



HAL
open science

Modélisation de la dégradation et combustion du bois de construction

Hassan Flity

► **To cite this version:**

Hassan Flity. Modélisation de la dégradation et combustion du bois de construction. Thermique [physics.class-ph]. Université de Lorraine, 2023. Français. NNT : 2023LORR0250 . tel-04529692

HAL Id: tel-04529692

<https://theses.hal.science/tel-04529692>

Submitted on 2 Apr 2024

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

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



**UNIVERSITÉ
DE LORRAINE**

**BIBLIOTHÈQUES
UNIVERSITAIRES**

AVERTISSEMENT

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

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

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

Contact bibliothèque : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr
(Cette adresse ne permet pas de contacter les auteurs)

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

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

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



UNIVERSITÉ
DE LORRAINE



CSTB
le futur en construction

SIMPPE



Université de Lorraine

Laboratoire énergies, mécanique théorique et appliquée
UMR 7563 / UL / CNRS

Centre Scientifique et Technique du Bâtiment

École doctorale SIMPPÉ : Sciences et ingénierie des molécules, des
produits, des procédés et de l'énergie - ED 608

Modélisation de la dégradation et combustion du bois de construction.

THÈSE

Présentée et soutenue publiquement le 06/12/2023

pour l'obtention du

Doctorat de l'Université de Lorraine

spécialité Énergie et Mécanique

par

Hassan FLITY

devant le jury composé de

<i>Président :</i>	José Torero	Professeur, University College London
<i>Rapporteurs :</i>	Thomas Rogauze	Professeur, Université de Poitiers, Institut P'
	Sophie Duquesne	Professeur, Université de Lille , UMET
<i>Examinatrice :</i>	Virginie Tihay-Felicelli	Maître de conférences, Université de Corse, SPE
<i>Encadrants :</i>	Gilles Parent	Professeur, Université de Lorraine, LEMTA
	Zoubir Acem	Maître de conférences, Université de Lorraine, LEMTA
<i>Invités :</i>	Paul Lardet	Ingénieur de recherche, CSTB
	Lucas Terrei	Maître de conférences, Université de Lorraine, LEMTA

Remerciements

Je suis conscient que ces quelques mots ne suffiront pas à rendre pleinement hommage à toutes les personnes qui m'ont aidé à accomplir ce travail. En premier lieu, je tiens à exprimer toute ma reconnaissance envers mes directeurs de thèse, Gilles Parent et Zoubir Acem, pour leur patience, leur générosité et leur accompagnement au cours de ces trois dernières années. Leurs conseils essentiels, leurs propositions, leurs disponibilités permanentes et la richesse de leurs analyses m'ont été d'une aide précieuse dans le développement de ces travaux de thèse. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude pour leur guidance tant sur le plan scientifique qu'humain. Je tiens également à exprimer ma sincère gratitude envers mon encadrant au CSTB, Paul LARDET, pour ses conseils très précieux pendant nos discussions.

Un grand merci pour Thomas ROGAUME et Sophie DUQUESNE d'avoir rapporté sur ces travaux. Vos remarques et conseils m'ont permis de perfectionner ce manuscrit. Merci également à José TORERO, Virginie TIHAY-FELICELLI, Paul LARDET et Lucas TERREI pour les discussions très enrichissantes qu'ont eu lieu durant la soutenance.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers Yves JANNOT et Guillain MAUVIEL d'avoir fait partie de mon comité de suivi de thèse. Je vous remercie pour la qualité des échanges que nous avons eus. Yves, en plus de participer à mon comité de suivi individuel, nous avons toujours travaillé ensemble pour caractériser les propriétés thermophysiques du bois et du charbon. Je ne saurais trop souligner la chance que j'ai de pouvoir bénéficier de tes connaissances et de ton expertise dans ce domaine. Un grand merci pour avoir répondu à mes questionnements, pour ta générosité et pour la bonne humeur quotidienne.

Merci à l'équipe GREENER de LRGP de m'avoir accueilli pendant quelques mois pour réaliser des essais de calorimétrie et des essais Soxhlet. Je remercie notamment Anthony DUFOUR et Yann LEBRECH pour la confiance qu'ils m'ont accordée en me laissant utiliser leurs manipulations en toute liberté. Je les remercie également d'avoir répondu à mes questionnements dans le domaine de la pyrolyse de la biomasse. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude pour leur accueil et leur bonne humeur.

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué à la mise en place des dispositifs expérimentaux et qui ont aidé à surmonter les problèmes techniques rencontrés. Je pense notamment aux membres de l'équipe technique du LEMTA, Jean-Yves MOREL, Jamal OUHAJOU, Jérémy BIANCHIN, Matthieu WEBER, Simon BECKER, Franck DEMEURIE, Éric BLAISE et Sébastien LEJEUNE.

Un grand merci aux membres de l'équipe Feux du LEMTA pour les bons moments passés à leurs côtés ainsi que pour leur aide quotidienne. Je pense notamment à Pascal BOULET, Anthony COLLIN, Rabah MEHADDI, Anastasiya BURDUN, Raj-Narayan KONDURU, Romain MEINIER, Davood ZEINALI, Oualid IKHOU et Fatoumata

Tapa Baba DIARRA. Merci tout particulièrement à Mariam ABDO, Lucas TERREI et Bouaza LAFDAL qui ont partagé avec moi les hauts et les bas d'un travail de thèse. Mariam, nous avons accompli pas mal de travail ensemble vu que nos sujets de thèse étaient proches. J'ai la chance d'avoir une telle binôme de travail et une telle amie. Je passe à mon ami Bouaza, je dois dire que l'aventure n'aurait pas été la même sans toi, on a passé de très bons moments ensemble. Lucas, j'ai l'honneur de poursuivre le travail que tu as réalisé dans ta thèse. Tu as été à mes côtés pendant ces trois ans avec des conseils scientifiques et amicaux très constructifs. Ces trois ans auraient pu être bien plus compliqués sans les discussions avec toi. Pour tout cela, je suis reconnaissant.

Je tiens à exprimer ma gratitude tout particulièrement et à adresser mes chaleureux remerciements aux amis de Nancy : Toni, Christine, Amina, Abdallah, Ayman, Ziad, Rawan, Zeina, Taghrid, Bilal, Sara et les deux Mariam. Mes remerciements s'étendent également à mes amis de Lyon : les deux Houssein, Mouhamad, Jad et Mahdi. Je tiens également à exprimer ma reconnaissance envers les amis que j'ai rencontrés pendant mes études à l'Université libanaise. Vous êtes nombreux, et je ne peux pas tous vous citer, mais il est impossible de ne pas mentionner Abdallah Alayan pour tous les bons moments que nous avons partagés. Enfin, je souhaite remercier mes amis d'enfance : Mouhamad, Youssef, Walid et Ahmad. Chaque retrouvaille avec vous lorsque je remonte me comble de joie, et les souvenirs d'enfance avec chacun d'entre vous continuent de me rendre heureux.

Ce travail est dédié à ma famille, en particulier à mon père et à ma mère, qui avaient le rêve de voir leurs enfants poursuivre des études supérieures. Merci d'avoir été constamment derrière moi. Ma réussite est la vôtre, je vous dois tout et tellement encore. C'est grâce à vous que j'en suis là. Je n'oublie pas mon petit frère Omar et mes sœurs Hadil et Chahd qui m'ont soutenu tout au long de ma vie.

Table des matières

1	Revue bibliographique	6
1.1	Généralités sur le bois	6
1.1.1	Structure	6
1.1.2	Composition chimique	8
1.2	Dégradation du bois sous atmosphère inerte à l'échelle matière	9
1.2.1	Analyse thermogravimétrique	10
1.2.2	Schémas réactionnels	10
1.2.3	Modèle cinétique	11
1.2.4	Détermination des propriétés cinétiques	11
1.2.5	Calorimétrie différentielle à balayage	12
1.3	Oxydation du charbon à l'échelle matière	14
1.4	Propriétés thermo-physiques	14
1.4.1	Conductivité et diffusivité thermique	15
1.4.2	Capacité thermique	18
1.5	Dégradation et combustion du bois à l'échelle matériau	19
1.5.1	Approche multi-échelle	19
1.5.2	Outils numériques	19
1.5.3	Études numériques	20
2	Caractérisation des propriétés thermophysiques du bois et du charbon	22
2.1	La masse volumique	23
2.2	La porosité	23
2.2.1	Pycnomètre à hélium	24
2.2.2	Résultats	25
2.3	Chaleur spécifique du bois	25
2.3.1	Calorimétrie différentielle à balayage	25
2.3.2	Résultats	26
2.4	Chaleur spécifique du charbon	27
2.4.1	Principe	27
2.4.2	Résultats	28
2.5	Méthode du fil chaud parallèle anisotrope	28
2.5.1	Modèle	29
2.5.2	Dispositif expérimental	31
2.5.3	Méthodologie	32
2.5.4	Analyse des incertitudes	33

2.5.5	Analyse des résidus	33
2.5.6	Résultats : Capacité thermique	35
2.5.7	Résultats : Conductivité thermique	37
2.5.8	Effet de l'eau	43
2.6	Méthode Flash	43
2.6.1	Principe	44
2.6.2	Résultats	46
2.7	Propriétés radiatives	47
2.8	Conclusion intermédiaire	49
3	Étude expérimentale et numérique du transfert de chaleur à bas flux	51
3.1	Dispositif expérimental et technique de mesure	52
3.2	Étude de l'homogénéité du flux reçu	53
3.2.1	Partie expérimentale	53
3.2.2	Cartographie du flux de chaleur	56
3.2.3	Transfert de chaleur	58
3.2.4	Comparaison des résultats numériques et expérimentaux	60
3.3	Étude à 4 kW.m^{-2} : toutes les essences	62
3.3.1	Partie expérimentale	62
3.3.2	Modélisation et méthode inverse	62
3.3.3	Comparaison des résultats numériques et expérimentaux	63
3.4	Effet de l'eau	68
3.5	Conclusion	69
4	Caractérisation chimique et thermo-cinétique du bois sous atmo- sphère inerte	70
4.1	Analyse chimique	71
4.1.1	Analyse élémentaire	71
4.1.2	Analyse des minéraux	71
4.1.3	Analyse immédiate	72
4.1.4	Analyse Soxhlet et Klason lignine	73
4.2	Analyse thermogravimétrique	76
4.2.1	Protocole expérimental	76
4.2.2	Résultats	76
4.2.3	Mécanisme réactionnel et modèle cinétique	79
4.2.4	Propriétés cinétiques	80
4.3	Calorimétrie différentielle à balayage	81
4.3.1	Dispositif expérimental	82
4.3.2	Calibration	84
4.3.3	Analyse des résultats	86
4.3.4	Chaleur de pyrolyse de l'épicéa : effet du balayage	87
4.3.5	Effet de l'essence	90
4.3.6	Conclusion intermédiaire	92

5	Étude expérimentale et numérique de la dégradation du bois sous atmosphère inerte	95
5.1	Partie expérimentale	96
5.1.1	Matériel	96
5.1.2	Dispositif expérimental	98
5.2	Estimation des conditions aux limites	99
5.2.1	Modèle 3D du transfert thermique	99
5.2.2	Résultats expérimentaux et numériques	102
5.3	Modèle 3D de dégradation du bois	103
5.4	Comparaison des résultats numériques et expérimentaux	106
5.4.1	Perte et vitesse de perte en masse	107
5.4.2	Thermogrammes	110
5.4.3	Conductivité thermique	112
5.5	Conclusion	113
6	Étude expérimentale et numérique de la dégradation du bois sous atmosphère oxydante	117
6.1	Partie expérimentale	118
6.1.1	Matériel	118
6.1.2	Dispositif expérimental	118
6.1.3	Récapitulatif des essais	119
6.1.4	Métrologie	119
6.2	Transfert de chaleur	120
6.2.1	Modèle 3D du transfert thermique	120
6.2.2	Résultats expérimentaux et numériques	121
6.3	Dégradation et combustion du bois	123
6.3.1	Température de surface	123
6.3.2	Température au sein de l'échantillon	125
6.3.3	Vitesse de perte en masse	126
6.3.4	Front de charbon	128
6.4	Comparaison des essais sous air et sous atmosphère inerte	128
6.5	Étude de l'oxydation du charbon	130
6.5.1	Préparation des échantillons du charbon	130
6.5.2	Récapitulatif des essais	132
6.5.3	Résultats et discussion	132
6.6	Validation du modèle de pyrolyse 3D	134
6.7	Conclusion	135
7	Conclusion générale et perspectives	139
	Bibliographie	144
	Annexes	157
A	Méthode fil chaud	158
A.1	Les valeurs de conductivité thermique obtenues par la technique APHW	158

TABLE DES MATIÈRES

B Essais 42 thermocouples	159
B.1 Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour un échantillon d'épicéa soumis à un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$	159
C Analyse thermogravimétrique	165
C.1 Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux à l'échelle de l'ATG	165
D Analyse de sensibilité	173
E Modèle de pyrolyse 3D	174
E.1 Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux à l'échelle du cône calorimètre sous atmosphère inerte.	174
Abstract	183

Table des figures

1	Essences de bois étudiées.	4
2	Schéma synoptique des principaux phénomènes mis en jeu lors de la combustion du bois et des moyens mis en œuvre pour les modéliser. . .	5
3	Contenu et objectifs des différents chapitres et liens entre ceux-ci. . . .	5
1.1	Schéma d'une coupe transversale d'un tronc d'arbre [3].	7
1.2	Structure du bois à grande échelle	7
1.3	structure cellulaire du bois (a) résineux et (b) feuillus [8].	8
1.4	Composition chimique du bois [12].	9
2.1	Schéma d'un pycnomètre à hélium.	24
2.2	Évolution du cp moyen du bois sec avec la température et comparaison avec la littérature : Harada <i>et al.</i> [93], Colombiano [101], Simpson et TenWolde [102], Gupta <i>et al.</i> [103].	27
2.3	Capacité thermique du charbon mesurée et comparaison avec les corrélations établies par : Fredlund [104], Koufopoulos [62], Gupta <i>et al.</i> [103], Ragland et Aerts [105] et Raznjevic [134].	29
2.4	Dispositif expérimental du méthode du fil chaud parallèle anisotrope. .	29
2.5	Comparaison entre les températures expérimentales et numériques pour un test sur le mélèze à 110 °C.	34
2.6	Comparaison entre les résidus obtenus pour l'épicéa humide et sec à température ambiante.	35
2.7	Résidus obtenus pour (a) : le balsa humide à 20 °C dans la direction longitudinale et (b) : le peuplier à 190 °C dans la direction transversale.	36
2.8	Résidus obtenus pour le balsa et l'ipé à 160 °C.	36
2.9	Conductivités thermiques transversale et longitudinale des échantillons de bois sec estimées par la technique APHW en fonction de la température.	38
2.10	Variation de la conductivité transversale en fonction de la masse volumique sèche à 20, 60, 110 et 160 °C. Chaque point expérimental est la moyenne de trois tests de répétabilité.	39
2.11	Variation de la conductivité longitudinale en fonction de la masse volumique sèche à 20, 60, 110 et 160 °C. Chaque point expérimental est la moyenne de trois tests de répétabilité.	40
2.12	Comparaison entre la conductivité transversale mesurée et celle modélisée pour toutes les espèces de bois à différentes températures.	41
2.13	Variation du facteur d'anisotropie des échantillons de bois estimé par la technique APHW en fonction de la température.	42

2.14	Diffusivimètre LINSEIS LFA 1000.	45
2.15	Absorptivités spectrales du bois vierge pour les différentes essences de bois à la température ambiante.	47
2.16	Variation des émissivités du bois vierge en fonction de la température pour les différentes essences de bois.	48
2.17	Variation de l'absorptivité du bois vierge en fonction de l'essence de bois.	49
3.1	Dispositif expérimental du cône calorimètre.	52
3.2	Implantation de 42 thermocouples dans un échantillon de sapin.	53
3.3	Projection des positions des thermocouples sur le plan (X,Y), plan exposé au cône.	54
3.4	Thermogrammes obtenus par les thermocouples placés à une profondeur $z = 0,2$ cm.	54
3.5	Position des thermocouples par rapport à la surface exposée au cône pour chaque essai.	55
3.6	Comparaison des températures mesurées par les thermocouples 1, 2 et 3 de la figure 3.4 (a) pour les différentes configurations de la figure 3.5.	56
3.7	Configurations expérimentales utilisées pour déterminer la cartographie du flux de chaleur généré par le cône à une distance de 25 mm.	58
3.8	Répartition du flux de chaleur sur une surface de 16×16 cm ² située à une distance de 25 mm du cône calorimètre, pour un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$	58
3.9	Conditions aux limites d'un échantillon exposé au cône calorimètre.	59
3.10	Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 1, présenté dans la figure 3.5.	61
3.11	Comparaison entre la conductivité thermique estimée et mesurée par fil chaud de l'épicéa.	61
3.12	Comparaison entre les températures expérimentales et numériques à l'intérieur des échantillons de différentes essences de bois à $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$	66
3.13	Comparaison entre les conductivités thermiques estimées et mesurées pour les différentes essences de bois.	67
3.14	Comparaison des thermogrammes expérimentaux obtenus pour un même échantillon d'épicéa sec et humide (8,2 %).	68
4.1	Procédure pour déterminer les pourcentages des extractibles, de l'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine [151].	73
4.2	Analyse Soxhlet pour les sept essences de bois.	75
4.3	Perte en masse normalisée et vitesse de perte en masse normalisée de l'épicéa en fonction de la température pour une vitesse de chauffage de $5 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$	77
4.4	Perte en masse normalisée et vitesse de perte en masse normalisée de l'épicéa en fonction de la température pour les différentes vitesses de chauffage.	77
4.5	Vitesse de perte en masse normalisée en fonction de la température pour les huit essences de bois pour une vitesse de chauffage de $5 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$	78
4.6	Comparaison de la vitesse de perte en masse normalisée entre deux essences de bois feuillus et deux essences de bois résineux.	79

4.7	Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour l'épicéa à différentes vitesses de chauffage.	82
4.8	Vue schématique de la configuration expérimentale.	83
4.9	Flux de chaleur normalisé mesuré par DSC pendant la pyrolyse de l'épicéa pour un débit d'azote de $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$	84
4.10	La chaleur sensible (a) et la chaleur de réaction (b) de l'épicéa pour un débit de gaz de $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$	86
4.11	Flux de chaleur normalisé moyen pour un débit de gaz de balayage de (a) $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, (b) $10 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ et (c) $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$	88
4.12	Comparaison entre le flux de chaleur normalisé expérimental et numérique pour trois débits de gaz de balayage.	89
4.13	Variation des enthalpies de pyrolyse en fonction du rendement final de charbon (Y_c).	90
4.14	Comparaison entre le flux de chaleur normalisé expérimental et numérique pour un débit de gaz de balayage de $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ pour les essences de bois étudiées.	92
4.15	Variation de l'enthalpie de pyrolyse H_1 en fonction du rendement final de charbon (Y_c).	93
4.16	Variation l'enthalpie de pyrolyse H_2 en fonction du rendement final de charbon (Y_c).	93
4.17	Variation l'enthalpie de pyrolyse totale $H_1 + H_2 + H_4$ en fonction du rendement final de charbon (Y_c).	93
5.1	Variation de la masse des échantillons de bois étuvés à $105 \text{ }^\circ\text{C}$	97
5.2	Un échantillon de chêne sec stocké dans un sachet sous vide.	97
5.3	Photos de la chambre à atmosphère inerte.	98
5.4	Conditions aux limites d'un échantillon exposé au cône calorimètre dans la chambre inerte.	100
5.5	Comparaison entre les températures numériques et expérimentales en profondeur à l'intérieur de l'échantillon de silicate de calcium à trois flux de chaleur différents.	102
5.6	Résidus entre les températures numériques et expérimentales pour les essais de silicate de calcium sous atmosphère inerte.	103
5.7	Comparaison entre la conductivité thermique estimée et mesurée du silicate de calcium [165].	103
5.8	Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour les essais du bois de l'épicéa à différents flux de chaleur.	107
5.9	Vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) numériques et expérimentales pour l'épicéa à différents flux de chaleur.	109
5.10	Comparaison entre les températures expérimentales et numériques à l'intérieur des échantillons de l'épicéa à 35 et $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$	110
5.11	Comparaison de la position du front de charbon pour les différentes essences de bois pour les flux de chaleur 35 et $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$	112
5.12	Photos des échantillons à la fin des essais.	112

5.13	Comparaison entre les températures expérimentales et numériques à l'intérieur des échantillons de différentes essences de bois à $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	115
5.14	Conductivité thermique estimée par inversion pour toutes les essences de bois.	116
6.1	Conditions aux limites d'un échantillon exposé au cône calorimètre.	120
6.2	Comparaison entre les températures numériques et expérimentales à l'intérieur de l'échantillon de silicate de calcium à six flux de chaleur différents.	122
6.3	Comparaison entre la conductivité thermique estimée et mesurée du silicate de calcium [165].	123
6.4	Températures de surface mesurées pour toutes les essences de bois pour les faibles flux de chaleur : 15, 25 et $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	124
6.5	Comparaison entre les températures de surface mesurées pour toutes les essences de bois pour les flux de chaleur élevés : 55 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	125
6.6	Comparaison entre les températures de surface mesurées pour toutes les essences de bois pour les flux de chaleur élevés : 55 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	126
6.7	Températures en profondeur des échantillons de peuplier pour les flux de chaleur : 15 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	126
6.8	Évolution du MLRPUA et de la température de surface du peuplier en fonction du temps pour des flux de chaleur de 15 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	127
6.9	Comparaison des plateaux de MLRPUA des différentes essences de bois en fonction du flux de chaleur.	128
6.10	Comparaison de la position du front de charbon pour les différentes essences de bois pour les flux de chaleur : 15, 25, 35, 55 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	129
6.11	Comparaison des plateaux de MLRPUA et de la position du front de charbon obtenus sous air et sous atmosphère inerte pour un flux de chaleur de $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, pour les différentes essences de bois.	130
6.12	Photos des échantillons de charbon de différentes essences de bois.	131
6.13	Perte en masse normalisée et vitesse de perte en masse normalisée du charbon de l'épicéa en fonction de la température pour un vitesse de chauffage de $10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.	132
6.14	Évolution du MLRPUA et de la température de surface pour un échantillon de charbon d'épicéa exposé à un flux de chaleur de $15 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	133
6.15	Comparaison de l'évolution du MLRPUA et de la température de surface pour les échantillons de charbon d'épicéa exposés à des flux de chaleur de 25, 35 et $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	134
6.16	Comparaison de l'évolution du MLRPUA et de la température de surface pour les échantillons de charbon de différentes essences de bois exposés à un flux de chaleur de $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	135
6.17	Comparaison des thermogrammes numériques et expérimentaux obtenus lors des essais de l'épicéa sous air à 15, 25 et $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	136
6.18	Comparaison des MLRPUA numériques et expérimentaux obtenus lors des essais de l'épicéa sous air à 15, 25 et $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.	137
B.1	Position des thermocouples par rapport à la surface exposée au cône pour chaque essai.	160

B.2	Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 1, présenté dans la figure B.1.	161
B.3	Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 2, présenté dans la figure B.1.	162
B.4	Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 3, présenté dans la figure B.1.	163
B.5	Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 4, présenté dans la figure B.1.	164
C.1	Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le balsa à différentes vitesses de chauffage.	166
C.2	Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le peuplier à différentes vitesses de chauffage.	167
C.3	Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le sapin à différentes vitesses de chauffage.	168
C.4	Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le mélèze à différentes vitesses de chauffage.	169
C.5	Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le chêne à différentes vitesses de chauffage.	170
C.6	Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le hêtre à différentes vitesses de chauffage.	171
C.7	Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour l'ipé à différentes vitesses de chauffage.	172
D.1	Sensibilité réduite des températures mesurées à 2 et 6 mm aux différents paramètres inconnus.	173
E.1	Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le balsa à différents flux de chaleur.	175
E.2	Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le peuplier à différents flux de chaleur.	176
E.3	Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le sapin à différents flux de chaleur.	177
E.4	Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le mélèze à différents flux de chaleur.	178
E.5	Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le chêne à différents flux de chaleur.	179
E.6	Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le hêtre à différents flux de chaleur.	180

E.7	Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour l'ipé à différents flux de chaleur.	181
E.8	Comparaison entre les températures expérimentales et numériques à l'intérieur des échantillons de différentes essences de bois à $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. 182	182

Liste des tableaux

1.1	Variation de la conductivité et de la diffusivité thermique de quelques essences de bois dans la littérature. (R) : direction radiale et (T) : direction tangentielle.	16
2.1	Masse volumique moyenne des essences de bois étudiées.	23
2.2	La porosité des essences de bois étudiées.	25
2.3	Capacité thermique ($J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$) mesurée pour les différentes essences en fonction de la température.	27
2.4	Capacité thermique volumique estimée par la technique APHW à 20 °C pour le bois sec et comparaison avec les mesures DSC.	37
2.5	Capacité thermique volumique estimée par la technique APHW à 70 °C pour le bois sec et comparaison avec les mesures DSC.	37
2.6	Capacité thermique volumique estimée par la technique APHW à 20 °C pour le bois humide et comparaison avec les mesures DSC.	37
2.7	Conductivité thermique transversale du bois humide à 20 °C et comparaison avec les mesures à sec.	44
2.8	Conductivité thermique transversale du bois humide à 60 °C et comparaison avec les mesures à sec.	44
2.9	Conductivité thermique longitudinale du bois humide à 20 °C et comparaison avec les mesures à sec.	44
2.10	Conductivité thermique longitudinale du bois humide à 60 °C et comparaison avec les mesures à sec.	45
2.11	Diffusivité thermique transversale du bois à température ambiante et comparaison avec les mesures obtenues par la méthode du fil chaud. . .	46
2.12	Diffusivité thermique longitudinale du bois à température ambiante et comparaison avec les mesures obtenues par la méthode du fil chaud. . .	47
3.1	Coefficients de convection estimés par méthode inverse pour toutes les essences de bois.	65
4.1	Analyse élémentaire des sept essences de bois.	71
4.2	Analyse des minéraux des sept essences de bois.	72
4.3	Analyse immédiate des sept essences de bois.	72
4.4	Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour l'épicéa.	81
4.5	Enthalpies des réactions de dégradation de l'épicéa pour les différents débits de gaz de balayage.	89

4.6	Perméabilité à l'air dans la direction transversale des essences de bois étudiées.	91
5.1	NRMSE entre les MLRPUA expérimentales et numériques obtenues pour les différentes essences de bois à différents flux de chaleur.	109
A.1	Conductivité thermique de 8 essences de bois \pm l'écart type entre trois tests effectués consécutivement dans les directions longitudinale et transversale à l'état sec aux températures de 20, 60, 110 et 160 °C.	158
C.1	Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le balsa.	165
C.2	Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le peuplier.	167
C.3	Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le sapin.	168
C.4	Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le mélèze.	169
C.5	Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le chêne.	170
C.6	Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le hêtre.	171
C.7	Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour l'ipé.	172

Nomenclature

Abréviations

APHW	Technique du fil chaud parallèle anisotrope
ATG	Analyse Thermogravimétrie
CRPG	Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques
CSTB	Centre Scientifique et Technique du Bâtiment
DSC	Calorimétrie Différentielle à Balayage
FDS	Fire Dynamics Simulator
GPYRO	Generalized Pyrolysis Model for Combustible Solids
LCPP	Laboratoire Central de la Préfecture de Police
LEMTA	Laboratoire Énergies et Mécanique Théorique et Appliquée
LRGP	Laboratoire Réactions et Génie des Procédés
MLR	Vitesse de perte en masse normalisée
MLRPUA	Vitesse de perte de masse par unité de surface
NRMSE	Erreur Quadratique Moyenne Normalisée
OpenFOAM	Open Field Operation and Manipulation

Lettres latines

c_f	Capacité thermique du fil chauffant [$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]
C_p	Capacité thermique [$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]
d_x	Distance entre le thermocouple placé dans la direction Ox et le fil chauffant [m]
d_z	Distance entre le thermocouple placé dans la direction Oz et le fil chaud [m]
E_a	Énergie d'activation [$\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$]
h	Coefficient de convection [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$]
I	Intensité électrique [A]
K	Vitesse de réaction [s^{-1}]
K_0, K_1	Fonctions de Bessel modifiées [-]
k_{0i}	Facteur pré-exponentiel de la réaction i [s^{-1}]
m	Masse [kg]
m_0	Masse initiale [kg]
m_∞	Masse finale [kg]
n	Ordre de réaction [-]
P	Pression [Pa]
p	Paramètre de Laplace [s^{-1}]

NOMENCLATURE

Q	Débit volumique [$\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$]
R	Constant de gaz parfait [$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]
R_f	Résistance de contact thermique à l'interface entre le fil chauffant et l'échantillon [$\text{K} \cdot \text{W}$]
r_f	Rayon du fil chauffant [m]
S	Surface [m^2]
T	Température [K]
t	Temps [s]
U	Tension électrique [V]
V	Volume [m^3]
X	Teneur en eau [-]
m	Masse [kg]

Lettres grecques

α	Taux de conversion [-]
ΔH	Chaleur de réaction [$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$]
ϵ	Porosité [-]
λ	Conductivité thermique [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]
λ_x	Conductivité thermique de l'échantillon dans la direction Ox [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]
λ_z	Conductivité thermique de l'échantillon dans la direction Oz [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]
λ_{\parallel}	Conductivité thermique longitudinale [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]
λ_{\perp}	Conductivité thermique transversale [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]
$\bar{\alpha}$	Absorptivité moyenne [-]
$\bar{\epsilon}$	Emissivité moyenne [-]
ρC_p	Capacité thermique volumique de l'échantillon [$\text{J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$]
ρ	Masse volumique [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$]
ρ_f	Densité du fil chauffant [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$]
σ	Constant de Stefan-Boltzman [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$]
θ	Transformée de Laplace de la température
φ	Flux de chaleur [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$]
φ_f	Flux de chaleur par unité de longueur du fil [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1}$]

Introduction générale

L'utilisation du matériau bois dans le domaine de la construction suscite un intérêt grandissant du fait notamment de nombreux atouts comme sa faible empreinte carbone, sa résistance mécanique, sa durabilité ainsi que ses bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique. On le retrouve aussi bien en matériau structurel, en parement de façade et comme matériau d'aménagement. Cependant, en terme de sécurité incendie, son utilisation n'est pas sans risque. En effet, il peut aussi bien contribuer au développement de l'incendie en tant que combustible qu'au contraire limiter sa propagation du fait de sa capacité d'auto-extinction sous certaines conditions. Le comportement au feu du bois est très complexe et fait intervenir de nombreux phénomènes tels que le séchage, la pyrolyse, la carbonisation et la combustion. La littérature regorge d'études, expérimentales ou numériques, sur ces différents phénomènes. Les résultats, divers et variés, ne permettent pas d'identifier un comportement intrinsèque au bois et le cadre réglementaire doit se résoudre à de nombreuses hypothèses simplificatrices, comme c'est le cas pour l'Eurocode 5 par exemple (non prise en compte de l'anisotropie, émissivité du bois fixée à 0.8, conductivité et capacité thermique apparentes pour le bois et la couche carbonisée, ...). En outre, les études d'ingénierie basées sur de la modélisation de la réaction au feu du bois adoptent également un grand nombre d'hypothèses simplificatrices. Ces dernières rendent la prédiction faussée avec des écarts importants avec le réel.

La communauté scientifique travaille activement sur la compréhension des mécanismes de dégradation du bois. Des avancées régulières permettent de mieux prendre en compte le transfert de chaleur et de masse, ainsi que la contribution de la flamme (combustion gazeuse) et de la combustion solide (incandescence). Les travaux de thèse de Lucas Terreï [1], ont permis d'identifier des problématiques et des pistes d'amélioration notables sur ce sujet. Cette thèse a aussi soulevé des problématiques mal comprises et peu traitées, à propos des phénomènes d'incandescence dans le bois.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du partenariat entre le CSTB et le LEMTA, et s'inspire directement des travaux de thèse de Lucas Terreï. L'objectif principal est de modéliser la dégradation et la combustion du bois en situation d'incendie à l'échelle du cône calorimètre. Cette dégradation implique de nombreux processus qui interagissent entre eux, tels que le séchage, la pyrolyse et la combustion avec ou sans flamme, entraînant des transferts de chaleur et de masse. Une fois exposé à une source de chaleur, le bois réagit de la manière suivante :

- **Entre la température ambiante et 200 °C environ** : il y a un transfert de chaleur contrôlé par les propriétés thermiques (conductivité thermique et

chaleur spécifique) du bois et les conditions aux limites thermiques. Le bois étant un matériau poreux et hygroscopique, un phénomène de séchage peut se produire aux alentours des 100°C. Le séchage est contrôlé par la cinétique d'évaporation et de désorption de l'eau, ainsi que les phénomènes de transport de l'eau (diffusion et convection de vapeur d'eau, transport de l'eau liée par capillarité, diffusion de l'eau libre ...). Le transfert de chaleur et le séchage sont fortement couplés. En fait l'eau impacte fortement le transfert de chaleur : le teneur en eau locale affecte les propriétés thermiques du bois et l'évaporation de l'eau est un phénomène endothermique. Le transfert de chaleur influe sur la cinétique d'évaporation, les gradients de températures causent du transport de l'eau et certaines propriétés de transport de l'eau dépendent de la température.

- **Après 200 °C** : Les réactions de pyrolyse débutent, transformant le bois en charbon et en gaz de pyrolyse, ce qui modifie les propriétés de la phase solide. La pyrolyse est influencée par la cinétique des réactions contrôlées par la température locale. En présence d'oxygène et à des températures élevées, les gaz produits peuvent réagir avec l'oxygène de l'air, entraînant une combustion (flamme). Cette réaction, très exothermique, contribue à chauffer davantage la phase solide. De plus, le charbon issu de la pyrolyse peut également s'oxyder (combustion solide) : lorsque les conditions nécessaires sont réunies, il peut réagir avec l'oxygène de l'air, générant une zone incandescente et dégageant de la chaleur.

Vu la complexité d'étudier tous ces phénomènes simultanément, la stratégie adoptée dans ce travail de thèse consiste à dissocier les différents phénomènes par le biais de modèles et d'expériences spécifiques. Chaque phénomène est ensuite considéré individuellement avant d'être couplé avec les autres. L'ensemble du travail a été réalisé en utilisant du bois **totalelement sec** afin d'éliminer l'effet de l'eau et de simplifier le problème (la prise en compte du séchage et des transferts hydriques dans le bois constituent une perspective incontournable de ce travail, le bois n'étant jamais anhydre dans les conditions d'emploi usuelles). La stratégie d'étude à complexité croissante adoptée suit le protocole suivant :

- **Caractérisation des propriétés thermiques** : Dans un premier temps, des méthodes de caractérisation spécifiques ont été utilisées afin de déterminer les propriétés thermiques du bois et en partie du charbon en fonction de la température. Ce travail a permis d'établir des lois de comportement pour certaines de ces propriétés, facilitant ainsi leur intégration dans un modèle.
- **Transfert de chaleur "pur"** : Une campagne expérimentale a été réalisée à l'échelle du cône calorimètre en utilisant un matériau thermiquement inerte présentant des propriétés thermiques proche de celle du bois : le silicate de calcium. Cela permet de s'affranchir des phénomènes de pyrolyse et d'oxydation du charbon, afin de se focaliser uniquement sur le transfert de chaleur. Les conditions aux limites thermiques de ces essais ont alors pu être estimées par méthode inverse à partir d'un modèle ad hoc de transfert de chaleur en trois dimensions. De plus, des essais ont été réalisés sur des échantillons de bois, avec un faible flux de chaleur ($4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$). Ce flux de chaleur a été choisi de manière à ce que la température à l'intérieur du bois ne dépasse pas 200 °C, ce qui évite

la pyrolyse et l'oxydation du charbon, permettant ainsi de se concentrer sur le transfert de chaleur dans le bois.

- **Pyrolyse** : Une campagne expérimentale a été réalisée sur le bois à l'échelle matière en utilisant des techniques telles que l'analyse thermogravimétrique et la calorimétrie différentielle de balayage. À cette échelle, le bois est thermiquement mince, ce qui a permis de développer un modèle cinétique capable de prédire la perte en masse, la vitesse de perte en masse et la chaleur absorbée ou générée par le bois lors de la pyrolyse, en fonction de la température.
- **Couplage du transfert de chaleur et de la pyrolyse** : Une campagne expérimentale a été réalisée sur des échantillons de bois à l'échelle du cône calorimètre sous atmosphère inerte afin de valider le modèle de pyrolyse 3D développé pour la prédiction de la pyrolyse du bois, en l'absence de combustion, lorsque celle-ci est principalement pilotée par les transferts thermiques dans le matériau.
- **Couplage du transfert de chaleur et de l'oxydation du charbon** : Une campagne expérimentale a été réalisée sur des échantillons du charbon à l'échelle du cône calorimètre sous air. Ces essais ont été conçus pour éviter la pyrolyse du bois et se concentrer sur l'oxydation du charbon. Ils ont permis de prendre en compte la cinétique de l'oxydation du charbon ainsi que la diffusion de l'oxygène à l'intérieur du charbon.
- **Couplage du transfert de chaleur de pyrolyse et de l'oxydation du charbon** : Une campagne expérimentale a été réalisée sur des échantillons de bois à l'échelle du cône calorimètre sous air, en utilisant des flux relativement faibles (15, 25 et 35 kW · m⁻²). Pour ces flux, seule l'oxydation du charbon se produit, sans formation de flamme. Ces essais ont permis de coupler l'oxydation du charbon avec le modèle de pyrolyse 3D.
- **Modèle complet** : Une campagne expérimentale a été réalisée sur des échantillons de bois à l'échelle du cône calorimètre sous air, en utilisant des flux relativement élevés (55, 75 kW · m⁻²) provoquant combustion solide et inflammation. La partie expérimentale a été menée à bien. Cependant, en raison de contraintes de temps, le travail de modélisation numérique prenant en compte l'inflammation n'a pas pu être finalisé.

Cette stratégie repose sur des campagnes expérimentales menées sur un large intervalle de flux de chaleur, en utilisant une métrologie fiable et précise, en particulier pour les mesures de température à l'intérieur du bois [2]. En effet, ce point constitue l'un des atouts majeurs de cette thèse, surtout lorsque l'on considère que certains modèles de la littérature s'appuient sur des mesures de température discutables. De plus, huit essences de bois ont été étudiées : le balsa, le peuplier, le sapin, l'épicéa, le mélèze, le chêne, le hêtre et l'ipé. La figure 1 présente ces différentes essences. Le balsa, le peuplier, le chêne, le hêtre et l'ipé appartiennent à la famille des feuillus (Hard Wood), tandis que le sapin, l'épicéa et le mélèze relèvent de la famille des résineux (Soft Wood). Parmi ces essences, l'épicéa, le hêtre et le chêne ont été choisis en raison de leur utilisation très répandue dans la construction. En revanche, le balsa et l'ipé, bien qu'ils ne soient pas couramment utilisés dans le domaine de la construction, ont été sélectionnés afin de couvrir une large plage de masse volumique, allant de 100 kg · m⁻³ à 1000 kg · m⁻³. L'étude d'un large éventail d'essences de bois permet de

valider l'universalité du modèle développé. En effet, il est possible d'ajuster un modèle pour qu'il soit extrêmement précis pour un cas donné, mais ce modèle pourrait se révéler peu performant lorsqu'il est appliqué à une autre essence de bois.

Le schéma présenté figure. 2 illustre les **principaux** phénomènes mis en jeu lors de la combustion du bois et les différents couplages entre ceux-ci. Y sont présentés aussi quels phénomènes ont été étudiés dans cette thèse, dans quel chapitre ils l'ont été et par quels moyens, et lesquels entrent dans le champ des perspectives. Le logigramme présenté figure 3 représente de façon simplifiée le contenu et les objectifs des différents chapitres et les liens entre ceux-ci.



FIGURE 1 – Essences de bois étudiées.

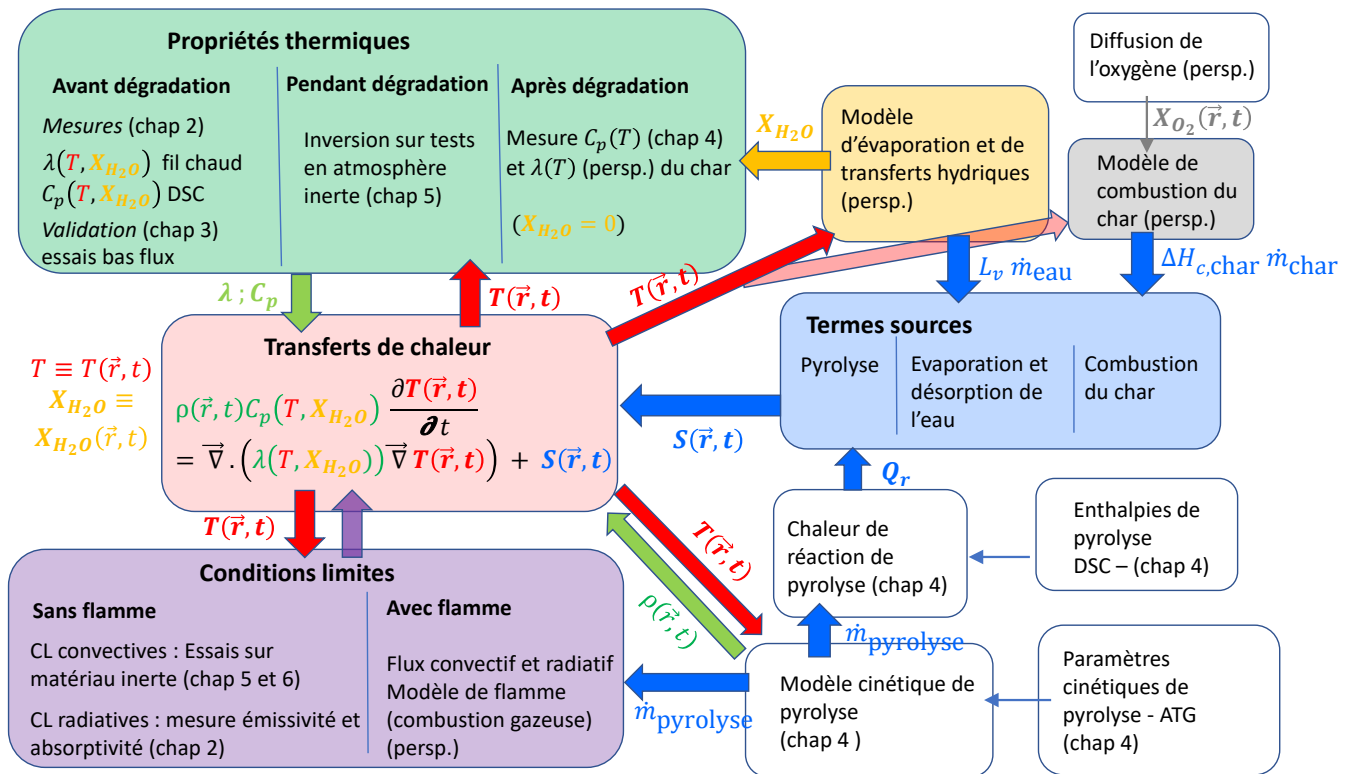


FIGURE 2 – Schéma synoptique des principaux phénomènes mis en jeu lors de la combustion du bois et des moyens mis en œuvre pour les modéliser.

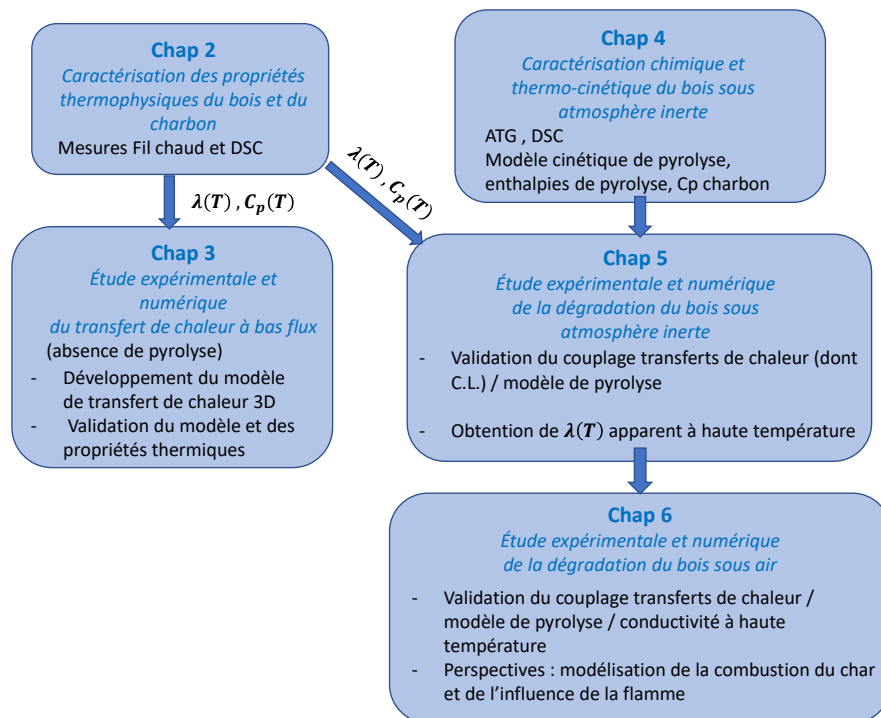


FIGURE 3 – Contenu et objectifs des différents chapitres et liens entre eux-ci.

Chapitre 1

Revue bibliographique

Sommaire

1.1 Généralités sur le bois	6
1.1.1 Structure	6
1.1.2 Composition chimique	8
1.2 Dégradation du bois sous atmosphère inerte à l'échelle matière	9
1.2.1 Analyse thermogravimétrique	10
1.2.2 Schémas réactionnels	10
1.2.3 Modèle cinétique	11
1.2.4 Détermination des propriétés cinétiques	11
1.2.5 Calorimétrie différentielle à balayage	12
1.3 Oxydation du charbon à l'échelle matière	14
1.4 Propriétés thermo-physiques	14
1.4.1 Conductivité et diffusivité thermique	15
1.4.2 Capacité thermique	18
1.5 Dégradation et combustion du bois à l'échelle matériau	19
1.5.1 Approche multi-échelle	19
1.5.2 Outils numériques	19
1.5.3 Études numériques	20

L'objectif principal de ce chapitre est de présenter une revue bibliographique représentative des travaux expérimentaux et numériques qui étudient la dégradation et la combustion du bois.

1.1 Généralités sur le bois

1.1.1 Structure

Le bois est un matériau hétérogène dont les caractéristiques chimiques et physiques rendent son étude et sa compréhension complexes. La figure 1.1, issue du travail de Salem [3], montre qu'une section transversale de bois se décompose en différentes parties : moelle, duramen, aubier, cambium, liber et écorce. Le bois utilisé dans la

construction est coupé à partir de la partie duramen [4], car il s'agit du bois offrant la plus grande résistance mécanique. Les cernes sont des anneaux concentriques qui se forment annuellement avec la croissance de l'arbre et sont visibles en observant une coupe transversale d'un tronc d'arbre.

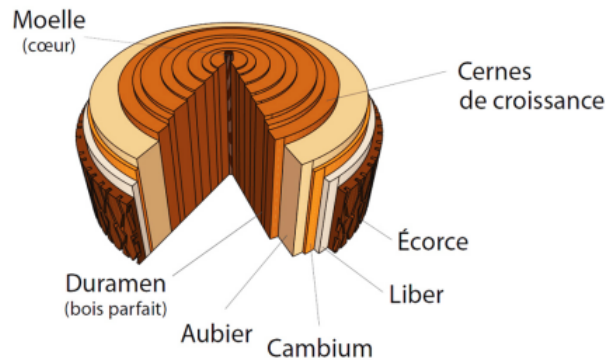


FIGURE 1.1 – Schéma d'une coupe transversale d'un tronc d'arbre [3].

La figure 1.2 présente la structure du bois à grande échelle. Les rayons ligneux du bois sont formés par des cellules spéciales appelées cellules de rayon ou parenchymateuses. Ils sont disposés perpendiculairement aux cernes du bois et se propagent du centre de l'arbre vers l'extérieur. Ces rayons sont également visibles à l'œil nu. En plus de son hétérogénéité, le bois est un matériau anisotrope dont les propriétés physiques et mécaniques varient énormément selon les trois directions principales :

- **Direction longitudinale** : également appelée direction axiale ; c'est la direction parallèle aux fibres de bois.
- **Direction radiale** : cette direction est perpendiculaire aux fibres de bois et aux cernes simultanément.
- **Direction tangentielle** : c'est la direction perpendiculaire aux fibres de bois et tangente aux cernes de bois.

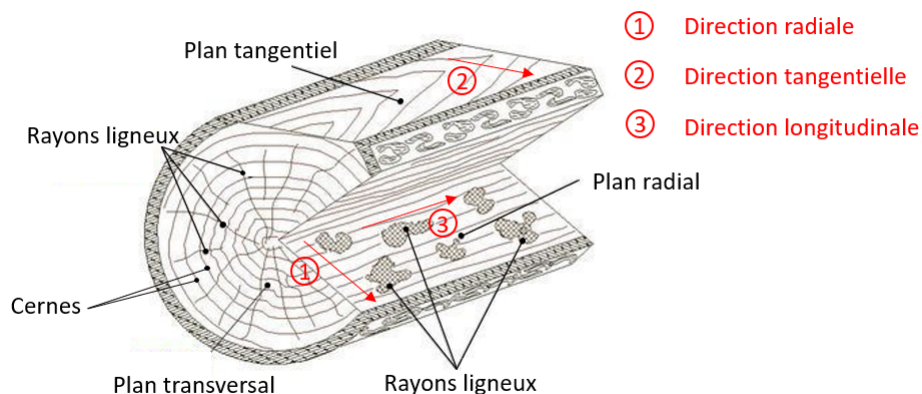


FIGURE 1.2 – Structure du bois à grande échelle ^a.

a. <https://fr.twiza.org/article/104/info-bois-n-2-caracteristiques-du-bois>.

Pour donner un ordre de grandeur de l'anisotropie du bois, la dilatation thermique est de 5 à 20 fois plus importante dans la direction tangentielle ou radiale que dans la direction longitudinale [5]. De même, la perméabilité au gaz est presque 1000 fois plus élevée en longitudinale qu'en radiale ou tangentielle [6, 7].

En réduisant l'échelle d'un tronc d'arbre (de l'ordre de 0,1 à 1 m) à l'échelle d'une cerne (de 1 à 15 mm), il devient possible de visualiser la structure cellulaire du bois. Cette structure cellulaire varie en fonction du type de bois, qu'il s'agisse de bois feuillus (le hêtre, le chêne, le peuplier, etc.) ou de bois résineux (le sapin, le pin, l'épicéa, le mélèze, etc.). La figure 1.3, prise du travail de Salem [3] et inspirée du travail de Husson [8], montre la structure cellulaire du bois feuillus et résineux.

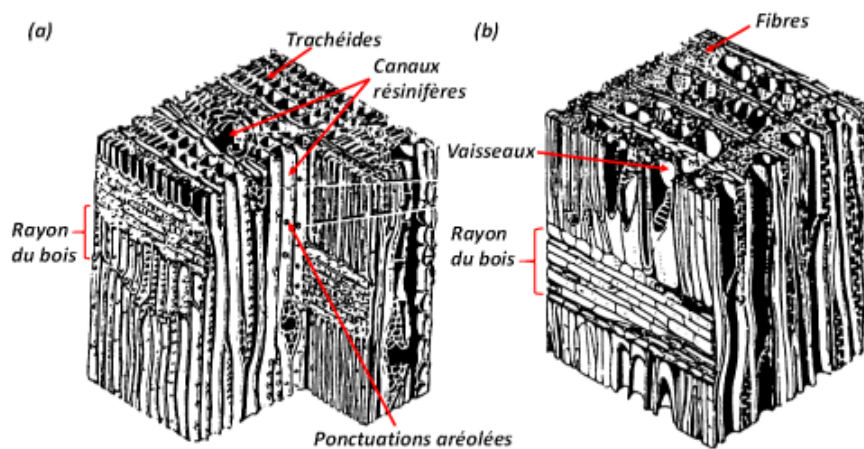


FIGURE 1.3 – structure cellulaire du bois (a) résineux et (b) feuillus [8].

Le bois résineux est majoritairement une associations des cellules spécifiques appelés trachéides dans lesquels circule la sève. Par contre, le bois feuillus possède un structure plus complexe. Il est formé par trois types des associations cellulaires : les vaisseaux où circule la sève, les fibres qui sont des cellules allongées à paroi épaisse ayant un rôle de soutien et les cellules parenchymateuses verticales qui stockent des réserves de substances nutritives.

Les trachéides et les fibres sont formés d'une paroi cellulaire autour d'une cavité centrale appelée lumen (vide) [9]. La paroi cellulaire multicouche est en somme composée des microfibrilles de cellulose enrobées d'hémicellulose, insérées dans une matrice de lignine [10].

