y., and Park, M.J. (2016). Evaluate orthotropic properties of wood using digital image correlation. *Constr. Build. Mater.* *113*, 864–869.
- Ju, X., Bowden, M., Brown, E.E., and Zhang, X. (2015). An improved X-ray diffraction method for cellulose crystallinity measurement. *Carbohydr. Polym.* *123*, 476–481.
- Keeler, J. (2011). *Understanding NMR spectroscopy* (John Wiley & Sons).
- Koivu, V., Decain, M., Geindreau, C., Mattila, K., Bloch, J.-F., and Kataja, M. (2009). Transport properties of heterogeneous materials. Combining computerised X-ray micro-tomography and direct numerical simulations. *Int. J. Comput. Fluid Dyn.* *23*, 713–721.
- Kollmann, F.F.P., and Côte, W.A. (1968). *Principles of wood science and technology* (Solid Wood).
- Krause, C., Déry Bouchard, C.-A., Plourde, P.-Y., and Mailly, D. (2013). Compression wood and stem horizontal displacement in black spruce and Jack pine plantations in the boreal forest. *For. Ecol. Manag.* *302*, 154–162.
- Kulasinski, K., Keten, S., Churakov, S.V., Guyer, R., Carmeliet, J., and Derome, D. (2014). Molecular mechanism of moisture-induced transition in amorphous cellulose. *ACS Macro Lett.* *3*, 1037–1040.

- Kulasinski, K., Guyer, R., Derome, D., and Carmeliet, J. (2015). Water adsorption in wood microfibril-hemicellulose system: role of the crystalline-amorphous interface. *Biomacromolecules* 16, 2972–2978.
- Künzel, H.M., Holm, A., Zirkelbach, D., and Karagiozis, A.N. (2005). Simulation of indoor temperature and humidity conditions including hygrothermal interactions with the building envelope. *Sol. Energy* 78, 554–561.
- Kwiatkowski, J., Woloszyn, M., and Roux, J.J. (2009). Modelling of hysteresis influence on mass transfer in building materials. *Build. Environ.* 44, 633–642.
- Lagüela, S., Bison, P., Peron, F., and Romagnoni, P. (2015). Thermal conductivity measurements on wood materials with transient plane source technique. *Thermochim. Acta* 600, 45–51.
- Landis, E.N., and Keane, D.T. (2010). X-ray microtomography. *Mater. Charact.* 61, 1305–1316.
- Langford, J.I., and Louër, D. (1996). Powder diffraction. *Rep. Prog. Phys.* 59, 131.
- Lawrence, M. (2014). The use of bio-based materials to reduce the environmental impact of construction. In *International Congress on Materials and Structural Stability*, (University of Bath), p. 136.
- Leclerc, H., Périé, J.-N., Roux, S., and Hild, F. (2009). Integrated digital image correlation for the identification of mechanical properties. In *Computer Vision/Computer Graphics Collaboration Techniques*, (Springer, Berlin, Heidelberg), pp. 161–171.
- Leclerc, H., Périé, J.-N., Roux, S., and Hild, F. (2011). Voxel-scale digital volume correlation. *Exp. Mech.* 51, 479–490.
- Leclerc, H., Périé, J.-N., Hild, F., and Roux, S. (2012). Digital volume correlation: what are the limits to the spatial resolution? *Mech. Ind.* 13, 361–371.
- Lekounougou, S.-T. (2008). Evaluation et compréhension des mécanismes fongiques impliqués dans la dégradation du bois. Thèse de doctorat. Université Nancy 1.
- Lelievre, D., Colinart, T., and Glouannec, P. (2014). Hygrothermal behavior of bio-based building materials including hysteresis effects: Experimental and numerical analyses. *Energy Build.* 84, 617–627.
- Liang, T., Meihua, W., Sufen, H., and Mingshu, T. (1997). Method to evaluate the reactivity of microcrystalline quartz in carbonate rock. *Adv. Cem. Res.* 9, 55–63.
- Light, L.B., Huebner, J.S., and Vergenz, R.A. (1994). How does light absorption intensity depend on molecular size? *J. Chem. Educ.* 71, 105.
- Louërat, M. (2017). Modélisation par la méthode Lattice Boltzmann de la diffusion de chaleur et d'humidité dans des matériaux biosourcés à partir de leur morphologie 3D. Thèse de doctorat. Université Paris-Saclay.

- Lux, J., Ahmadi, A., Gobbé, C., and Delisée, C. (2006). Macroscopic thermal properties of real fibrous materials: Volume averaging method and 3D image analysis. *Int. J. Heat Mass Transf.* *49*, 1958–1973.
- Magalhães, S.M.C., Leal, V.M.S., and Horta, I.M. (2016). Predicting and characterizing indoor temperatures in residential buildings: Results from a monitoring campaign in Northern Portugal. *Energy Build.* *119*, 293–308.
- Maire, E., Buffière, J.Y., Salvo, L., Blandin, J.J., Ludwig, W., and Létang, J.M. (2001). On the application of X-ray microtomography in the field of materials science. *Adv. Eng. Mater.* *3*, 539–546.
- Mäkinen, H., Jaakkola, T., Piispanen, R., and Saranpää, P. (2007). Predicting wood and tracheid properties of Norway spruce. *For. Ecol. Manag.* *241*, 175–188.
- Malmquist, L. (1959). Die wasserdampfsorption des holzes vom standpunkt einer neuen sorptionstheorie. *Holz Als Roh- Werkst.* *17*, 171–178.
- Mark, R.E. (1967). *Cell wall mechanics of tracheids (USA: Yale University Press)*.
- Marquardt, D. (1963). An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. *J. Soc. Ind. Appl. Math.* *11*, 431–441.
- Matsuo, M., Sawatari, C., Iwai, Y., and Ozaki, F. (1990). Effect of orientation distribution and crystallinity on the measurement by x-ray diffraction of the crystal lattice moduli of cellulose I and II. *Macromolecules* *23*, 3266–3275.
- Mayo, S.C., Chen, F., and Evans, R. (2010). Micron-scale 3D imaging of wood and plant microstructure using high-resolution X-ray phase-contrast microtomography. *J. Struct. Biol.* *171*, 182–188.
- Mazeau, K. (2015). The hygroscopic power of amorphous cellulose: A modeling study. *Carbohydr. Polym.* *117*, 585–591.
- Méité, M., Dubois, F., Pop, O., and Absi, J. (2013). Mixed mode fracture properties characterization for wood by Digital Images Correlation and Finite Element Method coupling. *Eng. Fract. Mech.* *105*, 86–100.
- Menon, R.S., MaCkay, A.L., Hailey, J.R.T., Bloom, M., Burgess, A.E., and Swanson, J.S. (1987). An NMR determination of the physiological water distribution in wood during drying. *J. Appl. Polym. Sci.* *33*, 1141–1155.
- Merakeb, S. (2006). *Modélisation des structures en bois en environnement variable. Thèse de doctorat. Université de Limoges.*
- Mouchot, N., Wehrer, A., Bucur, V., and Zoulalian, A. (2000). Détermination indirecte des coefficients de diffusion de la vapeur d'eau dans les directions tangentielle et radiale du bois de hêtre. *Ann. For. Sci.* *57*, 793–801.

- Moutee, M. (2006). Modélisation du comportement mécanique du bois au cours du séchage. Thèse de doctorat. Université Laval.
- Moutee, M., Fafard, M., Fortin, Y., and Laghdir, A. (2007). Modeling the creep behavior of wood cantilever loaded at free end during drying. *Wood Fiber Sci.* 37, 521–534.
- Müller, C. (1998). The Radon Transform. In *Analysis of Spherical Symmetries in Euclidean Spaces*, (Springer, New York, NY), pp. 173–193.
- Neagu, R.C., and Gamstedt, E.K. (2007). Modelling of effects of ultrastructural morphology on the hygroelastic properties of wood fibres. *J. Mater. Sci.* 42, 10254–10274.
- Nikishkov, Y., Seon, G., Makeev, A., and Shonkwiler, B. (2016). In-situ measurements of fracture toughness properties in composite laminates. *Mater. Des.* 94, 303–313.
- Nishino, T., Takano, K., and Nakamae, K. (1995). Elastic modulus of the crystalline regions of cellulose polymorphs. *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.* 33, 1647–1651.
- Noack, D., Schwab, E., and Bartz, A. (1973). Characteristics for a judgment of the sorption and swelling behavior of wood. *Wood Sci. Technol.* 7, 218–236.
- Olek, W., Perré, P., and Weres, J. (2005). Inverse analysis of the transient bound water diffusion in wood. *Holzforschung* 59, 38–45.
- Osanyintola, O.F., and Simonson, C.J. (2006). Moisture buffering capacity of hygroscopic building materials: Experimental facilities and energy impact. *Energy Build.* 38, 1270–1282.
- Page, D.H., Elhosseiny, F., Winkler, K., and Lancaster, A.P.S. (1977). Elastic modulus of single wood pulp fibers. *Tappi* 60, 114–117.
- Park, S., Baker, J.O., Himmel, M.E., Parilla, P.A., and Johnson, D.K. (2010). Cellulose crystallinity index: measurement techniques and their impact on interpreting cellulase performance. *Biotechnol. Biofuels* 3, 10.
- Patera, A., Derome, D., Griffa, M., and Carmeliet, J. (2013). Hysteresis in swelling and in sorption of wood tissue. *J. Struct. Biol.* 182, 226–234.
- Perré, P., and Turner, I. (2005a). Determination of the material property variations across the growth ring of softwood for use in a heterogeneous drying model. Part 2. Use of homogenisation to predict bound liquid diffusivity and thermal conductivity. *Holzforschung* 55, 417–425.
- Perré, P., and Turner, I. (2005b). Determination of the material property variations across the growth ring of softwood for use in a heterogeneous drying model. Part 1. Capillary pressure, tracheid model and absolute permeability. *Holzforschung* 55, 318–323.
- Perré, P., Almeida, G., Ayouz, M., and Frank, X. (2016). New modelling approaches to predict wood properties from its cellular structure: image-based representation and meshless methods. *Ann. For. Sci.* 73, 147–162.

- Persson, K. (2000). Micromechanical modelling of wood and fibre properties. Thèse de doctorat. Division of Structural Mechanics, Lund Institute of Technology.
- Pierre, F. (2011). Traitement thermique du bois en vue de sa valorisation énergétique : effet de l'intensité de traitement sur la composition chimique, les propriétés énergétiques et la résilience mécanique. Thèse de doctorat. AgroParisTech.
- Pierre, T., Colinart, T., and Glouannec, P. (2014). Measurement of thermal properties of biosourced building materials. *Int. J. Thermophys.* 35, 1832–1852.
- Piot, A., Woloszyn, M., Brau, J., and Abele, C. (2011). Experimental wooden frame house for the validation of whole building heat and moisture transfer numerical models. *Energy Build.* 43, 1322–1328.
- Rafsanjani, A., Derome, D., Wittel, F.K., and Carmeliet, J. (2012a). Computational up-scaling of anisotropic swelling and mechanical behavior of hierarchical cellular materials. *Compos. Sci. Technol.* 72, 744–751.
- Rafsanjani, A., Derome, D., and Carmeliet, J. (2012b). The role of geometrical disorder on swelling anisotropy of cellular solids. *Mech. Mater.* 55, 49–59.
- Rafsanjani, A., Lanvermann, C., Niemz, P., Carmeliet, J., and Derome, D. (2013a). Multiscale analysis of free swelling of Norway spruce. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 54, 70–78.
- Rafsanjani, A., Derome, D., and Carmeliet, J. (2013b). Micromechanics investigation of hygro-elastic behavior of cellular materials with multi-layered cell walls. *Compos. Struct.* 95, 607–611.
- Rafsanjani, A., Lanvermann, C., Niemz, P., Carmeliet, J., and Derome, D. (2013c). Multiscale analysis of free swelling of Norway spruce. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 54, 70–78.
- Rannou, J., Limodin, N., Réthoré, J., Gravouil, A., Ludwig, W., Baietto-Dubourg, M.-C., Buffière, J.-Y., Combescure, A., Hild, F., and Roux, S. (2010). Three dimensional experimental and numerical multiscale analysis of a fatigue crack. *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* 199, 1307–1325.
- Repellin, V., and Guyonnet, R. (2005). Evaluation of heat-treated wood swelling by differential scanning calorimetry in relation to chemical composition. *Holzforschung* 59, 28–34.
- Réthoré, J. (2010). A fully integrated noise robust strategy for the identification of constitutive laws from digital images. *Int. J. Numer. Methods Eng.* 84, 631–660.
- Réthoré, J., Tinnes, J.-P., Roux, S., Buffière, J.-Y., and Hild, F. (2008). Extended three-dimensional digital image correlation (X3D-DIC). *Comptes Rendus Mécanique* 336, 643–649.
- Rice, O.K. (1955). Molecular theory of gases and liquids. *J. Am. Chem. Soc.* 77, 2031–2032.
- Roux, S., Hild, F., Viot, P., and Bernard, D. (2008). Three-dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 39, 1253–1265.

- Roux, S., Hild, F., and Leclerc, H. (2012). Mechanical assistance to DIC. *Procedia IUTAM* 4, 159–168.
- Sakurada, I., Nukushina, Y., and Ito, T. (1962). Experimental determination of the elastic modulus of crystalline regions in oriented polymers. *J. Polym. Sci.* 57, 651–660.
- Salmén, L. (2004). Micromechanical understanding of the cell-wall structure. *C. R. Biol.* 327, 873–880.
- Sedighi Gilani, M., Boone, M.N., Mader, K., and Schwarze, F.W.M.R. (2014). Synchrotron X-ray micro-tomography imaging and analysis of wood degraded by *Physisporinus vitreus* and *Xylaria longipes*. *J. Struct. Biol.* 187, 149–157.
- Siau, J.F. (1984). *Transport processes in wood* (New York: Springer-Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co. K).
- Siau, J.F. (1995). *Wood: influence of moisture on physical properties* (Dept. of Wood Science and Forest Products, Virginia Polytechnic Institute and State University).
- Simo-Tagne, M., Rémond, R., Rogaume, Y., Zoulalian, A., and Bonoma, B. (2016). Modeling of coupled heat and mass transfer during drying of tropical woods. *Int. J. Therm. Sci.* 109, 299–308.
- Simpson, W.T. (1993). Determination and use of moisture diffusion coefficient to characterize drying of northern red oak (*Quercus rubra*). *Wood Sci. Technol.* 27, 409–420.
- Skaar, C. (1984). Wood-water relationships. In *The Chemistry of Solid Wood*, (American Chemical Society), pp. 127–172.
- Smith, T.S., Bay, B.K., and Rashid, M.M. (2002). Digital volume correlation including rotational degrees of freedom during minimization. *Exp. Mech.* 42, 272–278.
- SOeS (2016). *Repères - Chiffres clés de l'énergie* (Commissariat général au développement durable - Service de l'Observation et des Statistiques).
- Spitz, C., Mora, L., Wurtz, E., and Jay, A. (2012). Practical application of uncertainty analysis and sensitivity analysis on an experimental house. *Energy Build.* 55, 459–470.
- Stamm, A.J. (1964). *Wood and cellulose science* (Ronald Press Co.).
- Stevens, W.C. (1963). The transverse shrinkage of wood. *For. Prod. J.* 13, 386–389.
- Stone, J.E., and Scallan, A.M. (1967). The effect of component removal upon the porous structure of the cell wall of wood. II. Swelling in water and the fiber saturation point. *Tappi* 50, 496–501.
- Straže, A., Fajdiga, G., Pervan, S., and Gorišek, Ž. (2016). Hygro-mechanical behavior of thermally treated beech subjected to compression loads. *Constr. Build. Mater.* 113, 28–33.

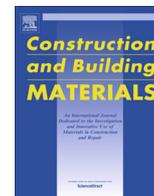
- Sutton, M., Wolters, W., Peters, W., Ranson, W., and McNeill, S. (1983). Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image Vis. Comput.* *1*, 133–139.
- Taillandier-Thomas, T., Roux, S., Morgeneyer, T.F., and Hild, F. (2014a). Localized strain field measurement on laminography data with mechanical regularization. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At.* *324*, 70–79.
- Taillandier-Thomas, T., Roux, S., Morgeneyer, T.F., and Hild, F. (2014b). Localized strain field measurement on laminography data with mechanical regularization. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At.* *324*, 70–79.
- Tarmian, A., Remond, R., Dashti, H., and Perré, P. (2012). Moisture diffusion coefficient of reaction woods: compression wood of *Picea abies* L. and tension wood of *Fagus sylvatica* L. *Wood Sci. Technol.* *46*, 405–417.
- Tashiro, K., and Kobayashi, M. (1991). Theoretical evaluation of three-dimensional elastic constants of native and regenerated celluloses: role of hydrogen bonds. *Polymer* *32*, 1516–1526.
- Tashiro, K., and Kobayashi, M. (1996). Molecular theoretical study of the intimate relationships between structure and mechanical properties of polymer crystals. *Polymer* *37*, 1775–1786.
- Thoemen, H., Walther, T., and Wiegmann, A. (2008). 3D simulation of macroscopic heat and mass transfer properties from the microstructure of wood fibre networks. *Compos. Sci. Technol.* *68*, 608–616.
- Tomičević, Z., Hild, F., and Roux, S. (2013). Mechanics-aided digital image correlation. *J. Strain Anal. Eng. Des.* *48*, 330–343.
- Torelli, N., and Gorišek, Ž. (1995). Mexican tropical hardwoods — Dimensional stability. *Holz Als Roh- Werkst.* *53*, 277–280.
- Transtrum, M.K., and Sethna, J.P. (2012). Improvements to the Levenberg-Marquardt algorithm for nonlinear least-squares minimization. Cornell Univ. Libr. arXiv:1201.5885.
- Trtik, P., Dual, J., Keunecke, D., Mannes, D., Niemz, P., Stähli, P., Kaestner, A., Groso, A., and Stampanoni, M. (2007). 3D imaging of microstructure of spruce wood. *J. Struct. Biol.* *159*, 46–55.
- Verhulp, E., Rietbergen, B. van, and Huiskes, R. (2004). A three-dimensional digital image correlation technique for strain measurements in microstructures. *J. Biomech.* *37*, 1313–1320.
- Vololonirina, O., Coutand, M., and Perrin, B. (2014). Characterization of hygrothermal properties of wood-based products – Impact of moisture content and temperature. *Constr. Build. Mater.* *63*, 223–233.
- Wang, M., and Pan, N. (2008). Predictions of effective physical properties of complex multiphase materials. *Mater. Sci. Eng. R Rep.* *63*, 1–30.