1.1.2 Composition chimique

Le bois est principalement composé des éléments carbone (C), hydrogène (H), azote (N) et oxygène (O). Une revue bibliographique réalisée par Dhyani et Bhaskar [11] a montré que, quelle que soit l'essence de bois, le pourcentage massique de carbone est le plus élevé et varie entre 43,9 et 52,1 %. Le pourcentage massique d'oxygène est quant à lui compris entre 41,1 et 46,9 %. Celui de l'hydrogène se situe entre 5,3 et

6,3 % et celui du soufre entre 0,3 et 3,5 %. De plus, le bois contient également une certaine quantité de minéraux tels que le calcium, le potassium, le sodium, le magnésium, dont la quantité varie entre 0,2 et 2,7 %. Ces éléments se lient entre eux pour former les trois polymères principaux du bois : l'hémicellulose, la cellulose et la lignine, ainsi que des extractibles. Les extractibles sont généralement des substances non-structurales à faible poids moléculaire, telles que des résines, des terpènes, des tanins, etc. Les concentrations massiques des polymères varient également d'une essence à une autre. La figure 1.4, extraite de la revue bibliographique de Wang *et al.* [12], présente la composition chimique du bois en polymères ainsi que les structures chimiques de l'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine.

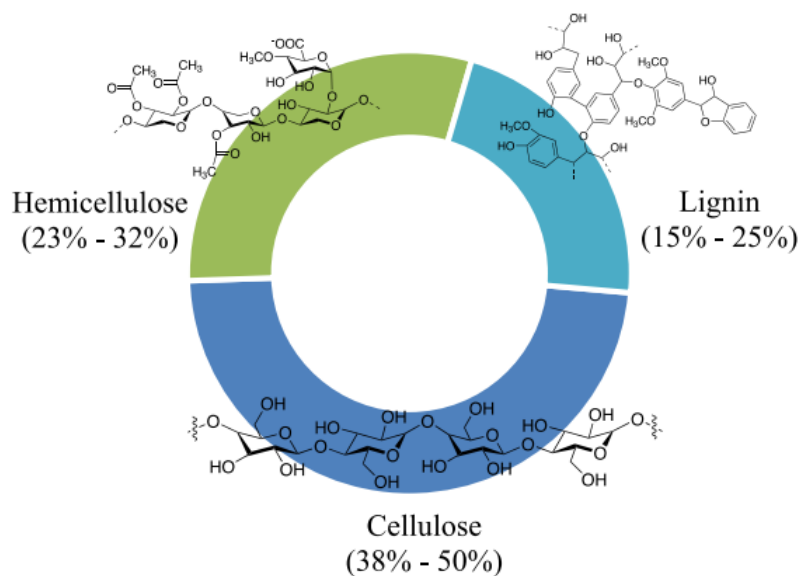


FIGURE 1.4 – Composition chimique du bois [12].

1.2 Dégradation du bois sous atmosphère inerte à l'échelle matière

L'étude de la dégradation du bois à l'échelle matière (quelques milligrammes) permet de négliger les phénomènes de transfert de chaleur et de masse et de se concentrer principalement sur les réactions de pyrolyse et/ou d'oxydation du charbon. L'analyse thermogravimétrique (ATG) et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sont deux techniques d'analyse thermique souvent utilisées pour étudier la cinétique et les enthalpies des réactions de pyrolyse et d'oxydation du charbon. Ces deux techniques permettent de réaliser des essais sous air ou sous atmosphère inerte (azote et argon). Cette section se focalise sur les études ATG et DSC réalisées sous atmosphère inerte afin d'isoler l'oxydation du charbon et de se concentrer sur la pyrolyse du bois.

1.2.1 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique est une technique d'analyse thermique qui consiste à mesurer l'évolution de la masse d'un échantillon de quelques milligrammes soumis à un programme de température prédéfini. Puisque la masse de l'échantillon est faible, les gradients thermiques sont négligés permettant de considérer que la température au sein de l'échantillon est identique à celle du four. Généralement, l'étude de la pyrolyse du bois passe par un programme de température imposé avec une vitesse de chauffage constante [13–20]. La température maximale varie entre 400 et 1000 °C selon la capacité des appareils. En revanche, dans certaines études datant d'avant 2005, [21–23], le programme de température était isotherme. Cependant, ce programme de température n'est plus utilisé actuellement. Il est recommandé d'utiliser des vitesses de chauffage faibles, entre 1 et 20 K/min, et des échantillons de petite taille pour s'assurer que l'hypothèse de pouvoir négliger les gradients de température à l'intérieur de l'échantillon reste valide [24]. Cependant, la considération selon laquelle la température de l'échantillon est égale à la température du four est un sujet discuté [25, 26]. Les résultats de l'analyse thermogravimétrique sont la perte en masse et la vitesse de perte en masse obtenue par dérivation de la masse. Ces résultats sont utilisés afin de développer des schémas réactionnels et des modèles cinétiques de pyrolyse du bois. Certaines études ATG ont été couplées à de la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier pour caractériser les émissions gazeuses et avoir des informations supplémentaires pour modéliser la dégradation [18, 27–29]

1.2.2 Schémas réactionnels

Les schémas réactionnels utilisés dans la littérature peuvent être classés en deux groupes : les mécanismes réactionnels globaux et les mécanismes par constituants.

Les mécanismes globaux traitent le bois comme un matériau homogène. Le schéma le plus simple est celui considérant que le bois se transforme en gaz et en charbon en une seule étape mono-réactionnelle [15, 30–35]. Il existe des schémas réactionnels avec une seule étape, mais comprenant des réactions indépendantes parallèles, comme le schéma de Shafizadeh et Chin [36], qui fait partie des schémas les plus utilisés dans la littérature [20, 23, 37]. Il existe également des schémas comprenant des réactions successives [17, 38–40]. Enfin, il existe des schémas composés de réactions successives et parallèles [13, 21].

D'autres auteurs considèrent que la dégradation thermique du bois devrait plutôt être considérée comme la somme de la dégradation de ses principaux composants : l'hémicellulose, la cellulose et la lignine. La plupart des auteurs [14, 19, 41–43] supposent que la dégradation de chacun de ces trois polymères se produit selon un schéma mono-réactionnel. Cependant, d'autres auteurs associent des schémas plus complexes à chaque polymère. Il est intéressant de mentionner les schémas de Kilzer et Broido [44], Antal [45], Agrawal [46] et Banyasz *et al.* [47] pour la dégradation de la cellulose, le schéma de Di Blasi et Lanzetta [48] pour la dégradation de l'hémicellulose, et le schéma d'Antal [49] pour la dégradation de la lignine.

Les modèles de ces deux catégories ont des avantages et des inconvénients : plus ou moins complexes, plus ou moins prédictifs. Cependant, les résultats de tous ces modèles (à l'exception du schéma mono-réactionnel) sont satisfaisants en termes de masse et de vitesse de perte en masse dans la phase solide. Il est intéressant de mentionner que tous les mécanismes réactionnels cités ci-dessus sont assez simples et ne représentent pas en détail le phénomène de pyrolyse. Il existe des schémas réactionnels beaucoup plus complexes qui considèrent que la pyrolyse est décrite en termes de groupements fonctionnels, comme le schéma développé par l'équipe de Broadbelt [50, 51], qui comporte 342 réactions et 103 réactifs et produits. De toute manière, le degré de complexité des schémas réactionnels cités ci-dessus est déjà très élevé pour les applications en sécurité incendie.

1.2.3 Modèle cinétique

Afin de minimiser la complexité de l'analyse, il est supposé dans cette section que la dégradation du bois a lieu selon le schéma réactionnel simple, mono-réactionnel et à une seule étape. Dans ce cas, la vitesse de réaction est définie par :

$$\frac{d\alpha}{dt} = k(T)f(\alpha) = A \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) f(\alpha) \quad (1.1)$$

Où : α est le taux de conversion de l'échantillon défini par : $\alpha = \frac{m_0 - m}{m_0 - m_\infty}$; $k(T)$ est la constante de vitesse qui dépend uniquement de la température et est exprimée par la loi d'Arrhenius : $k(T) = A \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right)$ où A est le facteur pré-exponentiel, E_a est l'énergie d'activation et R est la constante des gaz parfaits ; $f(\alpha)$ est le modèle de réaction dépendant uniquement du taux de conversion. Plusieurs modèles de $f(\alpha)$ existent dans la littérature mais le plus souvent utilisé est [15, 17] :

$$f(\alpha) = (1 - \alpha)^n \quad (1.2)$$

Où n est l'ordre de la réaction. La plupart des études [13, 16, 19] considèrent que les réactions de pyrolyse sont des réactions de premier ordre ($n = 1$).

1.2.4 Détermination des propriétés cinétiques

Les paramètres cinétiques sont les suivants : l'énergie d'activation, le facteur pré-exponentiel et l'ordre de la réaction (si celui-ci n'est pas considéré comme étant égal à 1). Pour estimer ces paramètres, la majorité des études réalisent une inversion des courbes de perte de masse et des courbes de vitesse de perte de masse obtenues à partir des essais ATG. Dans de telles études, le modèle de réaction $f(\alpha)$ doit être défini au préalable. Certaines études appliquent l'inversion uniquement sur la perte de masse [38], tandis que d'autres appliquent l'inversion uniquement sur la vitesse de perte de masse [19]. Cependant, Vyazovkin *et al.* [52] recommandent d'appliquer l'inversion simultanément sur ces deux quantités. En effet, un bon ajustement de la vitesse de réaction entre les résultats numériques et expérimentaux ne garantit pas un accord acceptable des données de masse, et inversement. Il est intéressant de mentionner qu'il y a un effet de compensation entre les propriétés cinétiques. Pour une réaction unique, un changement dans l'énergie d'activation peut être compensé

par un changement dans le facteur pré-exponentiel [24]. De plus, pour les schémas réactionnels comportant plusieurs réactions, il existe un effet de compensation entre ces réactions. Ainsi, un bon accord peut être obtenu entre les résultats numériques et expérimentaux en utilisant plusieurs ensembles de propriétés cinétiques. Pour limiter ce type de problème, il est possible d'ajuster les résultats expérimentaux obtenus à partir de plusieurs vitesses de chauffage, d'effectuer l'optimisation avec des valeurs initiales logiques, de répéter le processus d'optimisation plusieurs fois avec différentes valeurs initiales et d'imposer des contraintes sur les valeurs des paramètres cinétiques, en particulier sur l'énergie d'activation qui est le paramètre le plus sensible dans le modèle cinétique.

D'autre part, il existe des méthodes appelées méthodes d'iso-conversion qui permettent de déterminer l'énergie d'activation sans avoir besoin de définir le modèle de réaction $f(\alpha)$. Ces méthodes considèrent que, pour n'importe quelle valeur de α , $f(\alpha)$ est indépendant de la vitesse de chauffage [53]. Les méthodes les plus fréquemment utilisées sont la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall [54], la méthode de Friedman [55], la méthode de Kissinger-Akahira-Sunose [56] et la méthode de Li et Tang [57].

1.2.5 Calorimétrie différentielle à balayage

La chaleur de pyrolyse du bois est un sujet controversé et la littérature présente une grande disparité dans les valeurs de la chaleur de pyrolyse de -2100 à $+2500$ $\text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$ [58]. D'un point de vue expérimental, il existe des difficultés pratiques pour mesurer la chaleur de réaction. Par conséquent, les études visant à prédire le comportement de pyrolyse du bois à grande échelle (échelle du réacteur, échelle du calorimètre à cône, etc.) tendent à choisir cette propriété de manière à ce que les résultats du modèle correspondent aux données expérimentales [59–62].

Seules quelques études ont mesuré la chaleur de réaction en utilisant la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) en l'absence de limitations de transferts de chaleur et de masse. Il convient de mentionner l'étude de Rath *et al.* [63], qui a été la première à séparer la chaleur de réaction (chaleur dégagée ou absorbée lorsqu'une réaction chimique a lieu) de la chaleur sensible (chaleur stockée par augmentation de la température d'une substance sans aucune modification chimique). Les auteurs ont montré que la génération de produits volatils est endothermique tandis que la génération de charbon est exothermique. De plus, cette étude a mis en évidence l'influence importante des réactions de pyrolyse secondaires sur la chaleur de pyrolyse. En effet, les mesures de DSC utilisant un creuset avec un couvercle percé donnent une chaleur de pyrolyse exothermique. Dans ce cas, les produits volatils primaires ne sont pas éliminés du charbon primaire et les réactions secondaires se produisent, ce qui entraîne une chaleur de réaction globalement exothermique. En revanche, un creuset sans couvercle permet l'évacuation des produits volatils primaires et donc la chaleur de pyrolyse est endothermique. Le même comportement a été observé dans l'étude de Rinta *et al.* [64] concernant la présence ou l'absence du couvercle. Enfin, Rath *et al.* [63] ont montré que l'endothermicité de la pyrolyse diminue à mesure que

le rendement final en charbon augmente, et ont développé une corrélation linéaire entre la chaleur de réaction et le rendement final en charbon. Milosavljevic *et al.* [65] ont également montré que pour la cellulose, la génération de produits volatils et de charbon est respectivement endo et exothermique. Les auteurs ont également obtenu une corrélation entre le rendement final en charbon et la chaleur de pyrolyse. Ils ont à leur tour conclu que l'endothermicité de la pyrolyse de la cellulose est principalement due à la chaleur latente nécessaire pour évaporer les goudrons primaires. Antal et Varhegyi [66] ont conclu que les réactions secondaires sont la seule source de charbon lors de la dégradation thermique de la cellulose. Zobel et Anca-Couce [67] ont montré la corrélation entre les réactions secondaires hétérogènes et les régimes exothermiques lors de la pyrolyse du bois.

En résumé, les réactions primaires de pyrolyse sont endothermiques. Les goudrons primaires suivent ensuite deux voies concurrentes en fonction des conditions expérimentales :

- **Évaporation** : ce phénomène est endothermique en raison de la chaleur latente nécessaire pour évaporer les goudrons.
- **Réactions hétérogènes** : dans ce cas, il y a production de charbon et génération de chaleur.

Le rendement final en charbon est le critère le plus simple pour évaluer la compétition entre ces deux voies. Un faible rendement final en charbon signifie que l'évaporation du goudron est dominante. En revanche, un rendement final en charbon élevé signifie que les réactions hétérogènes sont dominantes, ce qui conduit à une chaleur de réaction d'autant plus exothermique. Par conséquent, plusieurs études [63, 65, 68] ont établi une corrélation entre la chaleur de réaction et le rendement final en charbon. Cependant, le rendement final en charbon n'est pas connu a priori [67]. Il semble donc nécessaire de relier la chaleur de pyrolyse à un autre critère.

Lors des tests DSC, plusieurs paramètres peuvent affecter le rendement final en charbon et, par conséquent, la chaleur de pyrolyse, tels que la taille de l'échantillon et la vitesse de chauffage. Cependant, le paramètre principal qui contrôle la présence ou l'absence des réactions secondaires, et donc le rendement final en charbon et la chaleur de pyrolyse, est le débit du gaz de balayage. La majorité des instruments DSC utilisés dans la littérature, c'est-à-dire ceux avec des creusets, ne permettent pas de contrôler le balayage des échantillons. En effet, même si le débit de gaz est élevé, les faces arrière et latérales de l'échantillon ne seront pas bien balayées. C'est pourquoi Rath *et al.* [63] n'ont pas obtenu de relation claire entre le débit et la chaleur de pyrolyse. À notre connaissance, le seul instrument DSC permettant de contrôler le balayage de l'échantillon est celui utilisé dans l'étude de Mok et Antal [68]. Les auteurs ont étudié l'effet du débit de gaz de balayage sur la chaleur de pyrolyse de la cellulose en utilisant un instrument DSC avec une conception tubulaire spécifique. Ils ont conclu que l'endothermicité augmente avec le débit du gaz. Cependant, la chaleur de pyrolyse mesurée dans cette étude a été obtenue en intégrant le signal DSC dans le temps. Par conséquent, la chaleur de réaction mesurée n'est pas associée à un mécanisme et à une cinétique spécifiques permettant de modéliser l'enthalpie de pyrolyse en fonction de la température.

1.3 Oxydation du charbon à l'échelle matière

L'oxydation du charbon, également appelée combustion hétérogène, est souvent étudiée par analyse thermogravimétrique [69–73]. Les études en ATG sont souvent menées en faisant varier la concentration en oxygène, étant donnée la forte influence de ce paramètre sur l'oxydation du charbon [29, 74, 75]. Même à cette échelle, plusieurs limitations compliquent la détermination de la cinétique de l'oxydation du charbon. La première limitation est l'exothermicité élevée de l'oxydation du charbon qui entraîne des températures bien plus élevées que celles programmées [71, 76, 77]. La seconde concerne les limitations de transfert de masse (surtout l'oxygène) qui ne peuvent pas être négligées. Enfin, la survenue d'inflammations incontrôlées, souvent non reconnues par les expérimentateurs, qui peuvent avoir une incidence sur la cinétique d'oxydation du charbon [77]. Les auteurs pallient ces problèmes en utilisant de faibles vitesses de chauffage (dans le cas des études dynamiques) ainsi qu'une masse d'échantillon la plus faible possible en fonction de la précision de la thermobalance utilisée. De plus, afin de limiter les effets d'auto-échauffement dus à l'exothermicité élevée de l'oxydation, il est recommandé de favoriser les échanges de chaleur entre l'échantillon et l'environnement en utilisant des creusets à haute conductivité thermique et des débits élevés de gaz de balayage [74].

Contrairement à la pyrolyse du bois, les schémas réactionnels utilisés pour modéliser l'oxydation du charbon ne sont pas nombreux. Le schéma réactionnel qui est souvent utilisé est le schéma monoréactionnel qui considère que le charbon se transforme en dioxyde de carbone (CO_2) et/ou monoxyde de carbone (CO) et en cendres (minéraux) [13, 15, 74]. Le schéma de Langmuir-Hinshelwood [78] est quant à lui en deux étapes successives : adsorption de dioxygène puis désorption de monoxyde de carbone. Il existe également des modèles en deux étapes avec trois réactions [78]. De toute manière, l'enjeu dans l'étude de l'oxydation du charbon n'est pas dans le choix du mécanisme réactionnel mais dans la capacité de pouvoir obtenir des propriétés cinétiques intrinsèques qui n'intègrent pas des effets autres que la cinétique. Pour y parvenir, outre les précautions expérimentales citées dans le paragraphe précédent, les auteurs utilisent des modèles prenant en compte à la fois la cinétique de l'oxydation et la diffusion de l'oxygène. Dans le cas de l'oxydation du charbon, la vitesse de réaction, basée sur l'équation 1.1, devient :

$$\frac{d\alpha}{dt} = A \times \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \times f(\alpha) \times P_{O_2}^{n_{O_2}} \quad (1.3)$$

Où P_{O_2} est la pression partielle de l'oxygène qui peut être remplacée par la concentration de l'oxygène ou bien la fraction molaire/volumique de l'oxygène et n_{O_2} est l'ordre de réaction de l'oxygène.

1.4 Propriétés thermo-physiques

Les propriétés thermophysiques du bois, telles que la conductivité thermique et la capacité thermique, sont des paramètres critiques pour prédire la dégradation et la

combustion du bois dans le cas d'échantillons thermiquement épais. Dans cette section, une bibliographie exhaustive est réalisée sur ces deux propriétés et leurs variations en fonction de plusieurs critères.

1.4.1 Conductivité et diffusivité thermique

Dans cette section, une revue exhaustive sur les travaux traitant de la conductivité thermique du bois est proposée. Cette revue est divisée en deux sous-sections. La première porte sur la conductivité du bois avant le début de la pyrolyse (< 200 °C). La deuxième concerne la conductivité du bois en cours de dégradation (> 200 °C).

Bois

Les principales difficultés liées à la mesure de la conductivité thermique du bois résident dans son anisotropie et sa géométrie complexe. Plusieurs études portant sur la conductivité thermique du bois ont pris en compte cette géométrie complexe en mesurant la conductivité dans trois directions différentes : la direction longitudinale, qui est parallèle aux fibres, ainsi que les deux directions perpendiculaires aux fibres, à savoir les directions radiale et tangentielle par rapport aux cernes annuels (voir la figure 1.2). Le tableau 1.1 présente quelques valeurs de la conductivité/diffusivité thermique issues de la littérature selon ces trois directions, ainsi que le facteur d'anisotropie défini par le rapport entre la conductivité longitudinale et la conductivité transversale. Il est intéressant de mentionner qu'Aseeva *et al.* [79] ont rapporté un facteur d'anisotropie de 4 pour le séquoia et le sapin de Douglas. En résumé, en fonction de l'essence de bois et de la technique de mesure utilisée, il semble exister une grande variation du facteur d'anisotropie, pouvant aller de 1,5 à 4.

Dans la direction transversale, il existe également une grande dispersion. Certaines études ont obtenu approximativement les mêmes valeurs pour la conductivité radiale et tangentielle [82–84, 86, 87]. D'autres études ont rapporté que la conductivité radiale est légèrement supérieure à la conductivité tangentielle. Vay *et al.* [81] ont établi que la conductivité radiale est d'environ 1,2 fois supérieure à la conductivité tangentielle pour le hêtre et le chêne. Leon *et al.* [88] ont étudié neuf espèces de pins et ont constaté un facteur de 1,6 entre la conductivité radiale et tangentielle en utilisant des techniques photothermiques. MacLean [89] a montré que la conductivité radiale est entre 1,1 à 2 fois supérieure à la conductivité tangentielle. Vay *et al.* [81] ont déclaré que les rayons ligneux forment des voies de transport de chaleur dans la direction radiale et donc pour les espèces de bois qui contiennent une grande quantité de rayons ligneux, la différence entre les conductivités radiale et tangentielle est significative, tandis que pour les espèces avec une faible quantité de rayons ligneux, la différence entre les deux conductivités est négligeable.

En plus de la direction, la conductivité thermique du bois dépend également de sa masse volumique. Plusieurs études ont montré qu'elle augmente linéairement avec cette dernière, dans le sens perpendiculaire aux fibres [84, 89, 90]. La conductivité thermique dépend également de la teneur en humidité. Sonderegger *et al.* [91] ont obtenu une corrélation linéaire entre la conductivité thermique dans les 3 directions et la teneur en humidité dans la plage de 0 à 20 % pour l'épicéa de Norvège et le hêtre

TABLEAU 1.1 – Variation de la conductivité et de la diffusivité thermique de quelques essences de bois dans la littérature. (R) : direction radiale et (T) : direction tangentielle.

Référence	Méthode	Essence	Conditions expérimentales	Direction	Conductivité ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	Facteur d'anisotropie
Bucar et Straze [80]	plaque chaude	sapin	température ambiante teneur en eau = 6,7 %	transverse	0,12	3,1
				longitudinale	0,37	
Vay <i>et al.</i> [81]	plaque chaude gardée	chêne	température ambiante	transverse	0,15 (T), 0,18 (R)	2,4
				longitudinale	0,37	
		hêtre	humidité = 65%	transverse	0,14 (T), 0,17 (R)	2,9
				longitudinale	0,42	
		épicéa		transverse	0,1	3,3
				longitudinale	0,32	
Lagüela <i>et al.</i> [82]	plan chaud transitoire	chêne	température ambiante	transverse	0,21 (T), 0,22 (R)	2,7
				longitudinale	0,58	
		mélèze	sec	transverse	0,14 (T), 0,14 (R)	3,1
				longitudinale	0,44	
		épicéa		transverse	0,09 (T), 0,12 (R)	3
				longitudinale	0,27	
korkut <i>et al.</i> [83]	fil chaud	cerise	température ambiante humidité ambiante	transverse	0,14 (T), 0,14 (R)	-
				longitudinale	-	
Kol [84]	fil chaud	chêne	20 °C	transverse	[0,13-0,22] (T),(R) = 1,03×(T)	-
				longitudinale	-	
		hêtre	teneur en eau = [0-22]%	transverse	[0,13-0,22] (T), (R) = 1,01×(T)	-
				longitudinale	0,44	
		peuplier		transverse	[0,09-0,15] (T), (R) = 1,01×(T)	-
				longitudinale	-	
Ngohe-Ekam <i>et al.</i> [85]	boite chaude	bois tropicaux	température ambiante teneur en eau = [0-60]%	transverse	$[1,05-1,4] \times 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$	2
				longitudinale	$[1,9-3] \times 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$	
Hankalin <i>et al.</i> [86]	appareil fitch	pin	32 °C humidité ambiante	transverse	0,18	2,4
				longitudinale	0,43	
Grønli [59]	revue bibliographique	plusieurs essences	température ambiante humidité ambiante	transverse	[0,08-0,21]	[1,5-2,7]
				longitudinale	[0,15-0,36]	

européen en utilisant la méthode de la plaque chaude gardée. Une corrélation linéaire a également été obtenue par [89]. Aristide *et al.* [92] ont constaté que la conductivité tangentielle de deux espèces de bois tropicaux augmentait d'environ 55 % entre une teneur en humidité de 0 et 35 %. Au-delà du point de saturation des fibres, Duplex *et al.* [87] ont également obtenu une corrélation linéaire positive entre la conductivité et la teneur en humidité dans la plage de 30 à 158 % pour le hêtre, le bouleau et l'épicéa en utilisant la technique du plan chaud transitoire.

Bien qu'il existe de nombreux articles rapportant la conductivité thermique du bois à température ambiante, peu d'entre eux étudient sa variation avec la température. Harada *et al.* [93] ont mesuré la conductivité thermique d'une espèce de bois « Hiba » jusqu'à 240 °C dans la direction perpendiculaire en utilisant la méthode flash, et ont constaté qu'elle augmente avec la température. Suleiman *et al.* [90] ont mesuré la conductivité thermique du bouleau dans les deux directions à 20 °C et 100 °C en utilisant la technique du plan chaud transitoire et ont remarqué une augmentation de 14 % et 24 % dans les directions longitudinale et transversale respectivement. Yu *et al.* [94] ont mesuré la conductivité dans les deux directions pour dix espèces de bois cultivées en Chine entre 30 et 90 °C par palier de 10 °C en utilisant la technique du calorimètre à flux de chaleur et la technique du plan chaud transitoire. Ils ont constaté que la conductivité transversale augmente linéairement avec la température entre 10 % et 20 % selon l'espèce, tandis que dans la direction longitudinale, la conductivité est presque indépendante de la température. Une corrélation linéaire positive a également été trouvée par Vololonirina *et al.* [95] dans la direction transversale entre 10 et 40 °C en utilisant la technique de la plaque chaude gardée.

En résumé, la littérature regorge de données sur la conductivité thermique du bois pour différentes essences dans les directions perpendiculaire et parallèle aux fibres, ainsi que pour différentes teneurs en eau. Cependant, du fait de sa complexité de mise en œuvre notamment, la variation de la conductivité thermique avec la température a fait l'objet de peu d'étude dans la littérature. Dans ce travail de thèse, un travail méticuleux de caractérisation de l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la température a été mené pour les différentes espèces étudiées et est présenté au chapitre 2.

Charbon

Il existe beaucoup moins de données disponibles sur la conductivité thermique du bois à différents stades de décomposition. Cela est dû aux limitations des instruments et à l'instabilité structurelle des échantillons de charbon de bois [96]. Lee *et al.* [97] ont évalué la conductivité thermique du charbon d'érable, carbonisé à 450 °C sous azote pendant 24 heures, en utilisant la méthode de la plaque chaude. En revanche, la conductivité thermique du charbon n'a été caractérisée que pour une température de 90 °C en raison de limitations instrumentales. Les auteurs ont obtenu une valeur de $0.071 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ dans le sens perpendiculaire aux fibres et une valeur de $0.105 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ dans le sens parallèle aux fibres. Hankalin *et al.* [86] ont mesuré la conductivité thermique du charbon de pin entre les températures de 36 et 97 °C. Les auteurs ont constaté une augmentation linéaire de 10 % sur cet intervalle de température, que ce soit dans les directions parallèles ou perpendiculaires aux fibres. Brown [98] a mesuré la conductivité thermique du pin dans le sens parallèle aux fibres à la température ambiante et à 550 °C. Il a obtenu une valeur de $0,22 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$; trois fois plus élevée que la conductivité obtenue à la température ambiante. En 2020, et pour la première fois, Redko *et al.* [99] ont mesuré la diffusivité thermique de l'épicéa, lors de sa décomposition, en utilisant une méthode transitoire développée dans leur laboratoire. Pour cela, les auteurs ont caractérisé des échantillons de bois en cours de dégradation et non des échantillons de charbon préparés au préalable. Les mesures ont été effectuées pour des températures de 50, 500 et 600 °C. Les valeurs des diffusivités obtenues sont respectivement de $9,4 \times 10^{-8}$, $3,7 \times 10^{-7}$ et $5,4 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Bien que ces tests aient été réalisés sur des échantillons en cours de dégradation, il faut tout de même souligner que le modèle utilisé pour le calcul de la diffusivité ne prend pas en compte les chaleurs dégagées ou absorbées lors des réactions de décomposition thermique (pyrolyse). Comme nous le verrons dans la section 1.2.5, ces réactions constituent un véritable problème pour la détermination de la capacité calorifique notamment. En 2021, Li *et al.* [96] ont mesuré la diffusivité thermique du bois à des températures couvrant les différentes étapes de décomposition. Ils ont alors choisi la température ambiante pour obtenir la diffusivité du bois vierge, 300 °C pour obtenir une valeur de diffusivité lors de la décomposition de l'hémicellulose, 350 °C pour obtenir une valeur proche de la zone où il y a la décomposition de la cellulose, et 420 °C à la fin de la décomposition. Pour mesurer la diffusivité thermique à 420 °C, par exemple, un échantillon de bois vierge a été soumis à une rampe de température de $5 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ jusqu'à la température souhaitée. Ensuite, l'échantillon a été refroidi et testé dans un diffusivimètre à 420 °C. En se basant sur ces essais, les auteurs ont montré que l'équation 1.4 est capable de prédire la variation de la diffusivité thermique en fonction de la température dans les

deux directions de fibres :

$$\alpha(T) = \alpha_{\text{charbon}} + \frac{m(T) - m_f}{m_0 - m_f} (\alpha_{\text{bois}} - \alpha_{\text{charbon}}) \quad (1.4)$$

Où : α_{charbon} et α_{bois} sont les diffusivités thermiques du charbon et du bois, respectivement ; $m(T)$, m_0 et m_f sont les masses de l'échantillon, respectivement à une température T , initiale (bois vierge) et finale (charbon pur qui reste après la fin de la dégradation). Bien qu'une loi de mélange soit à proscrire pour le calcul de la diffusivité thermique, l'équation 1.4 néglige le transfert par rayonnement et ne prend pas en compte la variation de la diffusivité thermique du charbon en fonction de la température. Par contre, l'étude de Brown [98] a montré que la diffusivité du charbon varie de 300 % entre la température ambiante et 550 °C.

En résumé, il y a très peu de données dans la littérature concernant la variation de la conductivité (ou diffusivité) thermique en fonction de la température après le début de la décomposition thermique du bois. Les auteurs ont tendance à choisir des lois de variation de la conductivité donnant le meilleur accord entre résultats expérimentaux et numériques. Cela explique la large gamme de variation de la conductivité rencontrée dans les études visant à modéliser la dégradation du bois à grande échelle.

1.4.2 Capacité thermique

Cette section présente les valeurs de capacité thermique disponibles dans la littérature. La capacité thermique du bois est indépendante de l'essence, de la masse volumique et de la direction des fibres. Cependant, elle dépend de la température et de la teneur en eau. Bobda *et al.* [100] ont montré que la capacité thermique du bois humide peut être déterminée en utilisant une loi de mélange, surtout pour des teneurs en eau relativement élevées (> 6 %), où la chaleur de sorption/désorption de l'eau liée est négligeable.

Dans la littérature, plusieurs études ont mesuré la capacité thermique du bois à des températures inférieures à 200 °C. Presque toutes ces études ont conclu que la capacité thermique du bois augmente linéairement avec la température [93,101–103].

Plusieurs lois de variation de la capacité thermique du charbon sont utilisées dans la littérature [62,103–105]. Haberle *et al.* [106] ont réalisé une bibliographie exhaustive sur les relations de la capacité thermique du charbon utilisées dans la littérature. Cette revue a montré qu'il existe des écarts assez importants entre les études (la chaleur spécifique du charbon à 200 °C varie entre 1000 et 2000 J · kg⁻¹ · K⁻¹, et entre 1100 et 2700 J · kg⁻¹ · K⁻¹ à 500 °C).

Lors de la décomposition thermique du bois, une loi de mélange est souvent utilisée pour calculer la capacité thermique effective qui prend en compte les capacités thermiques du bois, du charbon, des gaz de pyrolyse et des goudrons [59,101,107,108]. Là encore, on constate une nouvelle fois de grandes variations sur les valeurs de C_p disponibles dans la littérature. Ces différences tendent à s'accroître lorsque la température

augmente. Étant donné l'importance du Cp (bois et charbon) dans la modélisation de la dégradation du bois, un travail spécifique de caractérisation du cp du bois et du charbon en fonction de la température a également été réalisé durant ces travaux de thèse.

1.5 Dégradation et combustion du bois à l'échelle matériau

Cette section est consacrée à la discussion de la modélisation de la dégradation et de la combustion du bois à l'échelle matériau, ainsi qu'à la prise en compte du transfert de chaleur et de masse. Étant donné que cette thèse se concentre sur la dégradation et la combustion du bois sec, la partie concernant le séchage du bois est exclue de la bibliographie présentée.

1.5.1 Approche multi-échelle

L'approche multi-échelle est souvent utilisée pour étudier la dégradation des matériaux solides [38, 101, 109–111]. Rogaume [112] recommande l'utilisation de cette stratégie afin de comprendre la dégradation des polymères. Cette approche consiste tout d'abord à développer un modèle cinétique à l'échelle matière (quelques milligrammes), puis à développer un modèle de pyrolyse à l'échelle matériau en insérant le modèle cinétique dans un modèle de transfert de chaleur et de masse. Les propriétés de ce dernier modèle sont calibrées pour ajuster les résultats d'un certain nombre d'essais réalisés à l'échelle matériau, tel que le cône calorimètre [38, 113] (entre 100 et 1000 grammes), en prenant des mesures de perte en masse et de température à l'intérieur du solide. Ce modèle est finalement utilisé pour prédire le comportement au feu de ce matériau à grande échelle (quelques dizaines de kilogrammes).

Aujourd'hui, la dégradation du bois à l'échelle matière est un sujet maîtrisé par la communauté scientifique, et il existe plusieurs modèles cinétiques qui donnent des résultats satisfaisants. Cependant, la modélisation de la pyrolyse à l'échelle matériau reste un sujet qui nécessite beaucoup de travail et de recherche scientifique. En effet, comme cela a été montré dans la section précédente, les propriétés thermophysiques du bois à haute température sont encore inconnues, et les auteurs s'efforcent de trouver ces propriétés en ajustant les résultats expérimentaux d'un certain nombre d'essais. De ce fait, surtout lorsqu'il s'agit de modèles complexes avec un degré de liberté élevé, il existe des modèles qui prédisent bien les résultats expérimentaux. En revanche, les propriétés de ces modèles ne sont pas intrinsèques mais dépendent de la complexité du modèle et de la quantité et la qualité des mesures expérimentales qui ont servi à ajuster ces propriétés [109]. Pour cette raison, les modèles développés à l'échelle matériau ne donnent pas de résultats satisfaisants à grande échelle.

1.5.2 Outils numériques

Plusieurs outils numériques peuvent être utilisés pour modéliser la dégradation thermique des matériaux, par exemple Fire Dynamic Simulator (FDS), GPYRO [114],

THERMAKIN [115] et OPENFOAM [116]. Bustamante [117] a montré l'inadéquation de FDS pour simuler les essais au cône calorimètre avec des paramètres cinétiques calculés à partir de l'ATG. THERMAKIN ne peut pas simuler les problèmes en 3D. En revanche, plusieurs études ont montré la capacité de GPYRO à simuler la dégradation des matériaux à l'échelle matériau [38, 109, 113, 114, 118]. Cependant, dans GPYRO, les propriétés thermiques varient selon des lois de puissance et les propriétés des matériaux sont calculées selon des lois de mélange. Cette dernière hypothèse est vraie pour certaines propriétés telle que la capacité thermique, mais est inappropriée pour la conductivité thermique. Ces deux aspects constituent les principales faiblesses de GPYRO.

1.5.3 Études numériques

Il existe plusieurs études qui visent à modéliser la dégradation du bois à l'échelle matériau [38, 113, 118–127]. La différence entre les études se trouve principalement dans :

1. La complexité du modèle.
2. Les propriétés utilisées dans le modèle et le degré de liberté.
3. La qualité et la quantité des mesures expérimentales qui servent de base au modèle.

D'un point de vue numérique, toutes les études couplent l'équation du transfert de chaleur avec les équations de conservation de masse des espèces solides et gazeuses (surtout l'oxygène). Certaines ajoutent les équations de conservation de la quantité de mouvement des espèces gazeuses. Les différences entre les modèles se trouvent principalement dans le phénomène de convection interne, qui est pris en compte explicitement dans l'équation de chaleur dans certaines études [128, 129]. Cependant, d'autres études le prennent en compte de manière implicite en utilisant une conductivité effective qui englobe la conduction, la convection et le rayonnement dans les pores [130]. De plus, il existe des différences dans les lois de variation des propriétés thermiques, qui sont considérées comme constantes dans certaines études [119, 120], tandis que d'autres études les considèrent dépendantes de la température [38]. En effet, l'hypothèse de propriétés thermiques constantes est une source d'erreur importante compte tenu des variations de ces dernières. Il y a également des différences au niveau des dimensions du modèle (1D [38, 119] et 2D [120]). Il est intéressant de mentionner que les dimensions du modèle devraient être compatibles avec les données expérimentales utilisées pour calibrer le modèle. Sinon, les propriétés de ce modèle ne sont pas intrinsèques et vont dépendre de la configuration expérimentale. Par exemple, Richter *et al.* [119] modélisent les essais réalisés par Kashiwagi *et al.* [131] au cône calorimètre sur des échantillons de pin cubiques de 3,8 cm de côté non isolés latéralement avec un modèle 1D, ce qui entraîne d'énormes erreurs sur les propriétés calibrées du modèle. Par ailleurs, la principale difficulté dans la calibration des modèles de pyrolyse avec des propriétés fiables réside dans la qualité et la quantité suffisante de données expérimentales. Par exemple, Fateh *et al.* [113] appliquent une inversion sur la perte et la vitesse de perte en masse mesurées à partir des essais au cône calorimètre pour déterminer un grand nombre d'inconnues dans le modèle. La

quantité des données expérimentales apparaît insuffisante pour obtenir des propriétés fiables.

En résumé et jusqu'à aujourd'hui, il n'existe aucune étude présentant un modèle de pyrolyse et de combustion du bois avec des propriétés intrinsèques. Ainsi, en changeant la configuration expérimentale ou en montant en échelle, ce modèle perd de sa fiabilité.

Chapitre 2

Caractérisation des propriétés thermophysiques du bois et du charbon

Sommaire

2.1	La masse volumique	23
2.2	La porosité	23
2.2.1	Pycnomètre à hélium	24
2.2.2	Résultats	25
2.3	Chaleur spécifique du bois	25
2.3.1	Calorimétrie différentielle à balayage	25
2.3.2	Résultats	26
2.4	Chaleur spécifique du charbon	27
2.4.1	Principe	27
2.4.2	Résultats	28
2.5	Méthode du fil chaud parallèle anisotrope	28
2.5.1	Modèle	29
2.5.2	Dispositif expérimental	31
2.5.3	Méthodologie	32
2.5.4	Analyse des incertitudes	33
2.5.5	Analyse des résidus	33
2.5.6	Résultats : Capacité thermique	35
2.5.7	Résultats : Conductivité thermique	37
2.5.8	Effet de l'eau	43
2.6	Méthode Flash	43
2.6.1	Principe	44
2.6.2	Résultats	46
2.7	Propriétés radiatives	47
2.8	Conclusion intermédiaire	49

L'exposition du bois à une source de chaleur suffisamment importante induit de nombreux processus et réactions chimiques qui altèrent à la fois sa nature et ses propriétés thermiques. Ces propriétés thermiques, comme la capacité thermique et la conductivité thermique, sont par ailleurs connues pour évoluer avec la température. La caractérisation de leur évolution en fonction de la température reste cependant une tâche difficile et constitue un véritable verrou scientifique. Les difficultés associées à la mesure précise des propriétés thermiques du bois et du charbon à haute température sont dues à la présence des réactions chimiques. De plus, les propriétés du bois dépendent à priori de la masse volumique, de l'essence de bois, de la teneur en eau... Le but de ce chapitre est de caractériser les propriétés thermiques du bois et du charbon en fonction de la masse volumique, de la température, de l'essence de bois et de la teneur en eau. Il s'agira dans un second temps d'établir des lois de comportement permettant de faciliter la prise en compte de ces propriétés dans les modèles de dégradation thermique développés au cours de la thèse.

2.1 La masse volumique

La masse volumique de chaque espèce de bois a été déterminée en mesurant la masse et le volume de plus de 50 échantillons de chaque essence. Ces mesures ont été effectuées sur des échantillons de $10 \times 10 \times 5 \text{ cm}^3$. Les échantillons sont humides avec une teneur en eau moyenne de 10 %. Le tableau 2.1 donne la masse volumique moyenne ainsi que les écarts types obtenus de chaque essence de bois. La précision de la balance utilisée est de 0,01 g. Les dimensions des échantillons ont été mesurées par une règle ayant une précision de 1 mm. La masse volumique est ainsi le rapport de la masse sur le volume de l'échantillon. Comme la balance utilisée est très précise, l'incertitude sur les mesures de masse volumique est seulement due à l'incertitude de mesure du volume de l'échantillon. L'incertitude sur ces mesures est ainsi égale à :

$$\frac{\Delta_\rho}{\rho} = \frac{\Delta_V}{V} = 2 \times \frac{0.1}{10} + \frac{0.1}{5} = 4 \% \quad (2.1)$$

TABLEAU 2.1 – Masse volumique moyenne des essences de bois étudiées.

Essence	Balsa	Peuplier	Sapin	Épicéa	Mélèze	Chêne	Hêtre	Ipé
Masse volumique \pm écart type ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)	124 \pm 29	355 \pm 15	465 \pm 22	471 \pm 52	652 \pm 63	707 \pm 87	710 \pm 35	950 \pm 35

2.2 La porosité

La porosité des essences de bois a été mesurée en utilisant un pycnomètre à hélium. Dans cette section, le principe de mesure est détaillé brièvement et les résultats sont ensuite présentés.

2.2.1 Pycnomètre à hélium

Le pycnomètre est constitué de deux compartiments reliés entre eux par une vanne, comme le montre la figure 2.1. La pression du gaz à l'intérieur de chaque compartiment est mesurée par un capteur de pression Keller LEO3 ayant une précision de 0,1 %. Les volumes de ces deux compartiments ont été déterminés au préalable en réalisant deux essais successifs. Le premier essai consiste à remplir le compartiment 0 avec de l'hélium à une pression $P_{0,1}$ et mettre le compartiment 1 sous vide, puis ouvrir la vanne et noter la pression $P_{1,1}$ à l'équilibre. Le deuxième essai consiste à répéter la même procédure mais en plaçant désormais un échantillon non poreux (métal) ayant un volume connu (V_m) dans le compartiment 1; $P_{0,2}$ et $P_{1,2}$ sont respectivement la pression initiale du compartiment 0 et la pression obtenue à l'équilibre lors du deuxième essai. La température dans les deux compartiments étant la même, V_0 et V_1 sont calculés en résolvant le système de deux équations suivant :

$$\begin{cases} P_{0,1}V_0 = P_{1,1}(V_0 + V_1) \\ P_{0,2}V_0 = P_{1,2}(V_0 + V_1 - V_m) \end{cases} \quad (2.2)$$

Pour mesurer la porosité, les essais consistent à placer un échantillon de bois sec de dimensions $10 \times 10 \times 5 \text{ cm}^3$ dans le compartiment 1 et de le mettre sous vide. Ensuite, le compartiment 0 est rempli avec de l'hélium à une pression P_0 . Enfin, la vanne est ouverte à un temps donné et la pression P_1 à l'équilibre est notée. La loi des gaz parfaits permet de déterminer le volume de la matrice solide de l'échantillon (V_s) :

$$V_s = V_0 + V_1 - \frac{P_0V_0}{P_1} \quad (2.3)$$

Ensuite, la porosité (ϵ) est calculée selon :

$$\epsilon = 1 - \frac{V_s}{V_{\text{apparent}}} \quad (2.4)$$

Où V_{apparent} est le volume apparent de l'échantillon mesuré par un pied à coulisse. Trois essais de répétabilité ont été effectués sur même échantillon sec.

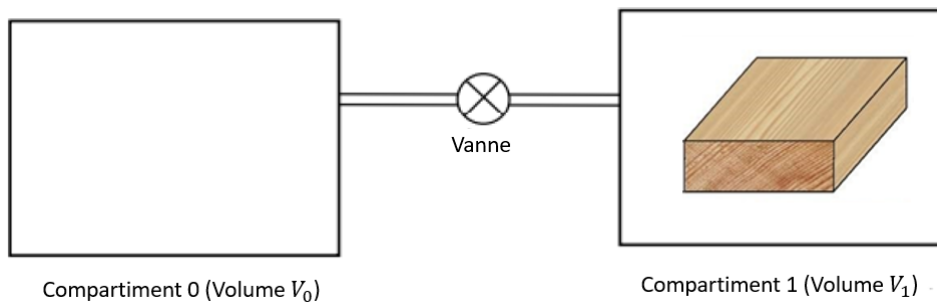


FIGURE 2.1 – Schéma d'un pycnomètre à hélium.

2.2.2 Résultats

Le tableau 2.2 présente la porosité moyenne obtenue pour chaque essence de bois avec l'écart-type (σ) correspondant. Les valeurs de porosité mesurées sont comparées au calcul fondamental de la porosité ($\epsilon = 1 - \frac{\rho_{apparente}}{\rho_s}$) dans le tableau 2.2, où ρ_s est la masse volumique du bois solide (sans pores) supposée être comprise entre 1400 et 1500 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$.

TABLEAU 2.2 – La porosité des essences de bois étudiées.

Essence	$\rho_{apparente}$ ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)	ϵ (%) $\pm \sigma$	$1 - \frac{\rho_{apparente}}{1400}$ (%)	$1 - \frac{\rho_{apparente}}{1500}$ (%)
Balsa	108	$91,3 \pm 0,2$	92,3	92,8
Peuplier	344	$75,6 \pm 0,1$	75,4	77,1
Sapin	454	$69,3 \pm 0,2$	67,6	69,7
Épicéa	462	$68,1 \pm 0,1$	67,0	69,2
Mélèze	690	$52,2 \pm 0,1$	50,7	53,9
Chêne	709	$50,3 \pm 0,2$	49,3	52,7
Hêtre	714	$49,9 \pm 0,3$	49,0	52,4
Ipé	964	$31,3 \pm 0,2$	31,1	35,7

Le tableau 2.2 montre que la porosité du bois varie de 31 % pour l'ipé à 91 % pour le balsa. De plus, le tableau 2.2 montre que les porosités du hêtre et du chêne, qui ont une masse volumique apparente similaire, sont quasiment égales, tout comme pour le sapin et l'épicéa. Ainsi, la porosité dépend principalement de la masse volumique apparente du bois et non de l'essence. Enfin, il est observable que la masse volumique du bois solide est comprise entre 1400 et 1500 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ quelle que soit l'essence. Par conséquent, la porosité du bois sec peut être estimée par la loi affine suivante :

$$\epsilon = 1 - \frac{\rho_{apparente}}{1450} \quad (2.5)$$

2.3 Chaleur spécifique du bois

Le but de cette section est de mesurer la capacité thermique du bois avant le début de la pyrolyse, c'est-à-dire avant 200 °C.

2.3.1 Calorimétrie différentielle à balayage

La capacité thermique de chaque essence de bois a été mesurée à l'aide d'un calorimètre à balayage différentiel (microDSc3 de SETARAM). Les échantillons cylindriques testés avaient un rayon de 6 mm et une hauteur de 15 mm. Ils ont été préalablement séchés dans une étuve à 105 °C jusqu'à obtenir une masse constante (m_{sec}). La caractérisation de la capacité thermique entre 20°C et 90°C a ensuite été réalisée pour chaque échantillon à partir du protocole suivant :

- Étape 1 : la température est stabilisée à 15 °C pendant 25 minutes.

- Étape 2 : la température est augmentée avec une vitesse de chauffage constante ($\beta = 2 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$) pendant 5 minutes.
- Étape 3 : la température est stabilisée à la température atteinte lors de la précédente étape pendant 10 minutes.
- Étape 4 : les étapes 2 et 3 sont répétées 8 fois jusqu'à ce que la température de $95 \text{ }^\circ\text{C}$ soit atteinte.

Pour chaque échantillon, un essai blanc avec le creuset vide est réalisé selon le même protocole. On note φ_{blanc} et φ_{bois} , les flux de chaleur mesurés respectivement avec le creuset à vide et contenant l'échantillon. La capacité thermique à la température $(T_a + T_b)/2$, où T_a et T_b sont les températures de deux paliers successifs, est alors estimée par :

$$C_{p\frac{T_a+T_b}{2}} = \frac{\int_{T_a}^{T_b} (\varphi_{bois} - \varphi_{blanc}) dT}{m_{sec}\beta(T_b - T_a)} \quad (2.6)$$

Avant de tester les échantillons de bois, un test de calibration a été effectué avec de la poudre de saphir en utilisant la même procédure. Les valeurs obtenues de la capacité thermique du saphir ont présenté des écarts par rapport aux valeurs théoriques [132] de 1,7, 2,9, 1,3, 2,5, 2,6, 3, 0,7 et 3,8 % à 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 et 90 °C, respectivement. Par conséquent, l'écart moyen est de 2,2 %, ce qui peut être considéré comme l'incertitude de mesure de la capacité thermique avec cet appareil.

2.3.2 Résultats

Le tableau 2.3 regroupe la capacité thermique mesurée à 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 et 90 °C pour les huit essences de bois sec. À la température ambiante, la capacité thermique du bois sec varie entre 1198 et 1289 $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ voire entre 1198 et 1244 $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ si l'on exclut le balsa. En effet, bien que du même ordre de grandeur, la mesure de la capacité thermique pour le balsa, du fait de sa légèreté, n'est pas aussi précise que pour les autres essences. Ces valeurs sont proches de celles obtenues par Laguela *et al.* [82]. Par conséquent, et comme rapporté dans la littérature [102], la capacité thermique du bois peut bien être considérée comme indépendante de la masse volumique et de l'essence. Le tableau 2.3 montre également que la capacité thermique augmente linéairement avec la température pour toutes les essences de bois. Cette dépendance linéaire de la capacité thermique du bois avec la température a été rapportée par plusieurs auteurs [93, 101–103]. La Figure 2.2 donne l'évolution de la capacité thermique moyenne des huit essences de bois en fonction de la température ainsi qu'une comparaison avec les données disponibles dans la littérature. On peut observer la bonne cohérence entre ces données et les mesures effectuées dans le cadre de la thèse. Par la suite, l'évolution du cp du bois sec en fonction de la température pourra être prise en compte dans le modèle par la régression linéaire suivante :

$$C_p = 1131 + 4,67 \times T(^{\circ}\text{C}) \quad (2.7)$$

TABLEAU 2.3 – Capacité thermique ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) mesurée pour les différentes essences en fonction de la température.

Essence	Température (°C)								
	20	30	40	50	60	70	80	90	
Balsa	1289	1337	1406	1470	1532	1598	1666	1739	
Peuplier	1235	1280	1325	1369	1416	1460	1507	1554	
Sapin	1239	1284	1334	1382	1429	1475	1521	1571	
Épicéa	1244	1284	1332	1378	1426	1474	1525	1575	
Mélèze	1204	1240	1289	1333	1374	1414	1458	1505	
Chêne	1198	1241	1283	1328	1367	1406	1449	1488	
Hêtre	1213	1256	1302	1345	1387	1430	1473	1513	
Ipé	1200	1238	1279	1321	1365	1406	1449	1493	
Moyen	1227	1269	1318	1364	1411	1457	1505	1553	

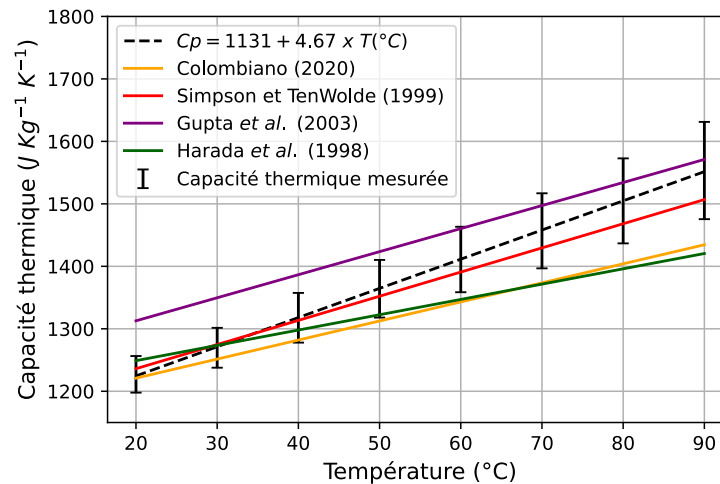


FIGURE 2.2 – Évolution du c_p moyen du bois sec avec la température et comparaison avec la littérature : Harada *et al.* [93], Colombiano [101], Simpson et TenWolde [102], Gupta *et al.* [103].