- Wang, M., He, J., Yu, J., and Pan, N. (2007). Lattice Boltzmann modeling of the effective thermal conductivity for fibrous materials. *Int. J. Therm. Sci.* *46*, 848–855.
- Wernersson, E.L.G., Brun, A., and Hendriks, C.L.L. (2009). Segmentation of wood fibres in 3D CT images using graph cuts. In *Image Analysis and Processing – ICIAP 2009*, (Springer, Berlin, Heidelberg), pp. 92–102.
- Xavier, J., Fernandes, J.R.A., Morais, J.J.L., and Frazão, O. (2015a). Fracture behaviour of wood bonded joints under modes I and II by digital image correlation and fibre Bragg grating sensors. *Ciênc. Tecnol. Mater.* *27*, 27–35.
- Xavier, J., Fernandes, J.R.A., Frazão, O., and Morais, J.J.L. (2015b). Measuring mode I cohesive law of wood bonded joints based on digital image correlation and fibre Bragg grating sensors. *Compos. Struct.* *121*, 83–89.
- Xuan, Y.M., Zhao, K., and Li, Q. (2010). Investigation on mass diffusion process in porous media based on Lattice Boltzmann method. *Heat Mass Transf.* *46*, 1039–1051.
- Yamamoto, H. (2004). Role of the gelatinous layer on the origin of the physical properties of the tension wood. *J. Wood Sci.* *50*, 197–208.
- Yamamoto, H., Ruelle, J., Arakawa, Y., Yoshida, M., Clair, B., and Gril, J. (2010). Origin of the characteristic hygro-mechanical properties of the gelatinous layer in tension wood from Kunugi oak (*Quercus acutissima*). *Wood Sci. Technol.* *44*, 149–163.
- Young, P.G., Beresford-West, T.B.H., Coward, S.R.L., Notarberardino, B., Walker, B., and Abdul-Aziz, A. (2008). An efficient approach to converting three-dimensional image data into highly accurate computational models. *Philos. Trans. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.* *366*, 3155–3173.
- Zhang, Y., Bajaj, C., and Sohn, B.-S. (2005). 3D finite element meshing from imaging data. *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* *194*, 5083–5106.
- Zhao, L., Jiang, J., and Lu, J. (2016). Effect of thermal expansion at low temperature on mechanical properties of Birch wood. *Cold Reg. Sci. Technol.* *126*, 61–65.
- Zhou, Q., Cai, Y., Xu, Y., and Zhang, X. (2011). Determination of moisture diffusion coefficient of larch board with finite difference method. *BioResources* *6*, 1196–1203.
- Zhou, Y., Fushitani, M., Sato, K., and Ozawa, M. (2000). Bending creep behavior of hot-pressed wood under cyclic moisture change conditions. *J. Wood Sci.* *46*, 423–430.

**ANNEXE**

---

**ANNEXE**



# Fiber's hygromorphic effect on thermal conductivity of wooden fibrous insulation characterized by X-ray tomography



Chady El Hachem<sup>a</sup>, Pan Ye<sup>a,b</sup>, Kamilia Abahri<sup>a</sup>, Rachid Bennacer<sup>a,b,\*</sup>

<sup>a</sup>LMT, ENS-Cachan, CNRS, Université Paris Saclay, 61 avenue du Président Wilson, F-94230 Cachan, France

<sup>b</sup>Tianjin Key Lab of Refrigeration Technology, Tianjin University of Commerce, Tianjin 300134, People's Republic of China

## HIGHLIGHTS

- 3D X-ray tomography reconstructions are performed at various relative humidity.
- Fibers' distribution and orientation function of the hygroscopicity are described.
- The hygromorphic behavior of isolated fibers is finely examined.
- 3D anisotropic equivalent thermal conductivities are simulated.
- The sensitivity of the hygric state is considered in the thermal study.

## ARTICLE INFO

### Article history:

Received 24 February 2017

Received in revised form 18 May 2017

Accepted 2 June 2017

### Keywords:

Cellulose fibers

Morphological characterization

X-ray tomography

Heat transfer

Fiber orientation

Relative humidity

## ABSTRACT

Fibrous-woods have very complex morphology and high heterogeneity, hence their properties are not well-known and need to be investigated, especially concerning microstructural changes due to hygro-thermal loads. The present, experimental and numerical work studies the microstructural hygro-thermal behavior of such material. The experimental procedure was performed on the microstructure level using the non-destructive method; X-ray tomography through a specifically developed processing protocol. The reconstructed volumes have a fine resolution of 7  $\mu\text{m}/\text{voxel}$ . The volumetric analysis illustrated a representative elementary volume of 57  $\text{mm}^3$ . The geometrical microstructure properties (porosity, fiber diameter and pore, fiber orientation, etc.) were extracted from the 3D image analysis. Moreover, a successive X-ray scans of the same fibrous specimen solicited at different relative humidity levels were achieved. The evolution of both the average and the local fibers' diameters distribution properties as a function of the water content were examined. The material's porosity and its fibers' thicknesses show an explicit correlation with the water content. Also, heat transfer simulation of the 3D real insulation structure was evaluated using the energy balance equation. The effective thermal conductivity is computed as a function of the relative humidity. Interlink between the porosity and the thermal conductivity was established too. The results provide enhance our understand of the wood fiber insulation's behavior.

© 2017 Published by Elsevier Ltd.

## 1. Introduction

Bio-based materials, such as wood, have many application because of their environmental and economic benefits. For instance, woods used extensively in the building and construction field; they can be used as thermal insulators or as composed materials (*i.e.* hemp concrete). Wood is known for its high quality as thermal and noise insulators [1,2]. It is used especially in the

support panel coating for outside wall and acoustic functions. The principal component of the insulation is softwood fibers which represents about 90% of the total mass, which is manufactured using binding agents.

Similarly to the other building construction materials, wood fiber insulation is susceptible to contain proportions of moisture and air inside the pores. It is a hygroscopic material that adsorbs water from the surrounding air to the pore matrix until it reaches a certain state of equilibrium: constant moisture content, relative to the humidity of the ambient. In practice, the main cause of moisture presence in fibrous insulating materials is adsorption [3]. Depending on drying or humidification conditions, wood fibers tend respectively to shrink or swell, which causes internal

\* Corresponding author at: LMT, ENS-Cachan, CNRS, Université Paris Saclay, 61 avenue du Président Wilson, F-94230 Cachan, France.

E-mail addresses: [pan.ye@ens-cachan.fr](mailto:pan.ye@ens-cachan.fr) (P. Ye), [rachid.bennacer@lmt.ens-cachan.fr](mailto:rachid.bennacer@lmt.ens-cachan.fr) (R. Bennacer).

mechanical stresses and microscopic morphological changes. These changes lead usually to a considerable evolution of the resulting thermophysical properties of the material which constrains its use in some applications.

All fibrous insulating materials consist of high air proportions due to high porosity [4]. The hindrance here is in the case where water or water moisture replaces the air pockets, or get absorbed by the fibers. Hence, the thermal contact between wood surface and bounding surfaces increases which enhances the overall rate of heat transfer as a consequence enhancing the effective thermal conductivity [5]. Depending on environmental conditions, the moisture can be presented in three phases: Liquid, vapor or solid. Unfortunately, the determination of these different physical states separately inside the micro-pores is challenging experimentally and computationally. Therefore, quantifying heat and moisture transfers' mechanisms in wood fiber insulation is a very important and complicated task. Many authors have already been interested in studying those mechanisms, especially on the macroscopic scale [6–8]. Most of them concluded that the wooden insulation behavior is very sensitive to the moisture transfer [9–11].

The fiber's materials react differently, depending on the relative humidity to which a specimen is subjected. Actually, it is important to define a parameter corresponding to Fiber Saturated Point (FSP). This state corresponds to the maximum moisture content of the fibers. In the sorption cycle, as long as the fibers don't reach the FSP, they will keep absorbing humidity. Once the FSP is attained, the fibers are considered saturated. Consequently, for a relative humidity higher than the one corresponding to the FSP, the increasing water content of wood fiber insulation specimens is marked by the presence of free water within the material. The swelling phenomenon is directly related to the FSP parameter. In fact, until reaching the water content corresponding to the FSP state, the fibers swell. On the other hand, for a higher water content, the presence of free water within the material rarely affects its dimension variation. Therefore, it is necessary to master all the mentioned phenomena, taking into consideration the wood fiber dimensional evolution under relative humidity load.