2.4 Chaleur spécifique du charbon

L'objectif de cette section est de mesurer la capacité thermique du charbon en fonction de la température en utilisant la technique de la calorimétrie différentielle à balayage.

2.4.1 Principe

Le calorimètre différentiel à balayage utilisé pour mesurer la capacité thermique du charbon est le DSC SETARAM 111. Le programme de température des essais était le suivant :

- Un plateau à 20 °C pendant 20 minutes.
- Une rampe de température avec une vitesse de chauffage constante de $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ jusqu'à atteindre 600 °C.

- Un plateau à 600 °C pendant 10 minutes.

Avant chaque essai, un essai blanc est réalisé pour établir la ligne de base de l'appareil. Deux échantillons de charbon ont été testés. Ces échantillons ont été préparés à partir d'ipé en effectuant des tests DSC suivant le même programme de température présenté ci-dessus. L'ipé a été choisi en raison de sa masse volumique élevée (environ $1000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$), permettant d'obtenir une masse plus élevée de charbon. En effet, l'utilisation d'une espèce dense résulte en un signal DSC significatif. Afin d'éviter l'oxydation du charbon, les tests ont été effectués avec un débit d'argon de $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. Les échantillons ont été préalablement séchés au four à 105 °C pendant 24 heures jusqu'à atteindre une masse constante (m_{sec}). La masse initiale des échantillons de charbon était d'environ 14 mg. Après chaque test, la masse des échantillons a également été mesurée afin d'évaluer la perte en masse qui était inférieure à 6 %. Les réactions de pyrolyse pouvant être supposées négligeables, le flux de chaleur mesuré peut être considéré uniquement lié à la chaleur sensible de l'échantillon.

La capacité thermique du charbon des autres essences est supposée similaire à la capacité thermique de l'ipé. Étant donné que la capacité thermique du bois est indépendante de l'espèce [133], cette hypothèse semble assez logique.

2.4.2 Résultats

La figure 2.3 (a) présente la capacité thermique moyenne du charbon mesurée par DSC. La capacité thermique présentée est la moyenne de quatre tests (deux tests de répétabilité \times deux échantillons). Les barres d'erreur correspondent à l'écart-type des quatre tests. Les résultats sont répétables jusqu'à 500 °C. Au delà de cette température, les barres d'erreur sont trop importantes pour considérer les mesures fiables. La figure 2.4 (a) permet de mettre en évidence la relation de linéarité entre la capacité thermique du charbon et la température. Par conséquent, la capacité thermique du charbon a été ajustée par un polynôme du premier degré. La corrélation suivante a été obtenue :

$$C_{p_{char}} = 693 + 3,44 \times T(^{\circ}\text{C}) \quad (2.8)$$

La comparaison en Figure 2.3 (b) des C_p mesurées avec celles disponibles dans la littérature [62, 103–105, 134] fait état d'une grande disparité. La corrélation obtenue dans cette étude se rapproche plus de celle établie par Raznjevic [134]. Il convient de mentionner que cette corrélation est souvent utilisée dans d'autres études [59, 107, 108] qui visent à modéliser la dégradation du bois.

2.5 Méthode du fil chaud parallèle anisotrope

La technique du fil chaud parallèle anisotrope a été utilisée pour caractériser la conductivité thermique du bois avant le début de la pyrolyse. Cette variante de la technique du fil chaud permet de mesurer simultanément la conductivité thermique transversale et longitudinale ainsi que de la capacité thermique volumique du bois. Des mesures ont été effectuées sur les huit essences de bois pour les températures de 20, 60, 110 et 160 °C.

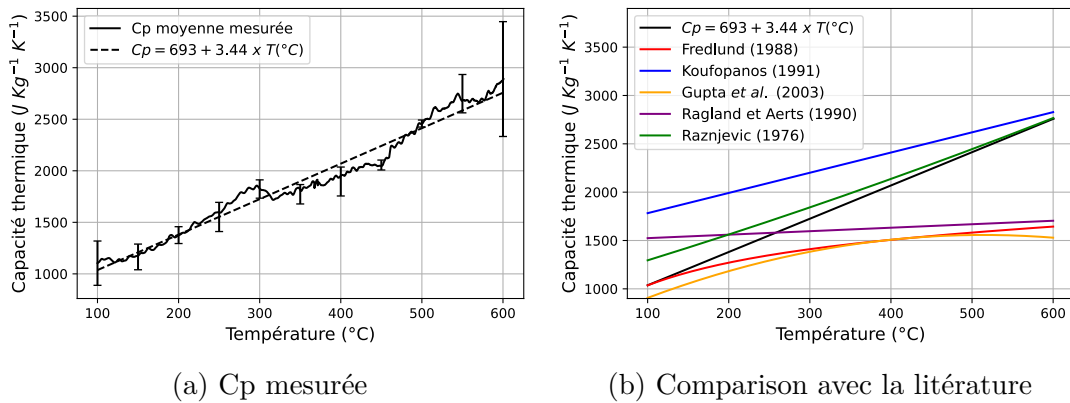


FIGURE 2.3 – Capacité thermique du charbon mesurée et comparaison avec les corrélations établies par : Fredlund [104], Koufopoulos [62], Gupta *et al.* [103], Ragland et Aerts [105] et Raznjevic [134].

2.5.1 Modèle

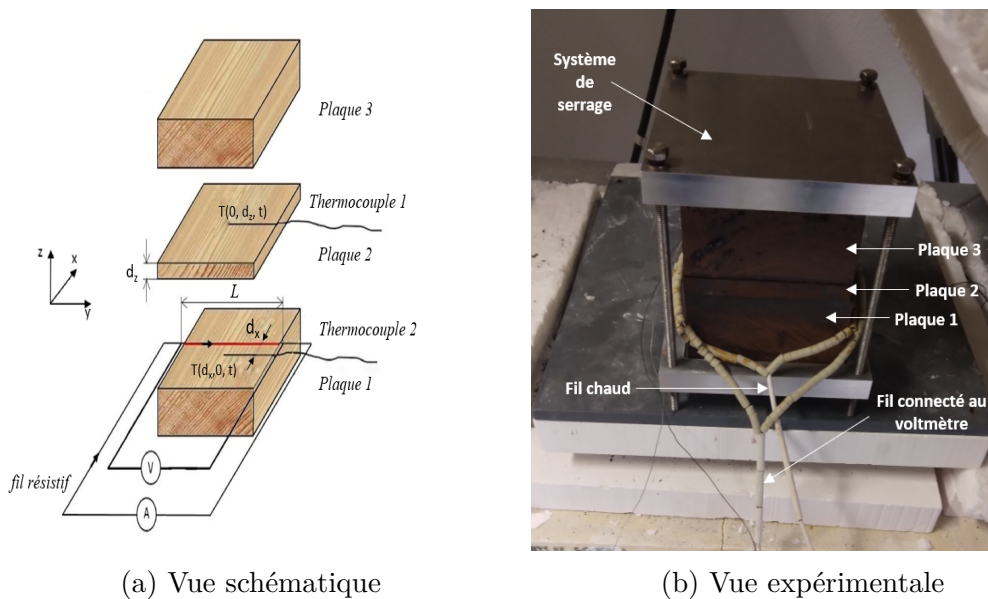


FIGURE 2.4 – Dispositif expérimental du méthode du fil chaud parallèle anisotrope.

Le schéma de principe de la méthode et une photo du dispositif sont présentés dans la figure 2.4 (a). Le dispositif se compose de trois plaques de bois de surface identique et d'épaisseur différente, d'un fil résistif et de deux thermocouples. Le fil résistif de rayon r_f est inséré dans une rainure au niveau de la surface supérieure de la plaque 1. Un thermocouple est également inséré sur cette même surface dans une rainure réalisée à une distance d_x , parallèlement au fil chauffant. Ce thermocouple mesure la température $T(d_x, 0, t)$. Un second thermocouple est inséré dans une troisième rainure réalisée sur la surface supérieure de la plaque 2 d'épaisseur d_z pour mesurer la température $T(0, d_z, t)$. Ensuite, la plaque 2 est placée entre les plaque 1 et 3 et un système de serrage permet d'assurer le maintien de l'ensemble, qui peut alors

être placé dans un four afin de caractériser l'échantillon à une température donnée.

Pour une température donnée, une fois l'équilibre thermique atteint, un courant électrique constant I est appliqué au fil chauffant. La tension U est mesurée aux bornes de la partie du fil insérée dans l'échantillon. Une fois alimenté en courant, le fil génère un flux de chaleur, $\varphi_f = UI/L$ (L étant la longueur du fil inséré dans l'échantillon) supposé uniforme, induisant une variation des températures $T(d_x, 0, t)$ et $T(0, d_z, t)$.

Jannot *et al.* [135] ont établi l'évolution des températures $T(d_x, 0, t)$ et $T(0, d_z, t)$ en utilisant les hypothèses suivantes :

- Les échantillons sont infinis dans les directions Ox et Oz, c'est-à-dire que la température reste constante aux bords (hypothèse de milieu semi-infini).
- Le fil chauffant est suffisamment long pour être considéré comme une source linéique, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de gradient de température dans la direction Oy.
- Le flux de chaleur produit par le fil chauffant est constant dans le temps et uniforme.
- Les transferts de chaleur radiatifs et l'influence du transfert de masse sur le transfert de chaleur sont négligés.
- La température initiale à l'intérieur du matériau est uniforme.

Jannot *et al.* [135] ont établi les expressions suivantes pour les transformées de Laplace $\theta(d_x, 0, p)$ et $\theta(0, d_z, p)$ des élévations de température $T(d_x, 0, t)$ et $T(0, d_z, t)$ respectivement, en se basant sur le formalisme des quadripôles thermiques :

$$\theta(d_x, 0, p) = \frac{\frac{\varphi_f}{p} K_0 \left(d_x \sqrt{\frac{\rho C_p p}{\lambda_x}} \right)}{C_f p K_0 \left(q_{eq} r_f \right) + 2\pi \lambda_{eq} q_{eq} r_f \left[1 + C_f p R_c L \right] K_1 \left(q_{eq} r_f \right)} \quad (2.9)$$

$$\theta(0, d_z, p) = \frac{\frac{\varphi_f}{p} K_0 \left(d_z \sqrt{\frac{\rho C_p p}{\lambda_z}} \right)}{C_f p K_0 \left(q_{eq} r_f \right) + 2\pi \lambda_{eq} q_{eq} r_f \left[1 + C_f p R_c L \right] K_1 \left(q_{eq} r_f \right)} \quad (2.10)$$

Où : K_0 et K_1 sont les fonctions de Bessel modifiées de seconde espèce ; $q_{eq} = \sqrt{\frac{\rho C_p p}{\lambda_{eq}}}$ avec $\lambda_{eq} = \sqrt{\lambda_x \lambda_z}$ et $C_f = \rho_f c_f \pi r_f^2$.

Les valeurs de température sont calculées par l'inversion des transformées de Laplace à l'aide de l'algorithme de De Hoog [136]. La méthode des moindres carrés est utilisée pour estimer les paramètres inconnus dans les équations 2.9 et 2.10 : ρC_p , λ_x , λ_z et R_c . L'algorithme de Levenberg-Marquardt est utilisé pour minimiser la fonction objectif suivante :

$$S = \sum_{i=1}^N [T_{\text{exp}}(d_x, 0, t_i) - T_{\text{mod}}(d_x, 0, t_i)]^2 + \sum_{i=1}^N [T_{\text{exp}}(0, d_z, t_i) - T_{\text{mod}}(0, d_z, t_i)]^2 \quad (2.11)$$

Où : N est le nombre de points expérimentaux ; $T_{\text{exp}}(d_x, 0, t_i)$ et $T_{\text{exp}}(0, d_z, t_i)$ sont les

températures mesurées ; $T_{\text{mod}}(d_x, 0, t_i)$ et $T_{\text{mod}}(0, d_z, t_i)$ sont les températures calculées en inversant les équations 2.9 et 2.10 respectivement. Jannot *et al.* [135] ont également étudié l'identifiabilité des paramètres : ρC_p , λ_x , λ_z et R_c en calculant les sensibilités réduites des températures $T(d_x, 0, t_i)$ et $T(0, d_z, t_i)$ aux différents paramètres. Ils ont montré que les paramètres peuvent être estimés simultanément.

2.5.2 Dispositif expérimental

La figure 2.4 (b) montre une vue du dispositif expérimental. Les échantillons de bois sélectionnés étaient sans nœuds. Ils ont une section transversale de 10×10 cm², qui est suffisamment grande pour garantir l'hypothèse de milieu semi-infini. L'épaisseur des plaques 1 et 3 est de 5 cm et celle de la plaque 2 est de 1 cm. Une rainure carrée de 0,5 mm de profondeur a été usinée avec précision au centre de la face supérieure de la plaque 1. Un fil chauffant de 0,5 mm de diamètre en nickel-chrome 80/20 a été inséré dans cette rainure. Un premier thermocouple de type K gainé avec un diamètre extérieur de 0,5 mm a été inséré dans une rainure située sur la même face parallèlement au fil chauffant à une distance $d_x = 1$ cm. Ce thermocouple mesure la température $T(d_x, 0, t)$. Un deuxième thermocouple a été inséré dans une rainure créée au centre de la face supérieure de la plaque 2 pour mesurer la température $T(0, d_z, t)$. La distance d_z entre le fil chauffant et ce thermocouple est donc égale à l'épaisseur de la plaque 2 ($d_z = 1$ cm). Ensuite, les trois plaques ont été collées avec de la mélamine-urée-formaldéhyde (MUF) et pressées pendant au moins 6 heures. Pour le hêtre, le chêne et l'ipé, la colle n'a pas résisté aux hautes températures. Par conséquent, et pour assurer une faible résistance de contact entre les trois plaques, l'assemblage a été placé dans un système de serrage construit au laboratoire (figure 2.4 (b)). Étant donné que le bois est un matériau isolant, la résistance de contact entre les échantillons peut être négligée de sorte que les trois plaques se comportent comme un seul échantillon [135].

Comme le montre la figure 2.4 (a), la direction des fibres est parallèle à (Ox). Le fil chauffant a été placé perpendiculairement à la direction des fibres. De cette manière, la température a été mesurée le long de la direction des fibres ($T(d_x, 0, t)$) et perpendiculairement à la direction des fibres ($T(0, d_z, t)$) pour estimer les conductivités thermiques dans les deux directions simultanément. On note que la conductivité transversale mesurée (dans la direction (Oz)) ne peut être considérée ni comme la conductivité radiale ni comme la conductivité tangentielle, mais comme une conductivité transversale moyenne. Cependant, plusieurs études ont montré que les conductivités radiale et tangentielle sont similaires [82-84, 86, 87].

Le dispositif est préalablement chauffé dans le four à une température souhaitée. Le test débute lorsque les températures des deux thermocouples sont parfaitement stables. Le fil est alors alimenté avec un courant d'intensité constante I produit par une alimentation électrique stabilisée (ALR 3003). La tension électrique U aux bornes de la partie du fil insérée dans le bois est mesurée à l'aide d'un voltmètre (Keithley 2701). Les températures $T(d_x, 0, t)$ et $T(0, d_z, t)$ sont enregistrées toutes les 0,1 seconde à l'aide d'un enregistreur de données (Picolog TC-08).

Enfin, l'algorithme de Levenberg-Marquardt [137] a été implémenté dans un code MATLAB[®] pour estimer les paramètres inconnus dans les équations 2.9 et 2.10 : ρC_p , λ_x , λ_z et R_c en minimisant l'équation 2.11. L'estimation est effectuée sur un intervalle de temps $[0, t_{max}]$ tel que dans cet intervalle, les résidus d'estimation définis par $T_{exp}(d_x, 0, t_i) - T_{mod}(d_x, 0, t_i)$ et $T_{exp}(0, d_z, t_i) - T_{mod}(0, d_z, t_i)$ sont centrés sur zéro et dépourvus de biais. Les paramètres connus dans les équations 2.9 et 2.10 sont : $\rho_f c_f = 3,69 \times 10^6 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$; $r_f = 0,5 \text{ mm}$ et $d_x = d_z = 10 \text{ mm}$.

2.5.3 Méthodologie

Pour chaque espèce, des mesures ont été effectuées à 20, 60, 110 et 160 °C comme suit :

- **Test à 20 °C avec du bois humide** : la masse volumique de l'échantillon à cette étape est déterminée en divisant la masse de l'échantillon mesurée à l'aide d'une balance électronique OHAUS[™] d'une précision de 0,01 g par le volume de l'échantillon. Les dimensions des trois plaques ont été mesurées à l'aide d'un pied à coulisse d'une précision de $\pm 0,1 \text{ mm}$. En considérant que les dimensions des plaques 1 et 3 sont $10 \times 10 \times 5 \text{ cm}^3$ et les dimensions de la plaque 2 sont $10 \times 10 \times 1 \text{ cm}^3$, l'incertitude de la masse volumique est exprimée par :

$$\frac{\Delta_\rho}{\rho} = \frac{\Delta_V}{V} = \frac{\Delta_{V_1}}{V_1} + \frac{\Delta_{V_2}}{V_2} + \frac{\Delta_{V_3}}{V_3} = 2 \times \overbrace{\left(\frac{0,1}{100} + \frac{0,1}{100} + \frac{0,1}{50} \right)}^{\text{Plaque 1 et 3}} + \overbrace{\left(\frac{0,1}{100} + \frac{0,1}{100} + \frac{0,1}{10} \right)}^{\text{Plaque 2}} = 2\% \quad (2.12)$$

- **Test à 60 °C avec du bois humide** : la température du four est maintenue à 60 °C. Lorsque l'équilibre thermique est atteint, le test à cette température est effectué (environ après 36 heures). À cette étape, la masse volumique et la teneur en eau de l'échantillon ne peuvent pas être mesurées. Pour connaître l'ordre de grandeur de la teneur en eau et de la masse volumique des différents échantillons de bois, trois échantillons humides ($10 \times 10 \times 5 \text{ cm}^3$) de chaque espèce de bois ont été placés dans le four à 60 °C. Après 36 heures, la masse des échantillons (m_{60}) a été mesurée. Les échantillons ont ensuite été séchés à 105 °C jusqu'à obtention d'une masse constante (m_{sec}). La teneur en eau de chaque échantillon à 60 °C a été calculée par $X_{60} = \frac{m_{60} - m_{sec}}{m_{60}}$. Les teneurs en eau à 60 °C du balsa, du peuplier, de l'épicéa, du sapin, du mélèze, du chêne, du hêtre et de l'ipé obtenues sont respectivement de $1,7 \pm 0,2\%$, $2,5 \pm 0,3\%$, $3,3 \pm 0,3\%$, $3,4 \pm 0,2\%$, $5,3 \pm 0,4\%$, $5,4 \pm 0,2\%$, $2,8 \pm 0,1\%$ et $4,2 \pm 0,4\%$. Ces teneurs en eau sont considérées comme les teneurs en eau des échantillons testés par l'APHW. Enfin, la masse volumique humide à 60 °C a pu être estimée par : $\rho_{humide60} = \frac{(1+X_{60}) \times m_{sec}}{V}$. L'incertitude de cette valeur est l'incertitude de la mesure de volume (6 %) ajoutée à l'incertitude de la mesure de la teneur en eau. Par conséquent, elle est égale à $6 + 0,3\%$.
- **Test à 110 °C avec échantillon sec** : la température du four a été réglée à 110 °C. Les tests à cette température ont été effectués plus de 48 heures après l'établissement de l'équilibre thermique pour s'assurer que l'échantillon

soit totalement sec. Après la séquence de tests, l'échantillon sec a été pesé. La masse volumique sèche et la teneur en eau initiale à 20 °C ont été calculées.

- **Test à 60 °C avec échantillon sec** : la température du four a été à nouveau réglée à 60 °C mais cette fois-ci l'échantillon est sec. Les tests ont été effectués après que l'équilibre thermique ait été atteint, c'est-à-dire environ 15 heures plus tard.
- Redessiccation du bois à 105 °C pendant 48 heures pour s'assurer que l'échantillon n'a pas absorbé d'eau lors de l'étape précédente.
- **Test à 20 °C avec échantillon sec** : la température du four a été à nouveau réglée à 20 °C. L'échantillon est sec. Les tests ont été effectués après que l'équilibre thermique ait été établi, c'est-à-dire environ 15 heures plus tard.
- **Test à 160 °C** : la température du four a été réglée à 160 °C et les tests ont été effectués à cette température.

Pour les tests sur les échantillons secs, l'incertitude dans la mesure de la masse volumique est égale à l'incertitude dans la mesure du volume (6 %). Pour chaque température, trois essais de répétabilité ont été effectués.

Au total, les conductivités thermiques du bois dans les deux directions ont été mesurées à la température ambiante pour le bois humide (11 % environ) et le bois sec ; à 60 °C pour le bois humide (entre 2 et 5 %) et le bois sec, et à 110 et 160 °C pour le bois sec. Notons que des tests ont été effectués à 190 °C mais les propriétés thermiques n'ont pas pu être estimées (voir section 2.5.7).

2.5.4 Analyse des incertitudes

La principale source d'incertitude dans l'estimation des propriétés thermiques est l'incertitude sur la distance d_x et d_z entre le fil chauffant et les thermocouples. Il a été démontré précédemment que les incertitudes relatives sur les paramètres estimés (ρC_p , λ_x , λ_z) sont égales à la somme des incertitudes relatives sur la mesure de d_x et d_z [135].

$$\frac{\Delta\lambda_x}{\lambda_x} = \frac{\Delta\lambda_z}{\lambda_z} = \frac{\Delta\rho C_p}{\rho C_p} = \frac{\Delta d_x}{d_x} + \frac{\Delta d_z}{d_z} \quad (2.13)$$

L'incertitude sur la distance d_x et d_z est de l'ordre de $\pm 0,5$ mm. Pour une distance de $d_x = d_z = 10$ mm, cela conduit à une incertitude de 10 % sur les 3 paramètres estimés.

2.5.5 Analyse des résidus

L'analyse des résidus est la méthode la plus simple pour vérifier la fiabilité des paramètres estimés et la robustesse du modèle utilisé pour prédire les observations expérimentales. En effet, les courbes de résidus centrées autour de zéro (bruit blanc) indiquent que le modèle est suffisamment complet pour reproduire les observations expérimentales et que les paramètres estimés sont fiables. Dans le cas contraire, cela signifie que le modèle contient des simplifications et des hypothèses qui ne sont pas valides.

Dans la technique APHW, le choix du temps d'estimation est très important lors de l'application de la méthode inverse. En effet, ce temps doit être suffisamment long

pour que l'inversion soit robuste, mais assez court pour que l'hypothèse du milieu infini soit toujours valide. Ce temps a été choisi en fonction des courbes de résidus. La figure 2.5 montre les résidus multipliés par un facteur dix obtenus pour un test effectué sur du mélèze à 110 °C. Les résidus sont plats et centrés autour de zéro sur l'intervalle de temps [0 – 700] secondes. Après 700 s, les températures expérimentales et numériques ne se chevauchent plus, ce qui signifie que l'hypothèse du milieu infini n'est plus valide. Par conséquent, l'intervalle de temps considéré pour l'estimation des paramètres devrait être limité à 700 s.

La figure 2.6 montre les résidus obtenus à 20 °C pour l'épicéa dans les deux directions en utilisant le même échantillon humide ou sec. Dans le cas du bois sec, les évolutions des températures numériques et expérimentales sont très similaires. Pour le bois d'épicéa humide, les résidus sont également centrés autour de zéro dans la direction longitudinale, mais sont légèrement plus importants dans la direction transversale en raison du transfert d'eau qui affecte le transfert de chaleur. Étant donné que les perméabilités longitudinales au gaz et à l'eau du bois sont beaucoup plus grandes que celles de la direction transversale [96, 138], il est logique que les résidus du bois humide dans la direction transversale soient plus plats que dans la direction longitudinale. Cependant, les résidus sont faibles et les paramètres estimés restent fiables sans avoir besoin d'utiliser un modèle couplé de transfert de chaleur et de masse. Un comportement similaire a été observé pour les autres espèces de bois à 20 et 70 °C, sauf pour le balsa humide à 20 °C où le modèle appliqué n'a pas été capable de prédire les températures expérimentales (voir figure 2.7(a)). Jannot *et al.* [139] ont récemment montré que l'effet du transfert de masse sur le transfert de chaleur est plus important pour les matériaux ayant une faible conductivité thermique.

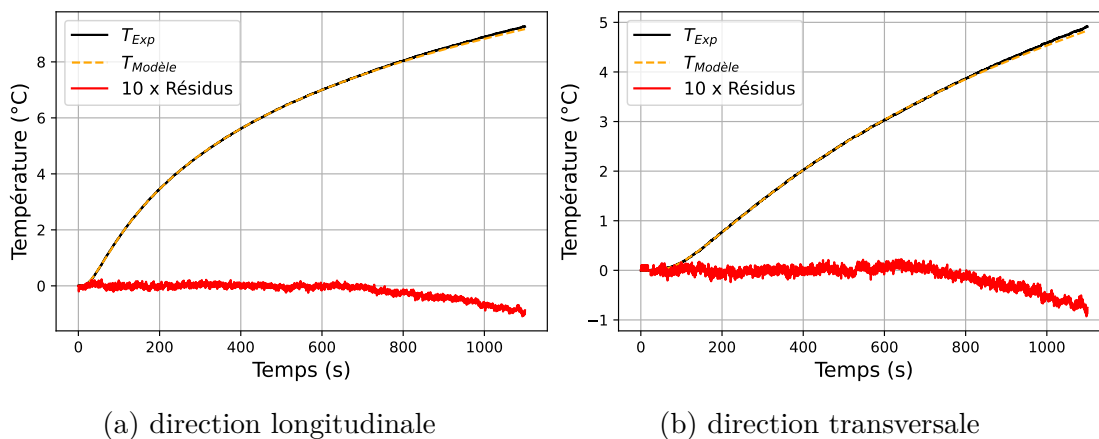


FIGURE 2.5 – Comparaison entre les températures expérimentales et numériques pour un test sur le mélèze à 110 °C.

La figure 2.8 montre les résultats obtenus pour le balsa et l'ipé à 160 °C. Concernant l'ipé, les températures numériques et expérimentales sont similaires. Pour le balsa, le modèle montre un certain biais pouvant être attribué à l'apparition d'un transfert radiatif au sein de l'échantillon du fait de sa grande porosité. Ce transfert est d'autant moins négligeable que la température augmente. Cependant, les résidus

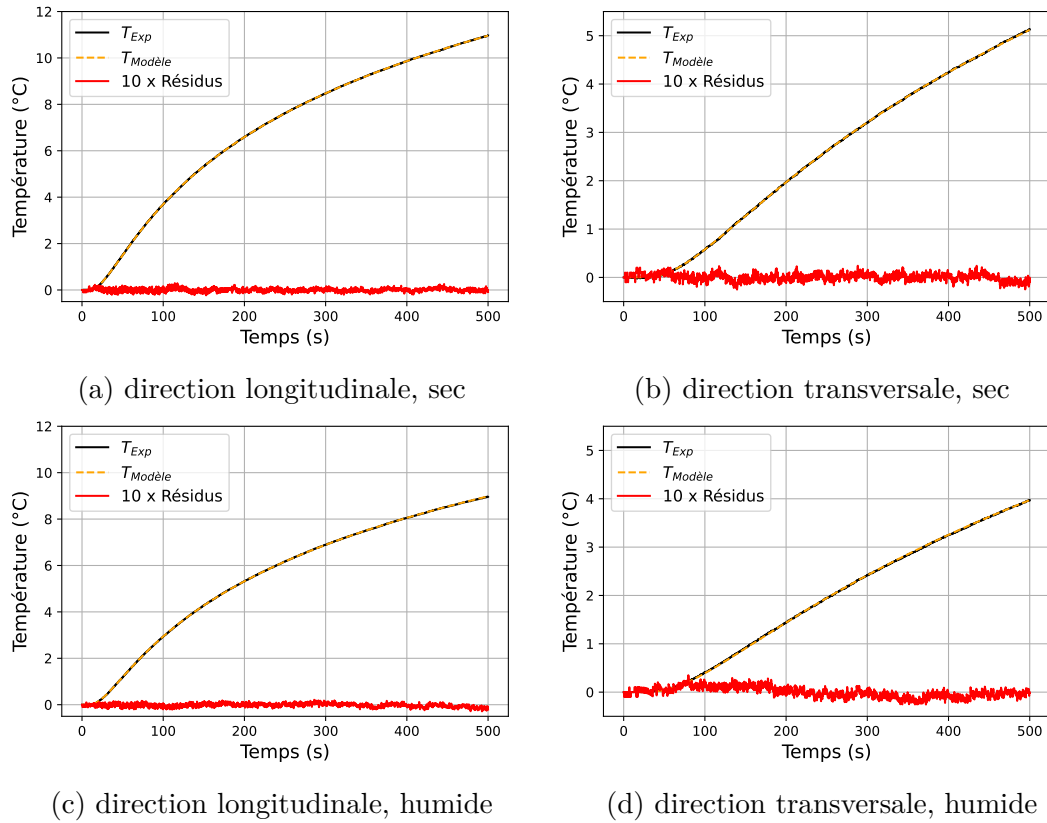


FIGURE 2.6 – Comparaison entre les résidus obtenus pour l’*épicéa* humide et sec à température ambiante.

obtenus pour le balsa sont encore acceptables et les paramètres estimés peuvent être considérés comme fiables.

Enfin, un test de faisabilité à 190 °C a été effectué sur le peuplier. Les résidus obtenus n’étaient pas satisfaisants (figure 2.7 (b)). Le biais obtenu pourrait être causé par le transfert de chaleur radiatif ou les réactions de pyrolyse de la lignine qui commencent vers 160 °C [28]. Il est donc difficile d’estimer les propriétés thermiques à cette température.

2.5.6 Résultats : Capacité thermique

Pour valider les mesures APHW, la capacité thermique volumique obtenue par la technique APHW est comparée à la capacité thermique volumique estimée à partir des mesures DSC. Les tableaux 2.4 et 2.5 regroupent ρ_{sec} la densité sèche de tous les échantillons testés avec la technique APHW, $(\rho c)_{sec,DSC}$ la capacité thermique volumique du bois sec obtenue en multipliant la densité mesurée par la capacité thermique mesurée avec la technique DSC et $(\rho c)_{sec,APHW}$ la capacité thermique volumique estimée par la technique APHW à 20 et 70 °C, respectivement. La déviation maximale entre $(\rho c)_{sec,DSC}$ et $(\rho c)_{sec,APHW}$ est de 13,4 % et la déviation moyenne est de 6,1 %. Ce résultat est assez satisfaisant compte tenu des incertitudes sur d_x , d_z et ρ_{sec} . Le tableau 2.6 donne dans l’ordre la teneur en eau X_{grav} des échantillons testés avec

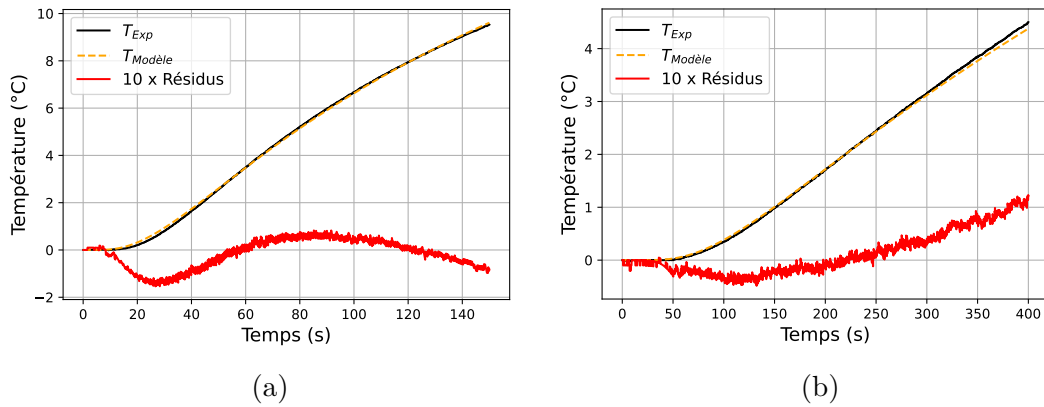


FIGURE 2.7 – Résidus obtenus pour (a) : le balsa humide à 20 °C dans la direction longitudinale et (b) : le peuplier à 190 °C dans la direction transversale.

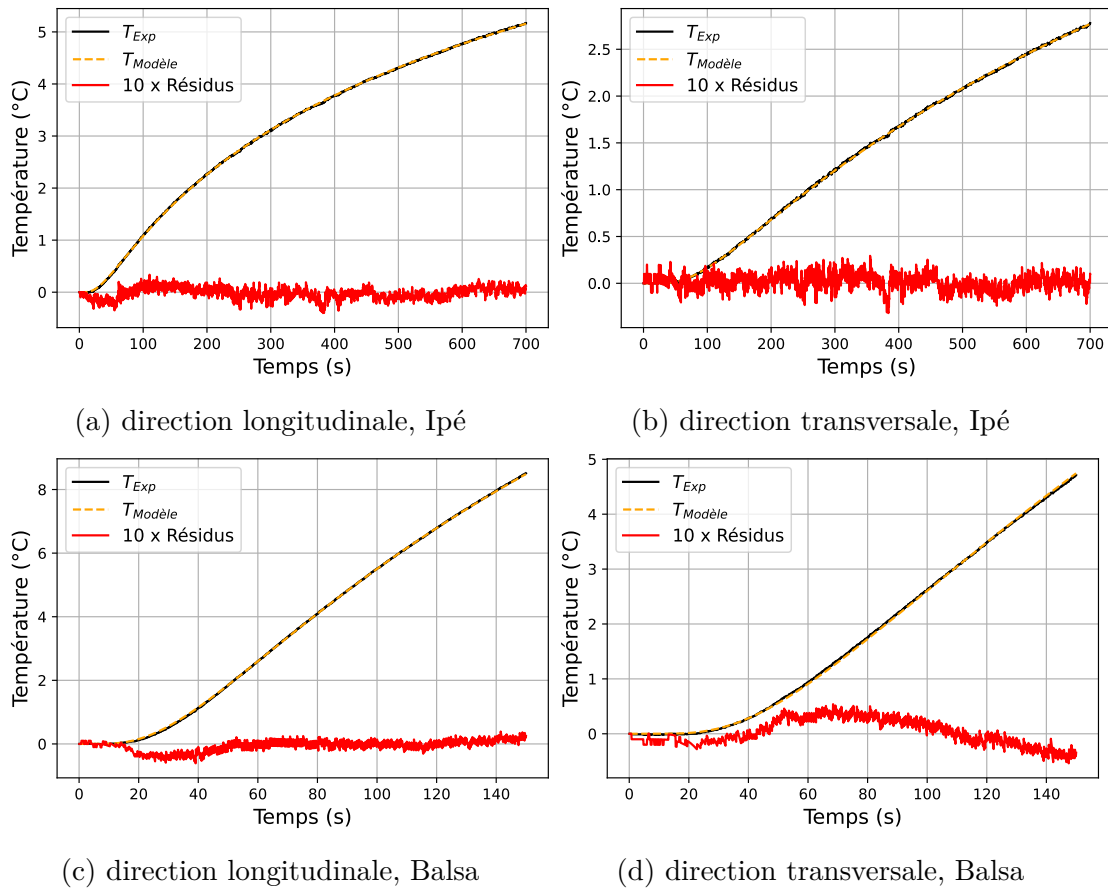


FIGURE 2.8 – Résidus obtenus pour le balsa et l'ipé à 160 °C.

la technique APHW, la capacité thermique volumique du bois humide $(\rho c)_{humide,DSC}$ obtenue à partir de l'équation 2.14, les valeurs de la capacité thermique mesurées avec le DSC et la capacité thermique volumique $(\rho c)_{humide,APHW}$ mesurée avec la technique APHW à 20 °C. L'écart maximal entre $(\rho c)_{humide,DSC}$ et $(\rho c)_{humide,APHW}$ est de 14 % et l'écart moyen est de 7,4 %, ce qui est également tout à fait satisfaisant compte tenu des incertitudes mentionnées ci-dessus et du fait que la chaleur de sorption a été

TABLEAU 2.4 – Capacité thermique volumique estimée par la technique APHW à 20 °C pour le bois sec et comparaison avec les mesures DSC.

	ρ_{sec} (kg · m ⁻³)	Cp_{DSC} (J · kg ⁻¹ · K ⁻¹)	$(\rho c)_{sec,DSC}$ (kJ · m ⁻³ · K ⁻¹)	$(\rho c)_{sec,APHW}$ (kJ · m ⁻³ · K ⁻¹)	Déviatiion (%)
Balsa	136	1289	175	166	5,1
Peuplier 1	326	1235	403	386	4,2
Peuplier 2	339	1235	420	443	5,4
Épicéa 2	399	1244	497	506	1,8
Sapin	386	1239	479	489	2,2
Mélèze	608	1204	732	812	11
Chêne	626	1198	751	841	12
Hêtre	646	1213	785	845	7,7
Ipé	966	1199	1159	1225	5,7

TABLEAU 2.5 – Capacité thermique volumique estimée par la technique APHW à 70 °C pour le bois sec et comparaison avec les mesures DSC.

	ρ_{sec} (kg · m ⁻³)	Cp_{DSC} (J · kg ⁻¹ · K ⁻¹)	$(\rho c)_{sec,DSC}$ (kJ · m ⁻³ · K ⁻¹)	$(\rho c)_{sec,APHW}$ (kJ · m ⁻³ · K ⁻¹)	Déviatiion (%)
Balsa	136	1532	209	191	8,3
Peuplier 2	339	1416	481	484	0,6
Épicéa 2	399	1426	570	569	0,2
Sapin	386	1429	552	556	0,7
Mélèze	608	1374	835	939	12
Chêne	626	1367	856	970	13,2
Hêtre	646	1387	897	1018	13,4
Ipé	966	1365	1319	1328	0,7

TABLEAU 2.6 – Capacité thermique volumique estimée par la technique APHW à 20 °C pour le bois humide et comparaison avec les mesures DSC.

	$(\rho c)_{sec,DSC}$ (kJ · m ⁻³ · K ⁻¹)	X_{grav} (%)	$(\rho c)_{humide,DSC}$ (kJ · m ⁻³ · K ⁻¹)	$(\rho c)_{humide,APHW}$ (kJ · m ⁻³ · K ⁻¹)	Déviatiion (%)
Balsa	175	7,5	209	Résidus non plats	
Peuplier 1	403	10,6	548	623	13,7
Peuplier 2	420	9,7	557	585	4,8
Épicéa 1	483	9,9	644	711	10,4
Épicéa 2	497	10,2	668	660	1,1
Sapin	479	10,1	642	622	3
Mélèze	732	11	1012	1153	14
Chêne	751	12,6	1081	1177	8,9
Hêtre	785	12,4	1120	1211	8,1
Ipé	1159	10,5	1584	1538	2,8

négligée dans l'équation 2.14.

$$(\rho c)_{humide,DSC} = (\rho c)_{sec} + \rho_{sec} \times Cp_{eau} \times X \quad (2.14)$$

2.5.7 Résultats : Conductivité thermique

La figure 2.9 présente l'évolution des conductivités transversale et longitudinale moyennes (sur 3 mesures par la technique APHW) des huit essences de bois sec en fonction de la température. Toutes les données numériques relatives à la figure 2.9, les écarts-types relatifs correspondants ainsi que le facteur d'anisotropie, défini par : $F = \frac{\text{conductivité longitudinale}}{\text{conductivité transversale}}$ sont donnés dans l'annexe A.1. Les courbes présentées dans la figure 2.9 montrent que la conductivité thermique dans les deux directions augmente avec la masse volumique.

La conductivité transversale augmente avec la température, tandis que la conductivité longitudinale semble être indépendante de la température.

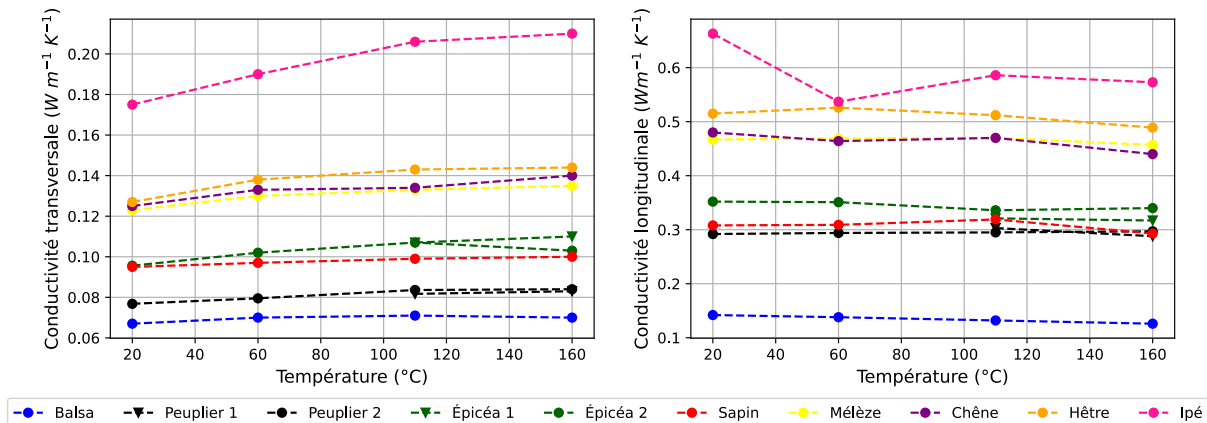


FIGURE 2.9 – Conductivités thermiques transversale et longitudinale des échantillons de bois sec estimées par la technique APHW en fonction de la température.

La conductivité thermique obtenue dans les deux directions à 110 et 160 °C pour les deux échantillons de peuplier qui ont approximativement la même masse volumique sont similaires (les écarts sont de 2,3 % à 110 °C et de 1,2 % à 160 °C). Les écarts entre les deux échantillons d'épicéa sont également assez faibles (0 % à 110 °C et 6,7 % à 160 °C). Il semble donc qu'il n'y ait pas une grande variabilité entre les échantillons d'une même espèce.

La figure 2.9 montre également que l'échantillon de chêne appartenant à la famille des feuillus et l'échantillon de mélèze appartenant à la famille des résineux ont des conductivités transversale et longitudinale proches. Il semble donc que la conductivité thermique soit indépendante du type de bois. De plus, l'épicéa et le sapin, qui sont dans un même intervalle de masse volumique, présentent des valeurs de conductivité similaires dans les directions transversale et longitudinale. Par conséquent, il apparaît qu'à une température donnée, la conductivité thermique du bois dépend uniquement de sa masse volumique, et ne semble pas être liée à l'espèce de bois considérée.

On trouve de nombreuses études dans la littérature concernant la conductivité thermique transversale du bois à température ambiante. Raznjevic *et al.* [134] ont rapporté une valeur de $0,081 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour le balsa avec une masse volumique d'échantillon de $200 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Cette valeur est tout à fait cohérente avec celle de $0,067 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ obtenue dans la présente étude pour un échantillon de $136 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Pour le peuplier, la valeur obtenue est en accord avec celle rapportée par Kol [84] ($[0,073 - 0,103] \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour le bois sec avec une masse volumique de $385 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$). Pour l'épicéa, la valeur obtenue est également en bon accord avec les données de Laguela *et al.* [82] qui ont rapporté une conductivité thermique tangentielle de $0,09 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ et une conductivité radiale de $0,12 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Simpson et TenWolde [102] ont également rapporté des valeurs comprises entre 0,09 et $0,1 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour du bois sec avec une masse volumique comprise entre 370 et $430 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Pour le sapin, la valeur dans cette étude est comprise entre la valeur rapportée par Yu *et al.* [94] de $0,08 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour une masse volumique de $308 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ et la valeur rapportée par Bucar et Straze [80] de $0,12 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Pour le

mélèze, les résultats sont similaires à ceux de Yu *et al.* [94]. Pour le chêne et le hêtre, les valeurs rapportées dans cette étude sont légèrement inférieures à celles publiées par Simpson et TenWolde [102] du fait notamment de l'utilisation d'échantillon de masse volumique plus faible. Pour l'ipé, à notre connaissance, aucune donnée n'est disponible dans la littérature.

Effet de la masse volumique

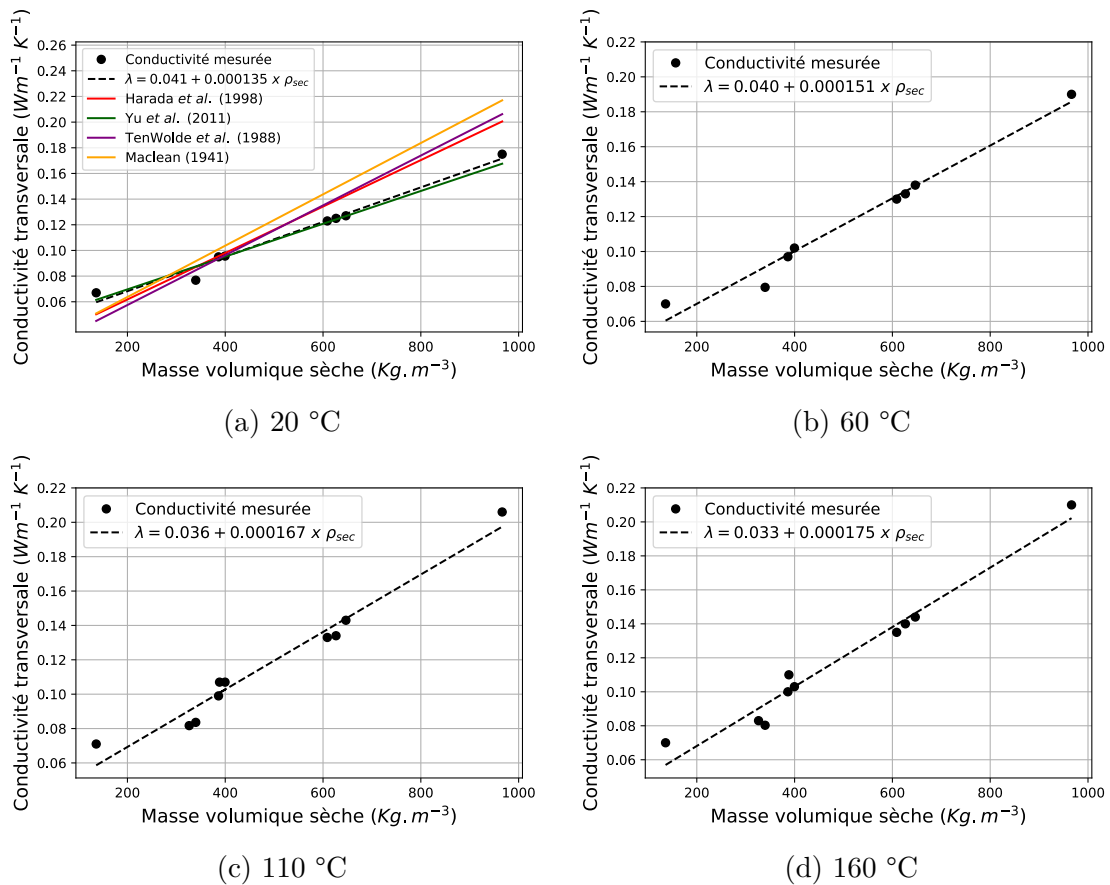


FIGURE 2.10 – Variation de la conductivité transversale en fonction de la masse volumique sèche à 20, 60, 110 et 160 °C. Chaque point expérimental est la moyenne de trois tests de répétabilité.

Les figures 2.10 et 2.11 présentent la variation de la conductivité transversale et longitudinale en fonction de la masse volumique sèche à 20, 60, 110 et 160 °C. La figure 2.10 (a) compare également les corrélations entre la conductivité thermique transversale et la masse volumique issues de la littérature [89, 93, 94, 140].

Pour une température fixe, la conductivité thermique augmente linéairement avec la masse volumique sèche, quelle que soit la direction. Cette observation est en accord avec la littérature [84, 89, 90]. À chaque température, les valeurs de conductivité thermique ont été ajustées par une loi affine. Les courbes d'ajustement obtenues sont présentées dans les figures 2.10 et 2.11.

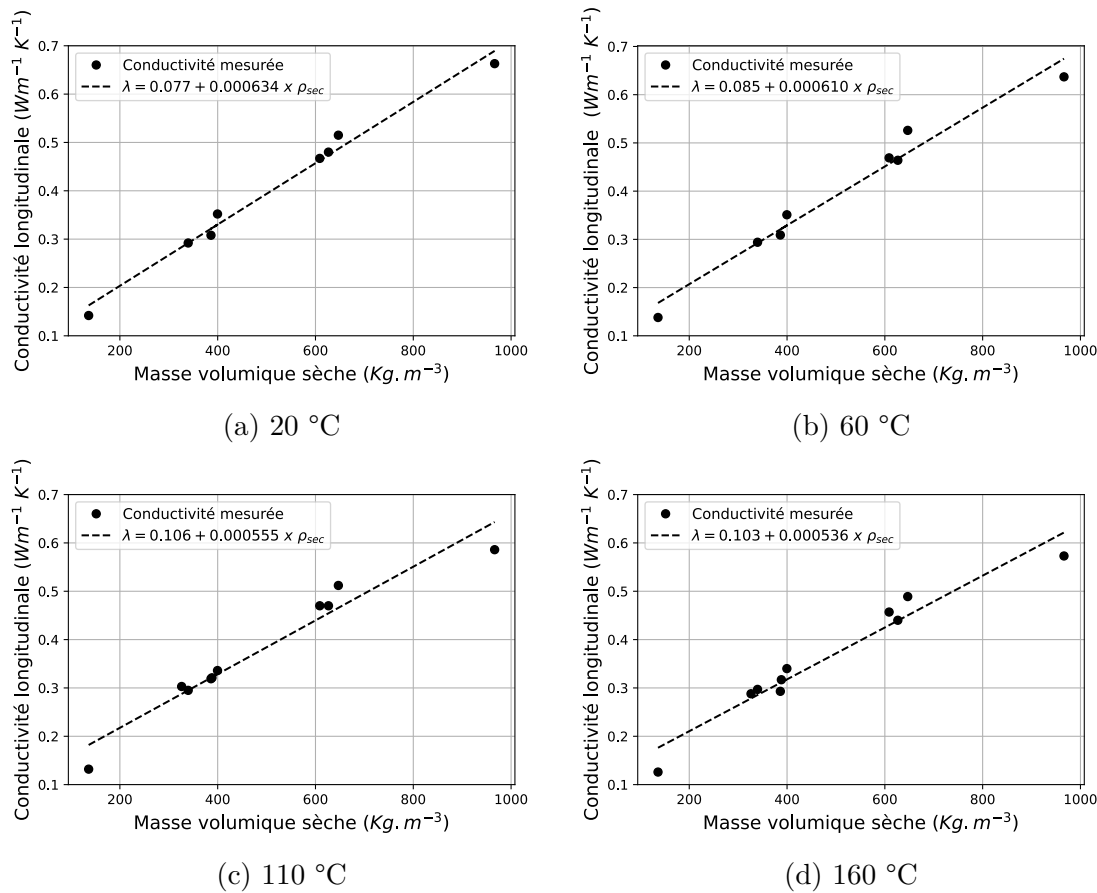


FIGURE 2.11 – Variation de la conductivité longitudinale en fonction de la masse volumique sèche à 20, 60, 110 et 160 °C. Chaque point expérimental est la moyenne de trois tests de répétabilité.

La figure 2.10 (a) montre que la courbe d’ajustement linéaire est en bon accord avec la corrélation obtenue par Yu *et al.* [94], mais présente des écarts par rapport à celles rapportées par Harada *et al.* [93], TenWolde *et al.* [140] et Maclean [89], en particulier pour les masses volumiques élevées ($\rho_{dry} > 600 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$). Cependant, la plage de masses volumiques sèches étudiée dans le présent travail (130 - 1000 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$) est plus large que celles des études citées. Dans la direction transverse, les corrélations présentées dans la figure 2.10 indiquent également que la pente des courbes d’ajustement augmente avec la température. D’autre part, pour la direction longitudinale, la figure 2.11 montre que la pente des courbes d’ajustement diminue avec la température. En ce qui concerne le facteur d’anisotropie, aucun comportement particulier avec la masse volumique n’est observé.

Effet de la température

La figure 2.9 montre que la conductivité thermique des huit espèces de bois augmente avec la température. Notons qu’entre 110 et 160 °C, la conductivité transversale du balsa et de l’échantillon d’épicéa 2 diminue avec la température, mais la diminution n’est pas significative (1,4 % pour le balsa et 3,7 % pour l’épicéa) et pourrait être liée

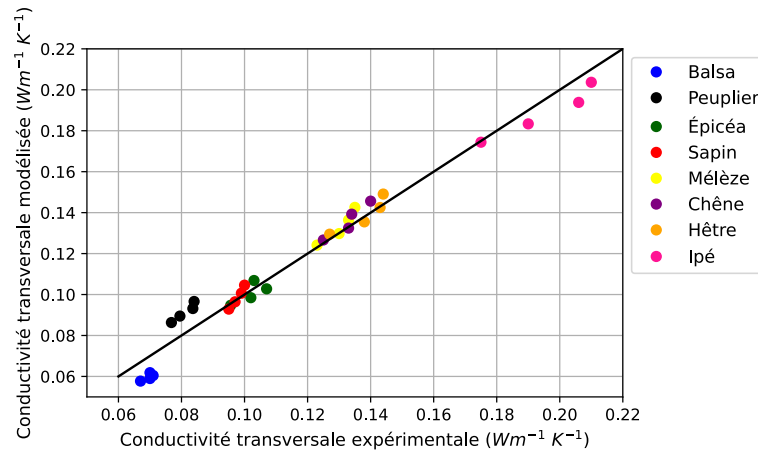


FIGURE 2.12 – Comparaison entre la conductivité transversale mesurée et celle modélisée pour toutes les espèces de bois à différentes températures.

à l'incertitude de mesure. L'augmentation de la conductivité transversale entre 20 et 160 °C est de 4,65 % pour le balsa, 10 % pour le peuplier, 7,7 % pour l'épicéa, 5,2 % pour le sapin, 9,75 % pour le mélèze, 12 % pour le chêne, 13,4 % pour le hêtre et 20 % pour l'ipé. De manière générale, l'augmentation de la conductivité avec la température est d'autant plus importante que la masse volumique est élevée. Ce résultat est également perceptible dans la figure 2.10 avec l'augmentation de la pente des courbes d'ajustement lorsque la température augmente. Les conductivités thermiques transversales mesurées pour toutes les espèces à différentes températures ont été ajustées pour établir une loi plus générale (équation 2.15) tenant compte à la fois de la dépendance en masse volumique et en température. La figure 2.12 montre que les valeurs obtenues par l'équation 2.15 sont en très bon accord avec les résultats expérimentaux. L'écart maximum est de $0,012 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ et l'erreur quadratique moyenne est de $0,0065 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

$$\lambda_{\perp} = 0.0386 + 0.1708 \times \frac{\rho_{sec}}{\rho_{max}} \times \sqrt{\frac{T}{T_{max}}} \quad (2.15)$$

Où : $\rho_{max} = 1000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ et $T_{max} = 433 \text{ K}$. Notons que l'équation 2.15 a été établie pour $\rho < \rho_{max}$ et $T < T_{max}$.

Pour la conductivité longitudinale (figure 2.9), il est moins évident de déterminer une tendance générale avec la température. Selon l'espèce, elle est soit indépendante, soit légèrement décroissante. En effet, elle est plutôt indépendante pour le peuplier, l'épicéa, le sapin et le mélèze. En revanche, elle diminue respectivement de 11,3 % pour le balsa, 8,3 % pour le chêne, 7 % pour le hêtre et 13,6 % pour l'ipé.

La figure 2.13 montre la variation du facteur d'anisotropie en fonction de la température pour les huit espèces de bois. On constate que, le facteur d'anisotropie diminue avec la température. En effet, cela vient du fait que la conductivité longitudinale reste constante ou diminue légèrement avec la température tandis que la conductivité transversale augmente avec la température. Ainsi, il est logique que le facteur d'anisotropie diminue avec la température. En simplifiant la morphologie du bois, il est possible de

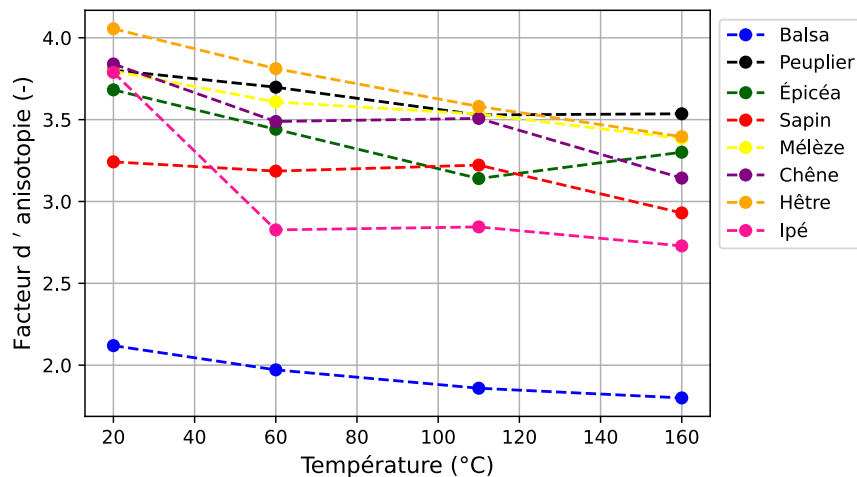


FIGURE 2.13 – Variation du facteur d’anisotropie des échantillons de bois estimé par la technique APHW en fonction de la température.

considérer qu’un flux de chaleur dans la direction longitudinale passe «en parallèle» entre les parois cellulaires (bois solide) et le lumen (vides). En revanche, un flux de chaleur dans la direction transverse passe «en série» entre les parois cellulaires et l’air. Par conséquent, la conduction thermique dans le bois solide est plus importante dans la direction longitudinale que dans la direction transverse, tandis que la conduction dans l’air est plus importante dans la direction transverse. Ainsi, étant donné que la conductivité de l’air augmente avec la température [141], la conductivité transverse effective du bois augmente elle aussi puisque la technique APHW mesure la conductivité thermique effective en prenant en compte le transfert de chaleur dans la phase solide et dans les pores. Dans la direction longitudinale, l’augmentation de la conductivité thermique de l’air a moins d’effet sur la conductivité effective dans cette direction, et le comportement de la conductivité longitudinale dépend de la conduction thermique dans le bois solide, qui diminue apparemment avec la température. De plus, le transfert de chaleur entre l’air et les fibres de bois se produit également à l’intérieur des parois cellulaires. De même, le flux de chaleur à travers les parois cellulaires est plus affecté par l’augmentation de la conductivité thermique de l’air dans la direction transverse que dans la direction longitudinale. Pour valider cette interprétation, la diffusivité thermique du chêne et du hêtre ont été mesurées dans les directions transverse et longitudinale dans l’air et sous vide à l’aide d’un diffusivimètre LINSEIS LFA 1000 (voir la section 2.7 pour la description du diffusivimètre). Dans la direction longitudinale, les résultats montrent que la diffusivité thermique mesurée dans l’air pour le chêne et le hêtre est respectivement supérieure de 6 et 2,3 % à la diffusivité thermique mesurée sous vide. Dans la direction transverse, la diffusivité thermique mesurée dans l’air pour le chêne et le hêtre est respectivement supérieure de 37 et 29 % à la diffusivité thermique mesurée sous vide. Ces derniers résultats confirment que la conduction de l’air joue un rôle très important dans la direction transverse et est négligeable dans la direction longitudinale.

2.5.8 Effet de l'eau

Les tableaux 2.7 et 2.9 présentent respectivement la conductivité obtenue pour le bois humide à 20 °C dans les directions transversale et longitudinale. Les valeurs de conductivité thermique à sec sont également indiquées. Pour toutes les espèces et dans les deux directions, la conductivité thermique du bois humide est supérieure à celle du bois sec. En effet, la conductivité thermique de l'eau étant beaucoup plus élevée que celle de l'air, cela augmente la conductivité thermique effective du bois humide. Il apparaît que la dépendance de la teneur en humidité dans la direction longitudinale (variation maximale = 20 %) soit plus faible que dans la direction transversale (variation maximale = 41 %). En fait, la conductivité thermique des parois cellulaires dans la direction longitudinale est presque égale à la conductivité thermique de l'eau [91], en particulier pour les espèces denses qui ont des parois cellulaires plus épaisses (plus conductrices).

Le tableau 2.7 montre que l'augmentation de la conductivité thermique transversale augmente avec la masse volumique du bois sec. De plus, la différence entre l'état sec et humide pour le balsa est presque négligeable. Jannot *et al.* [139] ont montré que la technique du fil chaud parallèle mesure une conductivité thermique équivalente égale à la somme de la conductivité thermique et d'un terme lié au changement de phase de l'eau dans le matériau. Ce dernier terme est plus grand lorsque la conductivité thermique est plus faible, ce qui peut expliquer l'augmentation de l'effet de l'eau avec la masse volumique dans la direction transversale.

D'autre part, le tableau 2.9 montre que l'effet de l'eau sur la conductivité thermique longitudinale diminue généralement à mesure que la masse volumique sèche du bois augmente. En effet, plus les espèces sont denses, plus les parois cellulaires sont épaisses et conductrices, et plus l'effet de l'eau diminue.

Les Tableaux 2.8 et 2.10 présentent les valeurs de conductivité obtenues pour le bois humide à 60 °C dans les directions transversale et longitudinale, respectivement. On note que la teneur en eau n'a pas pu être mesurée à cette température et est estimée comme indiqué dans la section 3.2.3. Dans la direction transversale, la différence entre l'état sec et humide est d'environ 5 % pour toutes les espèces sauf le mélèze, le chêne et l'ipé. Le comportement de ces dernières espèces semble être lié à une faible vitesse de séchage de ces échantillons. Notons que les $(\rho C_p)_{humide}$ obtenues pour ces espèces sont relativement élevées, ce qui confirme leur faible vitesse de séchage. Dans la direction longitudinale, la différence entre l'état sec et humide varie entre 3 et 14 %, sauf pour le mélèze et le chêne. On remarque que pour l'ipé, et même si la teneur en eau est encore relativement élevée, cette dernière n'a pas un grand effet sur la conductivité dans cette direction car la conductivité longitudinale des parois cellulaires est proche de celle de l'eau.

2.6 Méthode Flash

Dans cette section, la méthode flash a été utilisée pour estimer la diffusivité thermique du bois à la température ambiante avec pour objectif de conforter les mesures de la technique APHW.

TABLEAU 2.7 – Conductivité thermique transversale du bois humide à 20 °C et comparaison avec les mesures à sec.

	ρ_{sec} (kg · m ⁻³)	X (%)	$(\lambda)_{\perp,sec}$ (W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	$(\lambda)_{\perp,humide}$ (W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	Déviatiion (%)
Balsa	136	7.5	0.067	Résidus non plats	-
Peuplier 1	326	10.6	Non mesuré	0.0836 ± 0.47	-
Peuplier 2	340	9.7	0.0795	0.0859 ± 0.42	+ 8
Épicéa 1	388	9.9	Non mesuré	0.114 ± 0.06	
Épicéa 2	400	10.2	0.0956	0.111 ± 0.6	+ 16
Sapin	386	10.1	0.095	0.112 ± 0.22	+ 18
Mélèze	609	11	0.123	0.145 ± 0.14	+ 17.8
Chêne	627	12.6	0.125	0.158 ± 0.47	+ 26.4
Hêtre	647	12.4	0.127	0.179 ± 0.27	+ 40.9
Ipé	966	10.5	0.175	0.237 ± 0.71	+ 35.4

TABLEAU 2.8 – Conductivité thermique transversale du bois humide à 60 °C et comparaison avec les mesures à sec.

	ρ_{sec} (kg · m ⁻³)	X (%)	$(\lambda)_{\perp,sec}$ (W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	$(\lambda)_{\perp,humide}$ (W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	Déviatiion (%)
Balsa	136	1.7	0.07	0.0722 ± 0.72	+ 3.1
Peuplier 1	326	2.52	Non mesuré	0.0817 ± 0.02	-
Peuplier 2	340	2.52	0.0795	0.0837 ± 0.44	+ 5.3
Épicéa 1	388	3.3	Non mesuré	0.105 ± 0.98	-
Épicéa 2	400	3.3	0.102	0.1088 ± 0.6	+ 6.7
Sapin	386	3.4	0.097	0.101 ± 0.21	+ 4.1
Mélèze	609	5.3	0.13	0.152 ± 1.34	+ 16.9
Chêne	627	5.41	0.133	0.1715 ± 0.1	+ 28.9
Hêtre	647	2.78	0.138	0.146 ± 3	+ 5.8
Ipé	966	4.2	0.19	0.228 ± 0.46	+ 20

TABLEAU 2.9 – Conductivité thermique longitudinale du bois humide à 20 °C et comparaison avec les mesures à sec.

	ρ_{sec} (kg · m ⁻³)	X (%)	$(\lambda)_{\parallel,sec}$ (W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	$(\lambda)_{\parallel,humide}$ (W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	Déviatiion (%)
Balsa	136	7.5	0.142	Résidus non plats	-
Peuplier 1	326	10.6	Non mesuré	0.381 ± 1.89	-
Peuplier 2	340	9.7	0.292	0.368 ± 1.24	+ 26
Épicéa 1	388	9.9	Non mesuré	0.402 ± 0.16	-
Épicéa 2	400	10.2	0.352	0.422 ± 1.5	+ 19.9
Sapin	386	10.1	0.308	0.403 ± 1.18	+ 30.8
Mélèze	609	11	0.467	0.543 ± 0.36	+ 16.3
Chêne	627	12.6	0.48	0.49 ± 0.46	+ 2
Hêtre	647	12.4	0.515	0.564 ± 0.29	+ 9.5
Ipé	966	10.5	0.663	0.663 ± 0.67	0

2.6.1 Principe

La diffusivité thermique du bois a été déterminée par la méthode flash en utilisant un diffusivimètre LINSEIS LFA 1000. La figure 2.14 schématise ce diffusivimètre. Lorsque le régime permanent est établi, un rayonnement laser est appliqué sur la face inférieure d'un échantillon cylindrique pendant un court instant. La température de la surface supérieure de l'échantillon est mesurée par un détecteur optique. Le profil de température est ensuite enregistré par un logiciel spécifique qui applique une inversion sur le profil de température obtenu afin d'estimer la diffusivité thermique

TABLEAU 2.10 – Conductivité thermique longitudinale du bois humide à 60 °C et comparaison avec les mesures à sec.

	ρ_{sec} (kg · m ⁻³)	X (%)	$(\lambda)_{ ,sec}$ (W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	$(\lambda)_{ ,humide}$ (W · m ⁻¹ · K ⁻¹)	Déviatiion (%)
Balsa	136	1.7	0.138	0.145 ± 2	+ 5
Peuplier 1	326	2.5	Non mesuré	0.333 ± 1.3	-
Peuplier 2	340	2.5	0.294	0.325 ± 0.75	+ 10.5
Épicéa 1	388	3.3	Non mesuré	0.324 ± 1.17	-
Épicéa 2	400	3.3	0.351	0.373 ± 2.7	+ 6.3
Sapin	386	3.4	0.309	0.353 ± 0.26	+ 14.2
Mélèze	609	5.3	0.469	0.623 ± 4.2	+ 32.8
Chêne	627	5.4	0.464	0.6317 ± 0.59	+ 36.1
Hêtre	647	2.8	0.526	0.541 ± 2.21	+ 2.8
Ipé	966	4.2	0.637	0.682 ± 1	+ 7

de l'échantillon.

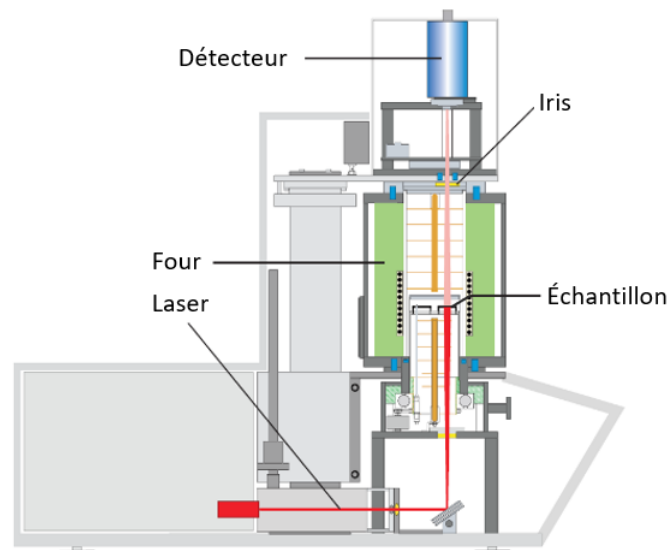


FIGURE 2.14 – Diffusivimètre LINSEIS LFA 1000.

La condition importante qui doit être satisfaite est l'absorption complète du flux thermique par la surface inférieure de l'échantillon étudié. Afin d'éviter la pénétration du flux thermique, trois techniques différentes ont été utilisées : recouvrir les échantillons d'une fine peinture noire à base de graphite, recouvrir l'échantillon d'une couche de charbon en poudre mélangé avec de l'éthanol pour former une pâte qui a été appliquée sur l'échantillon ou bien le collage d'un film de graphite d'épaisseur négligeable sur la face supérieure et inférieure de l'échantillon. Pour s'assurer de la perturbation ou non de ces traitements sur la valeur de la diffusivité estimée, un même échantillon a été testé en utilisant les trois techniques mentionnées. La même valeur de diffusivité a bien été obtenue dans les trois cas.

Un échantillon de chaque essence a été testé. Les échantillons examinés sont des pastilles cylindriques ayant un diamètre de 25 mm et une épaisseur comprise entre

2 et 3 mm. Afin de mesurer la diffusivité longitudinale, l'épaisseur de l'échantillon était d'environ 3 mm et l'orientation de la coupe a été réalisée perpendiculairement aux fibres de bois. En revanche, pour mesurer la diffusivité transversale, l'épaisseur de l'échantillon était de 2 mm et la coupe a été effectuée de telle sorte que la face exposée soit parallèle aux fibres de bois.

2.6.2 Résultats

Les tableaux 2.11 et 2.12 présentent respectivement les valeurs des diffusivité thermique des différentes essences de bois dans le sens perpendiculaire et parallèle aux fibres, pour des échantillons humides, ainsi que leur comparaison avec les diffusivités obtenues par la méthode du fil chaud. Les résidus obtenus pour le balsa étaient biaisés et, par conséquent, la diffusivité pour cette essence n'a pas pu être mesurée.

À l'exception du chêne, les résultats dans le sens parallèle aux fibres sont proches des valeurs obtenues avec la méthode du fil chaud. Dans le sens perpendiculaire aux fibres, le mélèze, l'ipé et le peuplier présentent des différences par rapport aux mesures de fil chaud, tandis que les autres essences restent proches des mesures obtenues par le fil chaud. Les tableaux 2.11 et 2.12 montrent également que les écarts entre les deux techniques de mesure sont plus élevés dans la direction transversale que longitudinale. En effet, la diffusivité estimée par la méthode flash est très sensible à l'épaisseur de l'échantillon. Degiovanni et Jannot [142] ont montré que l'incertitude sur la diffusivité est égale à deux fois l'incertitude sur la mesure de l'épaisseur. En prenant en compte que l'épaisseur des échantillons testés dans le sens parallèle aux fibres est supérieure à celle des échantillons testés dans le sens transversal, la dernière observation semble assez logique.

TABLEAU 2.11 – Diffusivité thermique transversale du bois à température ambiante et comparaison avec les mesures obtenues par la méthode du fil chaud.

Essence	Diffusivité flash ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Diffusivité APHW ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Déviations (%)
Peuplier	$1,59 \cdot 10^{-7}$	$1,34 \cdot 10^{-7}$	-15,7
Épicéa	$1,45 \cdot 10^{-7}$	$1,6 \cdot 10^{-7}$	-10,3
Mélèze	$1,67 \cdot 10^{-7}$	$1,26 \cdot 10^{-7}$	+24
Chêne	$1,46 \cdot 10^{-7}$	$1,34 \cdot 10^{-7}$	+8,2
Hêtre	$1,29 \cdot 10^{-7}$	$1,47 \cdot 10^{-7}$	-13,9
Ipé	$1,82 \cdot 10^{-7}$	$1,54 \cdot 10^{-7}$	-15,4

En prenant en compte la taille de l'échantillon, l'incertitude de mesure et les possibles différences de masse volumique entre les échantillons testés par la méthode du fil chaud et ceux mesurés par flash, des essais de reproductibilité seraient nécessaires pour obtenir des résultats plus fiables. Cependant, ces résultats sont suffisamment satisfaisants pour valider les mesures de la technique APHW.

TABLEAU 2.12 – Diffusivité thermique longitudinale du bois à température ambiante et comparaison avec les mesures obtenues par la méthode du fil chaud.

Essence	Diffusivité flash ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Diffusivité APHW ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Déviaton (%)
Peuplier	$6,10^{-7}$	$6,1 \cdot 10^{-7}$	+1,6
Épicéa	$5,4 \cdot 10^{-7}$	$5,6 \cdot 10^{-7}$	+4
Mélèze	$4,6 \cdot 10^{-7}$	$4,7 \cdot 10^{-7}$	+2,1
Chêne	$3,4 \cdot 10^{-7}$	$4,1 \cdot 10^{-7}$	+20,5
Hêtre	$4,8 \cdot 10^{-7}$	$4,6 \cdot 10^{-7}$	-4,2
Ipé	$3,7 \cdot 10^{-7}$	$4,3 \cdot 10^{-7}$	+16,2

2.7 Propriétés radiatives

L'émissivité et l'absorptivité de toutes les essences de bois ont été mesurées en utilisant un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier. Il s'agit d'une mesure indirecte. En effet, la réflectivité spectrale directionnelle hémisphérique R_λ a été caractérisée sur une bande spectrale de 450 à 20000 cm^{-1} . En supposant que le bois est opaque, l'absorptivité spectrale α_λ est déduite par : $\alpha_\lambda = 1 - R_\lambda$. L'émissivité spectrale ε_λ est égale à l'absorptivité spectrale selon la loi de Kirchhoff. La figure 2.15 montre les absorptivités spectrales pour les différentes essences de bois.

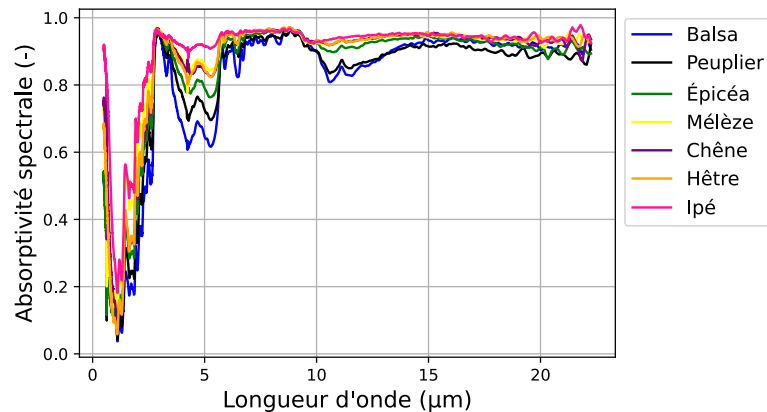


FIGURE 2.15 – Absorptivités spectrales du bois vierge pour les différentes essences de bois à la température ambiante.

En se basant sur ces mesures, l'absorptivité ($\bar{\alpha}$) et l'émissivité ($\bar{\varepsilon}$) moyennes sont calculées par la moyenne de Planck :

$$\bar{\alpha}(T_{\text{cône}}) = \frac{\int_{450}^{20000} \alpha_\lambda(\lambda_L) L_0(\lambda_L, T_{\text{cône}}) d\lambda_L}{\int_{450}^{20000} L(\lambda_L, T_{\text{cône}}) d\lambda_L} \quad (2.16)$$

$$\bar{\varepsilon}(T_{\text{surface}}) = \frac{\int_{450}^{20000} \varepsilon_\lambda(\lambda_L) L_0(\lambda_L, T_{\text{surface}}) d\lambda_L}{\int_{450}^{20000} L(\lambda_L, T_{\text{surface}}) d\lambda_L} \quad (2.17)$$

Où : $T_{\text{cône}}$ est la température du corps rayonnant qui est le cône calorimètre dans ce travail (on considère que le cône calorimètre émet un rayonnement proche de celui d'un

corps noir); T_{surface} est la température de la surface du bois qui émet le rayonnement pour laquelle on veut calculer l'émissivité; λ_L est la longueur d'onde et $L_0(\lambda_L, T_{\text{surface}})$ est la luminance du corps noir exprimée par :

$$L_0(\lambda, T) = \frac{2h_p c^2 \lambda_L^{-5}}{\exp\left(\frac{h_p c}{\lambda_L T k_B}\right) - 1} \quad (2.18)$$

Où h_p , c et k_B sont respectivement la constante de Planck, la célérité de la lumière et la constante de Boltzmann, et T représente soit la température du cône pour le calcul de l'absorptivité, soit la température de la surface du bois pour le calcul de l'émissivité.

La figure 2.16 montre les variations des émissivités des différentes essences de bois en fonction de la température, entre 25 et 230 °C. À partir de 230 °C, le bois commence à se dégrader et l'émissivité ne peut pas être calculée en se basant sur les mesures effectuées sur du bois vierge. La figure 2.16 montre que l'émissivité du bois à la température ambiante varie entre 0,9 et 0,95, en fonction de l'essence de bois. Le balsa et le peuplier ont des émissivités de 0,9, l'épicéa a une émissivité de 0,925, le mélèze, le chêne et le hêtre ont la même émissivité de 0,94, et l'ipé a une émissivité de 0,95. Ces résultats semblent assez logiques en comparant la couleur des différentes essences de bois dans la figure 1. En effet, l'ipé est l'essence la plus «sombre» et possède donc une émissivité relativement élevée, tandis que le balsa est l'essence la plus «claire» et possède donc une émissivité faible. Quelle que soit l'essence de bois, l'émissivité diminue avec la température, ce qui est cohérent avec les mesures de Gerandi [143]. En effet, l'absorptivité spectrale diminue aux petites longueurs d'onde comme le montre la figure 2.15, ce qui entraîne une diminution des absorptivité et émissivité moyennes avec la température. Cela est dû au déplacement de la courbe de Planck vers les petites longueurs d'onde en augmentant la température. La figure 2.17 montre les absorptivités obtenues pour les différentes essences de bois. Ces absorptivités ont été calculées pour $T_{\text{cône}} = 251$ °C, qui est la température de contrôle du cône nécessaire pour obtenir un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

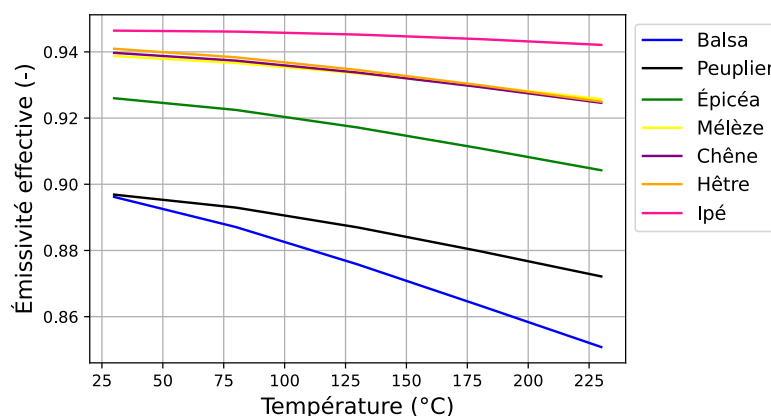


FIGURE 2.16 – Variation des émissivités du bois vierge en fonction de la température pour les différentes essences de bois.

L'émissivité et l'absorptivité du charbon ont été mesurées pendant la thèse de Terrei [1], en réalisant la même procédure mais sur des échantillons de bois dégradés

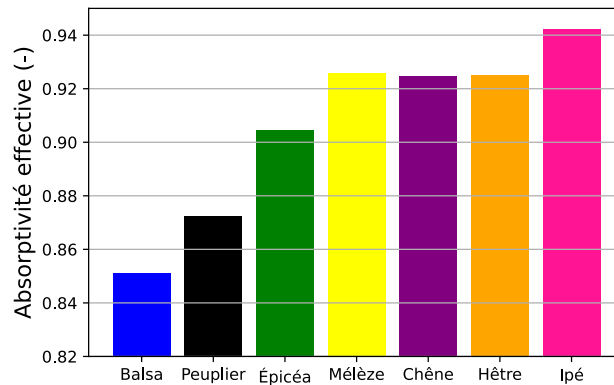


FIGURE 2.17 – Variation de l’absorptivité du bois vierge en fonction de l’essence de bois.

lors d’essais réalisés au cône calorimètre. Ces deux grandeurs ont été trouvées aux alentours de 0,95.

2.8 Conclusion intermédiaire

Ce chapitre a été consacré à la détermination des propriétés thermiques des différentes essences de bois et du charbon.

La porosité des différentes essences de bois, mesurée à l’aide d’un pycnomètre à hélium, varie entre 30 % et 93 %. Ces mesures ont montré que la masse volumique de la phase solide du bois est d’environ $1450 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, quelle que soit l’essence de bois.

Des mesures de DSC réalisées sur le bois vierge ont montré que la capacité thermique du bois sec est indépendante de l’essence de bois et de la masse volumique, et qu’elle ne dépend que de la température. Il a été confirmé que la capacité thermique augmente linéairement avec la température. De même, des mesures de DSC ont été effectuées sur le charbon sur une plage de température allant de 20 à 600 °C. Ces mesures ont montré que la capacité thermique du charbon augmente également linéairement avec la température. Des lois de variation des capacités thermiques du bois et du charbon en fonction de la température ont été développées en se basant sur les mesures effectuées.

La conductivité thermique des différentes essences de bois a été caractérisée dans la plage de température [20-160] °C en utilisant la méthode du fil chaud parallèle anisotrope. Cette variante de la technique du fil chaud permet la mesure simultanée de la conductivité thermique transversale, de la conductivité thermique longitudinale et de la capacité thermique volumique. Cette dernière propriété est en bon accord avec les mesures de DSC. L’effet de la teneur en eau a été étudié en caractérisant les mêmes échantillons secs et humides à 20 et 60 °C (teneur en humidité d’environ 10 % à 20 °C et 4 % à 60 °C). Les conductivités transversales à sec à 20 °C étaient en bon accord avec la littérature. Les résultats montrent que la conductivité thermique

est indépendante de l'essence et du type de bois (feuillu ou résineux). En revanche, elle dépend de la masse volumique, de la température et de la teneur en eau. Pour une température fixe, la conductivité thermique dans les directions transversale et longitudinale augmente linéairement avec la masse volumique sèche. Des corrélations linéaires entre la conductivité et la masse volumique sèche ont été proposées pour les deux directions aux températures suivantes : 20, 60, 110 et 160 °C. En ce qui concerne la dépendance à la température, les résultats montrent que la conductivité transversale augmente avec la température pour chaque essence de bois. Entre 20 et 160 °C, l'augmentation de la conductivité transversale varie entre 5 % et 20 %. En revanche, la conductivité longitudinale est soit indépendante de la température, soit diminue légèrement avec la température. L'augmentation de la conductivité transversale est liée à l'augmentation de la conductivité de l'air remplissant le lumen. Pendant ce temps, la diminution de la conductivité longitudinale est liée à la conductivité dans le bois massif qui semble diminuer avec la température. L'étude de huit essences de bois à quatre températures différentes a permis de développer une corrélation entre la conductivité thermique transversale et la masse volumique et la température du bois. Cette corrélation a été obtenue dans la plage de masse volumique [100-1000] kg · m⁻³ et dans la plage de température [20-160] °C. En ce qui concerne la dépendance à la teneur en eau, la conductivité thermique du bois humide est supérieure à celle du bois sec dans les deux directions. Cependant, l'influence de la teneur en eau sur la conductivité est plus importante dans la direction transversale. De plus, la présence d'eau a peu d'effet sur la conductivité longitudinale des essences denses. En effet, la conductivité thermique des parois cellulaires dans la direction longitudinale est proche de celle de l'eau, ce qui explique pourquoi la présence d'eau dans la direction longitudinale ne joue pas un rôle important, surtout pour les espèces denses qui ont des parois cellulaires plus épaisses et donc des parois cellulaires plus conductrices thermiquement. Les mesures des conductivités thermiques par la méthode du fil chaud ont été validées par comparaison avec des mesures effectuées par la méthode flash pour les différentes essences de bois à la température ambiante.

Finalement, les propriétés radiatives du bois ont été mesurées par spectrométrie. À température ambiante, l'émissivité varie entre 0,89 et 0,95 en fonction de l'essence du bois. Ensuite, elle diminue légèrement lorsque la température de la surface du bois augmente. L'absorptivité varie entre 0,85 et 0,94 en fonction de l'essence du bois. Ces valeurs ne sont valides que pour le bois vierge, c'est-à-dire avant le début de la pyrolyse. Par la suite, il y a une phase de transition pendant laquelle l'émissivité et l'absorptivité du bois varient de manière complexe pour finalement atteindre environ 0,95, correspondant à l'absorptivité et à l'émissivité du charbon, une fois que le bois est complètement carbonisé.

Chapitre 3

Étude expérimentale et numérique du transfert de chaleur à bas flux

Sommaire

3.1 Dispositif expérimental et technique de mesure	52
3.2 Étude de l’homogénéité du flux reçu	53
3.2.1 Partie expérimentale	53
3.2.2 Cartographie du flux de chaleur	56
3.2.3 Transfert de chaleur	58
3.2.4 Comparaison des résultats numériques et expérimentaux . .	60
3.3 Étude à $4 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$: toutes les essences	62
3.3.1 Partie expérimentale	62
3.3.2 Modélisation et méthode inverse	62
3.3.3 Comparaison des résultats numériques et expérimentaux . .	63
3.4 Effet de l’eau	68
3.5 Conclusion	69

Comme évoqué dans l’introduction, la démarche de ce travail de thèse est basée sur une complexité progressive. En effet, nous avons cherché à isoler tous les phénomènes ayant lieu lors d’un essai de bois au cône calorimètre afin de les modéliser séparément avant de les coupler. L’objectif de ce chapitre est de se concentrer sur le transfert de chaleur avant le début de la pyrolyse afin de le modéliser et de valider les propriétés thermiques mesurées au chapitre 2.

Ce chapitre se compose de deux parties. La première partie est expérimentale et consiste en une campagne d’essais réalisés sur les différentes essences de bois anhydre avec un flux de chaleur de $4 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$. Ce flux a été choisi de manière à ce que les températures des échantillons de bois ne dépassent pas $200 \text{ }^\circ\text{C}$, évitant ainsi les réactions de pyrolyse et d’oxydation du charbon. La deuxième partie est numérique et vise à modéliser ces essais. Tout d’abord, une attention particulière a été accordée à l’évaluation de l’homogénéité du flux de chaleur reçu par la surface de l’échantillon. Dans un premier temps, des essais au cône calorimètre ont été réalisés, en insérant des thermocouples à 21 positions différentes par rapport à la surface exposée au cône dans un échantillon d’épicéa. Dans un deuxième temps, une cartographie du flux de chaleur reçu par la surface exposée au cône a été réalisée. En utilisant cette cartographie, un

modèle de transfert de chaleur en 3D a été capable de prédire les thermogrammes expérimentaux. Enfin, des essais ont été réalisés avec des échantillons humides en vue d'une modélisation ultérieure du séchage et du transfert hydrique dans le bois.

3.1 Dispositif expérimental et technique de mesure

Cette section a pour objectif de présenter le dispositif expérimental du cône calorimètre utilisé dans ce travail de thèse ainsi que la technique de mesure de température utilisée.

Cône calorimètre

Le cône calorimètre est un dispositif qui permet d'étudier la décomposition thermique et la combustion des matériaux à l'échelle matériau, sous différents flux de chaleur. La figure 3.1 montre le dispositif expérimental. Le flux de chaleur provient d'une résistance chauffante en forme de spire conique, dont la température peut être contrôlée. L'échantillon à tester est placé verticalement et parallèlement à la spire chauffante, à une distance de 25 mm de sorte à permettre une assez bonne homogénéité du flux reçu. En fonction de la température de réglage de la spire chauffante, des flux de chaleur entre 0 et $100 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ peuvent être atteints. Le flux de chaleur est contrôlé avant chaque essai à l'aide d'un fluxmètre de type Schmidt-Boelter (de Medtherm) positionné au même niveau que le centre de la face exposée de l'échantillon. Le cône est placé sur une table coulissante, ce qui simplifie l'installation de l'échantillon avant l'exposition au flux de chaleur et permet de passer très rapidement d'un flux élevé à un flux nul ou inversement.

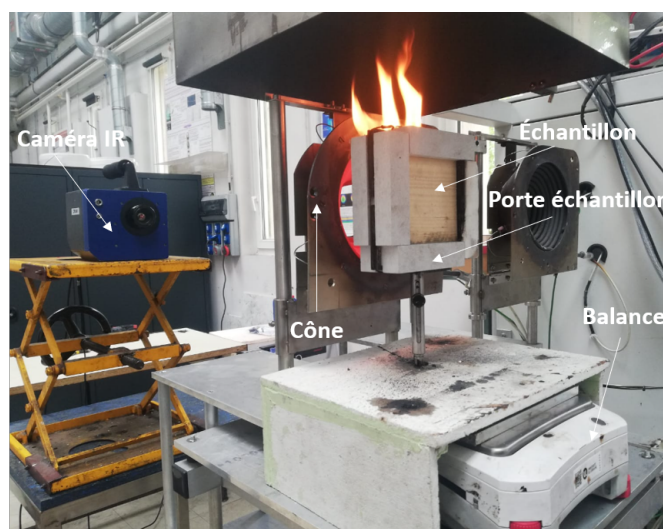


FIGURE 3.1 – Dispositif expérimental du cône calorimètre.

Technique de mesure des températures internes

La technique de mesure des températures internes développée par Terrei et al. [144] est utilisée dans cette thèse. L'implantation des thermocouples consiste à découper l'échantillon de bois perpendiculairement à la surface exposée et à usiner des rainures carrées de 0,2 mm de côté à l'emplacement souhaité. Ensuite, des thermocouples de type K ont été soudés par soudage électrique autogène et insérés dans les rainures carrées. Enfin, les échantillons ont été collés avec de la mélamine-urée-formaldéhyde (MUF) ou résorcinol selon les essences. Étant donné que les fils des thermocouples utilisés sont fins et très souples, il a été possible de mesurer simultanément la température et la perte de masse pendant les essais [144].

3.2 Étude de l'homogénéité du flux reçu

3.2.1 Partie expérimentale

Le but de cette section est de tester l'homogénéité du flux de chaleur reçu par la surface de l'échantillon exposée au cône, pour un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Dans cette perspective, un échantillon d'épicéa de surface $10 \times 10 \text{ cm}^2$ et d'une épaisseur de 5 cm a été découpé en 4 morceaux : un grand morceau de surface $10 \times 5 \text{ cm}^2$ et 3 morceaux identiques de surface $10 \times 1,67 \text{ cm}^2$. Des thermocouples ont été implantés sur les surfaces indiquées sur la figure 3.2 (a). Sur chaque surface, 14 thermocouples ont été implantés comme illustré dans la figure 3.2 (b).

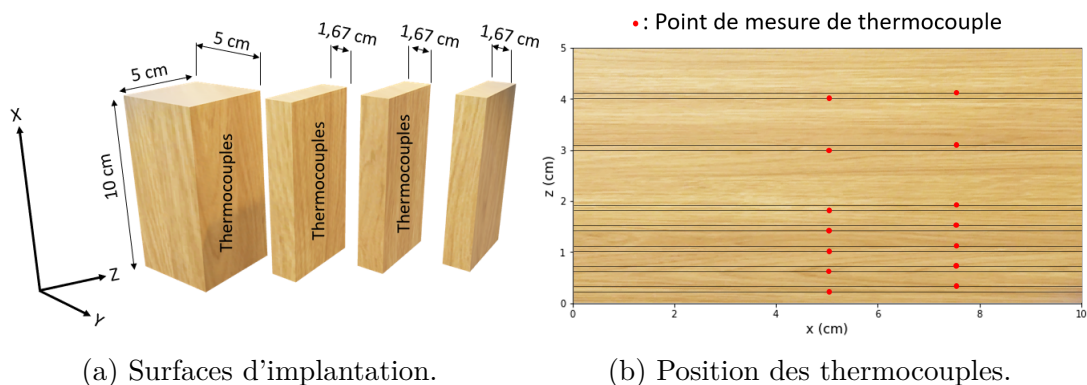


FIGURE 3.2 – Implantation de 42 thermocouples dans un échantillon de sapin.

Les morceaux coupés de l'échantillon sont ensuite collés. Au total, 42 thermocouples ont été implantés dans cet échantillon. Ce dernier est séché dans une étuve pendant 48 heures à une température de $105 \text{ }^\circ\text{C}$, avant un essai. La figure 3.3 indique la projection des positions des thermocouples sur le plan (X, Y), plan exposé au cône.

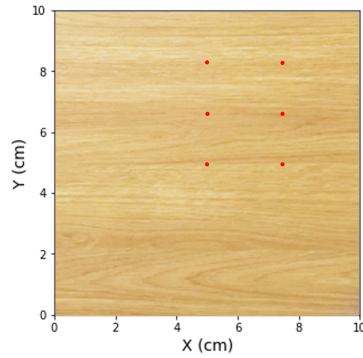
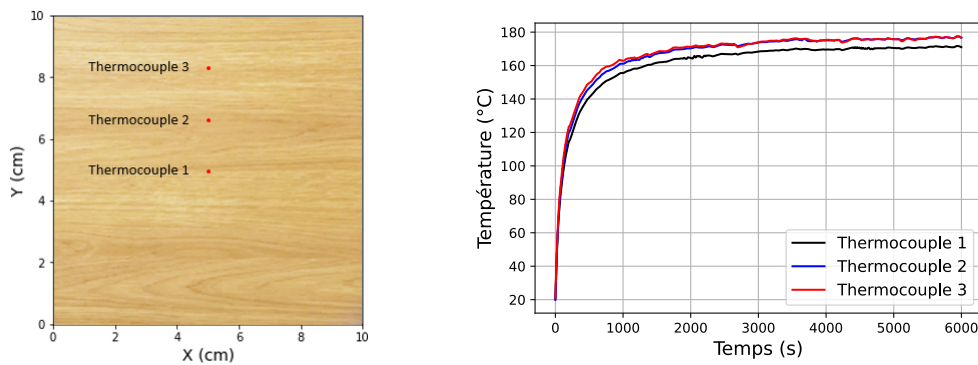


FIGURE 3.3 – Projection des positions des thermocouples sur le plan (X,Y), plan exposé au cône.

Afin de vérifier l'uniformité de la distribution du flux, une comparaison entre les mesures des trois thermocouples placés à une profondeur fixe de $z = 0,2$ cm (illustrée dans la figure 3.4 (a)) a été effectuée et présentée dans la figure 3.4 (b). Cette profondeur a été choisie car elle est la plus proche de la surface exposée au cône. La figure 3.4 (b) montre des différences entre les mesures de ces trois thermocouples. Ceci peut être dû à plusieurs raisons :

- La non-uniformité du flux reçu par la surface de l'échantillon.
- L'anisotropie du bois.
- La non-homogénéité du matériau bois : il est par exemple possible qu'un nœud se trouve à proximité du thermocouple 1, ce qui conduit à une température plus basse que les deux autres thermocouples.
- La convection naturelle qui entraîne des pertes convectives en bas de la surface de l'échantillon exposée au cône plus élevées que celles en haut.



(a) Position des thermocouples.

(b) Thermogrammes mesurés.

FIGURE 3.4 – Thermogrammes obtenus par les thermocouples placés à une profondeur $z = 0,2$ cm.

Afin d'éliminer l'effet de l'anisotropie et de la non-homogénéité du bois, quatre essais ont été réalisés en exposant le même échantillon à un flux de chaleur de 4 kW/m^2 . À chaque essai, l'échantillon est pivoté de 90° par rapport à la disposition précédente, comme le montre la figure 3.5. De cette manière, la température a été mesurée à 21 positions différentes sur la surface exposée au cône et à sept profondeurs pour chaque

position. Ainsi, si des écarts de température sont observés sur un même thermocouple en tournant l'échantillon de 90°, cela serait certainement lié à la non-homogénéité du flux et/ou à la convection naturelle.

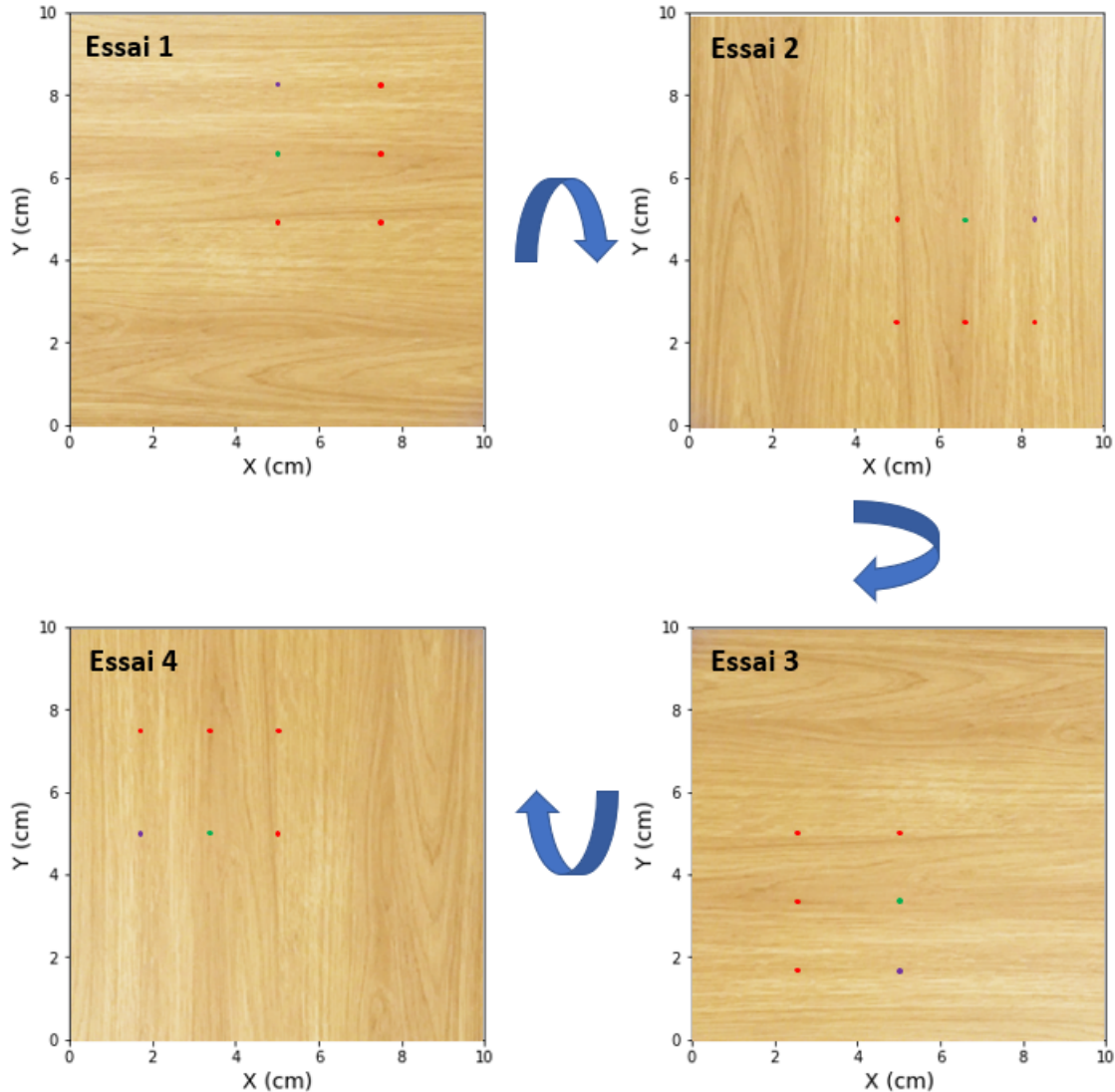


FIGURE 3.5 – Position des thermocouples par rapport à la surface exposée au cône pour chaque essai.

Afin de vérifier la répétabilité de nos essais, une comparaison des mesures du thermocouple placé à $(x, y, z) = (5 \text{ cm}, 5 \text{ cm}, 0,2 \text{ cm})$ durant les 4 essais a été réalisée ; il s'agit du thermocouple 1 présenté sur la figure 3.4 (a). Ce thermocouple, qui est placé au centre de l'échantillon, reste donc à la même position en tournant l'échantillon durant les différents essais. La figure 3.6 (a) montre que les mesures de ce thermocouple durant les 4 essais conduisent aux mêmes thermogrammes. Ce qui est rassurant sur la fiabilité des mesures réalisées.

Le thermocouple 2, placé à $(x, y, z) = (5 \text{ cm}, 6,67 \text{ cm}, 0,2 \text{ cm})$ lors de l'essai 1, se trouve à la position $(x, y, z) = (6,67 \text{ cm}, 5 \text{ cm}, 0,2 \text{ cm})$ lors de l'essai 2, à $(x, y, z) =$

(5 cm, 3,33 cm, 0,2 cm) lors de l'essai 3 et à $(x, y, z) = (3,33 \text{ cm}, 5 \text{ cm}, 0,2 \text{ cm})$ lors de l'essai 4. La figure 3.6 (b) montre les mesures de ce thermocouple pendant les 4 essais, et la figure 3.6 (c) montre les mesures du thermocouple 3, placé à la position $(x, y, z) = (5 \text{ cm}, 8,33 \text{ cm}, 0,2 \text{ cm})$ lors de l'essai 1, pendant les 4 essais.

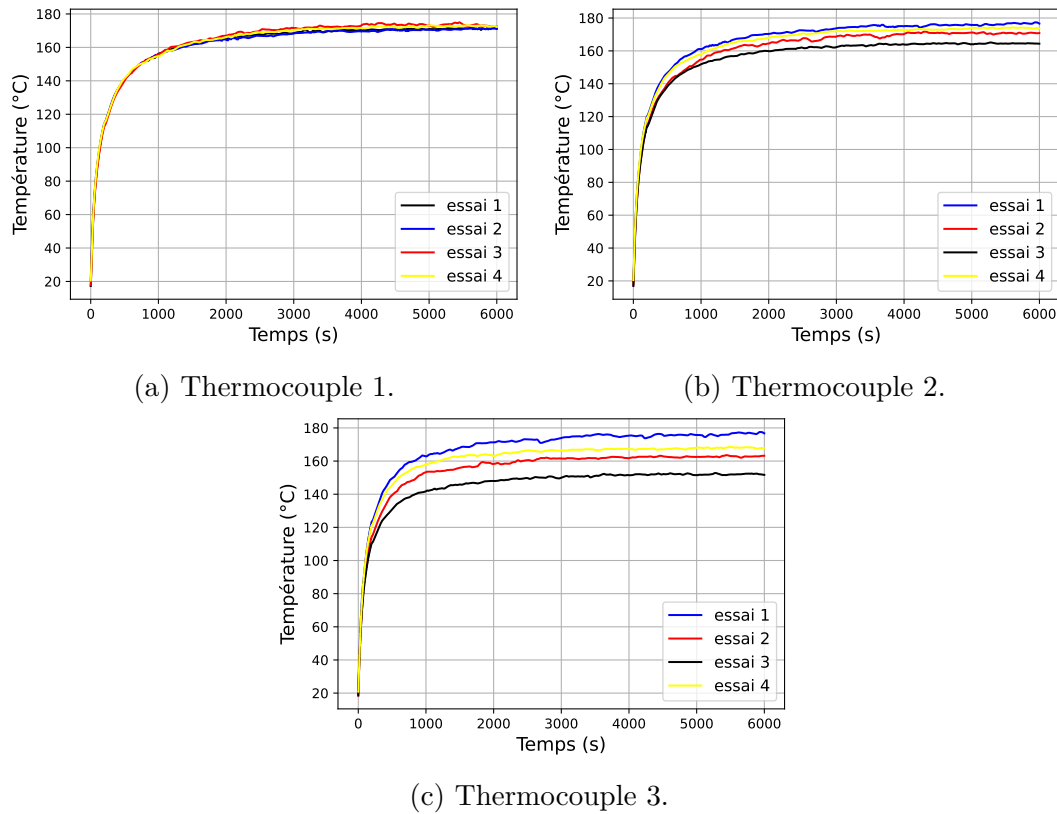


FIGURE 3.6 – Comparaison des températures mesurées par les thermocouples 1, 2 et 3 de la figure 3.4 (a) pour les différentes configurations de la figure 3.5.

Les figures 3.6 (b) et (c) montrent que, pour une profondeur fixée ($z = 0,2 \text{ cm}$), il y a des différences de températures importantes en fonction de la position par rapport à la surface exposée au cône. Cela suggère que les écarts observés dans la figure 3.4 sont plutôt liés à la non-homogénéité du flux reçu par l'échantillon ou au phénomène de convection naturelle, et non à l'anisotropie et à la non-homogénéité du bois. En se basant sur ces résultats, il semble nécessaire de réaliser une cartographie de flux reçu par la surface de l'échantillon.

3.2.2 Cartographie du flux de chaleur

Le défi principal dans la mesure du flux de chaleur reçu sur un échantillon par la spire conique du cône calorimètre en orientation verticale est de pouvoir capturer la totalité de la surface exposée au cône. Cette surface mesure $16 \times 16 \text{ cm}^2$ avec l'échantillon ($10 \times 10 \text{ cm}^2$) et le porte-échantillon en silicate de calcium.