On the other hand, the mentioned phenomena take place at a very small scale, it is primordial to evaluate the effects of these hygro-thermal transfers at the microscopic scale. However, studying the physical properties at such refine scale recommends a preliminary work to find the specimen dimensions in which the transfers' phenomena occurs. This step is very important because the studied volumes should be small enough to have access to the microstructure, but as well as big enough to guarantee representativeness of the macroscopic scale. At this scale, there are many techniques to treat the specimens, but the most recommended method is the non-destructive X-ray tomography [12]. Until now, just few researchers were interested on wood fibrous insulation microscopic behavior, using the mentioned technique [13,14]. They focus generally on the material reconstruction, composition and the density aspects [15], without any consideration on the hygric state and the resulting microstructural changes. Unfortunately, the effect of the hygrothermal load on the microscopic material behavior and its impact on the intrinsic properties is not well studied and understood. This step is primordial because the wood fibrous insulation is a highly hygroscopic material capable of presenting considerable dimensionless variation under relative humidity loads which is the principal cause of the material degradation and the thermal performances reduction.

It is therefore important to understand and describe the physical process at the microscopic level in order to predict the macroscopic behavior. It is also essential to develop innovative experimental techniques at the microscopic level to face the morphological complexity of the hygric changes and the presence of heterogeneities within the wood fibrous insulation material.

In this context, an experimental study concerning wood fiber insulation is first achieved by using X-ray tomography, and the corresponding post-processing served to select an optimal representative volume and to identify the fibers' orientation. Also, a hygric study took place in order to evaluate its dependence with the porosity and the fibers' radius change inside the material due to various relative humidity solicitations. Furthermore, thermal qualification based on the solving of the 3D energy conservation equation is presented for the reconstructed volumes treated at different relative humidity states. Then, the thermal conductivity was evaluated and discussed as a function of the fiber insulation's anisotropy, taking into consideration the various directions of this material.

## 2. Material and methods

In order to analyze microscopic wood fiber insulation's response when subjected to either hygric or thermal solicitations, one should start by selecting optimal and representative specimen's dimensions to be studied. The macroscopic parameters of the studied wood fibrous insulation are reported by Vololonirina et al. [16].

Concerning the experimental procedure, and taking into consideration that the macroscopic physical parameters are dependent on the phenomena that take place on the microscopic scale, it is important to give more insight on this issue. The selection of the elementary representative volume is very critical. Firstly, the purpose of working at the microscopic scale is to have access to local information and to consequently have a very small resolution. Since the resolution is proportional to the treated volume's dimensions, one should select the smallest volume to treat for better resolution. On the other hand, the selected volume should represent the physical and morphological parameters at the macroscopic level. Hence the definition adapted for the representative elementary volume.

The experimental technique used in this work is X-ray tomography. All the specimens were scanned with the tomograph X50 at LMT Cachan [17]. X-ray tomography is a non-destructive method, which allows having 3D images of a defined volume. The resolution of those images is function of many parameters, like the distance between the source and the specimen. This parameter is directly related to the dimensions of the specimen.

Considering that wood fibers are weakly absorbing material, a special treatment was required to perform imaging scans. After performing and analyzing many tests on this material in the tomograph, a choice of using a low voltage of 80 kV and an emission current of 50  $\mu$ A were selected for all the tests treated in this study.

On the other hand, the specimens' sizes were too small, and each one should conserve its moisture content level during the scan. Thus, the challenge here was to maintain constant relative humidity conditions for such small dimension of specimens. In addition, another challenge in this study was to fix again the specimen at its initial position inside the tomograph, in order to succeed the swelling comparisons between many scans. For that, a new device adapted to X-ray tomography concerning such dimensions of specimens was designed (see Fig. 1). Each specimen was maintained at his own specimen fixer tool (represented in Fig. 1) during all the experiments. When the specimen reached its mass equilibrium, it was covered inside the conditioning room (using the cover, Fig. 1), and taken inside the tomograph to be scanned. By the mentioned method, the specimen should remain in the same humidity atmosphere while scanning, and the transfers were minimized as much as possible. The rotation device, the tube, and the position fixer were maintained at the same position during all the scans. That way, the specimen holder, and consequently the specimen itself, are set at the same position.

Firstly, many specimens' dimensions of 1 cm<sup>3</sup> were chosen and prepared. Each specimen was scanned with the X50 tomograph, and the corresponding volumes were reconstructed using eFX software [18]. Arbitrary region of interest (ROI) were selected for each specimen in a manner to avoid having side effects. Also, for each ROI, the corresponding histogram was drawn, and the porosity was calculated using the ImageJ software. This software was used as well in order to evaluate the fibers' orientations in all the specimens' directions. These results were thereafter analyzed, and representative ROI dimensions were selected for the hygric behavior analysis of wood fiber insulation. The repeatability of each test was verified, by testing three specimens for each essay, with the same imposed conditions.

Secondly, and in order to study the microscopic hygric behavior of this material, many specimens containing the same ROI selected in the first part of this work were prepared. They were first exposed to a relative humidity of 60%. Every time a specimen reaches its mass equilibrium, it was scanned using X-ray tomography. Once the scan is done, the specimen was put in an ambiance of 72% relative humidity until it reaches the new mass equilibrium. This procedure was repeated along the sorption cycle, for two more relative humidity levels, 86% and 94%, where a high swelling risk is expected. In fact, the FSP is normally reached at high water content, and consequently at high relative humidity levels. Therefore, the choice of these distinct relative humidity levels covers sufficiently the hygroscopic material zone, below and above the FSP, and allows quantifying the swelling phenomenon through comparison.

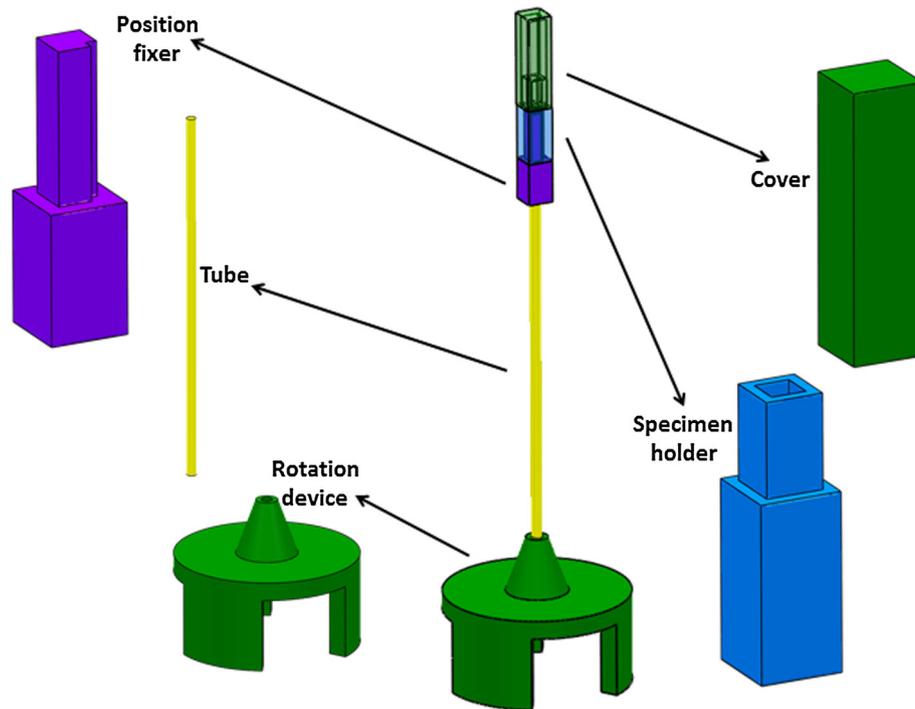


Fig. 1. Device adapted to maintain the sample's conditioning inside the tomograph.

For each selected moisture stage a regular monitoring of mass sample in time is undertaken until obtaining equilibrium. In order to verify the mass equilibrium, the daily water content relative variation should be less than 1% according to the EN ISO 2001 [19].

Concerning the post-processing of the corresponding hygric results, ImageJ software was used, this time to calculate the fibers' diameters. This step had a major role in order to understand the phenomena that take place at the microscopic scale, especially concerning the localized dimensional change of fibers subjected to different relative humidity levels.

It is essential to evaluate the influence of hygric solicitations on heat transfer within the material, as well as quantifying the variations of the resulting macroscopic parameters. Therefore, the ROI first selected served to simulate heat transfers within the material using specific software based on the resolution of energy equations. Once the fiber and air conductivities were introduced, the equivalent macroscopic conductivity of each specimen can be found. The corresponding results provide the literature with better understanding of the influence of the hygric transfers on the macroscopic physical properties.

### 3. Results and discussions

We will present first the 3D volume reconstruction procedure and the structural treatment allowing to get the geometrical properties as the Elementary Representative Volume (ERV), the material anisotropy expressed by the fibers' orientation evaluation; the second one corresponds to the region of interest selection, which is related to the best scan resolution that can be found for the smallest representative volume and the fiber diameter distribution.

In second part, we will express the evolution of the identified main parameters with the humidity load. The microscopic hygric behavior of isolated wood fiber will be also analyzed along the sorption path and by consequence the moisture content of the material. Finally, some promising heat transfer simulations process will be introduced and discussed. Also, the calculated the macroscopic thermal conductivity of the fibrous structure obtained at different relative humidity state will be presented.