La configuration expérimentale illustrée dans la figure 3.7 a été utilisée pour établir une cartographie du flux généré par le cône à une distance de 25 mm, la

distance à laquelle les échantillons de bois sont systématiquement positionnés. La température de consigne du cône a été réglée de manière à générer un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Une plaque mince en alumine a été placée à une distance de 25 mm du cône calorimètre. Une caméra infrarouge FLIR SC73000 LW a été dirigée vers la face arrière de la plaque d'alumine. Cette caméra était équipée d'un filtre à $4 \mu\text{m}$, une longueur d'onde pour laquelle la transmissivité de l'alumine est élevée (environ 0,9, selon [145]). Pour chaque pixel, le signal mesuré par la caméra infrarouge correspondait au flux de chaleur généré par le cône et transmis par la plaque d'alumine, ce qui était à son tour proportionnel au flux de chaleur généré par le cône et reçu par la face avant de l'échantillon. Le système de cône coulissant nous a permis d'exposer très rapidement la plaque d'alumine au flux du cône calorimètre et de capturer des images de la face arrière de la plaque avant que celle-ci ne se chauffe et n'émette un signal qui aurait biaisé la mesure. Il convient de noter $DL_{\text{Cône}}$ comme étant le signal mesuré par la caméra lorsque la plaque est exposée au cône calorimètre (3.7 (a)).

La même procédure a été répétée, mais cette fois en plaçant la plaque d'alumine devant un corps noir générant un flux de chaleur homogène. La température du corps noir a été réglée à la même valeur que celle du cône. La distance entre le corps noir et la plaque d'alumine est conservée. La position de la caméra infrarouge a été ajustée de manière à ce qu'elle détecte la plaque de la même manière que lorsque la plaque était exposée au cône. En d'autres termes, le pixel correspondant à n'importe quel point de la plaque possède les mêmes coordonnées dans les deux configurations (3.7 (a) et (3.7 (b))). Notons DL_{CN} le signal mesuré par la caméra lorsque la plaque est exposée au corps noir (3.7 (b)). Ainsi, pour un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, une cartographie du flux de chaleur reçu par une surface située à une distance de 25 mm du cône peut être déterminée en divisant $DL_{\text{Cône}}$ par DL_{CN} et en normalisant ce dernier de manière à obtenir un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ au milieu de l'échantillon.

La figure 3.8 (a) présente la répartition du flux de chaleur mesurée sur une surface de $16 \times 16 \text{ cm}^2$ située à une distance de 25 mm du cône calorimètre, avec un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Il convient de noter que les essais effectués sur l'échantillon avec 42 thermocouples ont été réalisés sans le porte échantillon, donc sur une surface de $10 \times 10 \text{ cm}^2$. Ainsi, la figure 3.8 (b), qui est une réduction de la figure 3.8 (a), montre la répartition du flux de chaleur mesurée sur une surface de $10 \times 10 \text{ cm}^2$. La figure 3.8 (b) démontre que la distribution du flux de chaleur n'est pas homogène et varie entre 2,8 et $4,4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Il est essentiel de mentionner que ce flux de chaleur est beaucoup plus faible que les flux de chaleur usuels issus de l'utilisation du cône. Cette distribution de flux explique en partie les écarts observés dans les thermogrammes illustrés dans la figure 3.6. La répartition du flux de chaleur mesurée dans cette section sera utilisée dans un modèle de transfert de chaleur afin de modéliser les essais réalisés dans la section 3.2.1.

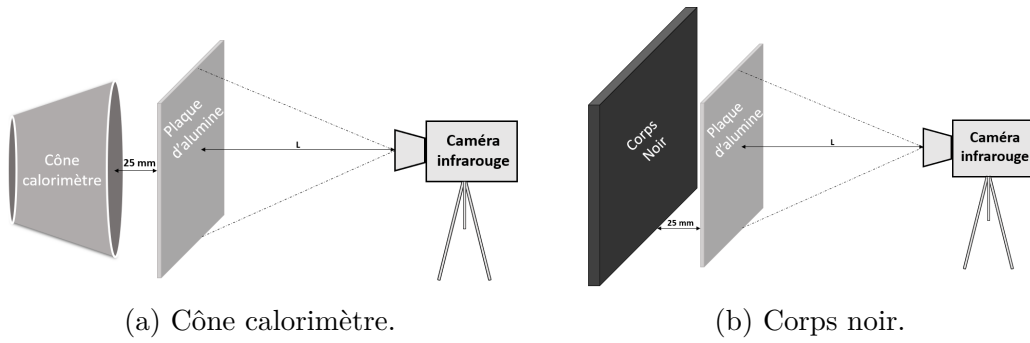


FIGURE 3.7 – Configurations expérimentales utilisées pour déterminer la cartographie du flux de chaleur généré par le cône à une distance de 25 mm.

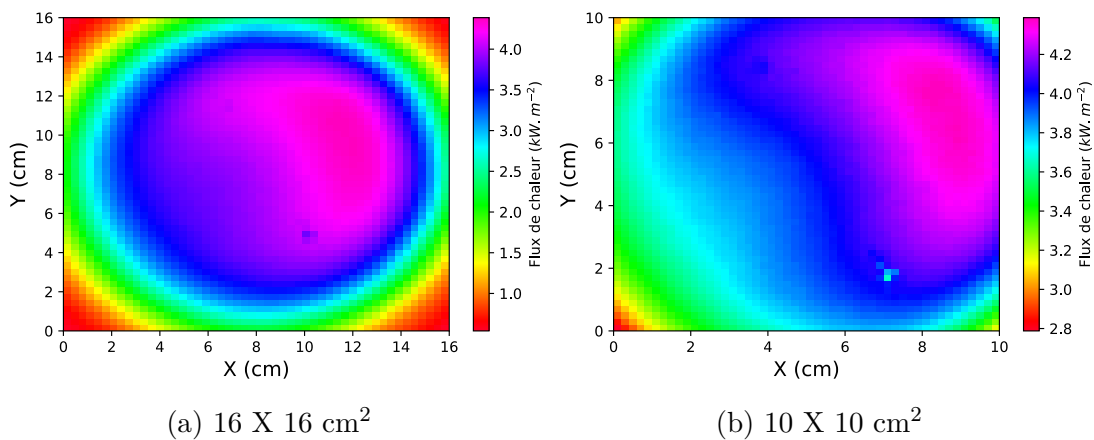


FIGURE 3.8 – Répartition du flux de chaleur sur une surface de 16 x 16 cm² située à une distance de 25 mm du cône calorimètre, pour un flux de chaleur de 4 kW · m⁻².

3.2.3 Transfert de chaleur

Le but de cette section est de modéliser les essais réalisés sur l'échantillon d'épicéa instrumenté avec 42 thermocouples. Un tel travail permet principalement de vérifier les mesures de la répartition du flux de chaleur du cône, les mesures de conductivité thermique dans le sens perpendiculaire et parallèle aux fibres réalisées dans le chapitre précédent, ainsi que de caractériser les conditions aux limites thermiques lors des essais à 4 kW · m⁻².

À cette fin, un modèle de transfert de chaleur 3D a été développé sous Python. L'équation de transfert de chaleur décrite par l'équation 3.1 a été résolue numériquement en utilisant une méthode des volumes finis. Pour la discrétisation temporelle, un schéma explicite a été employé.

$$\rho C_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (\bar{\lambda}_c(T) \nabla T) \quad (3.1)$$

Où : ρ est la masse volumique de l'échantillon d'épicéa mesurée au préalable (357 kg · m⁻³); $C_p(T)$ est la capacité thermique du bois : $C_{p,\text{bois}}(T) = 1131 + 4.67T$, où T

est en °C. Cette corrélation a été obtenue entre la température ambiante et 95 °C, à partir des mesures de calorimétrie présentées dans le chapitre 2, et a été extrapolée pour les températures plus élevées et $\bar{\lambda}_c$ est le tenseur de conductivité thermique exprimé par :

$$\bar{\lambda}_c = \begin{pmatrix} \lambda_{c\perp} & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_{c\perp} & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_{c\parallel} \end{pmatrix} \quad (3.2)$$

Avec $\lambda_{c\parallel}$, la conductivité dans le sens parallèle aux fibres : $\lambda_{c\parallel} = 8,4 \times 10^{-7} \times T^2 - 2,6 \times 10^{-4} \times T + 0,36 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, où T est en °C, cette corrélation a été obtenue en ajustant les mesures de fil chaud présentées dans le chapitre 2. $\lambda_{c\perp}$, représente la conductivité dans le sens perpendiculaire aux fibres et est supposée varier selon un polynôme de second degré, dont les coefficients sont à déterminer par méthode inverse. Les conditions aux limites sont données dans la Figure 3.9.

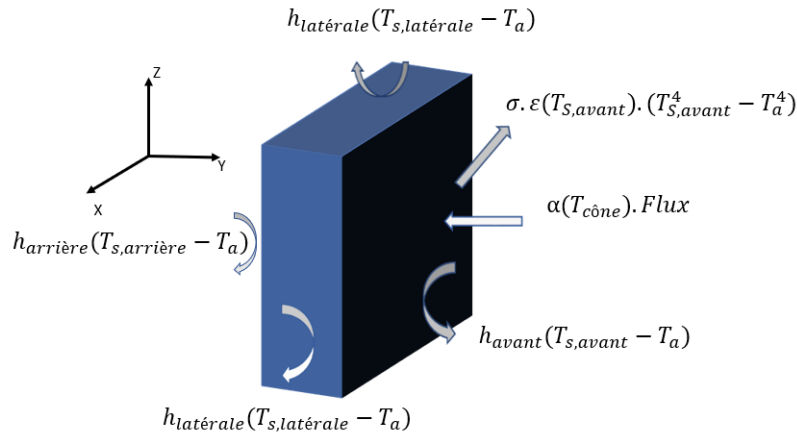


FIGURE 3.9 – Conditions aux limites d’un échantillon exposé au cône calorimètre.

Où : *Flux* est le flux de chaleur supposé non uniforme avec la répartition présentée dans la figure 3.8 (b); h_{avant} , $h_{\text{arrière}}$ et $h_{\text{latérale}}$ sont les coefficients de convection respectivement pour la face avant, la face arrière et les faces latérales; $h_{\text{latérale}}$ est supposé être le même pour les quatre faces latérales. $T_{s,\text{avant}}$, $T_{s,\text{arrière}}$ et $T_{s,\text{latérale}}$ sont les températures de surface respectivement pour la face avant, arrière et les quatre faces latérales. $\alpha(T_{\text{cône}})$ est l’absorptivité qui dépend de la température de consigne du cône. Pour un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, $\alpha = 0,904$ (section 2.7). $\varepsilon(T_{s,\text{avant}})$ est l’émissivité qui dépend de la température de surface de l’échantillon. T_a est la température de l’air, supposée être égale à la température ambiante.

Une méthode inverse a été appliquée aux mesures de température obtenues à partir des quatre essais présentés dans la figure 3.5, simultanément, en utilisant ce modèle pour caractériser les conditions aux limites. Ce qui varie d’un essai à un autre n’est que la direction des fibres : pour l’essai 1 et 3, la direction des fibres est selon la direction X; cependant, pour l’essai 2 et 4, les fibres sont dans la direction Y. Au total, le nombre de thermogrammes sur lesquels l’inversion a été réalisée est de : 4 essais \times 42 thermocouples = 168 mesures. La fonction objectif décrite par l’équation 3.3 a été

minimisée à l'aide de l'algorithme de Levenberg-Marquardt.

$$S = \sum_{i=1}^N [T_{exp}(t_i) - T_{mod}(t_i)]^2 \quad (3.3)$$

Où : N est le nombre de points expérimentaux, $T_{exp}(t_i)$ et $T_{mod}(t_i)$ sont respectivement la température mesurée et la température calculée par le modèle de transfert de chaleur 3D au temps t_i .

La minimisation a été réalisée afin d'estimer h_{avant} , $h_{arrière}$, $h_{latérale}$ et la conductivité thermique de l'épicéa. Bien que la conductivité thermique de l'épicéa ait été mesurée en fonction de la température dans le deuxième chapitre, cette propriété a été conservée comme inconnue afin de vérifier la fiabilité des paramètres obtenus par optimisation.

3.2.4 Comparaison des résultats numériques et expérimentaux

La figure 3.10 compare les températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 1 (figure 3.5) dans trois plans : $Y = 5$ cm, $Y = 6,67$ cm et $Y = 8,34$ cm. Les figures 3.10(a) et (b) montrent que les températures numériques et expérimentales sont en bon accord pour les thermocouples implantés dans les deux plans $Y = 5$ cm et $Y = 6,67$ cm. En ce qui concerne les thermocouples situés dans le plan $Y = 8,34$ cm, la figure 3.10(c) montre que les thermogrammes numériques et expérimentaux, situés à la position ($X = 7,5$, $Y = 8,34$) cm, concordent bien. Cependant, les thermogrammes expérimentaux situés à la position ($X = 5$, $Y = 8,34$) cm sont légèrement sous-estimés par le modèle. L'annexe B présente les températures numériques et expérimentales obtenues pour les autres essais : essais 2, 3 et 4. En général, le modèle parvient à bien prédire les températures expérimentales, et la répartition du flux de chaleur mesurée dans la section précédente semble fiable.

La figure 3.11 montre la comparaison entre la conductivité thermique estimée par inversion et celle mesurée par la méthode du fil chaud au chapitre 2 (équation 2.15). L'écart moyen entre la conductivité thermique estimée et mesurée est d'environ 2,2 %. Ce qui est même plus faible de l'incertitude de la technique du fil chaud (10 %). Les coefficients de transfert de chaleur convectif obtenus sont les suivants : $h_{avant, chauffage} = 9,5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$; en effet c'est presque la même valeur obtenue pour les essais avec le silicate de calcium sous air, $h_{arrière} = 3,5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ et $h_{latérale} = 6,5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$.

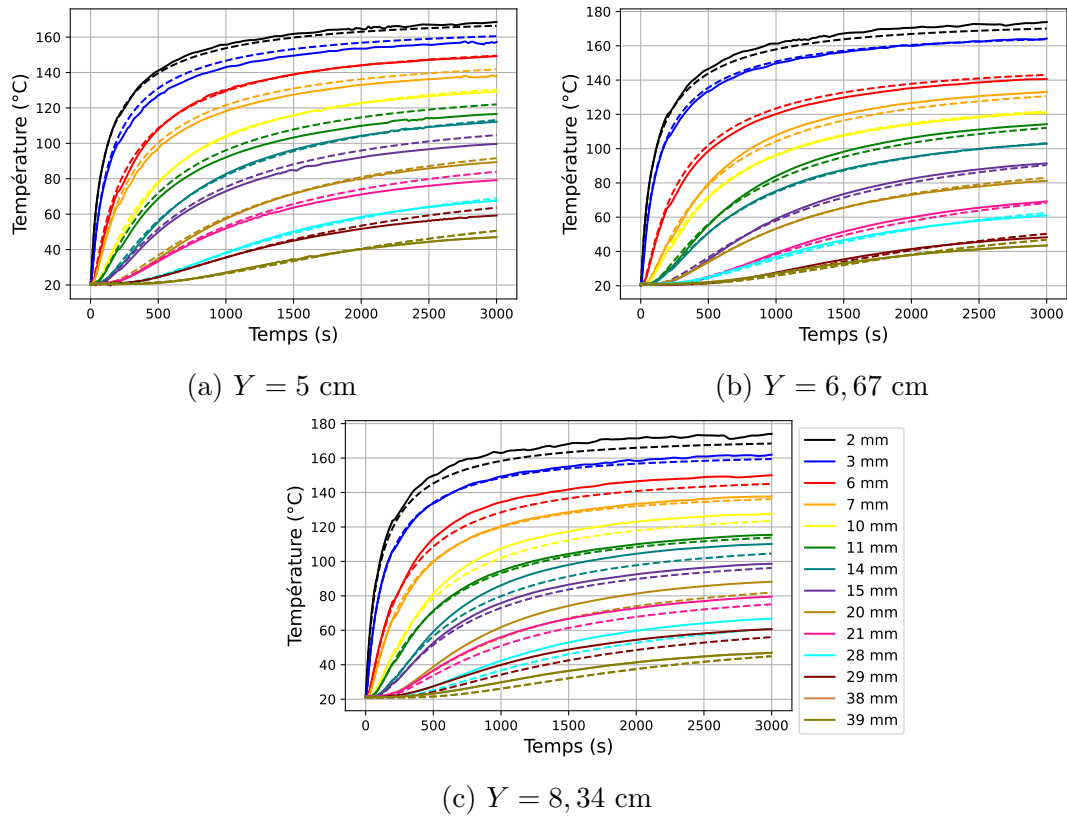


FIGURE 3.10 – Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l’essai 1, présenté dans la figure 3.5.

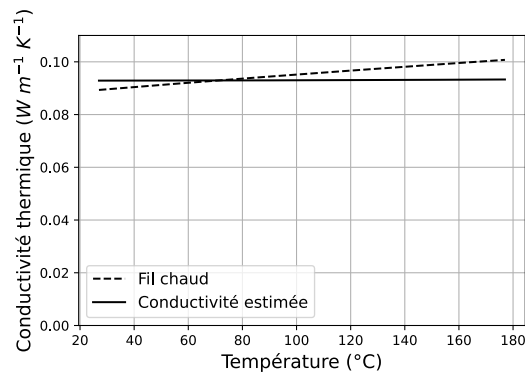


FIGURE 3.11 – Comparaison entre la conductivité thermique estimée et mesurée par fil chaud de l’épicéa.

Afin d’évaluer l’importance de l’homogénéité du flux de chaleur et de l’anisotropie du bois, trois simulations avec le modèle de transfert de chaleur décrit dans la section 5.2.1 ont été réalisées. Dans la première simulation, tous les paramètres ont été conservés, à l’exception du flux de chaleur, qui est supposé maintenant uniforme sur toute la surface de l’échantillon exposé au cône. Dans la deuxième simulation, tous les paramètres ont été conservés identiques, à l’exception du tenseur de conductivité. En effet, la conductivité dans le sens parallèle aux fibres est supposée égale à la conductivité

dans le sens perpendiculaire aux fibres. Cependant, la troisième simulation est réalisée en utilisant un modèle de transfert de chaleur 1D. Les erreurs quadratiques moyennes obtenues sont de 4,4 °C, 4,8 °C et 6,4 °C pour les simulations 1 et 2, respectivement. En tenant compte de la non-homogénéité du flux de chaleur et de l'anisotropie du bois, l'erreur quadratique moyenne n'est plus que de 3,2 °C. Cela montre l'amélioration obtenue en prenant en compte l'anisotropie du bois et la non-homogénéité de la distribution du flux de chaleur dans le modèle.

3.3 Étude à 4 kW.m⁻² : toutes les essences

Après avoir étudié de manière approfondie le transfert de chaleur dans l'échantillon de sapin équipé de 42 thermocouples, et avoir démontré l'efficacité du modèle 3D développé, il sera appliqué à des essais réalisés sur d'autres essences de bois, instrumentées avec 12 thermocouples placés au centre des échantillons. Tout d'abord, les essais réalisés sont décrits. Ensuite, la modélisation de ces essais est présentée.

3.3.1 Partie expérimentale

Toutes les essences de bois ont été testées à un flux de chaleur de 4 kW · m⁻². Les échantillons de bois de 10 x 10 cm² ont été placés dans un porte échantillon en silicate de calcium d'épaisseur 3 cm pour limiter les pertes thermiques latérales. Les échantillons ont été préalablement séchés dans une étuve à une température de 105 °C pendant 48 heures, afin d'éliminer l'eau et de se focaliser uniquement sur le transfert de chaleur.

Pendant les essais, aucune perte en masse n'a été constatée, confirmant l'absence de phénomènes autres que le transfert de chaleur. Les températures à l'intérieur des échantillons ont été mesurées par des thermocouples noyés implantés au milieu de l'échantillon de bois à différentes profondeurs : 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 30 et 40 mm. Cinq essais ont été réalisés pour chaque essence de bois.

Durant les essais, le dispositif du cône coulissant a permis entre autre de suivre l'évolution de la température lors du chauffage (exposition de l'échantillon au cône) ainsi que lors du refroidissement (coulissage du cône et exposition de l'échantillon à un flux de chaleur nul).

3.3.2 Modélisation et méthode inverse

Le modèle de transfert de chaleur développé en Python, décrit dans la section 3.2.3, est utilisé pour modéliser les essais réalisés sur toutes les essences de bois, avec un flux de chaleur de 4 kW · m⁻², en utilisant les mêmes conditions aux limites présentées dans la figure 3.9.

Les propriétés thermiques utilisées dans le modèle, qui varient d'une essence de bois à une autre, sont les suivantes :

- La masse volumique : cette propriété a été mesurée pour chaque échantillon.

- L'absorptivité et l'émissivité : les valeurs de l'absorptivité et de l'émissivité utilisées dans le modèle sont celles présentées dans les figures 2.16 et 2.17.
- La conductivité dans le sens parallèle aux fibres : pour chaque essence, cette propriété a été supposée indépendante de la température et égale à la moyenne des valeurs mesurées par la méthode du fil chaud pour les différentes températures. Ainsi, les valeurs de conductivité dans le sens parallèle aux fibres utilisées dans le modèle sont les suivantes : 0,134, 0,298, 0,34, 0,47, 0,51 et 0,63 $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour le balsa, le peuplier, l'épicéa, le mélèze, le chêne, le hêtre et l'ipé, respectivement.
- La conductivité dans le sens perpendiculaire aux fibres : pour chaque essence, cette propriété a été supposée varier en fonction de la température selon un polynôme de second degré dont les coefficients doivent être estimés pour chaque essence.

Pour chaque essai, une méthode inverse a été appliquée aux mesures de température en utilisant ce modèle avec un flux non homogène. La fonction objectif décrite par l'équation 3.3 a été minimisée en utilisant l'algorithme de Levenberg-Marquardt. Les paramètres à estimer sont h_{avant} , $h_{\text{arrière}}$, ainsi que la conductivité thermique dans le sens perpendiculaire aux fibres. $h_{\text{latérale}}$ est fixé à $10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ car les températures mesurées au milieu de l'échantillon ne sont pas sensibles à ce coefficient. Il a été supposé que h_{avant} pendant le chauffage pouvait être différent lors du refroidissement. En effet, ce coefficient dépend de la température de l'air, qui peut varier entre la phase de chauffage et celle de refroidissement. Il convient de noter $h_{\text{avant, chauffage}}$ et $h_{\text{avant, refroidissement}}$ comme les coefficients de convection de la face exposée au cône pendant la phase de chauffage et de refroidissement, respectivement.

3.3.3 Comparaison des résultats numériques et expérimentaux

Comme évoqué dans la section précédente, pour chaque essence de bois, 5 essais ont été réalisés sur 5 échantillons distincts. La figure 3.12 montre la comparaison entre les températures expérimentales et numériques pour un essai de chaque essence de bois réalisé à $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Il convient de rappeler que pour chaque essai, l'échantillon est d'abord exposé au cône pendant environ deux heures, puis l'exposition est interrompue en faisant glisser le cône, ce qui permet de suivre l'évolution des températures à l'intérieur de l'échantillon pendant le chauffage et le refroidissement.

La figure 3.12 montre que les thermogrammes expérimentaux suivent la même tendance quelle que soit l'essence de bois. Pendant le chauffage, les températures au sein de l'échantillon augmentent progressivement jusqu'à atteindre des plateaux. Après presque deux heures, une fois la source de chaleur retirée, le refroidissement commence et les températures diminuent de manière exponentielle.

La figure 3.12 montre également que les températures numériques et expérimentales sont en bon accord quelle que soit l'essence de bois. Les erreurs quadratiques moyennes obtenues (RMSE) sont comprises entre 0,7 et 2,6 °C pour toutes les essences conduisant à une erreur quadratique moyenne normalisée (NRMSE) inférieure

à 1 % pour toutes les essences, à l'exception du mélèze qui possède un NRMSE de 1,6 %. En résumé, la comparaison des résultats numériques et expérimentaux est très satisfaisante pour tous les essais réalisés.

La figure 3.13 présente une comparaison entre les conductivités thermiques estimées par inversion et celles mesurées par la méthode du fil chaud au chapitre 2 pour toutes les essences de bois. En ce qui concerne la conductivité mesurée par le fil chaud et illustrée dans la figure 3.13, il s'agit de la moyenne des cinq conductivités obtenues en utilisant la masse volumique de l'échantillon testé dans l'équation 2.15. Il est important de rappeler que la corrélation présentée dans l'équation 2.15 a été établie en ajustant les mesures de conductivité obtenues par la méthode du fil chaud dans le sens perpendiculaire aux fibres. De même, la moyenne des cinq conductivités estimées par inversion pour chaque essence de bois est également présentée. Les écart-types issus des cinq essais sont également affichés dans la figure 3.13. La figure 3.13 montre que les conductivités estimées par inversion sont proches de celles mesurées par la méthode du fil chaud. En effet, les écarts moyens entre la conductivité thermique estimée et mesurée pour le balsa (8,1 %), le peuplier (7,6 %), le chêne (3 %), le hêtre (1,6 %) et l'ipé (2,3 %) sont même inférieurs à l'incertitude de mesure de la technique du fil chaud (10 %). Les écarts moyens entre les deux conductivités sont plus élevés pour l'épicéa (12,7 %) et le mélèze (19,6 %). Ces écarts semblent être liés à l'hypothèse de considérer une conductivité homogène et isotrope dans le plan perpendiculaire aux fibres du bois. Cette hypothèse a été assumée dans la modélisation (section 5.2.1) ainsi que dans les mesures par fil chaud. Il est visible à l'œil nu que le balsa, le peuplier, le chêne, le hêtre et l'ipé sont nettement plus homogènes et isotropes que l'épicéa et le mélèze (figure 1). Ainsi, l'hypothèse de prendre une conductivité effective dans le sens perpendiculaire aux fibres est plus pertinente pour les essences de bois feuillus que pour les essences résineuses. Cela étant un écart de 12 % et 19 % reste tout de même acceptable, surtout en tenant compte du fait que les mesures par fil chaud ont été effectuées sur des échantillons exempts de nœuds, ce qui n'était pas le cas pour les échantillons exposés au cône calorimètre.

Le tableau 3.1 présente les coefficients de convection estimés par inversion pour toutes les essences de bois. Les valeurs affichées sont les moyennes calculées à partir de cinq essais, et les écarts types (σ) sont également indiqués dans le tableau. Il convient de rappeler qu'il a été pris en compte dans le modèle que le coefficient de convection pour la face exposée au cône n'est pas le même pendant la phase de chauffage que pendant la phase de refroidissement.

Le tableau 3.1 montre que le coefficient de convection pour la face exposée au cône $h_{\text{avant, chauffage}}$ est similaire pour toutes les essences de bois. De plus, les écarts types calculés pour ce coefficient sont faibles, ce qui indique que ce coefficient ne varie pas significativement d'un essai à un autre pour la même essence. En général, l'ordre de grandeur de ce coefficient est assez proche des valeurs calculées par les corrélations de convection naturelle, ce qui renforce la fiabilité des résultats obtenus.

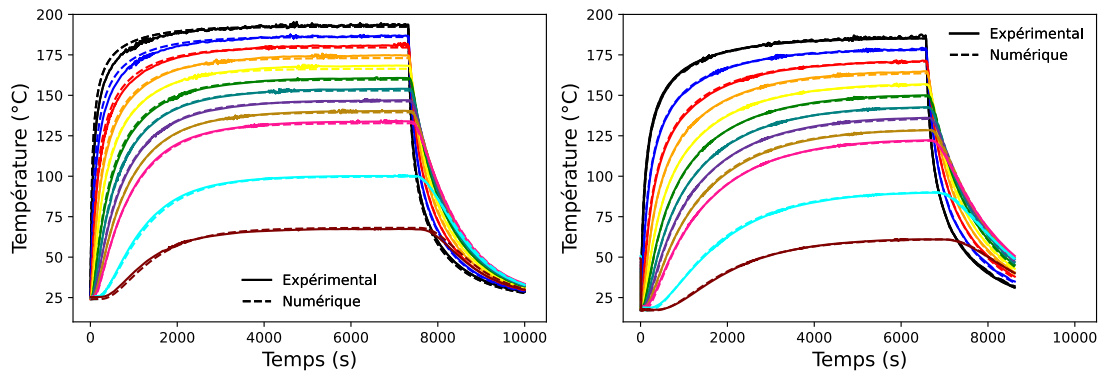
Le coefficient de convection $h_{\text{avant, refroidissement}}$ varie entre 4,3 et 7,4 $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$. Ces valeurs sont légèrement inférieures aux valeurs de $h_{\text{avant, chauffage}}$. En effet, les pertes convectives dépendent de la température de l'air. Dans la phase de chauffage, la

température de l'air est plus élevée que pendant le refroidissement. Ainsi, étant donné que le modèle considère la même température de l'air pendant les deux phases, il est logique d'obtenir des valeurs de $h_{\text{avant, refroidissement}}$ légèrement inférieures à $h_{\text{avant, chauffage}}$.

Pour la face arrière, les coefficients de convection varient entre 10 et 15 $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$. Ces valeurs sont plus élevées que celles calculées par les corrélations de convection naturelle. De plus, les écarts types sont plus importants que pour les autres coefficients. L'inversion a été réalisée à partir de 12 thermogrammes, pris à des distances de 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 30 et 40 mm de la surface exposée au cône. Cela signifie que l'inversion repose sur des mesures beaucoup plus proches de la surface exposée au cône, ce qui rend les données sensibles au coefficient de convection de la face exposée au cône, par rapport à la face arrière de l'échantillon. Il n'est donc pas aberrant d'obtenir des résultats plus fiables pour la face exposée au cône que pour la face arrière de l'échantillon.

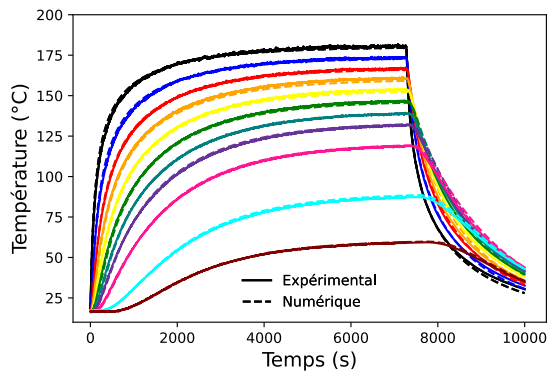
TABLEAU 3.1 – Coefficients de convection estimés par méthode inverse pour toutes les essences de bois.

Essence	$h_{\text{avant, chauffage}} \pm \sigma$ ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$)	$h_{\text{avant, refroidissement}} \pm \sigma$ ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$)	$h_{\text{arrière}} \pm \sigma$ ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$)
Balsa	$8,4 \pm 0,3$	$5,7 \pm 0,5$	$13 \pm 1,5$
Peuplier	$7,1 \pm 0,6$	$7,4 \pm 1,4$	$14,6 \pm 3,2$
Épicéa	$6,9 \pm 0,3$	$4,9 \pm 1$	$10 \pm 2,2$
Mélèze	$6,5 \pm 0,3$	$5,8 \pm 0,5$	$14,5 \pm 1,9$
Chêne	$7,1 \pm 0,4$	$4,3 \pm 0,5$	$12,2 \pm 2$
Hêtre	$8,1 \pm 1$	$5,8 \pm 0,9$	$11,7 \pm 2,6$
Ipé	$6,9 \pm 0,5$	$6,7 \pm 0,9$	14 ± 2

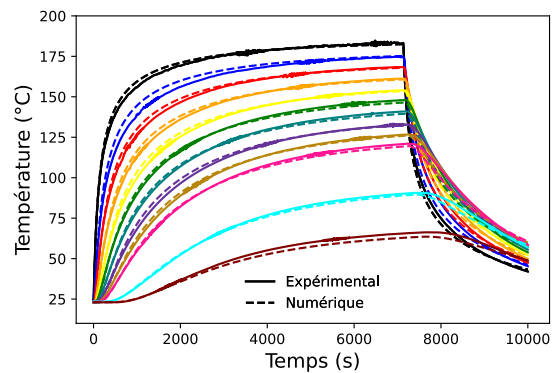


(a) Balsa, RMSE = 1,2 °C

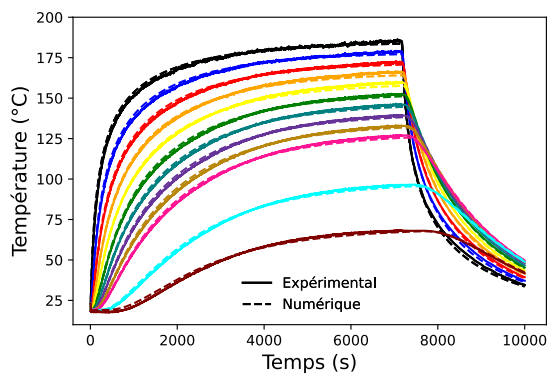
(b) Peuplier, RMSE = 0,7 °C



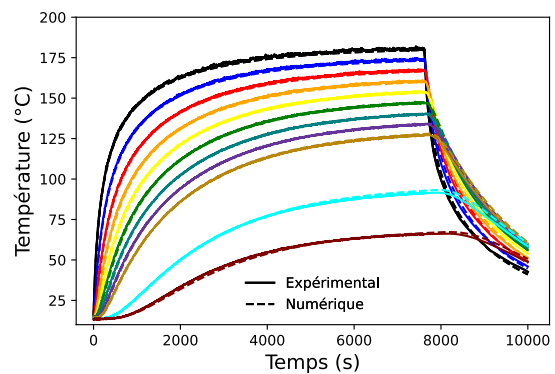
(c) Épicéa, RMSE = 1,4 °C



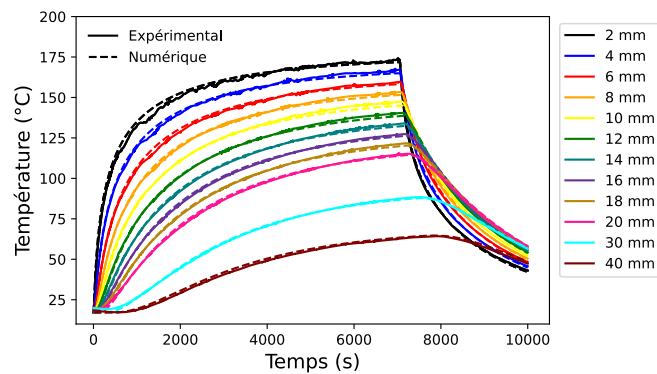
(d) Mélèze, RMSE = 2,57 °C



(e) Chêne, RMSE = 1,3 °C



(f) Hêtre, RMSE = 1,4 °C



(g) Ipé, RMSE = 1,1 °C

FIGURE 3.12 – Comparaison entre les températures expérimentales et numériques à l'intérieur des échantillons de différentes essences de bois à $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

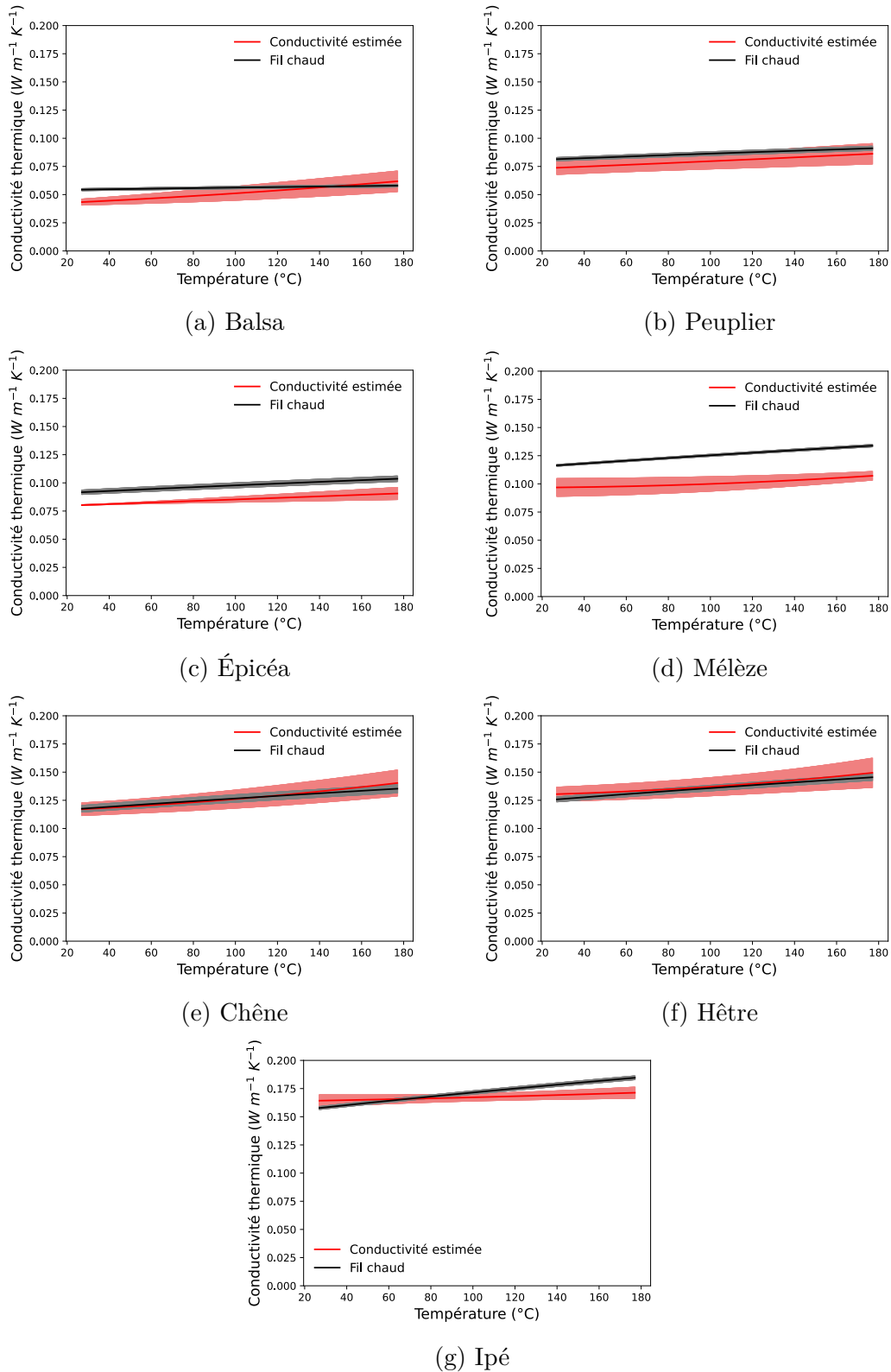


FIGURE 3.13 – Comparaison entre les conductivités thermiques estimées et mesurées pour les différentes essences de bois.

3.4 Effet de l'eau

Les essais réalisés sur le bois sec avec un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ ont permis de valider les propriétés thermiques mesurées au chapitre 2 avant le début de la pyrolyse. De plus, ce travail peut servir à étudier de manière exhaustive le phénomène de séchage. En effet, étant donné que l'échantillon de bois ne se dégrade pas lors d'un essai à $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, il est possible de faire plusieurs essais avec le même échantillon, en variant la teneur en eau de cet échantillon de 0 % (sec) à 30 % (la teneur en eau maximale que le bois peut atteindre sans être immergé dans l'eau).

Des essais préliminaires sont effectués dans cette section afin d'étudier qualitativement l'effet de l'eau sur le transfert de chaleur à l'intérieur du bois. Avant que l'échantillon préparé dans la partie 3.2.1 ne soit placé dans l'étuve, un essai a été réalisé avec l'échantillon humide (teneur en eau = 8 %). La surface de l'échantillon humide a été exposée au cône à un flux de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, et les positions des thermocouples sont restées identiques à celles de l'essai 1 de la figure 3.3. Durant l'essai, la perte en masse ainsi que les températures au sein de l'échantillon ont été mesurés. La mesure de perte en masse a montré que l'échantillon a perdu près de 3,5 % de sa masse initiale pendant l'essai suite à l'évaporation de l'eau contenue dans l'échantillon. Après l'essai, l'échantillon a été séché dans l'étuve et la teneur en eau de l'échantillon initial a été évaluée à 8,2 %.

La figure 3.14 compare les températures mesurées situés à $(x, y) = (5, 5) \text{ cm}$ et à $(x, y) = (5, 8,34) \text{ cm}$ pour l'échantillon sec et humide.

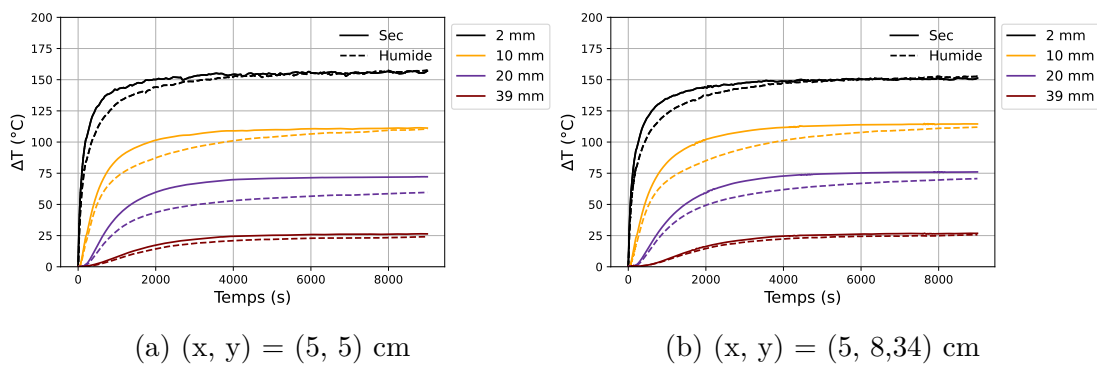


FIGURE 3.14 – Comparaison des thermogrammes expérimentaux obtenus pour un même échantillon d'épicéa sec et humide (8,2 %).

Cette figure montre que les températures mesurées lorsque l'échantillon est humide sont inférieures à celles mesurées lorsque l'échantillon est sec. Pour les thermocouples placés à $z = 2 \text{ mm}$, on voit qu'en dessous de 2000 s, il y a des différences importantes entre les échantillons humide et sec, et à partir de 2000 s, cette différence diminue progressivement, au fur et à mesure que l'eau s'évapore et que l'échantillon humide s'assèche, jusqu'à atteindre le plateau de l'échantillon sec. Ces différences entre les échantillons sec et humide sont liées à la variation des propriétés thermiques du bois en présence d'eau : la masse volumique augmente de presque 10 %, la chaleur spécifique augmente de presque $400 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ et la conductivité

thermique augmente également. Ces différences sont encore liées à l'endothermicité des phénomènes d'évaporation et de désorption de l'eau liée et des transferts hydriques.

La modélisation des phénomènes intervenant en présence d'eau font parti des perspectives de ce travail.

3.5 Conclusion

Dans ce chapitre, l'étude du transfert de chaleur lors des essais au cône calorimètre avant le début de la pyrolyse a été conduite dans le but de valider les propriétés thermiques mesurées au chapitre 2 et de modéliser le transfert du chaleur dans le bois.

Une campagne expérimentale a été réalisée sur les différentes essences de bois avec un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Ce flux a été choisi de manière à ce que la température à l'intérieur des échantillons de bois ne dépasse pas $200 \text{ }^\circ\text{C}$ et d'éviter ainsi les réactions de pyrolyse et d'oxydation du charbon.

Lors de ces essais, une attention particulière a été portée à l'homogénéité du flux de chaleur reçu par l'échantillon. Une nouvelle technique d'estimation de la cartographie du flux de chaleur reçu par la surface d'un échantillon exposé au cône a été développée. Cette technique consiste à exposer une plaque d'alumine fine au cône calorimètre à l'endroit où l'on souhaite caractériser la cartographie du flux, et à diriger une caméra infrarouge vers la surface arrière de la plaque. Le choix de l'alumine a été basé sur le fait qu'elle est diffusante et possède une transmissivité élevée. Le signal mesuré par la caméra correspond au flux de chaleur transmis par la plaque et est ainsi proportionnel au flux de chaleur en provenance du cône. Cette technique est intéressante, notamment parce qu'elle permet la caractérisation de la cartographie du flux de chaleur reçu en orientation verticale.

Cette cartographie a été utilisée dans un modèle de transfert de chaleur 3D développé sous Python. Ce modèle a été capable de prédire les évolutions de températures mesurées à 21 positions différentes par rapport à la surface exposée au cône et à 7 profondeurs pour chaque position.

Finalement, des méthodes inverses ont été appliquées aux mesures de température réalisées lors des essais à $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, pour toutes les essences de bois, en utilisant le modèle thermique en 3D. Le but était d'estimer les conditions aux limites thermiques et la conductivité thermique du bois dans le sens perpendiculaire aux fibres. Les résultats ont conduit à des thermogrammes numériques en excellent accord avec les thermogrammes expérimentaux. De plus, les valeurs de conductivité obtenues pour les différentes essences de bois sont proches des valeurs de conductivité mesurées par la méthode du fil chaud. En outre, les valeurs de coefficient de transfert de chaleur convectif étaient proches des valeurs issues des corrélations de convection naturelle. Ces résultats sont rassurants quant à la fiabilité des mesures du fil chaud, de la technique de mesure de la cartographie du flux de chaleur reçu et du modèle développé, en particulier des conditions limites choisies.

Chapitre 4

Caractérisation chimique et thermo-cinétique du bois sous atmosphère inerte

Sommaire

4.1 Analyse chimique	71
4.1.1 Analyse élémentaire	71
4.1.2 Analyse des minéraux	71
4.1.3 Analyse immédiate	72
4.1.4 Analyse Soxhlet et Klason lignine	73
4.2 Analyse thermogravimétrique	76
4.2.1 Protocole expérimental	76
4.2.2 Résultats	76
4.2.3 Mécanisme réactionnel et modèle cinétique	79
4.2.4 Propriétés cinétiques	80
4.3 Calorimétrie différentielle à balayage	81
4.3.1 Dispositif expérimental	82
4.3.2 Calibration	84
4.3.3 Analyse des résultats	86
4.3.4 Chaleur de pyrolyse de l'épicéa : effet du balayage	87
4.3.5 Effet de l'essence	90
4.3.6 Conclusion intermédiaire	92

Le but principal de ce chapitre est de développer un modèle cinétique de dégradation du bois capable de prédire la perte en masse, la vitesse de perte en masse et la chaleur générée ou absorbée par le bois à l'échelle de la matière. Pour cette raison, la composition chimique des différentes essences de bois, y compris la composition élémentaire, la composition des minéraux et la composition en polymères (extractibles, hémicelluloses, cellulose et lignine), est présentée. Ensuite, des essais d'ATG ont été réalisés sur les différentes essences de bois et pour plusieurs vitesses de chauffage sous atmosphère inerte. Un modèle cinétique comprenant trois réactions parallèles a été

utilisé pour prédire la perte en masse et la vitesse de perte en masse obtenues expérimentalement. Finalement, des essais de DSC ont été réalisés sur toutes les essences de bois afin d'estimer les enthalpies des réactions du schéma réactionnel utilisé.

4.1 Analyse chimique

Le but de cette section est de déterminer la composition chimique du bois, y compris la composition élémentaire, la composition en minéraux et la composition en polymères.

4.1.1 Analyse élémentaire

Une analyse élémentaire a été réalisée sur les sept essences de bois avec l'équipe GREENER au Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP). Les essais ont été effectués sur des échantillons secs en utilisant un analyseur CHNS Thermo Fisher. Le tableau 4.1 donne les pourcentages massiques des éléments carbone (C), hydrogène (H), azote (N), soufre (S) et oxygène (O) obtenus. Le pourcentage d'oxygène est calculé en soustrayant la somme des pourcentages massiques de C, H, N et S de 100 %.

TABLEAU 4.1 – Analyse élémentaire des sept essences de bois.

	% C	% H	% N	% S	% O
Balsa	49,36	5,86	0,053	0,317	42,86
Peuplier	49,93	6,15	0	0,33	43,75
Épicéa	51,13	6,2	0,11	0,18	42,29
Mélèze	50,85	6,05	0,02	0,20	43,00
Chêne	49,66	6,07	0,01	0,22	44,21
Hêtre	49,76	6,03	0,03	0,23	44,13
Ipé	54,79	5,87	0,10	0,23	38,8

À l'exception de l'ipé, ces résultats sont cohérents avec la littérature [11], où le pourcentage de carbone varie entre 46,4 et 52,1 % et le pourcentage d'oxygène est compris entre 41 et 47 %. Ces résultats montrent qu'il n'y a pas de grandes différences entre les essences de bois, à l'exception de l'ipé, où le pourcentage massique de carbone est supérieur aux autres essences, pour un pourcentage d'oxygène moindre.

4.1.2 Analyse des minéraux

Les pourcentages massiques des minéraux ont été analysés au Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques (CRPG) selon la procédure CNRS-SARM [146] pour les sept essences de bois. Le tableau 4.2 présente les pourcentages massiques des principaux minéraux (Silicium (Si), Aluminium (Al), Fer (Fe), Manganèse (Mn), Magnésium (Mg), Calcium (Ca), Sodium (Na) et Potassium (K)) dans les sept essences de bois. Ces pourcentages sont calculés par masse de bois sec.

TABLEAU 4.2 – Analyse des minéraux des sept essences de bois.

	% Si	% Al	% Fe	% Mn	% Mg	% Ca	% Na	% K	% Minéraux
Balsa	0,12	0	0,01	0	0,07	1,03	0,01	0,41	1,65
Peuplier	0,06	0	0,003	0	0,021	0,16	0,005	0,03	0,30
Épicéa	0,32	0	0,01	0,005	0,01	0,09	0	0,02	0,45
Mélèze	0,145	0,01	0,014	0,007	0,02	0,08	0	0,02	0,297
Chêne	0,10	0	0,004	0,005	0	0,043	0	0,06	0,21
Hêtre	0,17	0	0,005	0	0,022	0,084	0	0,04	0,335
Ipé	0,088	0,01	0,014	0	0	0,06	0	0	0,172

Ces résultats sont cohérents avec la littérature [11], où le pourcentage des minéraux dans le bois est inférieur de 2 %. Il est intéressant de noter que le balsa présente une teneur en minéraux plus élevée que les autres essences, ce qui pourrait avoir un impact sur les processus de dégradation, comme l'ont montré plusieurs études antérieures [147, 148].

4.1.3 Analyse immédiate

Une analyse immédiate a également été réalisée au LRGP afin de déterminer le pourcentage d'eau, de matières volatiles (composés organiques qui sont susceptibles de se volatiliser) et de carbone fixe dans les bois étudiés. Les résultats sont présentés dans le tableau 4.3. Les pourcentages des minéraux présentés dans ce tableau sont ceux obtenus dans la section précédente, qui sont plus précis que ceux obtenus par analyse immédiate.

TABLEAU 4.3 – Analyse immédiate des sept essences de bois.

	Humidité (%)	Volatiles (%)	Carbone fixe (%)	Minéraux (%)
Balsa	6,2	91,8	6,55	1,65
Peuplier	8,0	92,9	6,8	0,30
Épicéa	8,0	90,6	8,95	0,45
Mélèze	6,7	87,0	12,7	0,30
Chêne	7,6	87,9	11,89	0,21
Hêtre	7,6	86,7	12,97	0,33
Ipé	8,9	85,2	14,63	0,17

Les résultats sont cohérents avec les données disponibles dans la littérature pour certaines essences. À titre d'exemple, Yu *et al.* [149] ont réalisé une analyse immédiate sur le chêne et ont obtenu 89,7 % de volatiles, 9,5 % de carbone fixe et 0,2 % de minéraux. Azeez *et al.* [150] ont obtenu 85,9 % de volatiles, 13,4 % de carbone fixe et 0,4-0,7 % de minéraux pour le hêtre et 88,3 % de volatiles et 10,3 % de carbone fixe et 1,1 % de minéraux pour le pin.

4.1.4 Analyse Soxhlet et Klason lignine

Des analyses Soxhlet ainsi que des essais de Klason lignine ont été menés afin de déterminer les pourcentages d'extractibles, d'hémicellulose, de cellulose et de lignine présents dans toutes les essences de bois.

Procédure

Plusieurs essais d'extraction successifs ont été réalisés sur tous les bois afin de déterminer les pourcentages d'extractibles, d'hémicellulose, de cellulose et de lignine. La figure 4.1 présente la procédure de ces essais. La première étape consiste en l'extraction des extractibles. Deux essais successifs ont été effectués sur de la poudre de bois vierge (4 mg) dont la taille de particules est comprise entre 50 et 100 μm , en utilisant un extracteur de Soxhlet. Pour le premier essai, 100 ml de toluène mélangé avec 100 ml d'éthanol ont été utilisés comme solvant. Pour le deuxième essai, 200 ml d'éthanol ont été utilisés comme solvant. La mesure de la masse et de la teneur en eau des poudres de bois avant et après cette étape permet de déterminer le pourcentage des extractibles. Ensuite, deux chemins sont possibles. Soit une extraction d'holocellulose suivie d'une extraction de cellulose a lieu. Dans ce cas, le résidu restant après ces essais est la cellulose. Soit un essai Klason pour la lignine est réalisé et le résidu restant à la fin de l'essai est la lignine.

Dans l'extraction de l'holocellulose, 1,5 g de bois sans extractibles sont mélangés

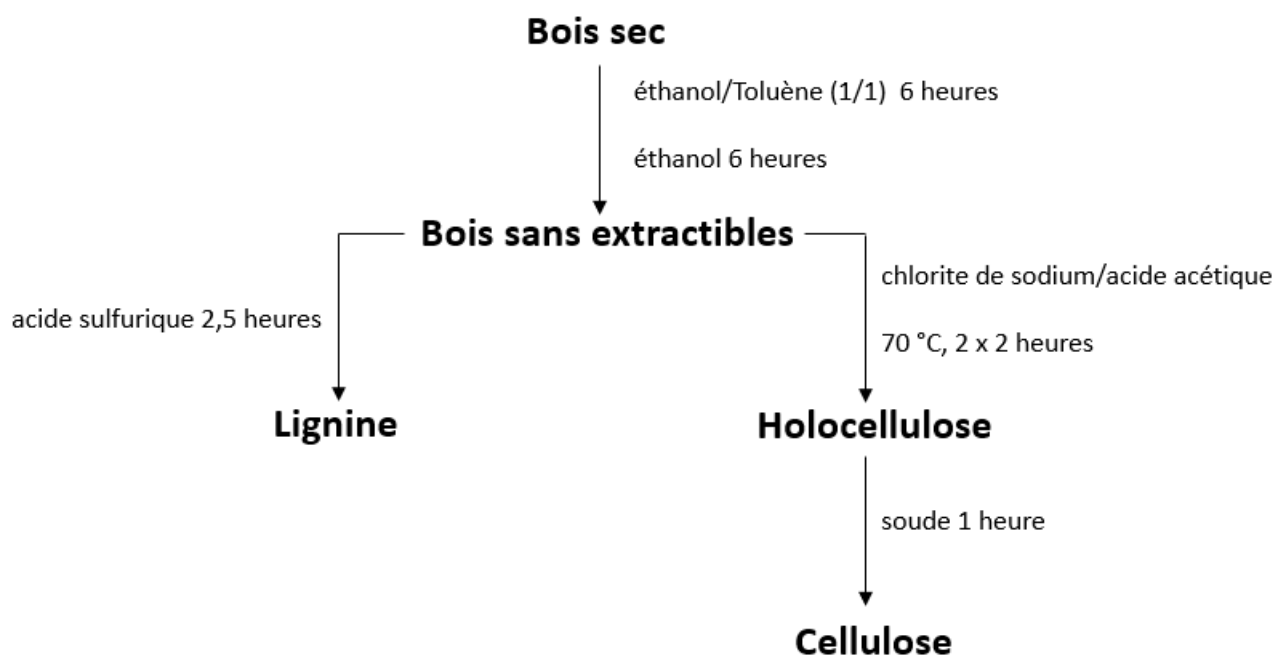


FIGURE 4.1 – Procédure pour déterminer les pourcentages des extractibles, de l'hémicellulose, de la cellulose et de la lignine [151].

avec 125 ml d'eau distillée, 1 ml d'acide acétique (CH_3COOH) et 1 g de chlorite de sodium (NaClO_2). Le mélange est agité et chauffé à 70 °C pendant 4 heures. Après deux heures, 1 ml d'acide acétique glacial et 1 g de chlorite de sodium sont ajoutés au

mélange. L'holocellulose solide est collectée par filtration après l'essai en utilisant un entonnoir de Büchner et du papier filtre.

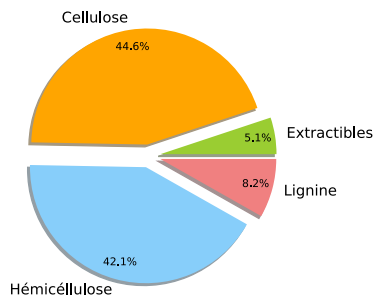
Dans l'extraction de cellulose, 1 g d'holocellulose est mélangé avec 50 ml d'une solution de soude de concentration massique de 17,5 %. Le mélange est agité pendant 1 heure. Après 30 minutes, 5 ml d'eau distillée sont ajoutés au mélange. La cellulose solide est collectée par filtration et est lavée successivement avec une solution d'acide acétique de concentration massique de 1 % et de l'eau distillée. L'extraction de l'holocellulose, suivie de l'extraction de la cellulose, permet de déterminer le pourcentage de cellulose dans le bois.

Concernant l'essai Klason lignine, la pourcentage massique de la lignine a été mesuré selon la procédure NREL [152]. Pour cela, 0,5 g de bois sans extractibles ont été hydrolysés dans une solution d'acide sulfurique concentré (à 72 %) pendant 1 heure dans un bain-marie à 30 °C, puis autoclavés pendant 1 heure et 30 minutes après avoir été dilués à 3 % d'acide sulfurique en ajoutant de l'eau. Les échantillons autoclavés ont ensuite été filtrés et séchés pour déterminer la pourcentage massique de la lignine.

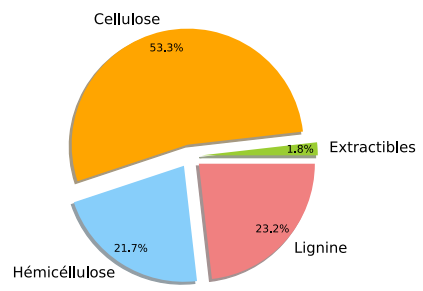
En suivant cette procédure, le pourcentage massique des extractibles, de la cellulose et de la lignine a été déterminé. Finalement, le pourcentage de l'hémicellulose est calculé comme le complément à 100 % des composés précédents.

Résultats

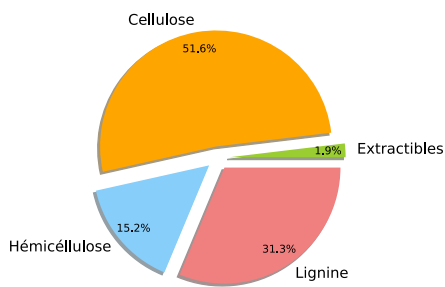
La figure 4.2 donne la composition en extractibles, d'hémicellulose, cellulose et lignine pour les sept essences de bois étudiées. Concernant le hêtre et l'épicéa, la composition obtenue est proche de celle rapportée par Azeez *et al.* [150] (hêtre : 46 % de cellulose, 32 % d'hémicellulose et 22 % de lignine ; épicéa : 51 % de cellulose, 21 % d'hémicellulose et 28 % de lignine). Pour ce qui est du chêne, une dispersion dans la composition en fibres est observée dans la littérature. Pettersen [153] a rapporté une composition avec 47 % de cellulose, 20 % d'hémicellulose et 20 % de lignine, tandis que Gerandi [143] a obtenu 33 % de cellulose, 28 % d'hémicellulose et 27 % de lignine. Dans la présente étude, la composition obtenue est différente des deux études mentionnées. Pour ce qui est du peuplier, les pourcentages d'hémicellulose et de cellulose obtenus dans la présente étude sont légèrement supérieurs à ceux obtenus dans l'étude de Xu *et al.* [154] (19 et 48 %, respectivement), tandis que le pourcentage de lignine est légèrement inférieur (29 %). Concernant le mélèze, les résultats obtenus sont différents de la composition obtenue par Hao *et al.* [155] (38 % de cellulose, 28 % d'hémicellulose et 29 % de lignine). Concernant le balsa et l'ipé, aucun élément de comparaison n'a été trouvé dans la littérature. La figure 4.2 montre qu'il y a de grandes différences dans la composition des sept essences de bois étudiées. Le pourcentage de cellulose est de l'ordre de 50 % pour le peuplier, l'épicéa et le mélèze, tandis qu'il est d'environ 40 % pour les autres essences. Le pourcentage d'hémicellulose varie entre 15,2 % et 42,1 %. Le pourcentage de lignine varie de 8,2 % pour le balsa à 37 % pour l'ipé. Enfin, le pourcentage d'extractibles varie entre 1,8 % et 13,4 %.



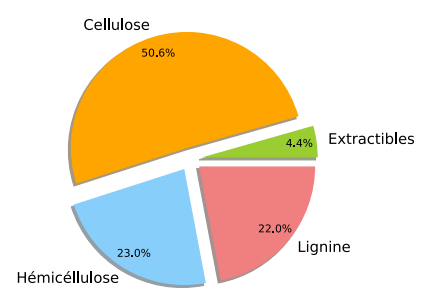
(a) Balsa



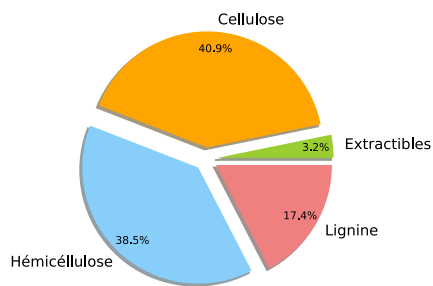
(b) Peuplier



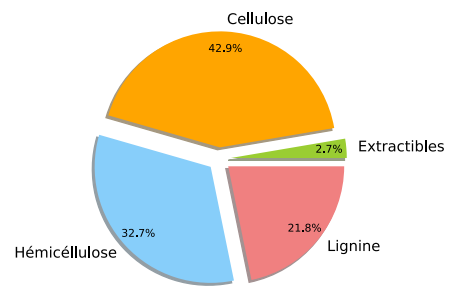
(c) Épicéa



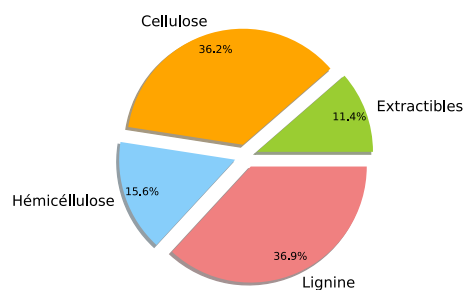
(d) Mélèze



(e) Chêne



(f) Hêtre



(g) Ipé

FIGURE 4.2 – Analyse Soxhlet pour les sept essences de bois.

4.2 Analyse thermogravimétrique

L'objectif de cette section est de développer un modèle cinétique capable de prédire la perte en masse et la vitesse de perte en masse lors de la dégradation thermique du bois à l'échelle matière. Dans ce but, la dégradation du bois dans une atmosphère inerte a été étudiée par ATG. À cette échelle, les gradients de température spatiaux à l'intérieur de l'échantillon de bois sont considérés comme négligeables, de sorte que seules les cinétiques des réactions chimiques se produisant pendant la pyrolyse soient impliquées.

4.2.1 Protocole expérimental

Des essais ATG ont été réalisés au Laboratoire Central de la Préfecture de Police (LCP) sur les différents bois. Dans ces essais, un échantillon de bois humide massif pesant entre 4,5 et 5 mg est soumis à une rampe de température allant de la température ambiante jusqu'à 1000 °C, avec différentes vitesses de chauffage de 5, 10 et 20 °C · min⁻¹. Les essais sont réalisés sous une atmosphère inerte (balayage d'azote avec un débit de 80 mL · min⁻¹) afin d'éviter l'oxydation du charbon et de se focaliser sur la pyrolyse. L'évolution de la masse de l'échantillon en fonction de la température du four, supposée égale à la température de l'échantillon, est enregistrée en continu. Avant de procéder à un test, un essai à blanc est effectué pour éliminer les perturbations venant de la réponse thermique du dispositif. Trois tests de répétabilité ont été réalisés pour chaque vitesse de chauffage sur l'épicéa. Les résultats obtenus étant répétables, un seul essai pour chaque vitesse de chauffage a été effectué pour les autres essences. Pour se concentrer uniquement sur la dégradation thermique du bois sec, seule la perte en masse enregistrée dans la plage de température entre 150 °C et 1000 °C a été exploitée. Il est intéressant de mentionner que les mêmes essais ont été réalisés sur des échantillons d'épicéa en poudre. Aucune différence n'a été observée par rapport aux échantillons massifs.

4.2.2 Résultats

Description générale

La figure 4.3 présente la variation de la masse et de la vitesse de perte en masse de l'épicéa en fonction de la température sous atmosphère inerte pour une vitesse de chauffe de 5 °C · min⁻¹. Les étapes observées de la décomposition du bois d'épicéa sont les suivantes :

- **Entre 30 °C et 120 °C** : un pic est observé pour la vitesse de perte en masse. Ce pic est dû au phénomène de séchage du bois et la légère perte en masse observée correspond l'évaporation de l'eau.
- **À 210 °C** : la dégradation commence et la masse de l'épicéa commence à diminuer.
- **Entre 300 °C et 330 °C** : il y a un pic dans la vitesse de perte en masse qui correspond principalement à la dégradation de l'hémicellulose, comme rapporté dans plusieurs études [14, 16, 38].

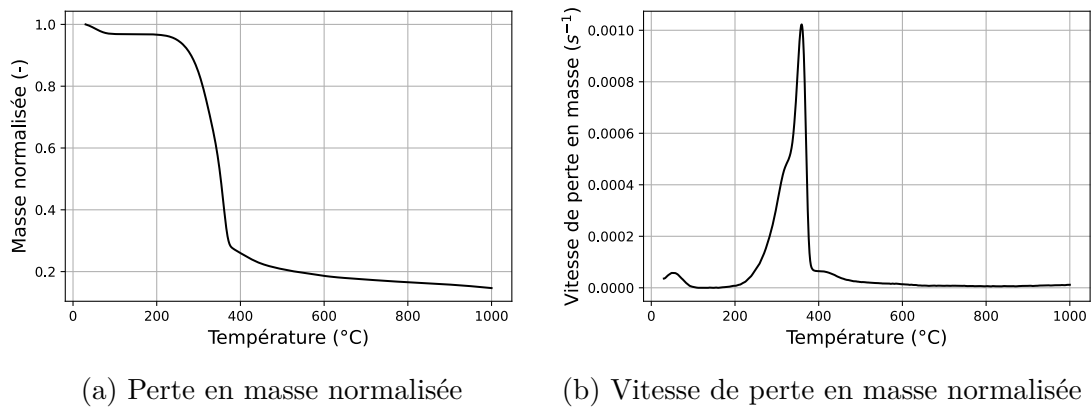


FIGURE 4.3 – Perte en masse normalisée et vitesse de perte en masse normalisée de l'épicéa en fonction de la température pour une vitesse de chauffage de $5\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$.

- **Entre 340 °C et 370 °C** : l'étape principale de dégradation se produit et un pic significatif dans le vitesse de perte en masse est observé. Pendant cette étape, le bois perd plus de 70 % de sa masse initiale. Cette étape correspond principalement à la dégradation de la cellulose [14, 16, 38].
- **Après 380 °C** : le vitesse de perte en masse diminue légèrement jusqu'à atteindre un plateau. Cela est dû à la dégradation d'une partie de la lignine. En effet, la dégradation de la lignine se produit sur une large plage de température, de 200 °C à 900 °C [11, 28].

Effet de la vitesse de chauffage

La figure 4.4 montre la variation de la masse et de la vitesse de perte en masse de l'épicéa en fonction de la température sous atmosphère inerte pour les différentes vitesses de chauffage.

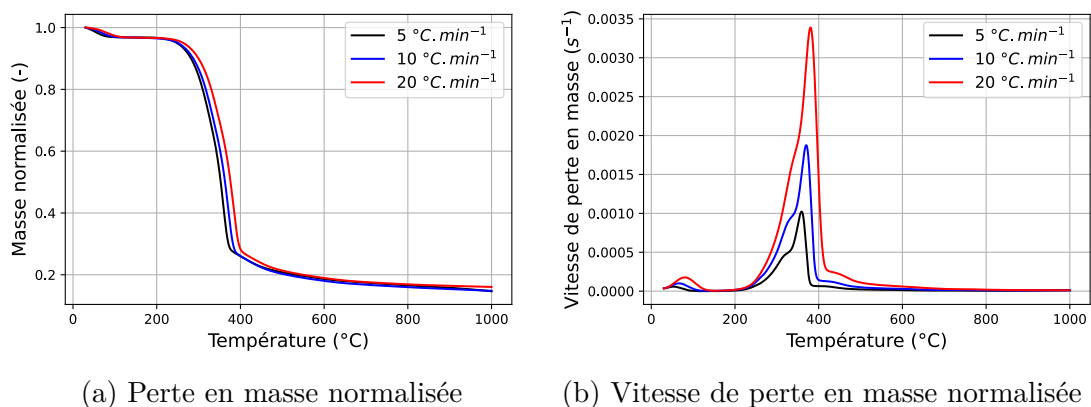


FIGURE 4.4 – Perte en masse normalisée et vitesse de perte en masse normalisée de l'épicéa en fonction de la température pour les différentes vitesses de chauffage.

De manière globale, les résultats expérimentaux montrent que la dégradation du bois suit la même tendance, quelle que soit la vitesse de chauffage. Toutefois, la figure 4.4 (b) montre une forte influence de la vitesse de chauffage sur les intensités

des vitesses de perte de masse. Ainsi, plus la vitesse de chauffage est élevée, plus le maximum de la vitesse de perte de masse est important. La figure 4.4 (b) permet également d'observer que les différents pics de vitesse de perte de masse se produisent à des températures plus élevées lorsque la vitesse de chauffage augmente. Ce phénomène s'explique par le fait que lorsque la vitesse de chauffage est faible, l'évolution de la température au sein l'échantillon est bien en équilibre thermique avec le réacteur. En revanche, lorsque la vitesse de chauffage est élevée, l'équilibre thermique n'est plus assuré : le transfert de chaleur dans l'échantillon est moins rapide que la vitesse de chauffage et la température au cœur du bois se trouve être inférieure à celle du réacteur. Ce comportement a notamment été observé dans plusieurs études [13, 14].

Effet de l'essence

La figure 4.5 montre la variation de la vitesse de perte en masse des huit essences de bois en fonction de la température pour une vitesse de chauffage de $5\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

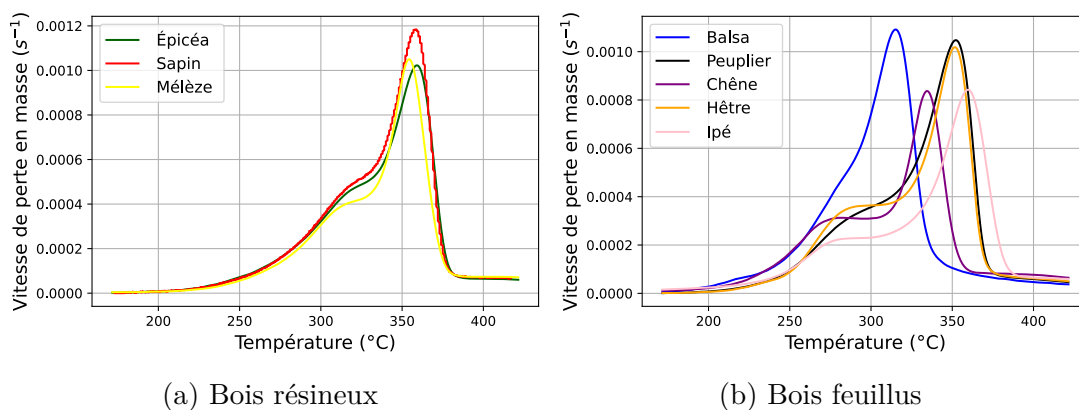


FIGURE 4.5 – Vitesse de perte en masse normalisée en fonction de la température pour les huit essences de bois pour une vitesse de chauffage de $5\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

En ce qui concerne le bois résineux, la figure 4.5 (a) montre que l'épicéa, le sapin et le mélèze ont des vitesses de perte de masse similaires. Le pic correspondant à la dégradation de l'hémicellulose, pour l'épicéa et le sapin, est légèrement supérieur à celui du mélèze. De plus, le pic correspondant à la dégradation de la cellulose pour le sapin est légèrement supérieur à celui de l'épicéa et du mélèze.

Concernant les feuillus, la figure 4.5 (b) montre que le peuplier et le hêtre, ayant des compositions en fibres différentes, ont quasiment la même vitesse de perte en masse. Cette observation montre les limitations des mécanismes réactionnels qui considèrent que la dégradation du bois est la somme de ses pseudo-composants : cellulose, hémicellulose et lignine. La figure 4.5 (b) montre également que le balsa se dégrade avant les autres essences et sur un intervalle de température plus restreint. Cette observation est peut-être liée au fait que la teneur en minéraux du balsa est beaucoup plus élevée que celle des autres essences (tableau 4.2). En effet, plusieurs études ont montré que la présence des minéraux conduit à une initiation de la pyrolyse à des températures plus basses [147, 148]. En plus, la figure 4.5 (b) montre que le chêne se dégrade avant le peuplier et le hêtre tandis que l'ipé se dégrade pour des

températures plus élevés.

Pour comparer la dégradation des feuillus et des résineux, les vitesses de perte en masse du mélèze et de l'épicéa sont comparées avec celles du peuplier et du hêtre dans la figure 4.6. Le peuplier et le hêtre ont été choisis car leur température de dégradation de la cellulose est similaire à celle de l'épicéa et du mélèze. La différence principale dans le comportement des feuillus et des résineux réside dans la dégradation de l'hémicellulose. Dans le cas des feuillus, la dégradation de l'hémicellulose est caractérisée par un plateau plutôt qu'un pic. Ce qui montre que la dégradation de l'hémicellulose a lieu sur un intervalle de température plus large dans le cas des feuillus. Ces résultats sont cohérents avec les observations de Gronli *et al.* [19]. Selon Gronli *et al.* [19], cette différence de comportement entre feuillus et résineux est surtout liée à la différence de composition chimique de l'hémicellulose entre feuillus et résineux. La figure 4.6 montre également que la dégradation de la cellulose a lieu sur un intervalle de température plus restreint dans le cas des résineux.

En résumé, la dégradation du bois varie d'une essence à une autre, mais pas de manière significative. Ainsi, il semble qu'un même mécanisme réactionnel soit suffisant pour prédire la perte de masse et la vitesse de perte de masse pour les huit essences de bois, mais avec des paramètres cinétiques différents. De plus, quelle que soit l'essence de bois, trois étapes principales de dégradation sont observées. Par conséquent, un mécanisme réactionnel comprenant à minima trois réactions parallèles semble logique pour prédire les résultats de l'ATG.

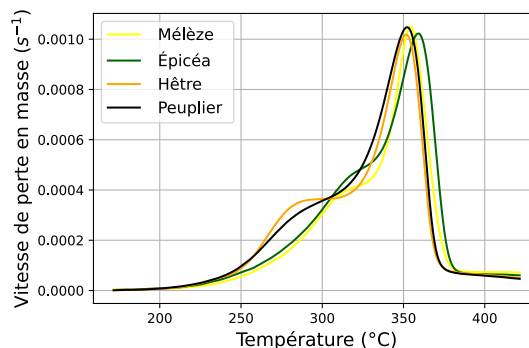
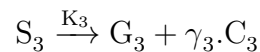
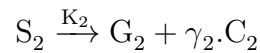
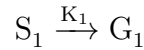


FIGURE 4.6 – Comparaison de la vitesse de perte en masse normalisée entre deux essences de bois feuillus et deux essences de bois résineux.

4.2.3 Mécanisme réactionnel et modèle cinétique

En se basant sur les résultats de l'ATG, le mécanisme réactionnel utilisé dans cette thèse pour prédire la perte de masse et la vitesse de perte de masse à petite échelle est celui développé par Abdo *et al.* [156]. Dans ce modèle, le bois sec est supposé être constitué de trois pseudo-solides S_1 , S_2 et S_3 , ayant des fractions massiques initiales α_1 , α_2 et α_3 . Il est important de mentionner que ces trois pseudo-composants ne correspondent pas forcément à l'hémicellulose, la cellulose et la lignine. Ces pseudo-composants se dégradent simultanément et indépendamment en suivant des lois ciné-

tiques du premier ordre. La dégradation de S_1 conduit uniquement à un constituant gazeux G_1 , la dégradation de S_2 conduit à un constituant gazeux G_2 et à un constituant solide C_2 non dégradé (charbon), et la fraction S_3 conduit à un constituant gazeux G_3 et à un constituant solide C_3 (charbon). Plus de détails sur ce modèle sont donnés dans la thèse de Mariam Abdo [157]. Le schéma réactionnel adopté est donc le suivant :



Où : γ_2 et γ_3 sont les coefficients stœchiométriques. K_1 , K_2 et K_3 sont les coefficients de vitesse des réactions qui suivent la loi d'Arrhenius ($K_i = K_{0i} \cdot \exp(-\frac{E_i}{RT})$). K_{0i} et E_i sont respectivement le facteur pré-exponentiel et l'énergie d'activation de la réaction i , T est la température et R est la constante des gaz parfaits. En admettant que les lois cinétiques des trois étapes réactionnelles sont du premier ordre, les bilans matières de S_1 , S_2 , S_3 , C_2 et C_3 s'écrivent respectivement :

$$\frac{dm_{S_1}}{dt} = -K_1 \cdot m_{S_1} \quad (4.1)$$

$$\frac{dm_{S_2}}{dt} = -K_2 \cdot m_{S_2} \quad (4.2)$$

$$\frac{dm_{S_3}}{dt} = -K_3 \cdot m_{S_3} \quad (4.3)$$

$$\frac{dm_{C_2}}{dt} = \gamma_2 \cdot K_2 \cdot m_{S_2} \quad (4.4)$$

$$\frac{dm_{C_3}}{dt} = \gamma_3 \cdot K_3 \cdot m_{S_3} \quad (4.5)$$

Où m_{S_1} , m_{S_2} , m_{S_3} , m_{C_2} et m_{C_3} sont respectivement les masses des composants S_1 , S_2 , S_3 , C_2 et C_3 . Les équations 4.1, 4.2, 4.3, 4.4 et 4.5 sont résolues numériquement pour déterminer la masse de chaque composant à un instant t , e, utilisant des schémas implicites. Ensuite, la masse totale de l'échantillon $M(t)$ est calculée par :

$$M(t) = m_{S_1}(t) + m_{S_2}(t) + m_{S_3}(t) + m_{C_2}(t) + m_{C_3}(t) \quad (4.6)$$

4.2.4 Propriétés cinétiques

Pour chaque essence de bois, les paramètres cinétiques du modèle, c'est-à-dire les facteurs pré-exponentiels (K_{01} , K_{02} et K_{03}), les énergies d'activation (E_1 , E_2 et E_3) et les coefficients stœchiométriques (α_1 , α_2 , α_3 , γ_2 et γ_3), ont été estimés par méthode inverse en ajustant simultanément les courbes de perte de masse et de vitesse de perte de masse obtenues par ATG. L'algorithme de Levenberg-Marquardt [137] a été utilisé pour minimiser la fonction objectif suivante :

$$S = \sum_{i=1}^N [M_{exp}(t_i) - M_{mod}(t_i)]^2 + \beta \sum_{i=1}^N \left[\frac{dM_{exp}}{dt}(t_i) - \frac{dM_{mod}}{dt}(t_i) \right]^2 \quad (4.7)$$

Où : N est le nombre de points expérimentaux ; $M_{exp}(t_i)$ et $\frac{dM_{exp}}{dt}(t_i)$ sont respectivement la masse et la vitesse de perte de masse expérimentales ; $M_{mod}(t_i)$ et $\frac{dM_{mod}}{dt}(t_i)$ sont les quantités numériques correspondantes. Comme l'ordre de grandeur de la perte de masse est bien plus élevé que la vitesse de perte de masse, la somme des vitesses de perte de masse est multipliée par un facteur (β) pour augmenter le poids de la vitesse de perte de masse dans l'optimisation. Plusieurs contraintes ont été appliquées aux paramètres pendant l'optimisation. En effet, comme il existe un effet de compensation entre le facteur pré-exponentiel et l'énergie d'activation [24], l'algorithme pourrait converger vers plusieurs ensembles de paramètres. Ainsi, l'énergie d'activation a été contrainte entre 60 et 200 $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$, ce qui est l'intervalle de variation de ce paramètre dans la littérature. Le tableau 4.4 donne les valeurs des paramètres cinétiques obtenues par optimisation pour l'épicéa. La figure 4.7 montre que le modèle prédit généralement bien la perte de masse normalisée et la vitesse de perte de masse normalisée de l'épicéa obtenues par ATG, et ce pour différentes vitesses de chauffe. Une légère différence est observée au-dessus de 400 °C qui peut être attribuée à une dégradation retardée du troisième pseudo-composant S_3 . Rappelons également qu'avec seulement trois réactions du premier ordre, ce mécanisme peut difficilement prendre en compte toutes les réactions se produisant à haute température.

TABLEAU 4.4 – Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour l'épicéa.

Réaction	K_{0i} (s^{-1})	E_i ($\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$)	α_i (-)	γ_i (-)
(1)	$7,1 \times 10^8$	123	0,17	-
(2)	$1,3 \times 10^{12}$	173	0,61	0,1
(3)	552	81	0,22	0,59

L'annexe C montre la comparaison de la perte en masse et de la vitesse de perte en masse obtenues expérimentalement avec celles obtenues numériquement pour les sept autres essences. En résumé, le modèle cinétique parvient à prédire les résultats expérimentaux pour toutes les essences de bois et pour les différentes vitesses de chauffage. Cela atteste bien de la robustesse du modèle à décrire la pyrolyse du bois sec au moins jusque 400°C, température à partir de laquelle de légers biais ont été observés pour certaines essences. Précisons également que ce modèle de pyrolyse simple, avec le meilleur compromis entre précision des prédictions et temps de calcul, a été sciemment choisi pour une meilleure intégration dans un modèle de dégradation plus global prenant en compte tous les phénomènes.

4.3 Calorimétrie différentielle à balayage

L'enthalpie de pyrolyse des sept essences de bois a été caractérisée à l'aide d'un instrument DSC avec un design tubulaire spécial permettant le balayage des échantillons de tous les côtés. Comme dans l'étude de Rath *et al.* [63], le flux de chaleur mesuré par DSC a été considéré comme la somme de la chaleur sensible et de la chaleur de pyrolyse. La chaleur sensible a été calculée grâce aux mesures de capacité thermique

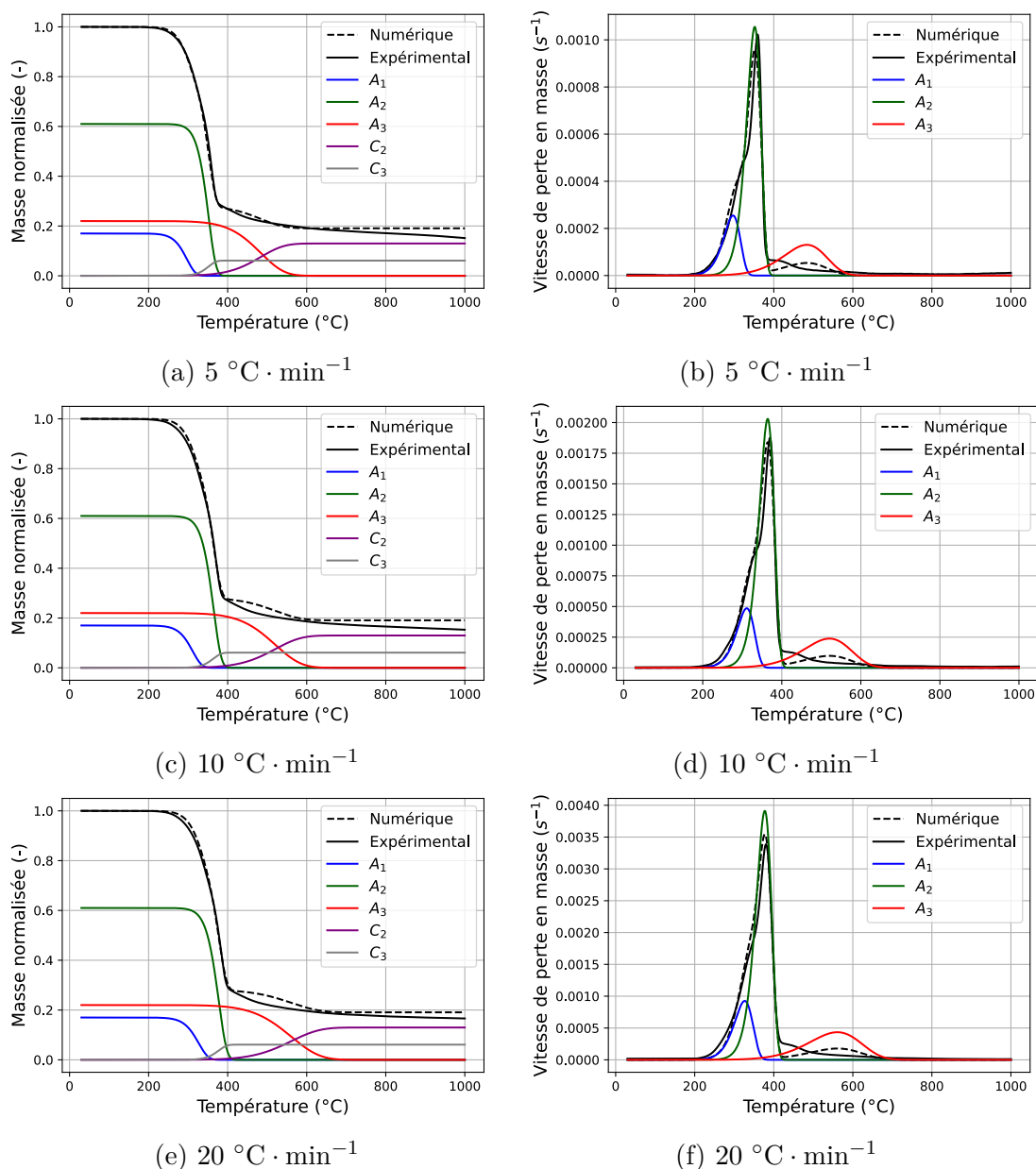


FIGURE 4.7 – Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour l'épicéa à différentes vitesses de chauffage.

du bois et du charbon en fonction de la température, présentées dans le deuxième chapitre, ainsi qu'au modèle cinétique développé dans la section 4.2. Enfin, l'enthalpie de chaque réaction du mécanisme utilisé a été estimée par méthode inverse en ajustant le signal DSC. L'effet du débit du gaz de balayage sur l'enthalpie de pyrolyse de l'épicéa a également été étudié.

4.3.1 Dispositif expérimental

Le calorimètre à balayage différentiel utilisé dans cette étude est le SETARAM DSC 111. Cet instrument a été modifié et équipé d'un dispositif original de lit fixe

pour assurer un meilleur contrôle du balayage de l'échantillon. Le schéma du dispositif expérimental est présenté dans la figure 4.8. Le dispositif se compose de deux tubes en quartz identiques intégrés dans un four. Le diamètre intérieur du tube est de 4 mm. Une zone en quartz fritté est placée au centre de chaque tube pour supporter l'échantillon de bois. La plaque est suffisamment poreuse pour permettre au gaz de balayage de passer à travers, mais avec une taille de pore suffisamment petite pour que la poudre de bois soit toujours maintenue au dessus de la zone frittée. Pendant les tests, un tube contient l'échantillon et l'autre reste vide (tube de référence). Plusieurs thermocouples sont placés autour des tubes (zone rouge dans la figure 4.8) pour mesurer la température du tube contenant l'échantillon et du tube de référence. Il convient de noter que la haute conductivité thermique du quartz assure un bon transfert de chaleur entre les échantillons et les thermocouples. La hauteur de la zone où se trouvent les thermocouples est de 1 cm. La différence de température entre les deux tubes est convertie en flux de chaleur absorbée/générée par l'échantillon grâce à une calibration avec des matériaux de référence. Un débitmètre a été connecté à une bouteille d'azote pour contrôler le débit d'azote balayant l'échantillon.

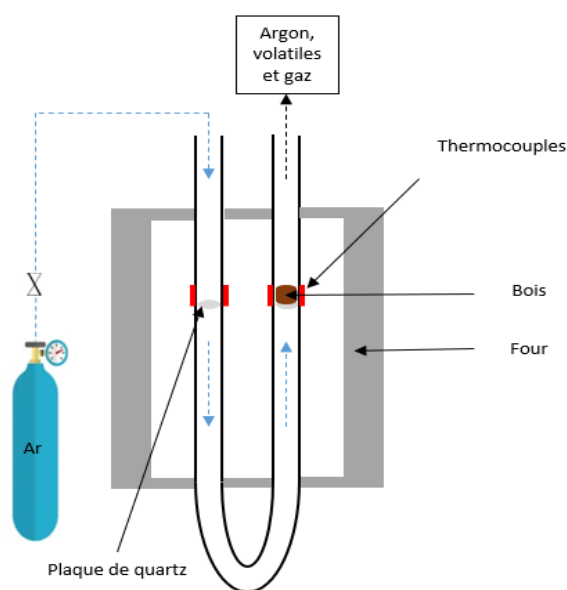


FIGURE 4.8 – Vue schématique de la configuration expérimentale.

Avant les tests, l'appareil est calibré (en termes de température et de sensibilité) en utilisant la température de fusion et l'enthalpie des matériaux de référence suivants : Indium, Étain, Plomb et Zinc. La calibration a été effectuée dans les mêmes conditions expérimentales que les tests sur le bois, c'est-à-dire avec la même vitesse de chauffage, le même débit d'argon et le même programme de température.

Avant chaque essai sur le bois, un essai blanc a été réalisé pour établir la ligne de base de l'appareil. Le programme de température était le suivant :

- la température du DSC est stabilisée à 20 °C pendant 20 minutes.

- la température est augmentée à une vitesse de chauffage constante de $10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ jusqu'à atteindre $600\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- le calorimètre est stabilisé à $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 minutes.

Il convient de noter que φ_{blanc} est le flux de chaleur obtenu lors de l'essai avec les tubes vides. Ensuite, le test sur le bois est réalisé en utilisant le même programme de température mentionné ci-dessus. Les échantillons de bois ont été séchés à $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 24 heures jusqu'à ce qu'une masse constante (m_{sec}) soit atteinte. Les échantillons de bois testés sont cylindriques, avec un diamètre de $3,4\text{ mm}$ et une hauteur de $6,5\text{ mm}$. Leurs masses sont comprises entre 10 et 50 mg en fonction de l'essence de bois. Pour l'épicéa, trois débits de gaz de balayage ont été étudiés : 5 , 10 et $20\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. Trois tests de répétabilité ont été effectués pour chaque débit de gaz. Pour les autres essences, les tests ont été menés à un débit de gaz de balayage de $20\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, uniquement. Trois tests de répétabilité ont été réalisés pour chaque essence. Il convient de noter que φ_{bois} est le flux de chaleur obtenu avec l'échantillon de bois. Ainsi, la chaleur totale absorbée/générée par l'échantillon de bois est la différence entre φ_{bois} et φ_{blanc} .

4.3.2 Calibration

Comme indiqué dans la section précédente, chaque essai est corrigé par un essai blanc. Par conséquent, la chaleur totale absorbée ou générée par un échantillon pendant un essai DSC est la différence entre φ_{blanc} et φ_{bois} . La figure 4.9 (a) montre le flux de chaleur normalisé mesuré par la technique DSC lors d'un essai d'épicéa avec un débit d'azote de $20\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. La vitesse de perte de masse normalisée obtenue par le modèle cinétique est également tracée sur le même graphique. Le flux de chaleur normalisé est le flux de chaleur mesuré par DSC divisé par la masse initiale de l'échantillon de bois et par la vitesse de chauffage.

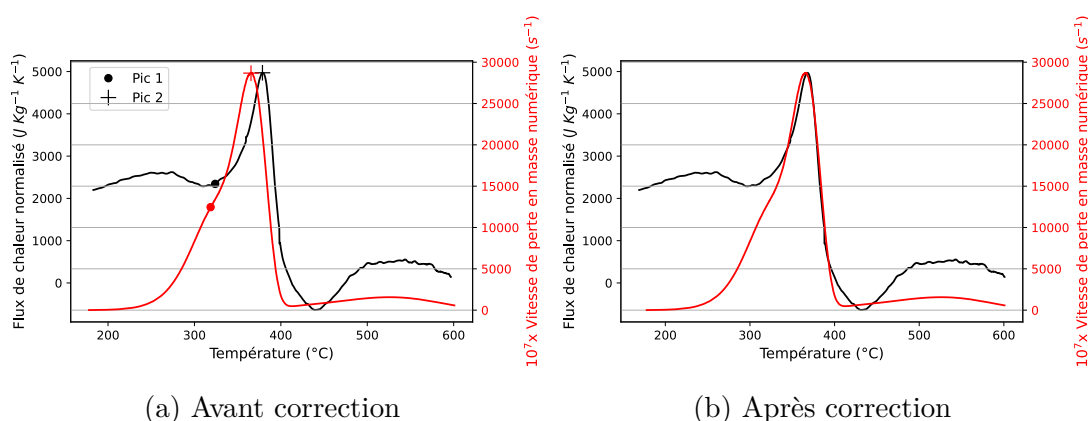


FIGURE 4.9 – Flux de chaleur normalisé mesuré par DSC pendant la pyrolyse de l'épicéa pour un débit d'azote de $20\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$.

Il apparaît que la décomposition au cours du test DSC survient à des températures plus élevées que le modèle cinétique. La raison est que le modèle cinétique a été

développé sur la base des essais ATG avec des échantillons ayant une masse initiale environ quatre fois inférieure à la masse initiale des échantillons utilisés en DSC. Par conséquent, le gradient de température entre le four et le cœur de l'échantillon est plus élevé dans les tests DSC pour une même vitesse de chauffage. C'est pourquoi une synchronisation entre la courbe de la vitesse de perte de masse et le flux de chaleur mesuré par DSC semble nécessaire afin d'associer la chaleur de réaction au modèle cinétique. À cette fin, la température mesurée lors des tests DSC a été corrigée par un polynôme du second degré de sorte que les pics 1 et 2 (voir figure 4.9 (a)) superposent à ceux de la vitesse de perte en masse. Une telle correction semble assez logique pour deux raisons principales :

- plusieurs études sur la dégradation thermique du bois à l'aide d'un appareil couplé ATG-DSC ont constaté que les pics des courbes de vitesse de perte en masse et ceux du flux de chaleur mesuré se produisent simultanément [28, 63, 158].
- les températures auxquelles les pics se produisent peuvent varier en fonction de l'appareil ATG utilisé. Une étude comparative supervisée par l'association internationale pour la science de la sécurité incendie (IAFSS) a montré que les courbes de vitesse de perte en masse pour le même matériau et dans les mêmes conditions expérimentales fournies par 16 institutions différentes présentaient de grandes disparités (30 °C pour le pic principal de vitesse de perte en masse) [24].

La figure 4.9 (b) montre le flux de chaleur normalisé en fonction de la température après correction. Avant 210 °C, le flux de chaleur augmente linéairement et la vitesse de perte en masse reste nulle. Le flux de chaleur mesuré dans cette plage de température correspond à la chaleur sensible du bois (capacité thermique du bois). Le flux de chaleur dans cette plage de température est utilisé pour calibrer l'amplitude du flux de chaleur mesuré par la DSC. Le flux de chaleur mesuré par la DSC est multiplié par un coefficient de calibration constant afin d'obtenir un flux de chaleur mesuré similaire à la capacité thermique du bois mesurée dans le deuxième chapitre. En général, cette calibration est réalisée en utilisant de la poudre de saphir comme matériau de référence avec une capacité thermique connue. Dans cette étude, la calibration a été effectuée en utilisant la capacité thermique du bois mesurée à l'aide d'un appareil DSC capable de mesurer la capacité thermique du saphir avec une très grande précision. À 325 °C, un premier pic exothermique est observé dans la courbe de flux de chaleur (pic 1). Ce pic correspond principalement à la dégradation de l'hémicellulose. Il convient de mentionner que la plupart des études dans la littérature indiquent que la dégradation de l'hémicellulose est exothermique [63, 101, 158]. Cependant, d'autres études ont rapportés que la pyrolyse de l'hémicellulose est un phénomène endothermique [64, 159]. Le principal pic endothermique correspondant à la dégradation de la cellulose a lieu à environ 367 °C. Le pic endothermique obtenu est en bon accord avec la littérature [63, 64, 159]. Enfin, une réaction exothermique s'est produite entre 380 et 500 °C. Certaines études ont rapporté que cette réaction correspond à la dégradation de la lignine [158] ayant un rendement en charbon élevé [28].

4.3.3 Analyse des résultats

Le flux de chaleur normalisé mesuré par DSC (Q_{total}) est considéré comme étant la somme de la chaleur sensible (Q_s) et de la chaleur de réaction (Q_r), comme indiqué par Rath *et al.* [63].

$$Q_{\text{total}} = Q_s + Q_r \quad (4.8)$$

La chaleur sensible (Q_s) est calculée à partir de la capacité thermique du bois et du charbon ainsi que du modèle cinétique, comme suit :

$$Q_s = (1 - \alpha(T)) \times Cp_{\text{bois}}(T) + \alpha(T) \times Cp_{\text{charbon}}(T) \times (\gamma_2 + \gamma_3) \quad (4.9)$$

Où : $Cp_{\text{bois}}(T)$ et $Cp_{\text{charbon}}(T)$ sont les capacités thermiques du bois et du charbon mesurées au chapitre 2; $(\gamma_2 + \gamma_3)$ est le rendement final du charbon et $\alpha(T)$ est la conversion de l'échantillon définie par :

$$\alpha(T) = \frac{1 - m(T)}{1 - (\gamma_2 + \gamma_3)} \quad (4.10)$$

Où : $m(T)$ est la masse normalisée de l'échantillon en fonction de la température calculée à partir du modèle cinétique. La chaleur de réaction $Q_{r_{exp}}$ peut donc être obtenue en soustrayant Q_s de Q_{total} . La figure 4.10 montre la chaleur sensible et la chaleur de réaction obtenues pour un débit de gaz de $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. Les vitesses de réaction pour les réactions 1, 2 et 3, exprimées respectivement par r_1 , r_2 et r_3 , sont également représentées avec la chaleur de réaction.

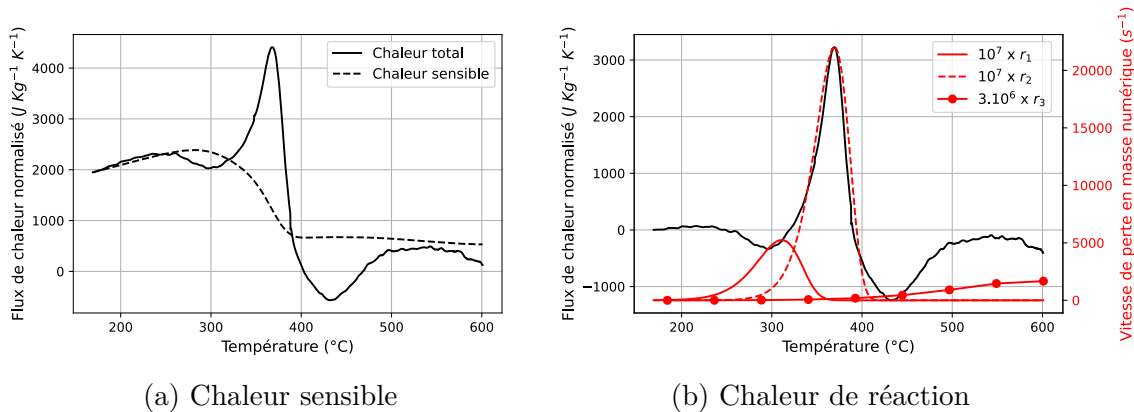
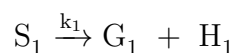
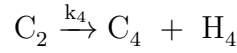
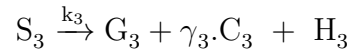
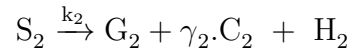


FIGURE 4.10 – La chaleur sensible (a) et la chaleur de réaction (b) de l'épicéa pour un débit de gaz de $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$.

La figure 4.10 (b) montre que les trois réactions utilisées pour prédire la perte de masse ne peuvent pas prédire complètement la chaleur de réaction puisqu'aucune réaction dans le modèle cinétique se produit dans la plage de température $[400-500] \text{ } ^\circ\text{C}$ où la chaleur de réaction montre un pic exothermique significatif. Par conséquent, une quatrième réaction a été ajoutée au schéma réactionnel, qui devient :





Où H_1 , H_2 , H_3 et H_4 sont respectivement les chaleurs des réactions 1, 2, 3 et 4. Dans la quatrième réaction ajoutée, le charbon C_2 est converti en un autre charbon C_4 avec la même masse mais une morphologie différente. Pour cette réaction, il n'y a pas de perte en masse mais uniquement de la production de chaleur. Il est possible de considérer que la quatrième réaction est une réaction de réorganisation du charbon C_2 pour donner un charbon plus stable C_4 (transformation allotropique). En se basant sur le modèle cinétique mis à jour, la chaleur de réaction Q_r est définie comme suit :

$$Q_r = \frac{1}{\beta} \left(\sum_{i=1}^4 \frac{r_i H_i}{M_i} \right) \quad (4.11)$$

Où : β est la vitesse de chauffage, r_i est la vitesse de réaction de la réaction i et M_i est la masse du réactif dégradé dans la réaction i . Les paramètres cinétiques de la quatrième réaction, c'est-à-dire le facteur pré-exponentiel (K_{04}) et l'énergie d'activation (E_4) ainsi que les chaleurs de réaction ont été estimés par méthode inverse en ajustant l'équation 4.11 aux données de chaleur de réaction mesurées par DSC (figure 4.10 (b)). L'algorithme de Levenberg-Marquardt [137] a été utilisé pour minimiser la fonction objectif suivante :

$$S = \sum_{i=1}^N [Q_{r_{exp}}(t_i) - Q_{r_{mod}}(t_i)]^2 \quad (4.12)$$

Où : N est le nombre de points expérimentaux ; $Q_{r_{exp}}(t_i)$ est la chaleur de réaction mesurée et $Q_{r_{mod}}(t_i)$ est la quantité numérique correspondante.

L'enthalpie de réaction H_3 a été supposée égale à 0. En effet, la précision du calorimètre utilisé est faible après 500 °C, où la réaction 3 se produit, rendant difficile l'obtention d'une valeur fiable pour H_3 . Par ailleurs, plusieurs études considèrent que le flux de chaleur mesuré après 500 °C correspond à une chaleur sensible liée à la capacité thermique du charbon. Cette considération est étayée par le fait que la chaleur sensible calculée dans la figure 4.10 (a) se trouve être similaire au flux de chaleur mesuré par DSC. Par conséquent, les propriétés inconnues à estimer par méthode inverse sont : H_1 , H_2 , H_4 , le facteur pré-exponentiel de la réaction 4 (K_{04}) et son énergie d'activation (E_4). Pour l'épicéa, l'optimisation a été réalisée séparément pour chaque test mais de manière à ce que la quatrième réaction se produise dans la même plage de température pour tous les tests à différents débits d'azote.