The 3D reconstruction volume has been achieved using a fiber insulation representative volume conditioned in particular closed transparent and not perturbing box (Fig. 1), in order to keep the humidity constant during the scanning test. The 3D view of a

reconstructed wood fiber insulation specimen is illustrated on Fig. 2. The obtained resolution is  $7.7 \mu\text{m}/\text{pixel}$ , for which the fibers could be easily identified. The first interesting porous media property is the global porosity. We compute the porosity on increasing ROI in order to check that our samples are globally representative and homogeneous and also to determine the minimum volume size which could be considered as the threshold of representativity (ERV). The ROI selection is a very critical step which serves to verify the representativeness of the microscopic study. That is why, particular attention is necessary when selecting the gray scale threshold allowing the fiber-air phase separation.

The evolution of the porosity with the ROI is given on Fig. 3 and for different humidity conservative conditions, covering the hygroscopic zone of the material. The results show that for a ROI bigger than  $57 \text{ mm}^3$ , the porosities don't vary significantly anymore. Therefore, the ROI of  $57 \text{ mm}^3$ , corresponding to volume dimensions of  $(3.85 \text{ mm})^3$  is selected and prepared. It will be our ERV and serve later for a representative hygric behavior evaluation of wood fiber insulation. Taking into consideration that the resolution obtained in the tomograph is  $7.7 \mu\text{m}/\text{pixel}$ , the selected volume is equivalent to  $500 \times 500 \times 500 \text{ pixel}^3$ .

This graph is complementary with the graph drawn in Fig. 4 that represents the fibers' diameters corresponding to four different ROI. Evidently, the fibers' diameters' distributions are approximately the same for all ROI of dimensions bigger than  $57 \text{ mm}^3$ . The identified porosity (volumetric information) was completed by more local information as fiber diameters distribution.

The porosity and fiber distribution illustrates the possible homogeneity of our materials on the considered scales but the possible anisotropy is not captured by the two properties. The considered fibrous matrix presents generally a geometric heterogeneity due partly to the fiber's anisotropy, but also to its preferential orientation within the material.

It is then interesting to analyze the obtained complete 3D view of the specimen, in order to achieve more morphological analysis. The fibers' alignment was analyzed on several 2D sections along the three perpendicular main sections, i.e. transversal and longitu-

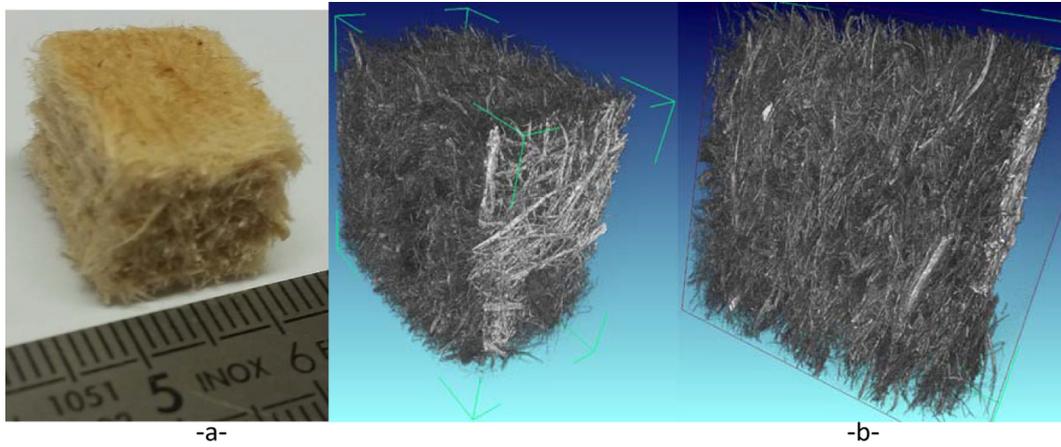


Fig. 2. Wood fiber insulation (Dimension: 1 cm<sup>3</sup>) a) and the 3D reconstruction (Resolution: 7.7 μm/pixel) b).

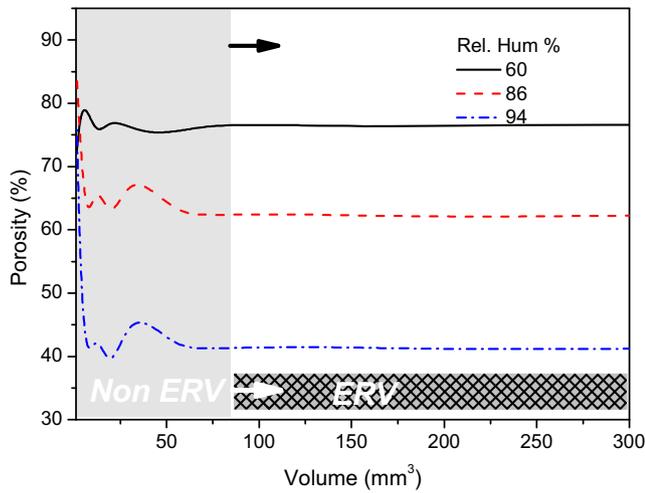


Fig. 3. Porosity calculation for many size volumes at three different relative humidity.

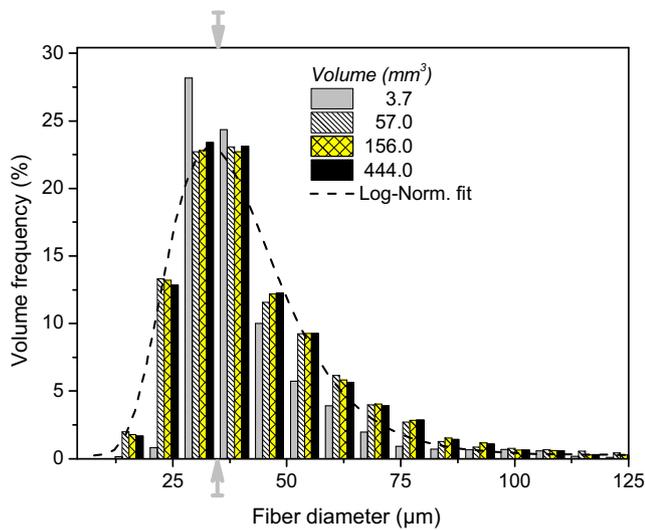


Fig. 4. Fibers' diameters' distribution for many size volumes.

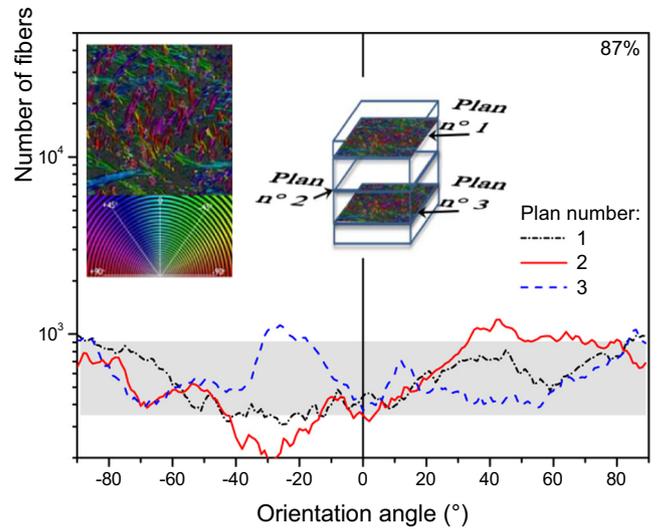


Fig. 5. Fibers' orientation on the first longitudinal plans a) and counting of fibers versus three plan orientation b).

The fiber orientations on the first longitudinal section are illustrated on Fig. 5-a and the orientation can be also illustrated as colored distribution, i.e. on the inclusion image on Fig. 5-b where fibers color is related to the orientation. The counting of fibers versus orientation is given on this Fig. 5-b and for the three different chosen sections along the studied direction. It is obvious that the local distribution homogeneity on the different sections is not achieved because we already demonstrated the needed ERV. However, the fiber number is almost of same order (200 to 1000) on all the direction and for all the analyzed plans (except relative deviation on the second plan). Such global homogeneous distribution is confirmed on the second longitudinal section (Fig. 6-a). Nevertheless, the structure manufacturing is obvious anisotropy and the most fibers are oriented on the realized section, i.e. transversal in our case, as confirmed by Fig. 6-b. This figure demonstrates the transversal section, exhibits the main orientation of the fibers around 70 deg, and also illustrates the fiber plan image inclusion. The fiber number versus angle varies of several orders of magnitude, passes from 2000 to 20 for 70 to -40 deg, respectively.

The results show clearly that although the fibers forming wood fiber insulation are supposed to be mixed arbitrary, they may tend to be aligned in a privileged direction on manufacturing plane. This information about local orientations can have a huge impact on the

dinal (as indicated on Fig. 5). In this context, the fibers orientation was quantified using a specific plugin on ImageJ software [20].