4.3.4 Chaleur de pyrolyse de l'épicéa : effet du balayage

La figure 4.11 montre le flux de chaleur normalisé mesuré pour les trois débits de balayage : 5, 10 et 20 mL·min⁻¹. Le flux de chaleur affiché est la moyenne d'au moins

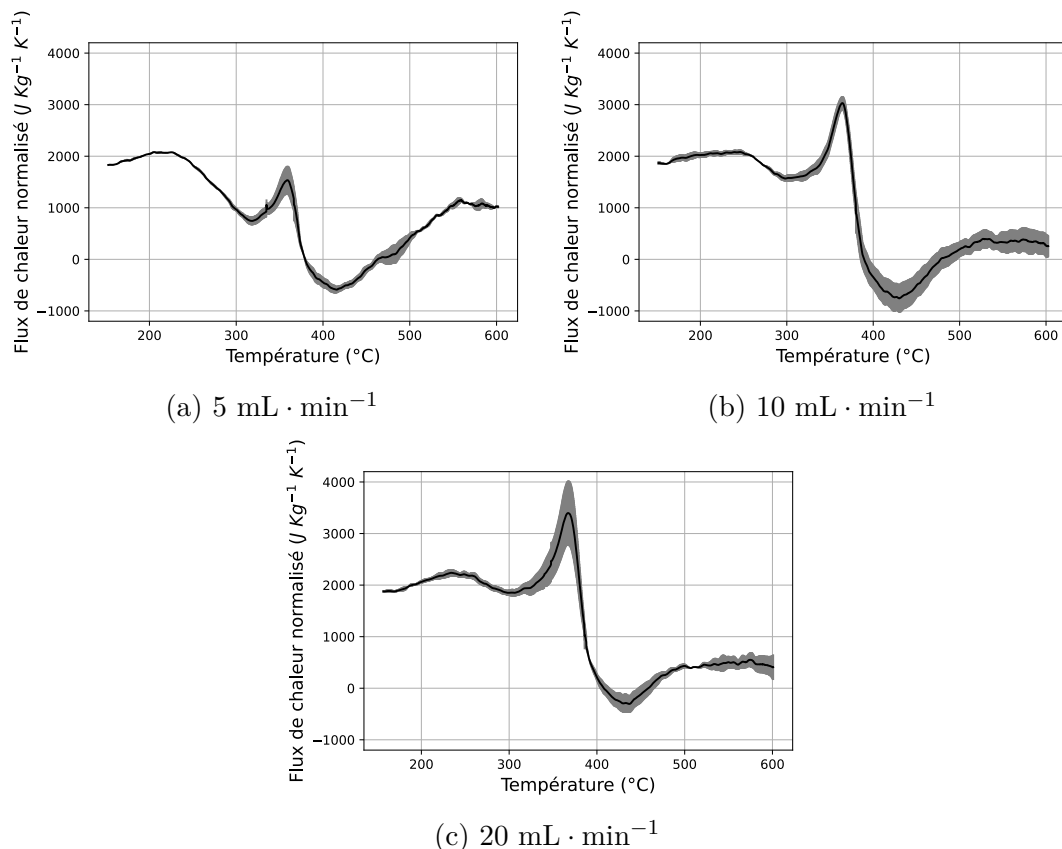


FIGURE 4.11 – Flux de chaleur normalisé moyen pour un débit de gaz de balayage de (a) $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, (b) $10 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ et (c) $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$.

deux tests pour chaque débit de gaz. Les écart-types obtenus sont également affichés. Le flux de chaleur mesuré présente la même tendance indépendamment du débit de gaz de balayage. La figure 4.11 montre trois étapes principales de génération/absorption de chaleur :

- la chaleur générée par la dégradation de l'hémicellulose autour de $320 \text{ }^\circ\text{C}$. Comme mentionné précédemment, plusieurs études ont rapporté que la réaction dans cette plage de température est exothermique, tandis que d'autres ont rapporté qu'elle est endothermique. La figure 4.11 montre que la génération de chaleur à cette étape diminue lorsque le débit de gaz augmente.
- l'absorption de chaleur due à la décomposition de la cellulose autour de $365 \text{ }^\circ\text{C}$. Cette réaction est endothermique dans toutes les études de la littérature. L'endothermicité de cette réaction augmente lorsque le débit de gaz de balayage augmente.
- une génération de chaleur entre 380 et $500 \text{ }^\circ\text{C}$, comme rapporté dans plusieurs études. La génération de chaleur à cette étape semble être indépendante du débit de gaz. Après $500 \text{ }^\circ\text{C}$, le flux de chaleur obtenu à $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ (figure 4.11 (a)) montre un grand biais par rapport aux autres débits. Il semble que ce biais n'ait pas de sens physique et est plus lié à la faible précision du calorimètre utilisé dans cette plage de température, comme le montrent les mesures de capacité thermique du charbon.

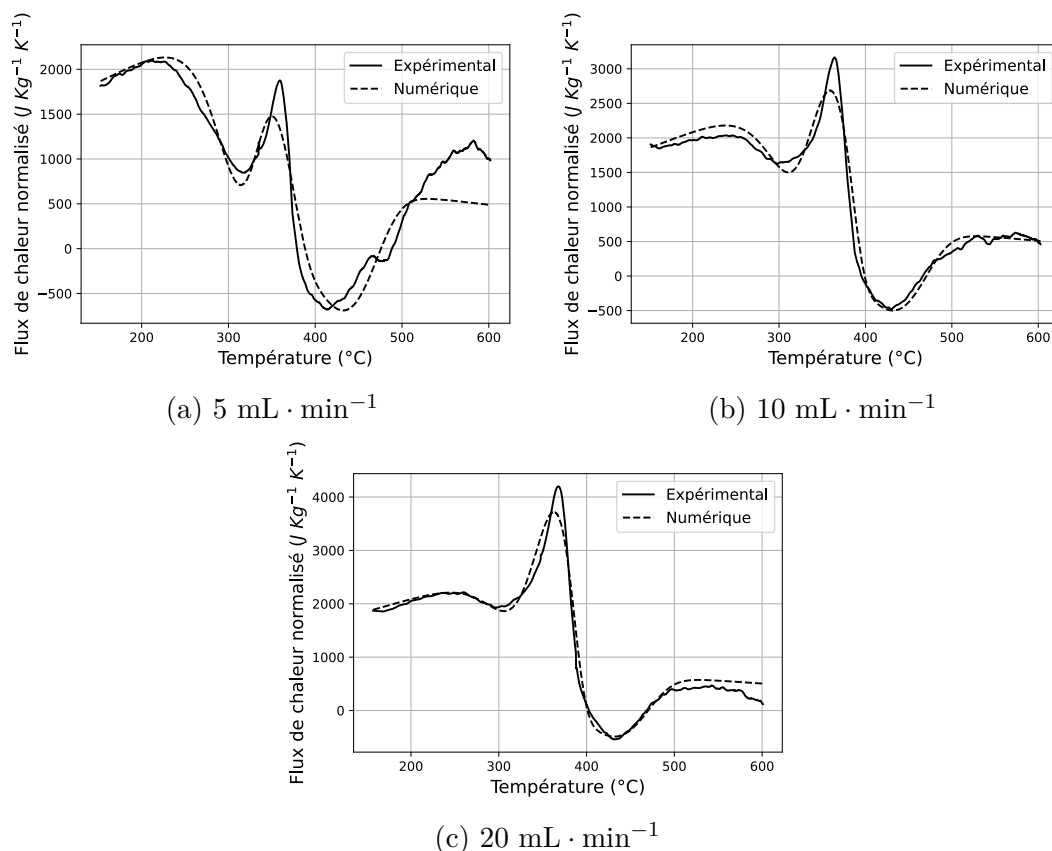


FIGURE 4.12 – Comparaison entre le flux de chaleur normalisé expérimental et numérique pour trois débits de gaz de balayage.

TABLEAU 4.5 – Enthalpies des réactions de dégradation de l'épicéa pour les différents débits de gaz de balayage.

Débit (mL · min ⁻¹)	Numéro de l'essai	Masse initiale (mg)	Rendement de charbon (%)	H_1 (J · g ⁻¹)	H_2 (J · g ⁻¹)	H_3 (J · g ⁻¹)	H_4 (J · g ⁻¹)	Enthalpie totale (J · g ⁻¹)
5	1	25,6	21,8	-95,5	1	0	-101	-193
5	2	24,9	23,29	-102,7	-21,6	0	-74,5	-198,8
10	1	24,5	20,4	-54,26	70,18	0	-87,7	-69,6
10	2	25	20,8	-61,7	55,72	0	-136,9	-143,8
20	1	23	16,9	-43,9	85,2	0	-65	- 24,5
20	2	28,3	20,49	-37,5	124,6	0	-88	- 1,173
20	3	26,2	19,8	-42,7	57,4	0	-52	- 37

Le tableau 4.5 montre les chaleurs de réaction obtenues par optimisation pour chaque débit de gaz de balayage. Pour chaque essai, la masse sèche initiale de l'échantillon et le rendement final en charbon sont indiqués. Les propriétés cinétiques obtenues pour la quatrième réaction sont : $K_{04} = 1,1 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$ et $E_4 = 100 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$. La figure 4.12 montre le très bon accord entre résultats numériques et expérimentaux et ce pour toute les vitesses de balayage. En résumé, H_1 et H_2 augmentent lorsque le débit de gaz de balayage augmente. En effet, après les réactions de pyrolyse primaires, les produits volatils obtenus ont deux voies : l'évaporation ou les réactions secondaires. Un débit élevé de gaz de balayage favorise l'évaporation, ce qui entraîne

une chaleur de réaction plus endothermique. La chaleur de réaction de la quatrième réaction semble indépendante du débit de gaz de balayage. Par conséquent, la chaleur de réaction totale diminue avec le débit de gaz de balayage, ce qui est en bon accord avec l'étude de Mok et Antal [68]. Il convient de noter que Rath *et al.* [63] ont rapporté qu'il n'y avait pas de relation claire entre la chaleur de pyrolyse et le débit de gaz de balayage. Cependant, un calorimètre DSC avec des creusets ne permet pas d'étudier l'impact réel du débit de gaz de balayage. Cela est dû au fait qu'un échantillon à l'intérieur d'un creuset ne sera pas balayé par le bas et sur les côtés. Il est donc nécessaire d'utiliser un calorimètre à conception tubulaire. Sauf pour le test 2 à $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ (masse initiale relativement faible), le rendement final en charbon diminue lorsque le débit de gaz de balayage augmente. Ce comportement confirme que les réactions secondaires sont limitées par un débit élevé de gaz de balayage. La figure 4.13 montre que les chaleurs de réaction H_1 , H_2 et $H_1 + H_2 + H_4$ diminuent linéairement avec le rendement final en charbon (Y_c). Un tel résultat est en bon accord avec les résultats obtenus dans [63, 65, 68].

En résumé, la chaleur de réaction diminue linéairement avec le rendement final de charbon. Cependant, le problème est que le rendement final de charbon n'est pas connu au départ. Il est donc nécessaire de relier la chaleur de réaction à un autre paramètre connu au préalable. Le tableau 4.5 montre que le rendement final de charbon dépend du débit de gaz de balayage et de la masse initiale de l'échantillon. Pour le test numéro 1 à $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, la masse initiale relativement faible a entraîné un rendement final en char relativement faible. Les réactions secondaires pourraient également expliquer ce comportement, car un échantillon léger sera balayé plus que celui qui est plus dense.

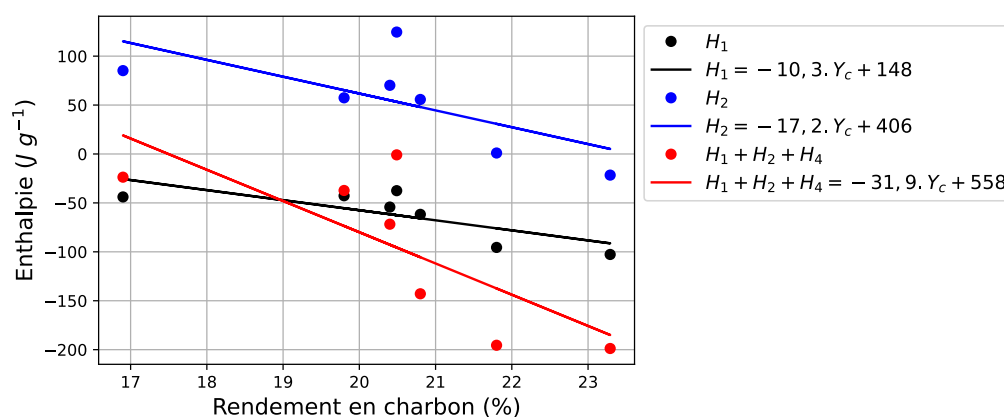


FIGURE 4.13 – Variation des enthalpies de pyrolyse en fonction du rendement final de charbon (Y_c).

4.3.5 Effet de l'essence

Comme indiqué dans la section 4.3.1, au moins deux essais ont été réalisés pour chaque essence de bois étudiée, pour un débit de gaz de balayage de $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. Pour le balsa, les résultats des essais DSC n'étaient pas répétables en raison de sa faible densité et il n'a donc pas été possible de déterminer l'enthalpie de pyrolyse de

cette essence. La figure 4.14 montre la comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour toutes les essences de bois. En ce qui concerne le peuplier, l'épicéa, le chêne et le hêtre, les résultats numériques sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. En revanche, de légères différences peuvent être observées dans le pic correspondant à la dégradation de la cellulose et de l'hémicellulose pour le mélèze et l'ipé. Ces différences sont liées au fait que le modèle utilisé ne prend pas véritablement en compte toutes les réactions qui ont lieu lors de la dégradation du bois. Quoi qu'il en soit, les résultats restent assez satisfaisants, surtout en comparaison avec les travaux de la littérature qui intègrent la chaleur de pyrolyse sans chercher à la modéliser en fonction de la température. Pour toutes les essences de bois, la figure 4.14 montre que le flux de chaleur numérique au-dessus de 500 °C est similaire au flux de chaleur expérimental. Cela valide l'hypothèse selon laquelle la capacité thermique du charbon est indépendante de l'essence de bois. Enfin, la figure 4.14 montre que la réaction 4 a lieu dans le même intervalle de température, quelle que soit l'essence de bois, et par conséquent le facteur pré-exponentiel et l'énergie d'activation obtenus sont similaires pour toutes les essences : $K_{04} = (1,09 \pm 0,01) \times 10^5 \text{ s}^{-1}$ et $E_4 = 99,1 \pm 1,5 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$.

Les figures 4.15, 4.16 et 4.17 montrent respectivement la variation de l'enthalpie de pyrolyse H_1 et H_2 , ainsi que l'enthalpie totale $H_1 + H_2 + H_4$, en fonction du rendement du charbon pour sept essences de bois, à un débit de gaz de balayage de 5, 10 et 20 mL · min⁻¹ pour l'épicéa et à un débit de 20 mL · min⁻¹ pour les autres essences. Quelle que soit l'essence de bois ou le débit de balayage, les enthalpies (à l'exception de H_1 pour le mélèze) diminuent linéairement avec le rendement du charbon. Ce dernier semble fortement lié à la densité des échantillons. En effet, les figures 4.15, 4.16 et 4.17 montrent que le rendement final de charbon augmente avec la densité du bois, exception faite du hêtre. Ce comportement est logique car un échantillon dense sera moins balayé qu'un échantillon léger et par conséquent les réactions secondaires sont plus favorisées, ce qui conduit à une production accrue de charbon secondaire et donc à une augmentation du rendement final en charbon. En ce qui concerne le hêtre, sa perméabilité relativement élevée par rapport aux autres essences comme le montre le tableau 4.6 favorise le balayage de l'échantillon et, donc, l'évaporation des goudrons secondaires, ce qui semble être la raison de ce comportement exceptionnel. Les chaleurs de réaction H_1 , H_2 et $H_1 + H_2 + H_4$ mesurées pour toutes les expériences ont été ajustées par un polynôme du premier degré pour obtenir des corrélations de ces propriétés en fonction du rendement du charbon. Les corrélations obtenues sont données dans les légendes des figures 4.15, 4.16 et 4.17.

TABLEAU 4.6 – Perméabilité à l'air dans la direction transversale des essences de bois étudiées.

Essence	Balsa	Peuplier	Épicéa	Mélèze	Chêne	Hêtre	Ipé
Référence	[160]	[161]	[162]	[163]	[164]	[162]	-
Perméabilité (m ²)	$7,6 \times 10^{-12}$	$1,1 \times 10^{-12}$	$2,4 \times 10^{-14}$	$7,4 \times 10^{-15}$	$1,6 \times 10^{-13}$	$5,9 \times 10^{-12}$	-

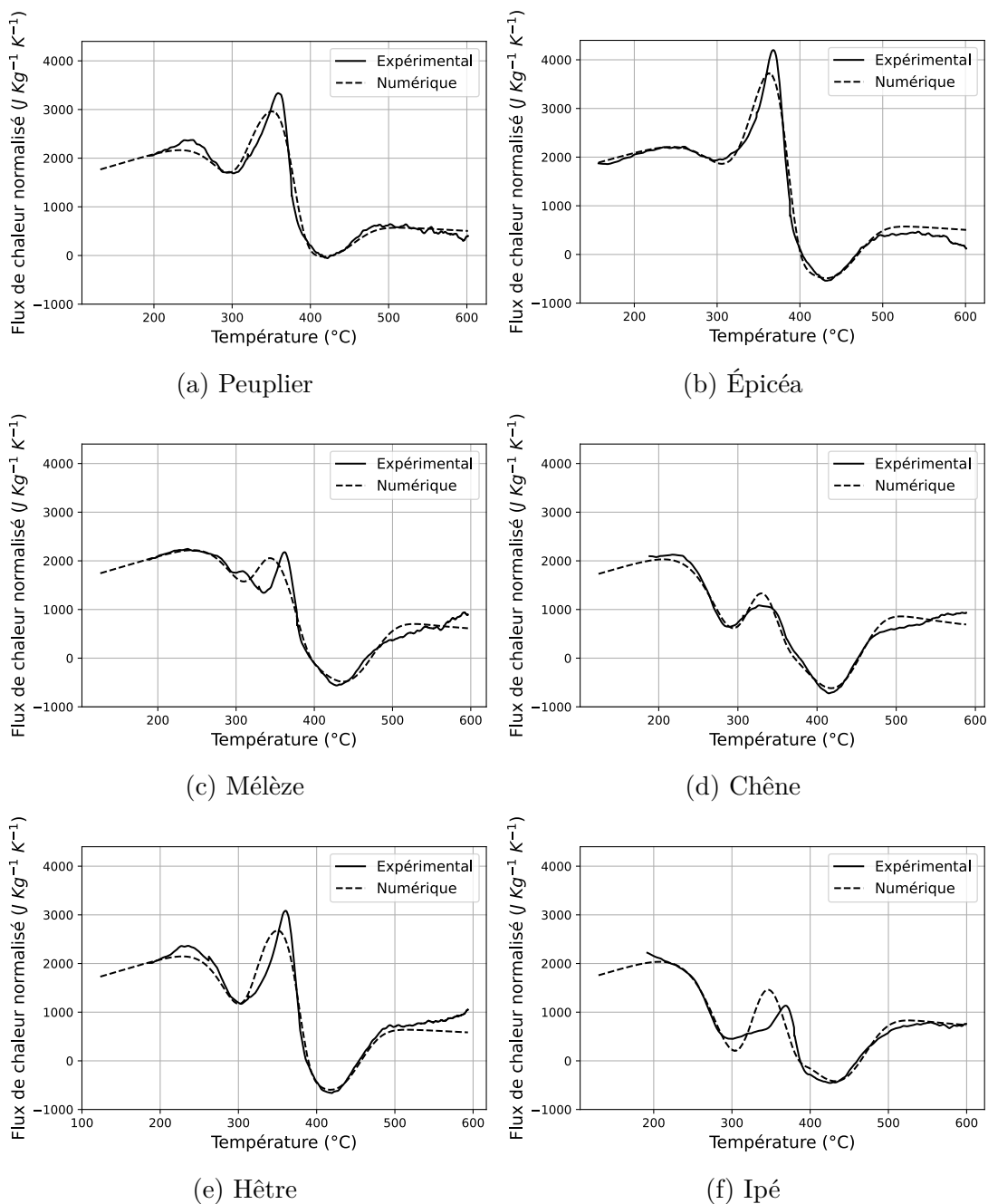


FIGURE 4.14 – Comparaison entre le flux de chaleur normalisé expérimental et numérique pour un débit de gaz de balayage de $20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ pour les essences de bois étudiées.

4.3.6 Conclusion intermédiaire

Ce chapitre a été consacré à l'étude de la dégradation du bois à l'échelle matière (quelques milligrammes). À cette échelle, le transfert de chaleur et de masse à l'intérieur du bois est négligé, ce qui permet de se concentrer sur la cinétique de dégradation et sur l'enthalpie de pyrolyse.

Tout d'abord, la composition chimique de sept essences de bois, comprenant la

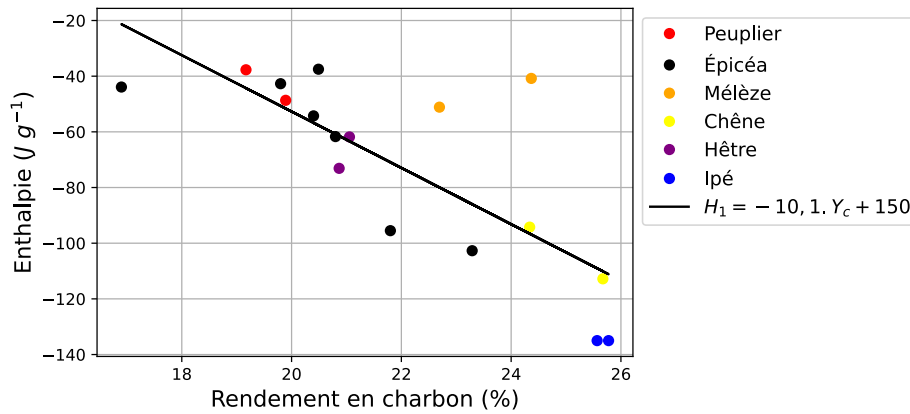


FIGURE 4.15 – Variation de l'enthalpie de pyrolyse H_1 en fonction du rendement final de charbon (Y_c).

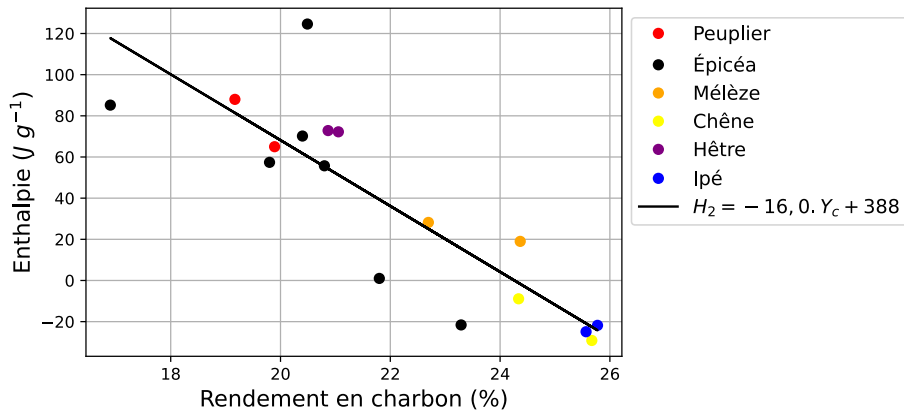


FIGURE 4.16 – Variation l'enthalpie de pyrolyse H_2 en fonction du rendement final de charbon (Y_c).

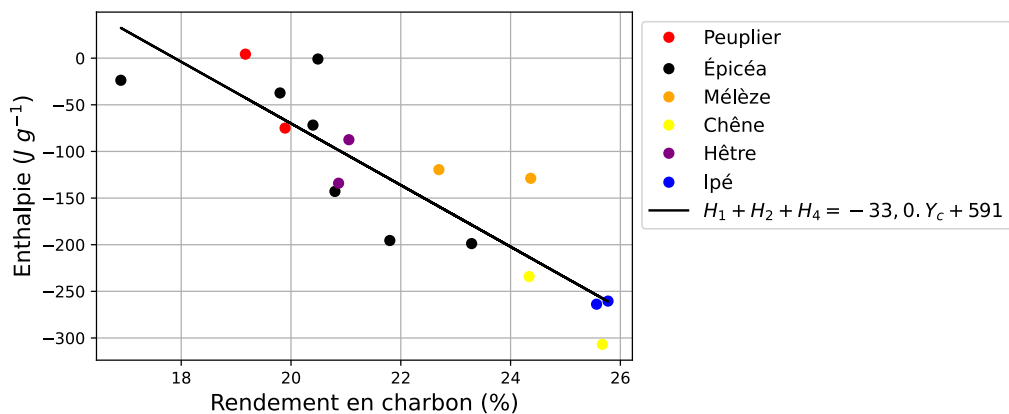


FIGURE 4.17 – Variation l'enthalpie de pyrolyse totale $H_1 + H_2 + H_4$ en fonction du rendement final de charbon (Y_c).

composition élémentaire, la composition des minéraux et la composition en polymères (extractibles, hémicelluloses, cellulose et lignine), a été déterminée. Les compositions

élémentaires de toutes les essences de bois étaient similaires. L'analyse des minéraux a montré que le balsa possédait une teneur en minéraux plus élevée que les autres essences. Enfin, la composition en fibres (hémicellulose, cellulose, lignine et extractibles) variait énormément d'une essence à l'autre.

Des essais ATG pour trois vitesses de chauffage différentes (5, 10 et 20 K · min⁻¹) sous atmosphère inerte ont été réalisés sur les huit essences de bois. Même s'il y avait des différences entre la perte de masse et la vitesse de perte de masse, un même schéma réactionnel composé de trois réactions parallèles a été suffisant pour prédire les résultats expérimentaux. Une méthode inverse a été utilisée pour estimer les propriétés cinétiques du modèle utilisé. Les résultats numériques et expérimentaux sont en bon accord pour toutes les essences de bois.

Des essais DSC ont été effectués sur sept essences de bois à une vitesse de chauffage de 10 K · min⁻¹ sous une atmosphère inerte. Ces essais ont été réalisés en utilisant un calorimètre avec une conception spécifique pour contrôler le balayage de l'échantillon. Les essais ont été effectués à des débits de gaz de balayage de 5, 10 et 20 mL · min⁻¹ pour l'épicéa, et à un débit de 20 mL · min⁻¹ pour les autres essences de bois. Les mesures de la capacité thermique du bois et du charbon ont permis de séparer le flux de chaleur obtenu par DSC en deux parties : la chaleur sensible et la chaleur de réaction. Quelle que soit l'essence de bois, les mesures de DSC ont montré trois étapes de décomposition. Un pic exothermique correspondant à la dégradation de l'hémicellulose, un deuxième pic endothermique correspondant à la dégradation de la cellulose. La chaleur de ces deux réactions se trouve être dépendante du débit du gaz de balayage. L'explication de la forte dépendance de ces chaleurs de réaction au débit du gaz de purge semble être un processus de formation de charbon secondaire exothermique en concurrence avec un processus d'évaporation de goudron endothermique. Enfin, un troisième pic exothermique a été observé. Ce pic est dû au processus de carbonisation et est indépendant du débit du gaz. Les résultats de DSC ont montré que le modèle cinétique utilisé pour prédire la perte de masse ne permet pas de prédire le flux de chaleur DSC. Pour cela, une quatrième réaction a été ajoutée au schéma réactionnel. En résumé, ce chapitre a permis de développer un modèle cinétique capable de prédire la perte en masse, la vitesse de perte en masse et le flux de chaleur absorbé/généré par le bois en fonction de la température pour les différentes vitesses de chauffage, les différents débits de gaz de balayage et les différentes essences de bois.

Chapitre 5

Étude expérimentale et numérique de la dégradation du bois sous atmosphère inerte

Sommaire

5.1	Partie expérimentale	96
5.1.1	Matériel	96
5.1.2	Dispositif expérimental	98
5.2	Estimation des conditions aux limites	99
5.2.1	Modèle 3D du transfert thermique	99
5.2.2	Résultats expérimentaux et numériques	102
5.3	Modèle 3D de dégradation du bois	103
5.4	Comparaison des résultats numériques et expérimentaux	106
5.4.1	Perte et vitesse de perte en masse	107
5.4.2	Thermogrammes	110
5.4.3	Conductivité thermique	112
5.5	Conclusion	113

Comme évoqué dans l'introduction, la démarche de ce travail de thèse est basé sur une complexité progressive. En effet, l'approche consiste à séparer tous les phénomènes qui ont lieu lors de la dégradation de bois au cône calorimètre afin de les modéliser séparément avant de les coupler. L'objectif de ce chapitre est de modéliser la dégradation thermique du bois à l'échelle du cône calorimètre sous atmosphère inerte. Il est composé de deux parties. La première, expérimentale, consiste en une campagne d'essais sur les différentes essences de bois à l'aide d'une chambre à atmosphère contrôlée construite au LEMTA pendant la thèse de Lucas Terrei [1]. La seconde, numérique, vise à modéliser ces essais. Une attention particulière a été portée sur la détermination des conditions limites thermiques. Pour cela, des tests ont été effectués avec un matériau inerte (le silicate de calcium) dans les mêmes conditions expérimentales que pour le bois. Une méthode inverse utilisant un modèle de transfert de chaleur 3D a été appliquée afin de déterminer les conditions limites. Enfin, un modèle de pyrolyse 3D a été développé en Python pour simuler la dégradation du bois. Le modèle prend

en compte la nature anisotrope du bois. Les paramètres cinétiques obtenus à partir des tests de TGA et les conditions limites obtenues à partir des tests sur le matériau inerte ont été utilisés dans le modèle de pyrolyse 3D. De plus, toutes les propriétés du modèle ont été mesurées et présentées dans le chapitre 2, à l'exception de la conductivité thermique au-dessus de 200 °C. Cette propriété a été ajustée jusqu'à obtenir le meilleur accord entre les résultats numériques et expérimentaux.

5.1 Partie expérimentale

Cette section a pour objectif de présenter les essais réalisés sous atmosphère inerte et les techniques de mesure mises en place.

5.1.1 Matériel

En plus des échantillons de bois, des échantillons de silicate de calcium, un matériau thermiquement inerte, ont également été testés. L'objectif de ces essais était d'éviter les phénomènes de pyrolyse et de se concentrer uniquement sur le transfert de chaleur, afin de caractériser les conditions limites.

Silicate de calcium

Le silicate de calcium basse densité (Silcal 1100[®]) a été choisi car ses propriétés thermiques sont relativement proches de celles du bois : sa chaleur spécifique est d'environ $1000 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et sa conductivité thermique varie entre 0,08 et $0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ en fonction de la température [165]. Sa masse volumique est de $240 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et il s'agit d'un matériau isotrope. Des mesures de chaleur spécifique et de conductivité thermique ont été effectuées entre 150 et 900 °C, en utilisant la méthode du fil chaud parallèle [165]. Les variations de la capacité thermique et de la conductivité thermique en fonction de la température sont respectivement données par les équations suivantes :

$$C_p(T) = 439 + 83 \log_{10}(T) \quad (5.1)$$

$$\lambda(T) = 4.1 \times 10^{-8}(T - 273)^2 + 7.8 \times 10^{-5}(T - 273) + 8.1 \times 10^{-2} \quad (5.2)$$

où T est la température en Kelvin.

En ce qui concerne les propriétés radiatives, le silicate de calcium est considéré comme un matériau opaque. Sa réflectivité spectrale a été mesurée à l'aide d'un spectromètre FTIR. En considérant que le silicate est un corps gris, les absorptivité et émissivité moyennes ont été calculées à l'aide des équations 2.16 et 2.17, respectivement. La variation de l'émissivité moyenne en fonction de la température du matériau silicate obtenue est la suivante :

$$\bar{\varepsilon}(T) = -1.16 \times 10^{-7}T^2 + 4.26 \times 10^{-6}T + 0.99 \quad (5.3)$$

où T est la température de surface du silicate de calcium. L'absorptivité moyenne peut être également calculée en utilisant l'équation 5.3 avec T correspondant à la température du cône (le corps rayonnant).

Les échantillons ont une surface de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ et une épaisseur de 5 cm. Il est intéressant de mentionner que ce matériau est légèrement hygroscopique et a tendance à retenir l'eau. En effet, un échantillon de silicate placé à l'air libre peut retenir entre 1 et 2 % d'eau. Pour cette raison, les échantillons de silicate de calcium testés au cône ont été séchés en étuve à 105 °C pendant 48 heures.

Bois

Comme évoqué dans l'introduction, l'étude porte sur huit essences de bois : balsa, peuplier, épicéa, sapin, mélèze, chêne, hêtre et ipé. Les échantillons testés ont une surface de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ et une épaisseur de 5 cm. Tous les essais ont été réalisés sur du bois sec afin de simplifier le problème en éliminant le phénomène de séchage lors de la dégradation. Le séchage a été suivi en mesurant l'évolution de la masse de chaque échantillon séché à l'étuve à 105 °C en fonction du temps. Quelle que soit l'essence de bois, 48 heures ont été suffisantes pour que la masse de l'échantillon atteigne un plateau, comme le montre la figure 5.1.

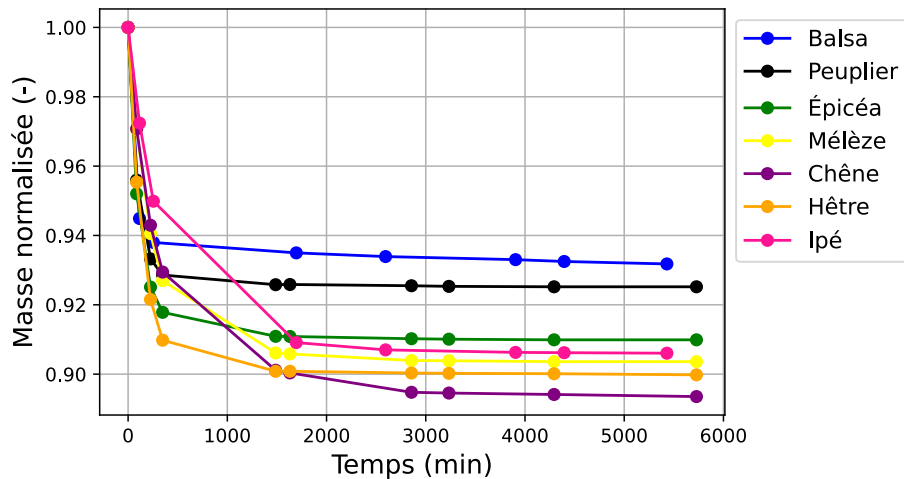


FIGURE 5.1 – Variation de la masse des échantillons de bois étuvés à 105 °C .

Une fois secs, les échantillons sont conditionnés dans un sachet sous vide, comme le montre la figure 5.2, afin d'éviter toute reprise d'eau.



FIGURE 5.2 – Un échantillon de chêne sec stocké dans un sachet sous vide.

5.1.2 Dispositif expérimental

Chambre à atmosphère inerte

Dans le but d'étudier la dégradation du bois sous atmosphère inerte, une chambre spécifique en acier inoxydable a été développée au LEMTA pendant les travaux de thèse de Terrei [1]. La figure 5.3 présente une photo de cette chambre. La chambre a une forme parallélépipédique de 240 mm de largeur, 220 mm de hauteur et de 150 mm de profondeur. Une ouverture circulaire de 80 mm de diamètre située en haut de la chambre permet l'évacuation des fumées. La face de l'enceinte exposée au cône est constituée d'une fenêtre en saphir, de 20 cm de diamètre et 5 mm d'épaisseur, transparente dans le proche IR (90% jusqu'à λ 5 μm). L'encombrement dû à la fenêtre saphir et la chambre oblige à ajuster la distance entre l'échantillon et le cône de 25 mm à 45 mm. Les côtés latéraux et arrière de la chambre sont refroidis par un circuit d'eau. L'oxygène présent dans la chambre est éliminé par une injection constante d'argon à un débit de $20 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$. L'argon étant un gaz lourd, il reste piégé dans la chambre et est peu entraîné par les gaz de pyrolyse provenant de l'échantillon. Pendant tous les tests, la concentration d'oxygène, mesurée à l'aide d'un analyseur de gaz Testo 350, était toujours inférieure à 5 %. Comme le montre la figure 5.3, la chambre est surélevée afin de placer la balance. De ce fait, la balance n'est pas soumise à des contraintes thermiques ou mécaniques, ce qui la distingue des enceintes plus conventionnelles. En effet, un essai au préalable a été effectué sans échantillon en plaçant le cône devant la chambre et a permis de montrer que la masse était stable tout au long de l'essai.

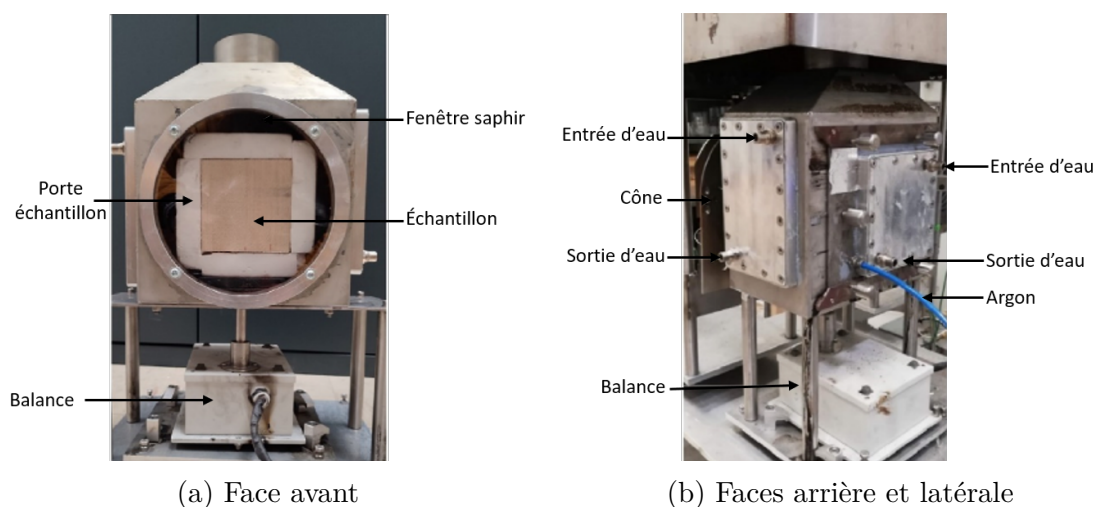


FIGURE 5.3 – Photos de la chambre à atmosphère inerte.

Récapitulatif des essais et métrologie

Toutes les essences de bois ont été testées à trois flux de chaleur différents : 25, 35 et $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Au total, 8 essences \times 3 flux de chaleur \times 3 essais de répétabilité ont été réalisés avec un débit d'argon de $20 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$. Les échantillons sont placés dans un porte échantillon de silicate de calcium d'épaisseur 3 cm pour limiter les pertes thermiques latérales. Les essais de silicate de calcium ont été réalisés dans les mêmes

conditions que les tests sur le bois, c'est-à-dire avec les mêmes flux de chaleur, débit d'argon et porte échantillon.

Pendant les essais, des mesures de perte de masse ont été effectuées (tous les essais), ainsi que des mesures de température (un seul essai par flux pour chaque essence) à l'intérieur de l'échantillon à l'aide de thermocouples noyés (pour les flux de chaleur de 35 et 45 kW · m⁻²). Dans cette partie, les différentes techniques de mesure sont brièvement décrites. Pour plus de détails, le lecteur peut se référer à la thèse de Terrei [1].

Perte et vitesse de perte en masse

Une balance électronique OHAUS™ d'une capacité maximale de 10200 g avec une précision de 0,01 g a été utilisée pour mesurer la perte en masse lors des essais avec une fréquence d'acquisition de 1 Hz.

La vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) a été déduite en dérivant la perte en masse mesurée expérimentalement selon un schéma centré de premier ordre et en divisant par la surface de l'échantillon. Les courbes de MLRPUA ont ensuite été lissées par la méthode de moyenne glissante avec une constante de lissage de 0,05.

Températures au sein de l'échantillon

Les températures au sein des échantillons étaient mesurées par des thermocouples noyés comme décrit au chapitre 2.

5.2 Estimation des conditions aux limites

5.2.1 Modèle 3D du transfert thermique

Le but de cette section est de modéliser les essais réalisés avec du silicate de calcium. Un tel travail permet principalement de caractériser les conditions aux limites thermiques lors des essais sous atmosphère inerte. Ces conditions sont complexes à déterminer pour plusieurs raisons :

- les températures des faces de la chambre surtout celle exposée au cône (fenêtre saphir) augmentent lors des essais, impactant ainsi les échanges radiatifs entre la face de l'échantillon et les faces de la chambre à atmosphère inerte.
- la température de l'air à l'intérieur de la chambre augmente lors des essais.

Dans cette optique, un modèle de transfert de chaleur 3D a été développé dans l'environnement PYTHON. Le bilan de transfert de chaleur décrit par l'équation 5.4 a été résolu numériquement par la méthode des volumes finis. Pour la discrétisation temporelle, un schéma explicite a été employé.

$$\rho C_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot \left(\bar{\lambda}_c(T) \nabla T \right) \quad (5.4)$$

Avec $\bar{\lambda}_c$ le tenseur de conductivité thermique. Pour le silicate de calcium, il se réduit à un scalaire puisque le matériau est isotrope contrairement au bois. Les conditions aux limites sont illustrées dans la Figure 5.4.

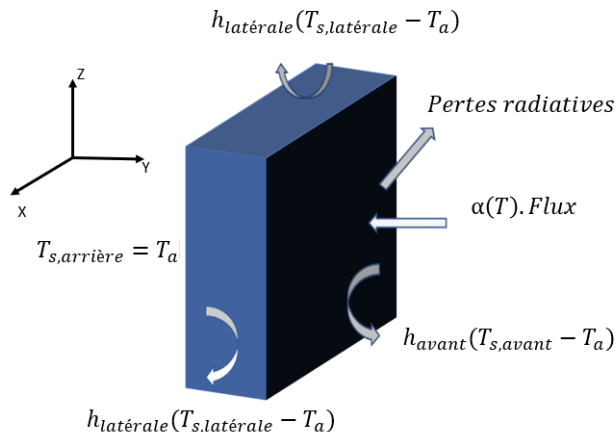


FIGURE 5.4 – Conditions aux limites d'un échantillon exposé au cône calorimètre dans la chambre inerte.

Où : h_{avant} et $h_{\text{latérale}}$ sont les coefficients d'échange convectif respectivement pour la face avant et les faces latérales, $h_{\text{latérale}}$ est supposé être le même pour les quatre faces latérales. $T_{S,\text{avant}}$, $T_{S,\text{arrière}}$ et $T_{S,\text{latérale}}$ sont les températures de surface respectivement pour la face avant, la face arrière et les quatre faces latérales. $\alpha(T)$ est l'absorptivité. T_a est la température de l'atmosphère à l'intérieur de la chambre en acier, supposée être égale à la température mesurée à l'arrière de l'échantillon. Les pertes radiatives dépendent du flux de chaleur radiatif échangé entre la face avant de l'échantillon et la fenêtre en saphir. Le saphir est un matériau non gris et semi-transparent. Sa réflectivité spectrale $R(\lambda)$ (λ étant la longueur d'onde) et sa transmissivité ($\text{Tr}(\lambda)$) ont été mesurées à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Le silicate de calcium est considéré comme un matériau non gris et opaque. Sa réflectivité spectrale a également été mesurée à l'aide de la spectroscopie FTIR. L'absorptivité et l'émissivité ont été obtenues à partir du bilan d'énergie radiative, c'est-à-dire $\alpha(\lambda) = 1 - \text{Tr}(\lambda) - R(\lambda)$ et la loi de Kirchhoff ($\epsilon(\lambda) = \alpha(\lambda)$). Les pertes radiatives de l'échantillon sont donc modélisées comme suit :

$$\phi = \pi \int \left[\frac{\epsilon_1(\lambda)\epsilon_2(\lambda)}{\epsilon_1(\lambda) + \epsilon_2(\lambda) - \epsilon_1(\lambda)\epsilon_2(\lambda)} (I_\lambda^{CN}(T_1) - I_\lambda^{CN}(T_2)) - \text{Tr}_1(\lambda)\epsilon_2(\lambda)I_\lambda^{CN}(T_2) \right] d\lambda \quad (5.5)$$

L'indice 1 fait référence au saphir et l'indice 2 à l'échantillon (ici le silicate de calcium). $I_\lambda^{CN}(T)$ est l'intensité du corps noir (fonction de Planck). Le premier terme correspond à l'échange de chaleur radiative entre la surface en saphir et l'échantillon (si le saphir est plus chaud que l'échantillon, ce terme est positif et correspond à un gain d'énergie, sinon il est négatif et il s'agit d'une perte d'énergie). Le deuxième terme correspond au flux de chaleur radiatif émis par l'échantillon et transmis à travers la fenêtre en saphir. L'intégrale a été approximée par la méthode des rectangles avec un

intervalle $\Delta\lambda = 0,2 \mu\text{m}$.

Pour les trois flux de chaleur, la température de la fenêtre en saphir a été mesurée en fonction du temps d'exposition à l'aide d'une caméra infrarouge (FLIR SC7300 LW) équipée d'un filtre passe-bande optique à $7,9 \mu\text{m}$. À cette longueur d'onde, le saphir est opaque et presque noir (émissivité de 0,98). Le rayonnement émis par le cône et réfléchi par la surface en saphir a été soustrait du rayonnement mesuré afin de mesurer uniquement celui émis par la fenêtre en saphir, selon la procédure décrite dans [166].

Concernant les propriétés thermo-physiques utilisées dans le modèle, la capacité thermique du silicate de calcium varie avec la température selon l'équation 5.1. La masse volumique est de $240 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. La conductivité thermique (λ_c) a été supposée comme variant avec la température selon un polynôme du second degré :

$$\lambda_c(T) = \lambda_{c1}T^2 + \lambda_{c2}T + \lambda_{c3} \quad (5.6)$$

Où λ_{c1} , λ_{c2} et λ_{c3} sont trois constantes à estimer. Une méthode inverse a été appliquée aux mesures de température obtenues à partir des essais avec le silicate de calcium en atmosphère inerte à 25, 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$, simultanément, et le modèle afin de caractériser les conditions aux limites. La fonction objectif décrite par l'équation 5.7 a été minimisée à l'aide de l'algorithme de Levenberg-Marquardt.

$$S = \sum_{i=1}^N [T_{exp}(t_i) - T_{mod}(t_i)]^2 \quad (5.7)$$

Où : N est le nombre de points expérimentaux, $T_{exp}(t_i)$ et $T_{mod}(t_i)$ sont respectivement la température mesurée et la température calculée par le modèle de transfert de chaleur 3D au temps t_i .

La minimisation a été réalisée en utilisant les trois flux de chaleur simultanément pour estimer h_{avant} et la conductivité thermique du silicate de calcium. En effet, étant donné que la température de la face avant augmente avec le flux de chaleur, il a été supposé que le coefficient de convection pouvait dépendre du flux de chaleur. Ainsi, pour chaque flux de chaleur, un coefficient de convection a été estimé. Bien que la conductivité thermique du silicate de calcium ait été mesurée en fonction de la température dans l'étude de Jannot *et al.* [165], cette propriété a été volontairement conservée comme inconnue afin de vérifier la fiabilité des paramètres obtenus par optimisation. Ainsi, une conductivité thermique estimée par méthode inverse proche de la conductivité thermique mesurée expérimentalement par la technique du fil chaud [165] indique que le coefficient de transfert de chaleur convectif obtenu par optimisation est fiable. On suppose que $h_{latérale}$ est égal à $10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$. Une analyse de sensibilité a montré que les températures mesurées ne sont pas sensibles à $h_{latérale}$, ce qui est logique en raison du rôle isolant du support d'échantillon en silicate de calcium. Il n'est donc pas possible d'estimer ce paramètre par méthode inverse. De plus, une analyse de sensibilité réduite a montré que les deux paramètres inconnus (conductivité thermique et h_{avant}) ne sont pas corrélés et peuvent être estimés simultanément, comme le montre l'annexe D.

5.2.2 Résultats expérimentaux et numériques

La figure 5.5 montre les températures expérimentales en profondeur à 25, 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$ ainsi que leur comparaison avec les températures numériques.

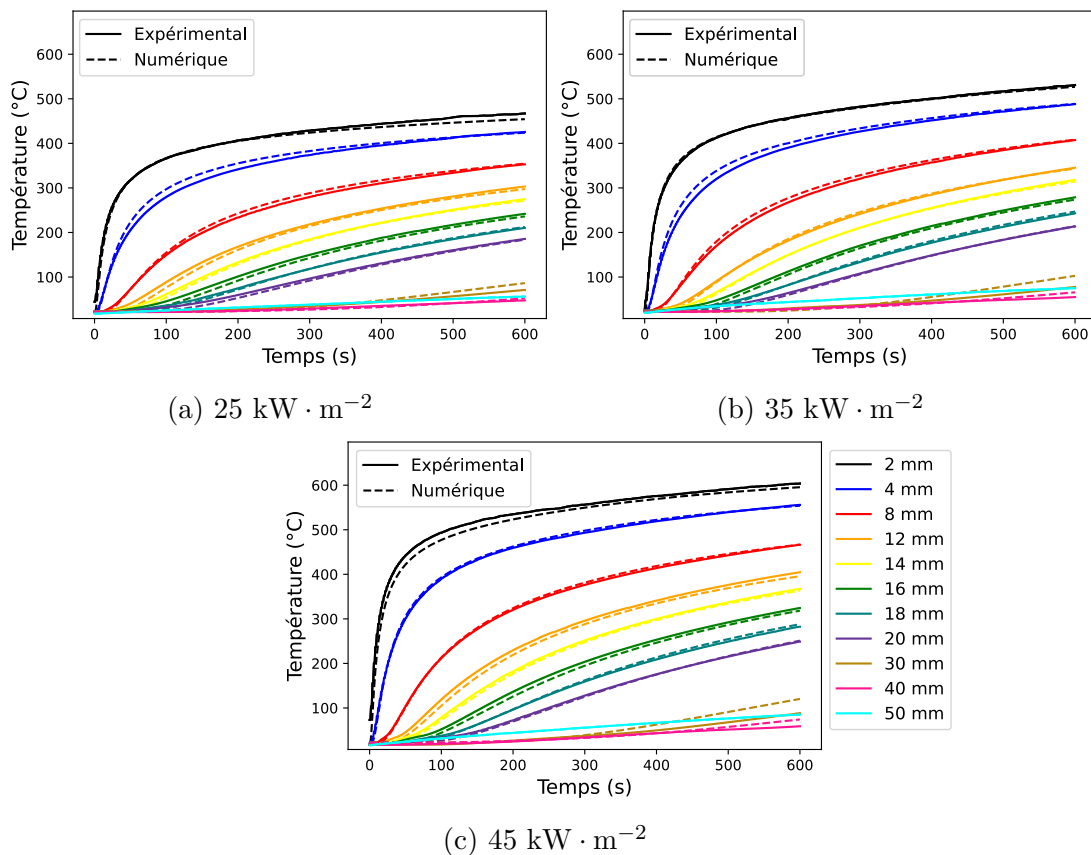


FIGURE 5.5 – Comparaison entre les températures numériques et expérimentales en profondeur à l'intérieur de l'échantillon de silicate de calcium à trois flux de chaleur différents.

La température mesurée à l'arrière de l'échantillon (50 mm) est plus élevée que la température à une profondeur de 40 mm au début du test, ce qui indique que l'atmosphère à l'intérieur de la chambre est chauffée pendant les tests. Les températures numériques et expérimentales sont en bon accord, comme le montre les résidus présentés dans la figure 5.6. L'erreur quadratique moyenne obtenue simultanément pour les trois tests est de 6,5 $^{\circ}\text{C}$ et l'erreur quadratique moyenne normalisée (NRMSE) est d'environ 1,1 %. La figure 5.7 montre la comparaison entre la conductivité thermique estimée et la conductivité thermique mesurée par la technique du fil chaud [165]. Les deux conductivités sont très similaires, presque linéaires avec la température, avec la même pente, il n'y a qu'un léger décalage entre elles. L'écart moyen entre la conductivité thermique estimée et mesurée est d'environ 11,6 %. Cela est satisfaisant compte tenu des facteurs suivants :

- Les incertitudes de mesure de température : précision des thermocouples et incertitude sur le positionnement des thermocouples.

- L'incertitude de la technique du fil chaud utilisée pour mesurer la conductivité thermique, qui est d'environ 10 % [165].
- L'hypothèse d'un flux de chaleur homogène reçu par la surface exposé au cône de l'échantillon.

Cela est très rassurant quant à la fiabilité des résultats. Les coefficients de transfert de chaleur convectif obtenus sont : $22,8 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ pour un flux de chaleur de $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ et $29,6 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ pour les deux flux de chaleur 35 et $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

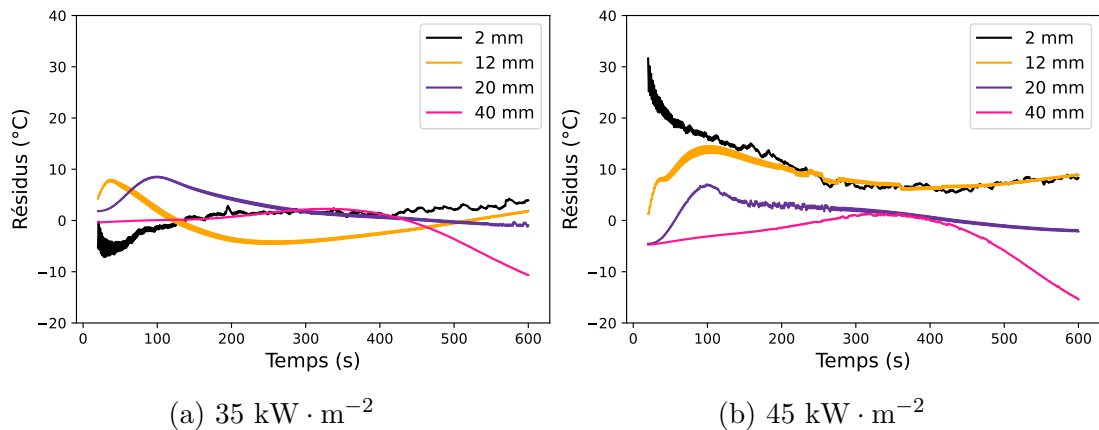


FIGURE 5.6 – Résidus entre les températures numériques et expérimentales pour les essais de silicate de calcium sous atmosphère inerte.

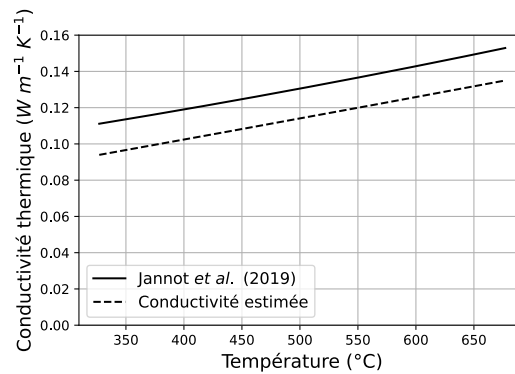


FIGURE 5.7 – Comparaison entre la conductivité thermique estimée et mesurée du silicate de calcium [165].