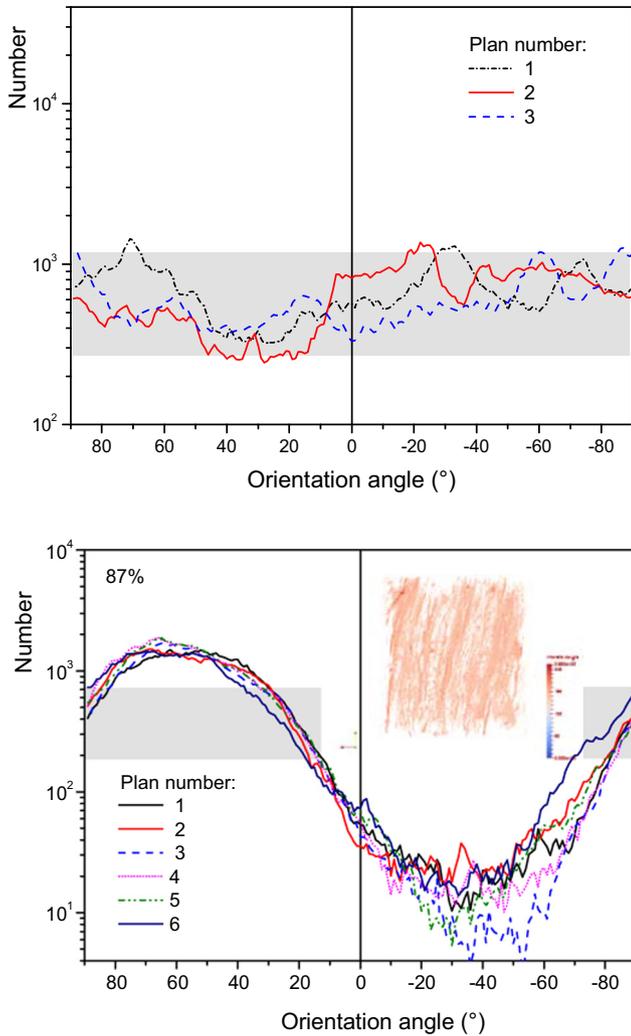


Fig. 6. Fibers' orientation on the second longitudinal plans a) and transverse plans b).

transfer properties of wood fiber insulation. For example, heat and moisture transfers or permeability will surely not have the same kinematic in all directions of the material. It is important to mention as well that these local properties can have big consequences on the macroscopic behavior.

The previous ERV selection is a very critical step which serves to verify the representativeness of the microscopic study. We conclude on the values of some properties as the porosity, fiber diameters and anisotropy (fibers orientation). We will conserve the methodology to get the properties in order to check the structure change with the hygric state due to local volumetric deformation. Modifying the ambient relative humidity leads to many microstructural phenomena. Actually, many parameters like porosity and fibers' diameters could be affected by hygric solicitations. The porosity and water content (from specimen weight change) have been calculated and drawn in Fig. 7 function of various relative humidity states from 60% to 94%. The porosity decreases with the humidity increase (also visible on Fig. 3) consequence of water sorption and capillaries saturation as confirmed by the sample weight increase (diamond point). It is well known that such used hygroscopic materials have ability to capture the humidity which is confirmed by the drawn curve (black square) of water content divided by the fiber volume (1-porosity). The fiber dimension increase (porosity decrease) is consequence of water sorption but obtained curve is not completely constant because some liquid is not contained in fibers and is as liquid bridges for humidity increase.

The fibers' diameters have been extracted from the restricted file and drawn on Fig. 8 for different relative humidity (from 60% to 94%) using ROI bigger than 57 mm<sup>3</sup> equivalent (Fig. 4). The results show that when the relative humidity increases, the fibers' distribution shifts toward bigger diameters. In other words, as long as the FSP has not been reached yet, the fibers keep absorbing water when the relative humidity increases, which makes them swell and have bigger diameters. This result is confirmed when we focus on one isolated fiber under controlled ambient conditions (Fig. 9) where an increase of the diameter is observed from 37.5 to 42 μm for 40% and 99% RH, respectively. Such increase in diameter corresponds to relative evolution of 12% on diameter and 25% on fiber volume. Such values are in the same tendency underlined

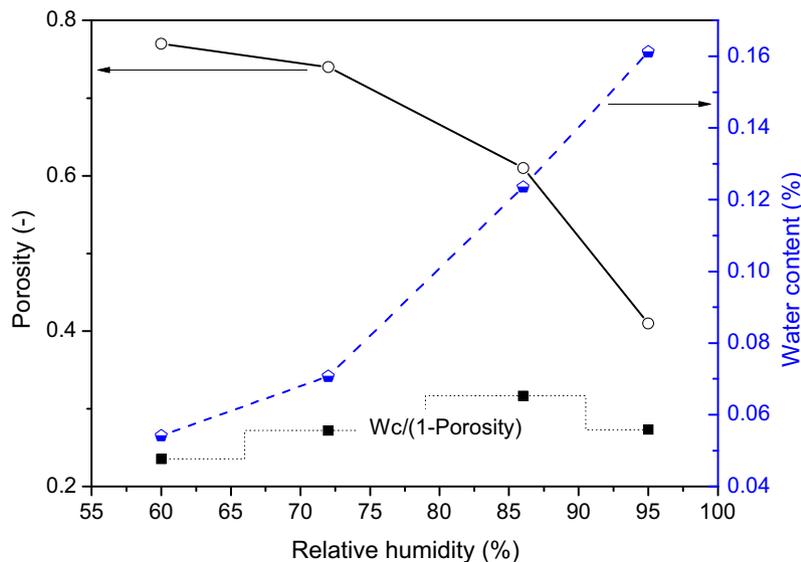


Fig. 7. Porosity and water content evolutions along sorption cycle.

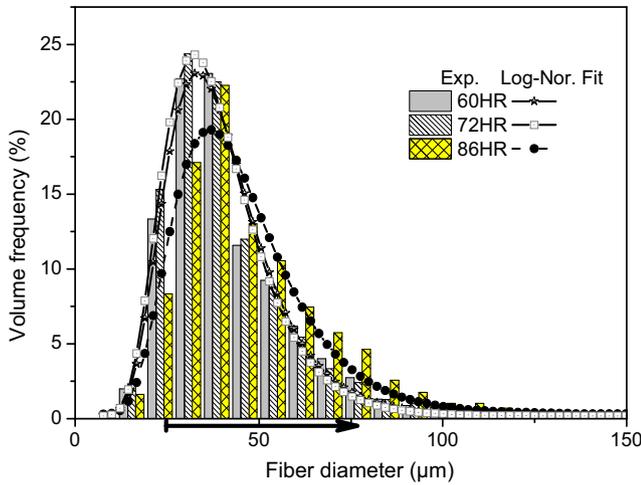


Fig. 8. Fibers' diameters' distribution for different humidity conservation conditions.

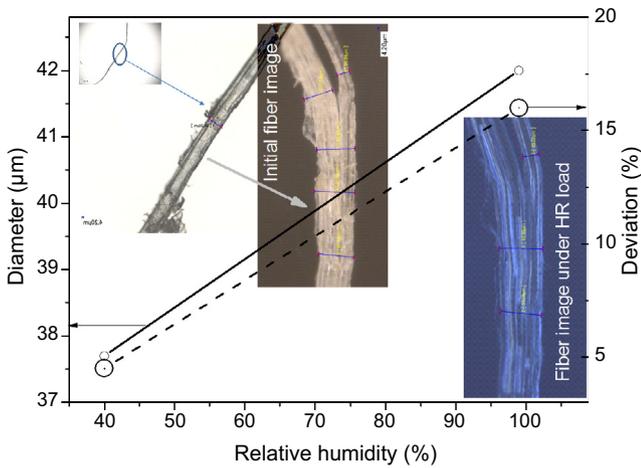


Fig. 9. Isolated fiber evolution under controlled ambient conditions (40 to 99% relative humidity).

by the porosity change as shown on Fig. 7 but seems underestimating the porosity evolution which can be related to the deviation change in diameter along the fiber, or either the volumetric fiber

deformation interaction or the gray threshold extracting the structure which include the water layer with fibers due to the close density.

The mentioned findings have given much more insight on the morphological and hydric behavior of the wooden materials. In the following part, the thermal transfer will be studied where the coupling of different parameters: relative humidity and porosity is to be expected during the analysis. In fact, heat transfer can be appreciably affected by the morphology of the porous matrix and therefore its porosity [21]. Thermal conductivity is generally the most used parameter to describe heat transfer, especially when talking about insulation building materials. Many numerical methods to evaluate the effective thermal conductivity can be found: finite elements, Lattice-Boltzmann, Monte Carlo, ... They can be based on an ERV as a geometric structure constructed numerically or from the real structure obtained by imaging [22]. The used models are very often based on the identification of the porous medium to a regular simple geometric structure. Then, the conductivity is calculated by rigorous theoretical resolution, or by numerical calculation using simplifying assumption [23]. In the latter case more formulations are obtained in explicit equivalent thermal conductivity depending on the conductivity of the two solid-fluid phases. However, the equivalent parameter can be highly dependent on the ROI's porosity and tortuosity [24].

The existent expression remains inaccurate to predict the equivalent (effective) thermal conductivity; the several approaches including the porosity or more complex structural parameter show some improvement with complex fitting. Based on the previous defined structure and known porosity, interface area, fibers' granulometry and transverse surface, equivalent simplified scheme allowing calculation of equivalent conductivity parameter will be presented. It consists in calculating the apparent thermal conductivity tensor directly on the real microstructure using the effective conductivity ratio for the different thresholds of the solid fibers and fluid phases. We exposed the details of the used method in a recent paper on fractured porous materials [24].

A heat transfer simulation is carried on on cubical samples with imposed constant and different dimensionless temperature, on the left and right surfaces (0 and 1 respectively). We analyze directly the steady state thermal field. Figs. 10 and 11 show respectively the temperature field and the temperature grayscale sections. These results correspond to a conductivity ratio ( $\lambda_{fiber}/\lambda_{air}$ ) of 11 and a relative humidity of 86%, where  $\lambda_{fiber}$  and  $\lambda_{air}$  are respectively the fiber and air thermal conductivities. In fact, Table 1 shows that the calculated equivalent thermal conductivity is highly sensitive on the

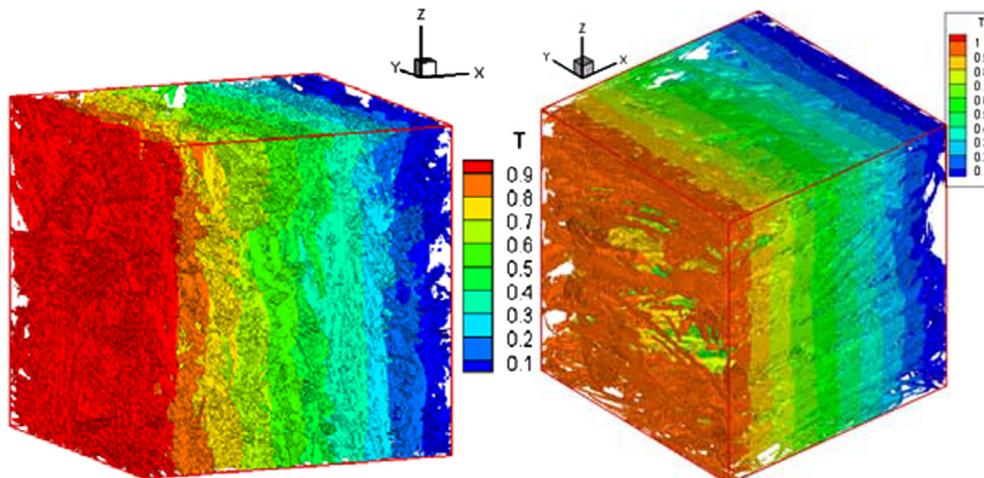


Fig. 10. Temperature field.

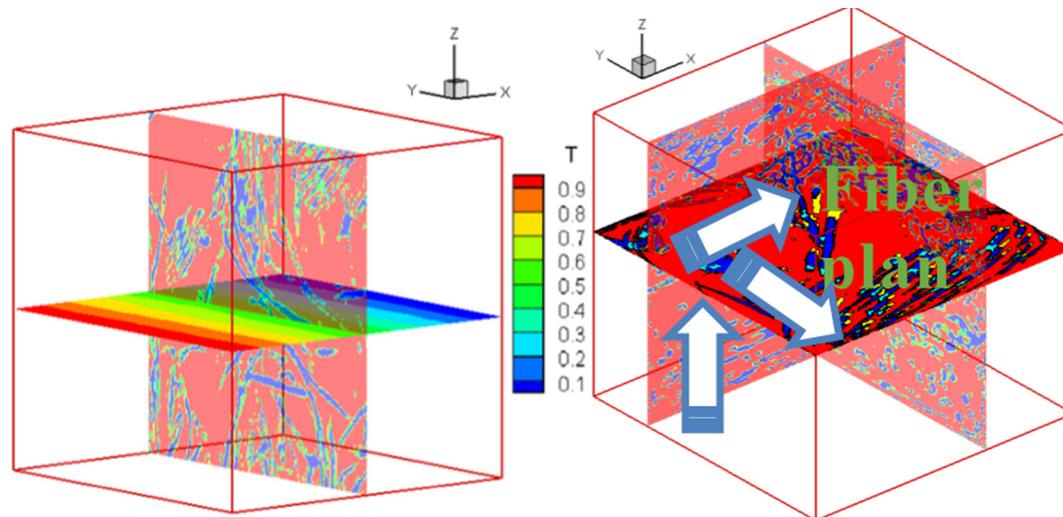


Fig. 11. Slices showing temperature distribution and wood fiber insulation morphology.

Table 1

Equivalent thermal conductivity along the three main directions at different relative humidity levels.

	Relative Humidity	60%	72%	87%
Thermal conductivity ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )	On the fiber plan X axis	1.50	1.54	1.88
	On the fiber plan Y axis	1.82	1.91	2.27
	Cross the fiber plan Z axis	1.92	1.93	2.25

hydic state and the wooden fibers orientation. Here, three distinguish relative humidity levels (60%, 72% and 87%) were examined according to the X, Y and Z plans represented previously in Fig. 10 and Fig. 11. When increasing the relative humidity, the amounts of bind water increase inside the material and by consequence the fibers thermal conductivity increases due to the presence of water vapor. Still the FSP is not reached for the two relative humidities of 60% and 72%, the possibility of conductive transfer by the macro porosity of the material is neglected. By consequence the equivalent thermal conductivity corresponding to these hydric levels are practically similar and lower than those of 87% where the PFS is certainly reached. In other manner, the free water presented in the case of 87% favors the bridge water transfer inside the porosity and then naturally the thermal conductivity increases.

Concerning the dependency of the thermal conductivity with the fibers alignment, results in Table 1 indicate that the conductive transfer is privileged in the Z direction which corresponds to the global homogenous distribution explained in Fig. 6.

This preliminary results are very promising, especially that it is achieved using the real structure of wood fiber insulation, and will be the base of the upcoming studies. We plan to complete first the thermal conductivity changes versus fiber water contents, secondly settling the water bridge effect and at last the mechanical induced geometrical deformation.

Furthermore, we demonstrated the ability to use porous structure with known porosity and specific area. The porosity evolution modifies the apparent granulometry and the specific area. Such geometrical coupling controls the heat (or mass) transfer and the apparent conductivity could be identified from the known variables.

#### 4. Conclusion

In this work, we have developed methodology and shown the utility of the use of tomographic images for the morphological characterization of wood fibrous insulation material. Also, we demonstrated the evaluation of its equivalent thermal properties with consideration of the material hydric load.

The 3D volume of the material were reconstructed and a representative region of interest for wood fiber insulation was selected, which is related to the best scan resolution that can be found for the smallest representative volume. Then, the porosity and the material anisotropy expressed by the fibers' orientation was evaluated function of the relative humidity variations which is representative of the sorption behavior for such hygroscopic material.

Results showed that the porosity decreases with the humidity increase consequence of water sorption as confirmed by the sample weight increase (diamond point). The fiber dimension increase (porosity decrease) is consequence of water sorption but obtained curve is not completely constant because some liquid bridges will appear with humidity increase and the isolated fiber exhibit important deviation consequence of its structure. Also it was shown clearly that although the fibers forming wood fiber insulation are supposed to be mixed arbitrary, they may tend to be aligned in a privileged direction. This information about local orientations can have a huge impact on the transfer properties of wood fiber insulation.

Finally, the heat transfer simulations on the real wood fiber insulation structure were used to calculate the equivalent thermal conductivity from the obtained microstructure. Interlink between the porosity and the thermal conductivity was established function of the moisture content and the wood fibers alignment.

This study provides the literature and the future works with promising results, especially concerning the experimental volumes to treat using X-ray tomography, and the heat transfer effect on the real structure. The evolution of the microscopic morphology when subjected to different relative humidity conditions may affect considerably the temperature field of this material.

#### Acknowledgments

The authors would like to thank Professor A. Mohamad from University of Calgary for his help.

## References

- [1] M. Palumbo, A.M. Lacasta, N. Holcroft, A. Shea, P. Walker, Determination of hygrothermal parameters of experimental and commercial bio-based insulation materials, *Constr. Build. Mater.* 124 (2016) 269–275.
- [2] T. Vrana, K. Gudmundsson, Comparison of fibrous insulations –Cellulose and stone wool in terms of moisture properties resulting from condensation and ice formation, *Constr. Build. Mater.* 24 (2010) 1151–1157.
- [3] C. Langlais, M. Hyrien, S. Klarsferd, Moisture migration in fibrous insulating materials under the influence of thermal gradient and its effect on thermal resistance, Moisture migration in buildings, ASTM STP 779, M. Lieff, H. R. Trechsel, (Eds.), American Society for Testing and Materials, 1982, pp. 191–206.
- [4] S. Geving, E. Lunde, J. Holme, Laboratory investigations of moisture conditions in wood frame walls with wood fiber insulation, *Energy Procedia* 78 (2015) 1455–1460.
- [5] A. Abdou, I. Budaiwi, The variation of thermal conductivity of fibrous insulation under different levels of moisture, *Constr. Build. Mater.* 43 (2013) 533–544.
- [6] J. Lux, A. Ahmadi, C. Gobbé, C. Delisée, Macroscopic thermal properties of real fibrous materials: volume averaging method and 3D image analysis, *Int. J. Heat Mass Transfer* 49 (2006) 1958–1973.
- [7] U. Leskovšek, S. Medved, Heat and moisture transfer in fibrous thermal insulation with tight boundaries and a dynamical boundary temperature, *Int. J. Heat Mass Transfer* 54 (2011) 4333–4340.
- [8] J. Zach, R. Slavik, V. Novak, Investigation of the process of heat transfer in the structure of thermal insulation materials based on natural fibres, *Procedia Eng.* 151 (2016) 352–359.
- [9] Y. Zhou, M. Fushitani, K. Sato, M. Ozawa, Bending creep behavior of hot-pressed wood under cyclic moisture change conditions, *J. Wood Sci.* 46 (2000) 423–430.
- [10] B. Anshari, Z.W. Guan, A. Kitamori, A. Kung, et al., Mechanical and moisture-dependent swelling properties of compressed Japanese cedar, *Constr. Build. Mater.* 25 (2013) 1718–1725.
- [11] I. Budaiwi, A. Abdou, The impact of thermal conductivity change of change of moist fibrous insulation on energy performance of buildings under hot-humid conditions, *Energy Build.* 60 (2013) 388–399.
- [12] S.C. Mayo, F. Chen, R. Evans, Micron-scale 3D imaging of wood and plant microstructure using high-resolution X-ray phase-contrast microtomography, *J. Struct. Biol.* 171 (2010) 182–188.
- [13] J. Lux, A. Ahmadi, C. Gobbé, C. Delisée, Macroscopic thermal properties of real fibrous volume averaging method and 3D image analysis, *Int. J. Heat Mass Transfer* 49 (11–12) (2006) 1958–1973.
- [14] M. Faessel, C. Delisée, F. Bos, P. Castéra, 3D modelling of random cellulosic fibrous networks based on X-ray tomography and image analysis, *Compos. Sci. Technol.* 65 (13) (2005) 1931–1940.
- [15] E. Latif, S. Tucker, M. Anca Ciupala, D.C. Wijeyesekera, D. Newport, Hygric properties of hemp bio-insulations with differing compositions, *Constr. Build. Mater.* 66 (2014) 702–711.
- [16] O. Vololonirina, M. Coutand, B. Perrin, Characterization of hygrothermal properties of wood based products –impact of moisture content and temperature, *Constr. Build. Mater.* 63 (2014) 223–233.
- [17] S. Roux, F. Hild, P. Viot, D. Bernard, Three-dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam, *Compos. A Appl. Sci. Manuf.* 39 (2008) 1253–1265.
- [18] C.A. Schneider, W.S. Rasband, K.W. Eliceiri, NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis, *Nat. Methods* 9 (2012) 671–675.
- [19] EN ISO 2001, Hygrothermal performance of building materials and products – Determination of hygroscopic sorption properties, 2001.
- [20] R. Rezakhanliha, A. Agianniotis, J.T.C. Schrauwen, A. Griffa, D. Sage, C.V.C. Bouten, F.N. Van de Vosse, M. Unser, N. Stergiopulos, Experimental investigation of collagen waviness and orientation in the arterial adventitia using confocal laser scanning microscopy, *Biomech. Model. Mechanobiol.* 11 (2012) 461–473.
- [21] A. Kaemmerlen, F. Asllanaj, H. Sallée, D. Baillis, G. Jeandel, Transient modeling of combined conduction and radiation in wood fibre insulation and comparison with experimental data, *Int. J. Thermal Sci.* 49 (2010) 2169–2176.
- [22] S. Veisoh, N. Khodabandeh, A. Hakkaki-Fard, Mathematical models for thermal conductivity density relationship in fibrous thermal insulations for practical application, *Asian J. Civil Eng. (building and housing)* 10 (2009) 201–214.
- [23] S.V. Patankar, Numerical heat transfer and fluid flow, hemisphere on computational methods in mechanics and thermal science, Washington, 1st (first) Edition by Patankar, Suhas published by Taylor & Francis, 1980.
- [24] G. Rastello, R. Bennacer, G. Nahas, M. Bogdan, Effective permeability and transfer properties in fractured porous media, *Defect Diffus. Forum* 362 (2015) 172–189.



**Title :** Experimental study and multi-scale modeling of the hygro-mechanical behavior of porous building materials

**Keywords :** bio-based materials, mass transfer, hygro-mechanical coupling, simulation and modeling, microscopic characterization

**Abstract :** Healthy living is a main contemporary concern of the construction field, extended to the environment. It has significant concerns about health, energy consumption, environmental impact and sustainability of building materials. The preliminary selection of materials used for construction plays an important role in the success of high environmental quality projects. In this context, it remains essential to predict the temperature and humidity fields inside porous building materials, where bio-based materials are subject to a strong interest due to their environmental qualities.

As bio-based materials are hygroscopic, they tend to absorb or restore moisture, which respectively generates swelling or shrinkage. At the microscopic scale, moisture takes place either by absorption of bound water by the fibers, or by the existence of free water in the pores. The complexity of microscopic phenomena in bio-based materials will lead to strong interactions between the mechanical aspect on one side and heat and mass transfers' aspects on the other side. The existence of this coupling may significantly alter the building's thermal performance, as well as its durability.

The objective of this thesis work is to study the microscopic hygric behavior of porous building materials. The mechanical aspect coupled to the hygric one is studied, taking into consideration the local swelling and shrinkage strains, and their impact on the hysteresis phenomenon. Understanding this coupling is very important in order to improve the quality of habitat and evaluate the durability of these structures.

The PhD project consists on working on all aspects, modeling, characterization and measurement of hygric transfers. Quantification of these phenomena is achieved through experimental campaigns based on 3D imaging techniques (X-ray micro-tomography). The use of X-ray diffraction (XRD), digital volume correlation, as well as nuclear magnetic resonance (NMR) allows a better understanding of the interactions between the solid matrix and bound and/or free water. The corresponding results have led to a microscopic morphological characterization of spruce wood, as well as to a better estimation of the various dimensional variations of the cell walls, and their chemical components.

The numerical results achieved on the real 3D structure of the material have been coupled to the experimental ones, using digital volume correlation technique (X-ray tomography), in order to identify the intrinsic properties of the material.

These thesis works provide a scientific basis allowing the improvement of modeling of the mechanical coupling with heat and mass transfers in bio-based materials.



**Titre :** Etude expérimentale et modélisation multi-échelles du comportement hygro-mécanique des matériaux poreux de construction

**Mots clés :** matériaux biosourcés, transfert d'humidité, couplage hygro-mécanique, simulation et modélisation, caractérisation microscopique

**Résumé :** L'habitat sain est le thème central des réflexions contemporaines du domaine du bâtiment élargies à l'environnement. Il comporte des préoccupations notables en matière de santé, de consommation énergétique (la ventilation, le chauffage, la climatisation et l'eau chaude), d'impacts environnementaux et de durabilité des matériaux de construction. Le choix préliminaire des matériaux utilisés pour la construction joue un rôle important dans la réussite d'un projet HQE (Haute Qualité Environnementale). Dans ce contexte, la problématique de prévision des champs de température et d'humidité demeure essentielle à l'intérieur des matériaux poreux de construction, où les matériaux biosourcés font l'objet d'un fort intérêt vu leurs qualités environnementales.

Les matériaux biosourcés, étant hygroscopiques, ont tendance à absorber ou à restituer l'humidité, ce qui génère respectivement un gonflement ou un retrait. A l'échelle microscopique, l'humidité prend place soit par l'absorption de l'eau liée par les fibres, soit par l'existence d'eau libre dans les pores. Cette complexité des phénomènes microscopiques dans les matériaux biosourcés mène à une forte interaction entre l'aspect mécanique et les aspects de transferts de masse et de chaleur. L'existence de ce couplage est susceptible de modifier sensiblement les performances thermiques du bâtiment, et même sa durabilité.

L'objectif visé par ce travail de thèse est l'étude et l'analyse microscopique du comportement hygrique des matériaux poreux de construction. L'aspect mécanique couplé à l'aspect hygrique est abordé en prenant en considération les déformations locales de gonflement - retrait, et leur impact sur l'hystérésis de teneur en eau. La maîtrise de ce couplage est primordiale tant sur le plan de la prédiction de la qualité des ambiances habitables que sur l'évaluation de la durabilité de ces structures.

Le projet de thèse consiste à travailler à la fois sur les aspects modélisation, caractérisation et mesure des transferts hygriques.

La quantification de ces phénomènes est réalisée à travers des campagnes de mesures expérimentales basées sur des techniques d'imagerie 3D (micro-tomographie aux rayons X). Le recours à la diffraction aux rayons X (DRX), à la corrélation d'images volumique, ainsi qu'à la résonance magnétique nucléaire (RMN) permet d'avoir une meilleure compréhension des échanges entre la matrice solide et l'eau liée et/ou libre. Tous ces travaux ont mené à une meilleure caractérisation de la morphologie du bois d'épicéa à l'échelle microscopique, ainsi qu'à une meilleure estimation des diverses variations dimensionnelles (gonflement) à l'échelle des parois cellulaires et de leurs constituants chimiques.

Les résultats numériques obtenus sur la structure réelle 3D du matériau ont été couplés aux mesures expérimentales à travers la corrélation d'images volumiques (micro-tomographie aux rayons X) afin d'identifier les propriétés intrinsèques des phénomènes et du matériau.

Ces travaux de thèse constitueront une base scientifique permettant une meilleure modélisation du couplage mécanique avec les transferts de chaleur et de masse dans les matériaux biosourcés.