5.3 Modèle 3D de dégradation du bois

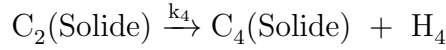
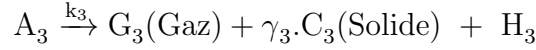
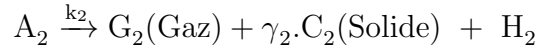
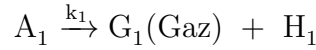
Le modèle de transfert de chaleur en 3D a été couplé avec le modèle cinétique afin de prédire la dégradation thermique du bois dans une atmosphère inerte à l'échelle du cône calorimètre. Les hypothèses suivantes ont été prises dans le modèle de pyrolyse en 3D :

- Les transferts de chaleur et de masse dans la phase gazeuse n'ont pas été pris en compte dans le modèle.

- Les effets de rétraction, de fissuration et de gonflement ont été négligés.
- Les transferts de chaleur entre la phase gazeuse et la phase solide n'ont pas été explicitement considérés dans le modèle, mais ils sont implicitement inclus à travers une conductivité thermique effective variant avec la température.
- Un contact thermique parfait est considéré entre l'échantillon de bois et le porte échantillon en silicate de calcium.

Bilans de conservation de masse

Pour rappel, le schéma réactionnel utilisé pour modéliser la pyrolyse est le suivant :



H_1, H_2, H_3 et H_4 sont respectivement les enthalpies de pyrolyse des réactions 1, 2, 3 et 4. En se basant sur ce schéma réactionnel, les équations de conservation de masse pour chaque espèce solide (A_1, A_2, A_3, C_2, C_3 et C_4), exprimée par unité de volume, sont respectivement :

$$\frac{d\rho_{A_1}}{dt} = -K_1 \cdot \rho_{A_1} \quad (5.8)$$

$$\frac{d\rho_{A_2}}{dt} = -K_2 \cdot \rho_{A_2} \quad (5.9)$$

$$\frac{d\rho_{A_3}}{dt} = -K_3 \cdot \rho_{A_3} \quad (5.10)$$

$$\frac{d\rho_{C_2}}{dt} = \gamma_2 \cdot K_2 \cdot \rho_{A_2} - K_4 \cdot \rho_{C_2} \quad (5.11)$$

$$\frac{d\rho_{C_3}}{dt} = \gamma_3 \cdot K_3 \cdot \rho_{A_3} \quad (5.12)$$

$$\frac{d\rho_{C_4}}{dt} = K_4 \cdot \rho_{C_2} \quad (5.13)$$

Les équations 5.8, 5.9, 5.10, 5.11, 5.12 et 5.13 ont été résolues en utilisant des schémas implicites. À l'instant initial $t = 0$, les concentrations massiques des espèces sont définies comme suit : $\rho_{A_1} = \alpha_1 \cdot \rho_0$, $\rho_{A_2} = \alpha_2 \cdot \rho_0$, $\rho_{A_3} = \alpha_3 \cdot \rho_0$ et $\rho_{C_2} = \rho_{C_3} = \rho_{C_4} = 0$; où ρ_0 représente la masse volumique sèche initiale de l'échantillon. Finalement, la masse volumique d'un élément de volume est calculée par :

$$\rho = \rho_{A_1} + \rho_{A_2} + \rho_{A_3} + \rho_{C_2} + \rho_{C_3} + \rho_{C_4} \quad (5.14)$$

Bilan de conservation d'énergie

L'équation de conservation de l'énergie est exprimée par l'équation 5.15 :

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho \cdot C_p \cdot T) = \nabla \cdot (\bar{\lambda}_c(T) \nabla T) + k_1 \cdot \rho_1 \cdot H_1 + k_2 \cdot \rho_2 \cdot H_2 + k_3 \cdot \rho_3 \cdot H_3 + k_4 \cdot \rho_{C_2} \cdot H_4 \quad (5.15)$$

Où : ρ est la masse volumique globale calculée par $\rho = \rho_1 + \rho_2 + \rho_3 + \rho_{C_2} + \rho_{C_3} + \rho_{C_4}$; $\rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_{C_2}, \rho_{C_3}$ et ρ_{C_4} représentent respectivement la masse des constituants A_1, A_2, A_3, C_2, C_3 et C_4 par unité de volume pour une température T . k_1, k_2, k_3 et k_4 sont les vitesses des réactions 1, 2, 3 et 4, respectivement. C_p est la capacité thermique effective de la phase solide (mélange du bois et du charbon) exprimé par l'équation 5.16 :

$$C_p(T) = (1 - X(T)) \cdot C_{p,bois}(T) + X(T) \cdot C_{p,charbon}(T) \cdot (\gamma_2 + \gamma_3) \quad (5.16)$$

Où : $(\gamma_2 + \gamma_3)$ est le rendement final en charbon, $C_{p,bois}(T)$ est la capacité thermique du bois, $C_{p,charbon}(T)$ est la capacité thermique du charbon, et $X(T)$ est le taux de conversion de masse définie par :

$$X(T) = \frac{m_0 - m(T)}{m_0 - (\gamma_2 + \gamma_3)} \quad (5.17)$$

Où : m_0 et $m(T)$ représentent respectivement la masse initiale et la masse de l'échantillon à la température T , calculée à partir du modèle cinétique. La capacité thermique du bois utilisée dans le modèle est $C_{p,bois}(T) = 1131 + 4.67T$, où T est en °C. Cette corrélation a été obtenue entre la température ambiante et 95 °C, à partir des mesures de calorimétrie présentées dans le chapitre 2, et a été extrapolée pour les températures plus élevées. La capacité thermique du charbon a également été mesurée par calorimétrie entre 30 et 600 °C, et la capacité thermique est $C_{p,charbon}(T) = 693 + 3.44T$ (section 2.4).

La conductivité thermique de toutes les essences de bois a été mesurée entre 30 et 160 °C dans les deux directions, parallèlement et perpendiculairement à la direction des fibres, en utilisant la technique du fil chaud anisotrope parallèle (section 2.5). Les dernières mesures montrent que la conductivité thermique transversale dépend de la densité du bois et de la température selon la loi suivante :

$$\lambda_{\perp} = 0.0386 + 0.1708 \times \frac{\rho_{sec}}{\rho_{max}} \times \sqrt{\frac{T}{T_{max}}} \quad (5.18)$$

Où : $\rho_{max} = 1000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ et $T_{max} = 433 \text{ K}$. Pendant ce temps, la conductivité thermique longitudinale s'est avérée presque indépendante de la température. Il convient de noter que plusieurs études ont montré que la conductivité thermique radiale et tangentielle du bois sont similaires [82–84, 86, 87]. Par conséquent, les conductivités thermiques utilisées dans le modèle avant le début de la pyrolyse sont données par l'équation 5.18 dans la direction transversale (radiale et tangentielle), et par $\lambda_{c||} = 0.106 + 5.55 \times 10^{-3} \rho_{sec} \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ dans la direction longitudinale. Cette corrélation est celle présentée dans la figure 2.11 et a été obtenue en ajustant les valeurs de la conductivité longitudinale à 110 °C. Au-dessus de 200 °C, le modèle suppose

que la conductivité thermique longitudinale reste constante, tandis que la conductivité thermique transversale dépend uniquement de la température selon la loi suivante :

$$\lambda_{c\perp} = 0.0386 + 0.1708 \times \frac{\rho_{sec}}{\rho_{max}} \times \sqrt{\frac{473}{T_{max}}} + \lambda_1 \cdot (T - 200) + \lambda_2 \cdot (T - 200)^2 \quad (5.19)$$

Où T représente la température en °C et λ_1 et λ_2 sont deux paramètres d'ajustement à estimer. Le tenseur de conductivité thermique est donc donné par :

$$\bar{\lambda}_c = \begin{pmatrix} \lambda_{c\perp} & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_{c\perp} & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_{c\parallel} \end{pmatrix} \quad (5.20)$$

L'axe des x est horizontal et parallèle à la surface exposée, l'axe des y est parallèle au flux de chaleur du cône et l'axe des z est vertical (ainsi, les fibres du bois sont orientées verticalement), comme illustré dans la figure 5.4. Les conditions aux limites thermiques sont indiquées dans la figure 5.4, et les coefficients de convection sont ceux estimés à partir des essais réalisés avec le silicate de calcium, c'est-à-dire $22,8 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ pour un flux de chaleur de $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ et $29,6 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ pour les flux de chaleur de 35 et $45 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$. L'émissivité de la surface de l'échantillon a été mesurée en fonction du temps d'exposition au chauffage du cône [38]. Dans le modèle actuel, la moyenne de ces mesures a été utilisée, c'est-à-dire 0,9, et l'absorptivité a été considérée égale à l'émissivité, étant donné que le bois est presque gris et que sa surface se carbonise assez rapidement.

Méthode inverse

En résumé, toutes les propriétés du modèle ont été mesurées expérimentalement à l'exception de la conductivité thermique au-dessus de 200 °C. Pour chaque essence de bois, une méthode inverse a été appliquée aux mesures de perte en masse obtenues à 25, 35 et $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, simultanément. La fonction objectif décrite par l'équation 5.21 a été minimisée à l'aide de l'algorithme de Levenberg-Marquardt.

$$S = \sum_{i=1}^N [M_{exp}(t_i) - M_{mod}(t_i)]^2 \quad (5.21)$$

Où : N est le nombre de points expérimentaux, $M_{exp}(t_i)$ et $M_{mod}(t_i)$ sont respectivement la perte en masse expérimentale moyennée à partir de trois tests de répétabilité et la perte en masse calculée par le modèle du pyrolyse 3D. Les paramètres à estimer sont λ_1 et λ_2 (voir l'équation 5.19).

En terme de modélisation, les propriétés qui varient d'une essence à une autre sont les propriétés cinétiques, les enthalpies de pyrolyse, la masse volumique et la conductivité thermique, plus précisément les coefficients d'ajustement λ_1 et λ_2 .

5.4 Comparaison des résultats numériques et expérimentaux

Dans cette section, les résultats expérimentaux et numériques sont présentés et comparés afin de valider le modèle de pyrolyse 3D. Cette section est divisée en deux

sous-sections. La première présente les pertes en masse et les vitesses de perte en masse. La deuxième sous-section est consacrée à la présentation des thermogrammes au sein du bois. Pour chaque sous-section, les résultats de l'épicéa sont présentés en premier lieu suivis de ceux des autres essences.

5.4.1 Perte et vitesse de perte en masse

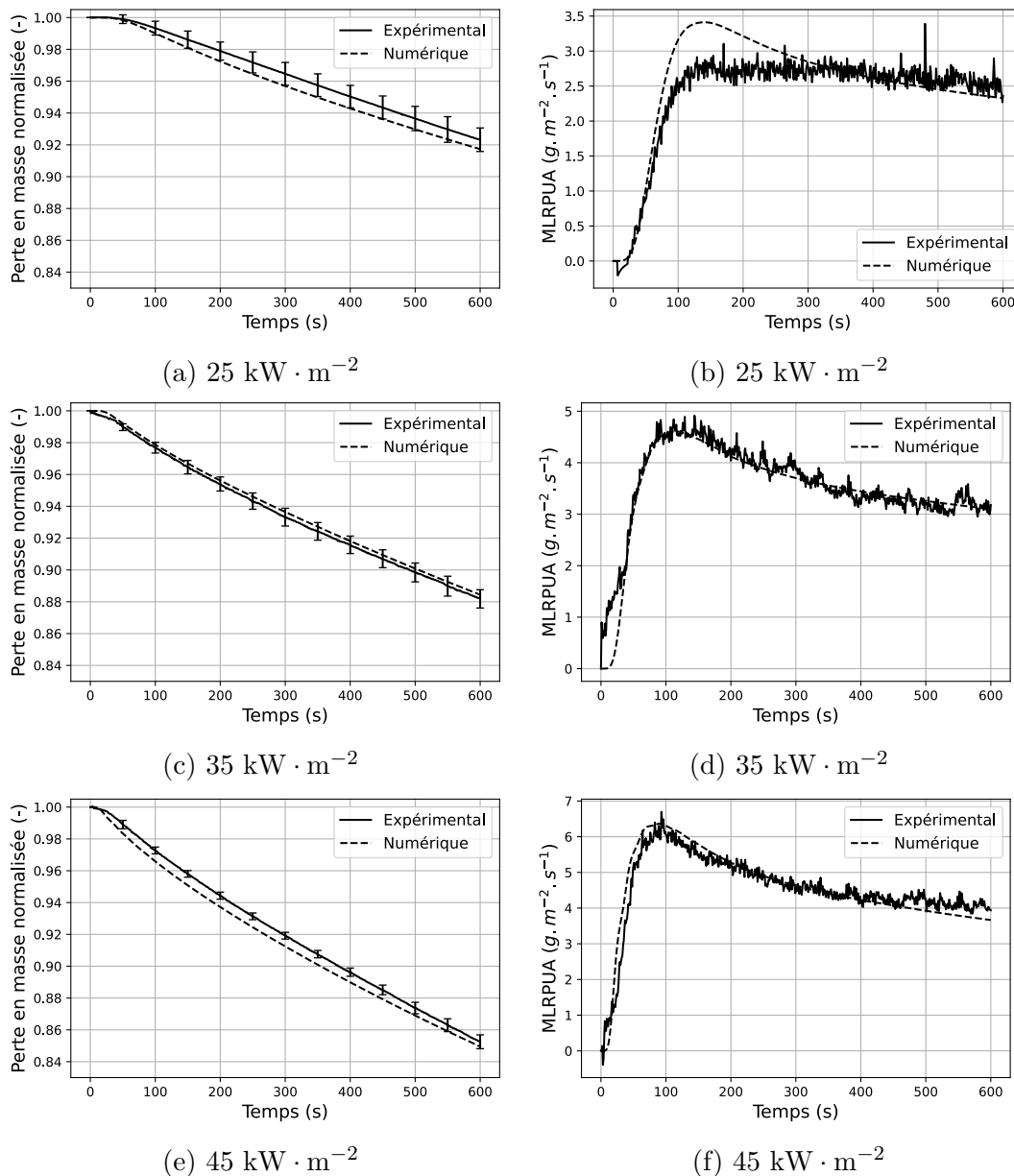


FIGURE 5.8 – Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour les essais du bois de l'épicéa à différents flux de chaleur.

Comme indiqué dans la section 5.3, toutes les propriétés du bois et du porte échantillon en silicate de calcium ont été mesurées, sauf la conductivité thermique du

bois/charbon au-dessus de 200 °C. De plus, les conditions aux limites ont été estimées à partir d'expériences avec un matériau inerte. Il est possible que le coefficient de transfert de chaleur par convection puisse varier entre les expériences avec le silicate de calcium et celles avec le bois, en particulier pour la face exposée au cône calorimètre. Néanmoins, l'ordre de grandeur des pertes par convection a tout de même été obtenu.

La figure 5.8 montre la comparaison entre les pertes en masse numériques et expérimentales ainsi que les MLRPUA aux flux de chaleur de 25, 35 et 45 kW · m⁻², pour l'épicéa. En ce qui concerne le MLRPUA, on observe un pic au début de l'expérience suivi d'un quasi-plateau diminuant légèrement tout au long du test. Le pic observé au début du test reflète une dégradation rapide des échantillons car le bois vierge est directement exposé à un flux de chaleur élevé. La formation d'une couche de charbon entraîne une diminution progressive du MLRPUA. En ce qui concerne la perte en masse, l'erreur quadratique moyenne normalisée (NRMSE) obtenue entre les résultats numériques et expérimentaux est respectivement de 7, 2,1 et 4,2 %. Pour le MLRPUA, les NRMSE obtenues sont de 9,5, 5,3 et 4,7 % à 25, 35 et 45 kW · m⁻², respectivement. Tous ces résultats montrent la robustesse du modèle numérique pour évaluer la perte de masse et le MLRPUA à différents flux de chaleur.

L'annexe E présente la comparaison entre les pertes de masse numériques et expérimentales ainsi que les MLRPUA aux flux de chaleur de 25, 35 et 45 kW · m⁻² pour toutes les essences de bois. Cette comparaison illustre que le modèle développé parvient à prédire avec précision les pertes de masse et les MLRPUA pour toutes les essences, comme le montre le tableau 5.1. Afin de résumer les résultats dans l'annexe, les plateaux de MLRPUA obtenus numériquement et expérimentalement sont comparés dans la figure 5.9 pour les trois flux de chaleur : 25, 35 et 45 kW · m⁻². Pour toutes les essences, les valeurs de quasi plateaux numériques et expérimentales sont calculées en moyennant les MLRPUA entre les instants 400 et 600 secondes. La figure 5.9 illustre que le modèle parvient à prédire de manière fiable les résultats expérimentaux, indépendamment de l'essence de bois et du flux de chaleur.

La figure 5.9 met également en évidence que le plateau de MLRPUA en régime quasi-stationnaire varie considérablement en fonction de l'essence de bois. De manière générale, les plateaux de MLRPUA ont tendance à augmenter avec la densité, à l'exception du peuplier et du hêtre. Il convient de noter que les essences sont placées sur l'axe de la figure 5.9 par ordre croissant de densité. Cependant, la variation du MLRPUA en fonction de l'essence de bois ne peut pas être attribuée uniquement aux différences de densité. Par exemple, en comparant le chêne et le hêtre, qui ont des densités relativement proches, le MLRPUA moyen du hêtre est systématiquement plus élevé, avec une différence d'environ 1 g · m⁻² · s⁻¹. De plus, il est étonnant de constater que l'analyse thermogravimétrique sous atmosphère inerte a montré que le chêne se dégrade à des températures plus basses que le hêtre (figure 4.5). De même, le plateau de MLRPUA pour le peuplier (320 kg · m⁻³) est plus élevé que celui de l'épicéa, qui possède une densité proche de 400 kg · m⁻³. Ces résultats soulignent que les différences de MLRPUA entre les essences ne peuvent pas être entièrement expliquées par les différences de densité. D'autres facteurs, notamment

la conductivité thermique à haute température, jouent également un rôle important dans la dégradation du bois.

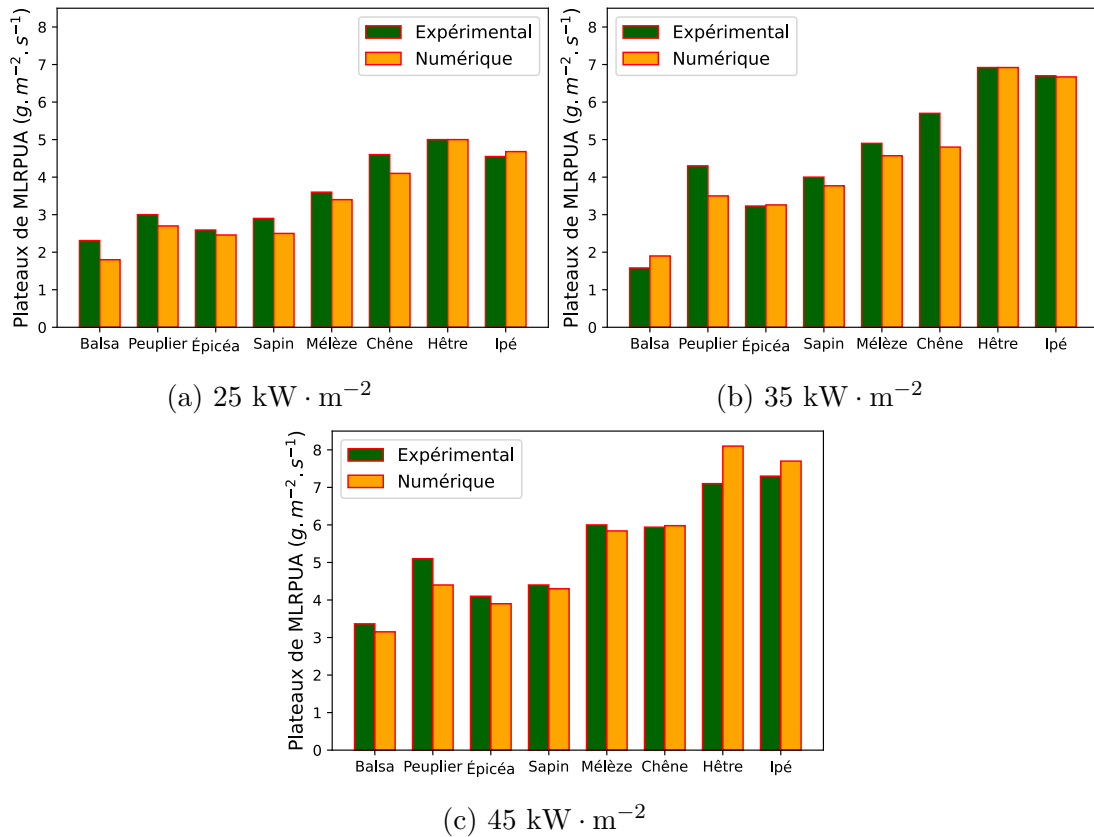


FIGURE 5.9 – Vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) numériques et expérimentales pour l'épicéa à différents flux de chaleur.

TABLEAU 5.1 – NRMSE entre les MLRPUA expérimentales et numériques obtenues pour les différentes essences de bois à différents flux de chaleur.

Essence	Flux (kW · m ⁻²)		
	25	35	45
Balsa	14	4,1	6,3
Peuplier	15,9	9,1	7,1
Sapin	11,9	6,7	5,9
Épicéa	9,5	4,3	2,7
Mélèze	11,7	10,5	6,6
Chêne	14,2	9,9	5,2
Hêtre	9,6	6,3	6,5
Ipé	7,3	7,6	13,1

5.4.2 Thermogrammes

Pour chaque essence de bois, les températures internes ont été mesurées pour les flux de chaleur de 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$. La répétabilité des mesures de température n'a pas été testée dans cette étude car elle a déjà fait l'objet d'une étude dans des travaux précédents [2, 38]. Terrei *et al.* [38] ont obtenu un écart type moyen inférieur à 25 °C à partir de trois essais de répétabilité pour des flux de chaleur compris entre 38 et 59 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$, sous atmosphère inerte, ce qui démontre une bonne fiabilité de la technique de mesure.

La figure 5.10 compare, pour l'épicéa, les températures en profondeur numériques et expérimentales pour les flux de 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$ pour l'épicéa. Les évolutions de température étaient similaires à celles observées dans l'étude de Terrei *et al.* [144], avec une augmentation rapide de la température pour les thermocouples proches de la surface exposée (de 2 mm à 6 mm de profondeur). En effet, après 300 secondes, la température a atteint 500 °C et 580 °C à une profondeur de 2 mm pour les essais à 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$, respectivement. En dessous de 400 °C, les températures numériques et expérimentales sont en bon accord. Cependant, au-dessus de 400 °C, le modèle de pyrolyse sous-estime la température. Il est intéressant de noter que l'ATG a montré que l'épicéa perd plus de 75 % de son poids initial entre 200 et 400 °C, c'est-à-dire que plus de 89 % de la dégradation s'est déjà produite en dessous de cette température. Par conséquent, bien qu'il y ait un biais entre les températures expérimentales et numériques à des températures élevées, le modèle prédit bien la perte de masse et le MLRPUA à différents flux de chaleur.

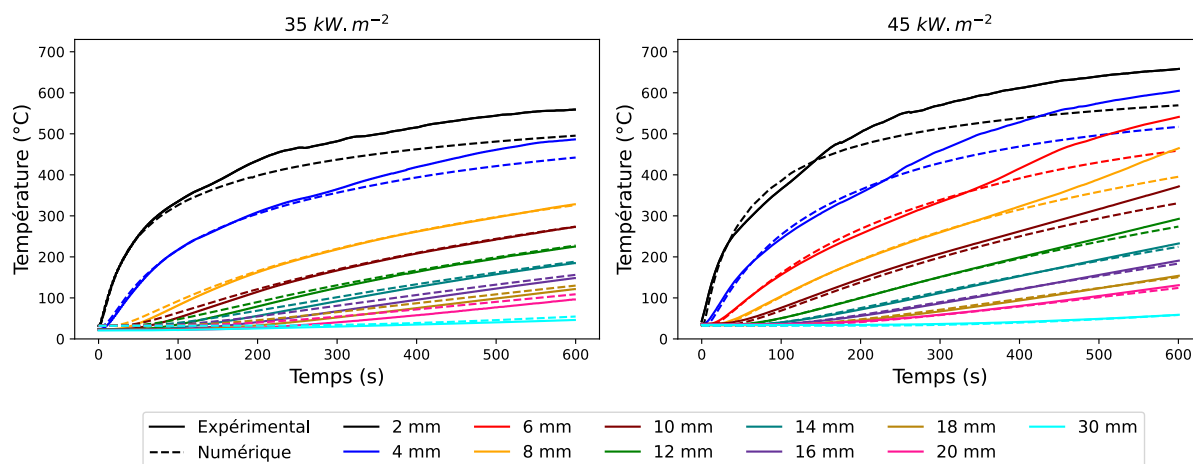


FIGURE 5.10 – Comparaison entre les températures expérimentales et numériques à l'intérieur des échantillons de l'épicéa à 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

La figure 5.13 montre la comparaison entre les températures numériques et expérimentales pour toutes les autres essences de bois à un flux de chaleur de 35 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Comme pour l'épicéa, les thermogrammes numériques à une profondeur supérieure ou égale à 8 mm sont en bon accord avec les thermogrammes expérimentaux, quelle que soit l'essence de bois. En revanche, pour les thermogrammes à 2, 4 et 6 mm, deux cas

existent :

- Cas 1 : pour le peuplier, le mélèze et l'ipé, les résultats numériques et expérimentaux sont en bon accord.
- Cas 2 : pour le balsa, l'épicéa, le chêne et le hêtre, le modèle arrive à bien prédire les thermogrammes jusqu'à une certaine température, puis il sous-estime les températures.

Les mêmes observations peuvent être effectuées pour le flux de chaleur de $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ comme le montre l'annexe E. Des observations expérimentales ont montré que la différence entre le peuplier, le mélèze et l'ipé d'une part, et le balsa, l'épicéa, le chêne et le hêtre d'autre part, réside dans la résistance de la colle pendant les essais au cône calorimètre. En effet, la technique de mesure de température consiste à couper l'échantillon en deux morceaux, implanter les thermocouples dans le bois et coller l'échantillon. Pour le balsa, l'épicéa, le chêne et surtout le hêtre, la colle ne résistait pas aux températures élevées, et les échantillons s'ouvraient au niveau de leur milieu, comme le montre la figure 5.12 (a). Par conséquent, le flux du cône était directement reçu par les thermocouples placés près de la surface exposée au cône, et ceux-ci ne mesuraient plus la température de l'échantillon.

Il est essentiel de mentionner que l'ouverture de l'échantillon au niveau de son milieu est beaucoup plus marquée dans le cas du hêtre que pour les autres essences. Une raison possible est que le hêtre possède une perméabilité plus élevée que les autres essences, et que la colle a tendance à diffuser dans l'échantillon au lieu de rester sur l'interface de collage, ce qui fragilise la couche de colle. La deuxième raison est que le hêtre voit son volume se réduire sous l'effet de la chaleur conduisant à une contrainte à l'endroit du trait de colle qui finit par céder. Cependant, dans le cas du peuplier, du mélèze et de l'ipé, la colle résistait, et l'échantillon ne s'ouvrait pas, comme le montre la figure 5.12 (b). Ainsi, les mesures des thermocouples situés à 2, 4 et 6 mm sont fiables, et le modèle correspond bien aux mesures de ces thermocouples. En résumé, le modèle arrive à bien prédire les températures au sein de l'échantillon du bois, quelle que soit l'essence du bois. Le fait de réaliser une inversion sur les mesures de perte en masse uniquement et d'obtenir à la fin des thermogrammes numériques et expérimentaux cohérents constitue une validation de l'approche multi-échelle utilisée fréquemment dans le domaine de la pyrolyse des matériaux.

Afin de comparer efficacement les évolutions des températures internes de chaque essence, le front de charbon a été déterminé en se basant sur les thermogrammes expérimentaux. En effet, plusieurs études ont montré que le front du charbon coïncide avec l'isotherme à 300 °C [1, 167, 168].

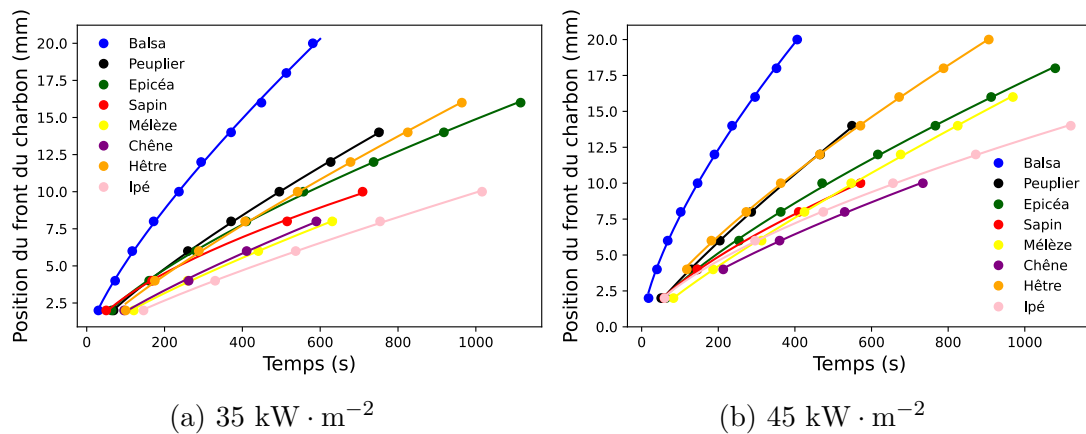


FIGURE 5.11 – Comparaison de la position du front de charbon pour les différentes essences de bois pour les flux de chaleur 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

La figure 5.11 montre l'avancement du front de charbon pour toutes les essences de bois étudiées à 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Pour le même flux de chaleur, la progression du front du charbon est significativement différente selon l'essence de bois. D'une manière générale, la vitesse de carbonisation diminue avec la densité du bois. Encore une fois, le hêtre a un comportement exceptionnel : malgré sa densité élevée ($700 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$), il possède une vitesse de carbonisation similaire à celui du peuplier, qui a une masse volumique de $320 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$.

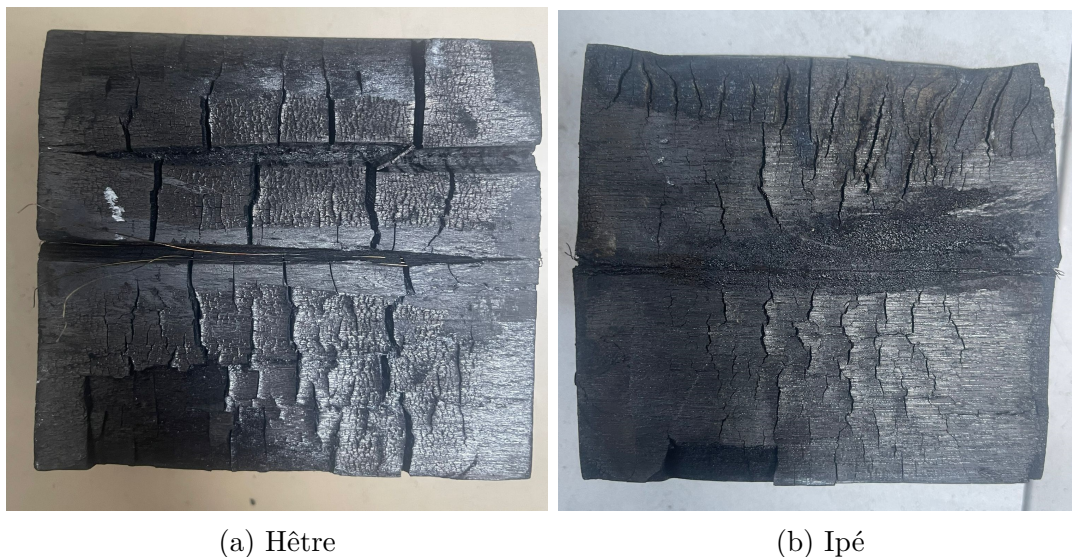


FIGURE 5.12 – Photos des échantillons à la fin des essais.

5.4.3 Conductivité thermique

Toutes les propriétés utilisées dans le modèle ont été mesurées expérimentalement, à l'exception de la conductivité thermique au-dessus de 200 °C. De plus, les conditions

aux limites ont été estimées en se basant sur des essais spécifiques réalisés avec un matériau thermiquement inerte. En résumé, la conductivité thermique de toutes les essences de bois a été estimée par inversion sur un modèle détaillé avec un degré de liberté assez faible, et il a été constaté que ce modèle parvient à prédire avec précision la perte en masse, la vitesse de perte en masse ainsi que les températures à l'intérieur du bois pour 12 positions différentes et pour des flux de chaleur différents. Par conséquent, les conductivités thermiques obtenues devraient être intrinsèques et indépendantes de la configuration expérimentale utilisée dans cette étude.

La figure 5.14 montre la variation de la conductivité thermique estimée en fonction de la température pour les différentes essences de bois. Pour toutes les essences, la conductivité augmente logiquement avec la température. Il est important de mentionner que cette conductivité est une conductivité effective qui englobe principalement la conduction, le rayonnement interne dans le charbon ainsi que les fissures dans la couche de charbon, facilitant ainsi le transfert de chaleur dans cette couche.

La figure 5.14 montre que la conductivité thermique des essences relativement légères augmente énormément entre 200 et 500 °C. Cependant, pour les essences plus denses, à l'exception du hêtre, l'augmentation de la conductivité avec la température est moins marquée que celle du peuplier et du balsa. Le rayonnement thermique à l'intérieur des pores des échantillons pourrait expliquer ces résultats. En effet plus un matériau est poreux (ce qui est le cas des essences à faible masse volumique) plus le transfert par rayonnement à l'intérieur de l'échantillon est important, ce qui contribue à accroître la conductivité effective.

Concernant le hêtre, il possède une conductivité thermique élevée, ce qui est cohérent avec le fait qu'il possède le MLRPUA le plus élevé (voir figure 5.13) et une vitesse de carbonisation plus élevée que les essences de densité similaire, comme le mélèze et le chêne (voir figure 5.11). Les explications ne sont pas évidentes. En effet, il est possible que la conductivité élevée du hêtre soit liée au fait que sa couche de charbon soit plus fissurée que celle des autres essences.

5.5 Conclusion

Ce chapitre a permis de modéliser la dégradation du bois sous atmosphère inerte en utilisant l'approche multi-échelle. Ce travail s'est basé sur le modèle cinétique développé au chapitre 2, capable de prédire la perte de masse, la vitesse de perte de masse ainsi que la chaleur absorbée/dégagée par un échantillon de bois thermiquement mince chauffé sous atmosphère inerte.

Tout d'abord, des essais ont été réalisés au cône calorimètre sur un matériau inerte (Silcal 1100[®]) sous atmosphère inerte à 25, 35 et 45 kW · m⁻². L'objectif était de caractériser les conditions aux limites du transfert de chaleur pour les essais effectués sur des échantillons de bois dans les mêmes conditions. Une méthode inverse a été appliquée aux températures en profondeur à l'intérieur d'un échantillon de silicate

de calcium en utilisant un modèle de transfert de chaleur en 3D afin d'estimer les coefficients de transfert de chaleur convectifs et la conductivité thermique de cet échantillon. Les résultats ont montré que la conductivité thermique du silicate de calcium obtenue par optimisation était en bon accord avec la conductivité thermique mesurée par la technique du fil chaud. Par conséquent, les autres paramètres obtenus par optimisation, tels que le coefficient de transfert de chaleur convectif, peuvent être considérés comme fiables.

Enfin, un modèle de pyrolyse en 3D a été développé en couplant le modèle cinétique, développé au chapitre 3, avec un modèle de transfert de chaleur en 3D. Les conditions aux limites estimées à partir des tests de silicate de calcium ont été fixées. Toutes les propriétés du bois ont été mesurées expérimentalement, telles que l'émissivité, l'absorptivité, la capacité thermique du bois, la capacité thermique du charbon jusqu'à 600 °C, la conductivité thermique dans les directions transversale et longitudinale jusqu'à 160 °C au chapitre 2. Les chaleurs de réaction ont également été déterminées à l'aide de la technique DSC au chapitre 3. La seule propriété qui est restée inconnue était la conductivité thermique au-dessus de 200 °C. Cette dernière propriété a été estimée par des méthodes inverses appliquées sur les mesures de perte en masse uniquement. Pour toutes les essences de bois, les résultats obtenus avec le modèle de pyrolyse en 3D sont en très bon accord avec les résultats expérimentaux, et la conductivité thermique obtenue au-dessus de 200 °C semble physiquement plausible.

Notre perspective pour le modèle développé dans ce chapitre est de le combiner avec un modèle cinétique d'oxydation du charbon qui prend en compte l'influence de la concentration en oxygène. Ce qui permettra de modéliser la dégradation et la combustion du bois sous atmosphère oxydante.

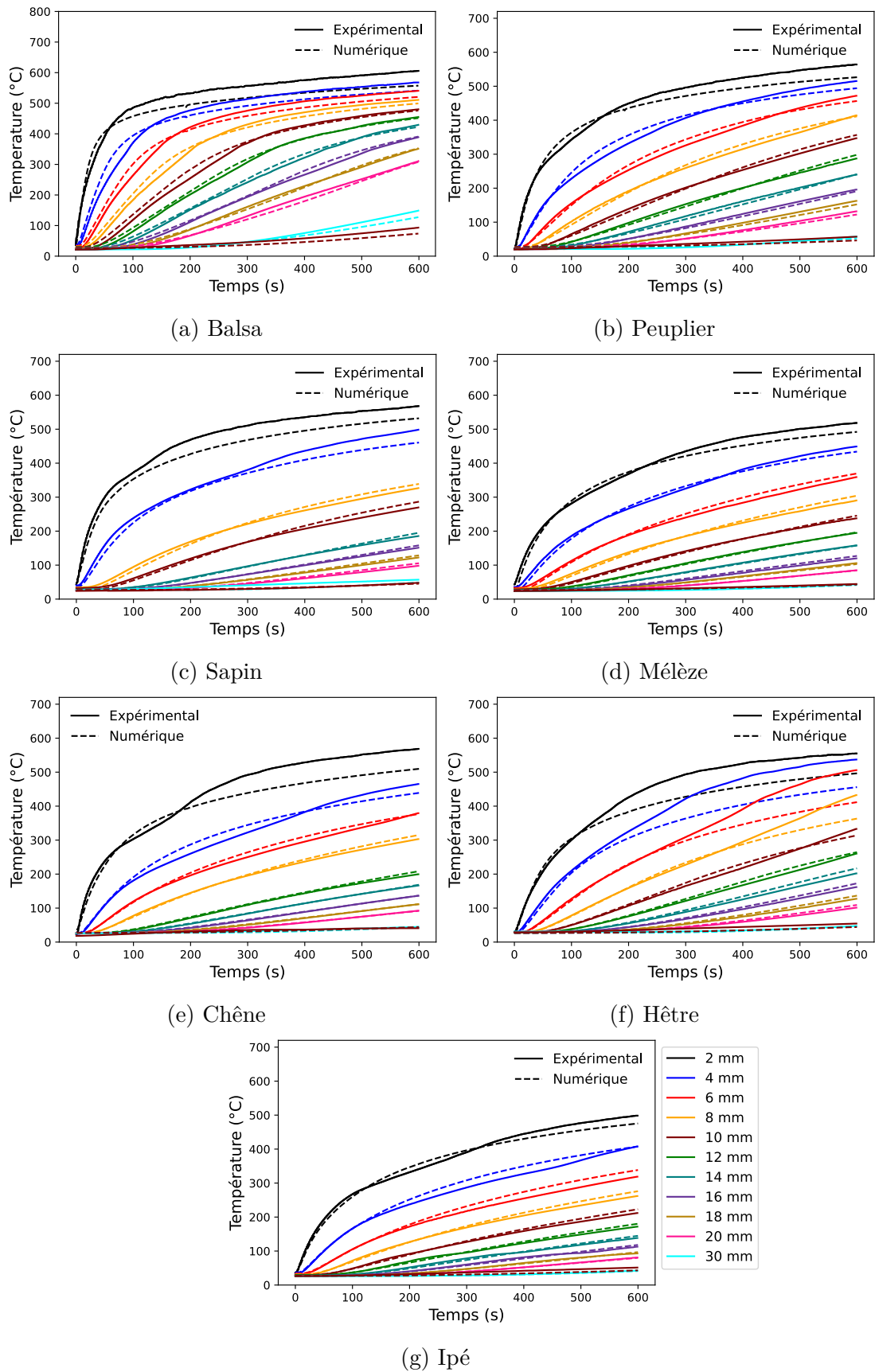


FIGURE 5.13 – Comparaison entre les températures expérimentales et numériques à l'intérieur des échantillons de différentes essences de bois à $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

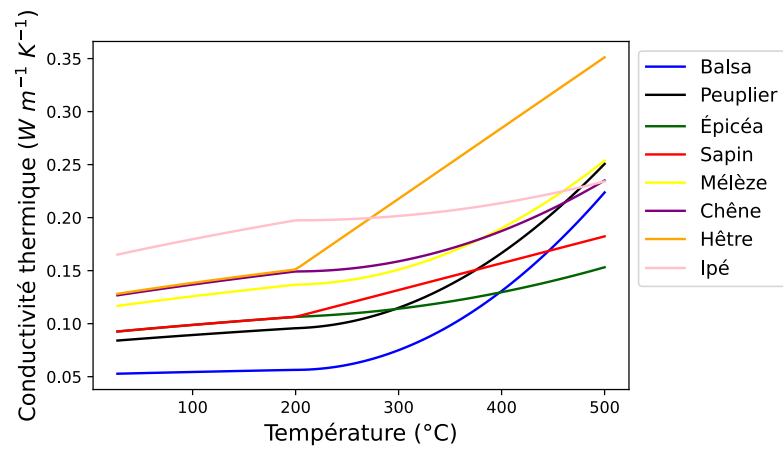


FIGURE 5.14 – Conductivité thermique estimée par inversion pour toutes les essences du bois.

Chapitre 6

Étude expérimentale et numérique de la dégradation du bois sous atmosphère oxydante

Sommaire

6.1	Partie expérimentale	118
6.1.1	Matériel	118
6.1.2	Dispositif expérimental	118
6.1.3	Récapitulatif des essais	119
6.1.4	Métrologie	119
6.2	Transfert de chaleur	120
6.2.1	Modèle 3D du transfert thermique	120
6.2.2	Résultats expérimentaux et numériques	121
6.3	Dégradation et combustion du bois	123
6.3.1	Température de surface	123
6.3.2	Température au sein de l'échantillon	125
6.3.3	Vitesse de perte en masse	126
6.3.4	Front de charbon	128
6.4	Comparaison des essais sous air et sous atmosphère inerte	128
6.5	Étude de l'oxydation du charbon	130
6.5.1	Préparation des échantillons du charbon	130
6.5.2	Récapitulatif des essais	132
6.5.3	Résultats et discussion	132
6.6	Validation du modèle de pyrolyse 3D	134
6.7	Conclusion	135

Après avoir développé un modèle 3D de dégradation du bois capable de prédire la perte de masse, la vitesse de perte de masse ainsi que la température au sein du bois se dégradant sous atmosphère inerte, la prochaine étape consiste à intégrer les phénomènes d'oxydation du charbon et d'inflammation (combustion en phase gazeuse) dans la modélisation. La combustion du charbon contribue directement à la perte en masse. Par ailleurs la combustion du char apporte un flux de chaleur supplémentaire

qui s'ajoute au flux venant du cône. Cet apport de chaleur peut-être important même pour une vitesse de combustion faible car l'enthalpie de combustion du char est élevée (environ $36 \text{ kJ} \cdot \text{g}^{-1}$). Cet apport de chaleur supplémentaire doit donc conduire à un MLR par pyrolyse plus élevé qu'en l'absence de combustion du charbon. La flamme apporte a priori un flux convectif et radiatif supplémentaire à la surface du bois, et, cet apport de chaleur par la flamme doit lui aussi contribuer à une augmentation du MLR. Par ailleurs la présence de flamme doit contribuer à diminuer la quantité d'oxygène disponible pour la combustion du char. Comme on le voit, les phénomènes mis en jeu sont complexes d'autant plus qu'ils sont couplés. Dans ce chapitre sont présentés les essais réalisés afin d'apporter des éléments de réponses, partiels, en vue d'élaborer un modèle permettant de décrire de façon fine le comportement du bois soumis à un flux de chaleur sous air. Ces essais ont été réalisés avec différentes essences de bois pour des flux de chaleur variant entre 15 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Pour les flux de chaleur inférieurs à $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, les gaz de pyrolyse ne s'enflamment pas et ces essais seront principalement utilisés pour modéliser l'oxydation du charbon. Cependant, pour les flux de chaleur plus élevés, les gaz de pyrolyse s'enflamment et les essais réalisés pour de tels flux seront utilisés pour incorporer l'effet de la flamme dans un futur modèle. Comme dans le chapitre précédent, une attention particulière a été accordée à la détermination des conditions aux limites thermiques. Pour cela, des tests ont été effectués avec un matériau inerte dans les mêmes conditions expérimentales que le bois. Les conditions aux limites thermiques des essais sous air ont été déterminées par méthode inverse. Enfin, les essais réalisés sous air sur les différentes essences de bois sont présentés et analysés.

6.1 Partie expérimentale

Cette section présente les essais réalisés sous air et les techniques de mesure mises en place.

6.1.1 Matériel

Des essais sur sept essences de bois ont été réalisés : balsa, peuplier, épicéa, mélèze, chêne, hêtre et ipé. Les échantillons testés ont une surface de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ et une épaisseur de 5 cm . Tous les essais ont été réalisés sur du bois sec afin de simplifier le problème en éliminant le séchage et les transferts hydriques.

Comme dans le chapitre précédent, le matériau inerte sur lequel les essais ont été réalisés pour déterminer les coefficients d'échange convectif est le silicate de calcium basse densité (Silcal 1100®). Les dimensions des échantillons de silicate sont les mêmes que celles du bois, et ces échantillons ont été séchés dans l'étuve avant de réaliser les essais.

6.1.2 Dispositif expérimental

Les essais ont été réalisés au cône calorimètre décrit dans la section 5.1.2. Il est important de rappeler que ce cône est placé sur une table coulissante, permettant ainsi

de passer très rapidement d'un flux de chaleur élevé à un flux nul ou inversement. Durant les essais avec le silicate de calcium, ce dispositif a permis, entre autre, de suivre l'évolution de la température lors du chauffage (exposition de l'échantillon au cône) ainsi que lors du refroidissement (coulissage du cône et exposition de l'échantillon à un flux de chaleur nul).

6.1.3 Récapitulatif des essais

Les essences de bois ont été testées à cinq flux de chaleur différents : 15, 25, 35, 55 et 75 kW · m⁻², à l'exception du balsa, qui a été testé à tous les flux, sauf à 75 kW · m⁻² en raison de sa faible densité (la dégradation du balsa à flux élevé est très rapide). Pour les flux de chaleur de 15, 25 et 35 kW · m⁻², les gaz de pyrolyse ne s'enflamment pas et ces essais seront principalement utilisés pour modéliser l'oxydation du charbon. Cependant, pour les flux de chaleur de 55 et 75 kW · m⁻², les gaz de pyrolyse s'enflamment et les essais réalisés pour de tels flux seront utilisés pour étudier la dégradation et la combustion du bois en présence de la flamme. Les échantillons sont placés dans un porte-échantillon en silicate de calcium d'une épaisseur de 3 cm pour limiter les pertes thermiques latérales.

Concernant le silicate de calcium, les essais ont été réalisés pour six flux de chaleur différents : 25, 35, 45, 55, 65 et 75 kW · m⁻². Lors de ces essais, l'évolution des températures au sein des échantillons a été suivie pendant le chauffage ainsi que pendant le refroidissement afin d'obtenir une plus grande quantité de données expérimentales, permettant ainsi de réaliser une inversion plus robuste.

6.1.4 Métrologie

Pendant les essais, des mesures de perte de masse ont été effectuées, ainsi que de températures à l'intérieur de l'échantillon à l'aide de thermocouples noyés à 12 profondeurs : 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 30 et 40 mm, selon la technique de mesure décrite dans la section 5.1.2. De plus, pour les échantillons de bois, la température de surface a été mesurée depuis l'ouverture tronquée du cône calorimètre à l'aide d'une caméra infrarouge (FLIR Orion SC7500). La caméra est équipée d'un filtre passe-bande optique spécifique à la longueur d'onde de 3,9 μm (2564 cm⁻¹), une longueur d'onde à laquelle les gaz de combustion les plus abondants (CO₂ et H₂O chaud principalement) n'émettent pas de rayonnement [169]. À cette échelle et en orientation verticale, l'épaisseur optique des flammes à cette longueur d'onde est très faible et elles peuvent donc être considérées comme transparentes [170]. La détermination de la température de surface du bois d'épicéa à différents flux de chaleur avec le cône a déjà été réalisée avec succès dans plusieurs travaux précédents [1, 171]. Elle consiste à moyenniser spatialement (zone circulaire) le signal de la caméra provenant de la surface de l'échantillon. Ce signal est ensuite converti en intensité spectrale après avoir pré-étalonné la caméra à l'aide d'un corps noir. La température est ensuite calculée par inversion de la loi de Planck en fixant l'émissivité du bois à 0,9. Les réflexions parasites du cône et de l'échantillon ont été prises en compte dans le traitement du signal en utilisant une méthode de soustraction d'image. La variation d'intensité ainsi obtenue est directement

corrélée à l'augmentation de la température de la surface de l'échantillon.

6.2 Transfert de chaleur

L'objectif de cette section est de modéliser les expériences menées avec le silicate de calcium. Ce travail vise principalement à déterminer les conditions thermiques aux limites lors des essais réalisés sous air.

6.2.1 Modèle 3D du transfert thermique

Le modèle de transfert de chaleur développé sous Python, décrit dans la section 5.2.1, est utilisé pour modéliser les essais sur le silicate de calcium sous air en utilisant les conditions aux limites suivantes présentées dans la figure 6.1.

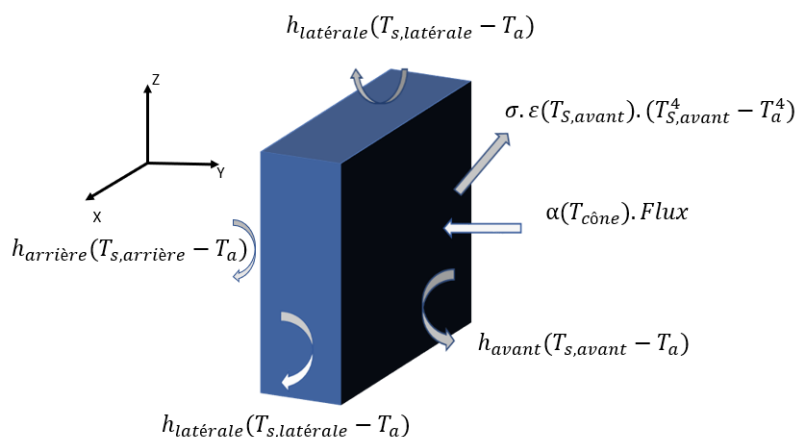


FIGURE 6.1 – Conditions aux limites d'un échantillon exposé au cône calorimètre.

Où : h_{avant} , $h_{arrière}$ et $h_{latérale}$ sont les coefficients de convection respectivement pour la face avant, la face arrière et les faces latérales; $h_{latérale}$ est supposé être le même pour les quatre faces latérales. $T_{S,avant}$, $T_{S,arrière}$ et $T_{S,latérale}$ sont les températures de surface respectivement pour la face avant, l'arrière et les quatre faces latérales. $\alpha(T_{cône})$ est l'absorptivité qui dépend de la température de consigne du cône, selon l'équation 5.3. $\epsilon(T_{S,avant})$ est l'émissivité qui dépend de la température de surface de l'échantillon, selon l'équation 5.3. T_a est la température de l'air, supposée être égale à la température ambiante.

Les propriétés thermiques utilisées dans le modèle sont les mêmes que celles utilisées dans la section 5.2.1. De même, la conductivité thermique (λ_c) a été supposée comme variant avec la température selon un polynôme du second degré :

$$\lambda_c(T) = \lambda_{c1}T^2 + \lambda_{c2}T + \lambda_{c3} \quad (6.1)$$

Où λ_{c1} , λ_{c2} et λ_{c3} sont trois constantes à estimer. Une méthode inverse a été appliquée aux mesures de température obtenues à partir des essais du silicate de calcium à 25,

35, 45, 55, 65 et 75 kW · m⁻², simultanément, en utilisant ce modèle pour estimer les conditions aux limites. La fonction objectif décrite par l'équation 6.2 a été minimisée en utilisant l'algorithme de Levenberg-Marquardt.

$$S = \sum_{i=1}^N [T_{exp}(t_i) - T_{mod}(t_i)]^2 \quad (6.2)$$

Où : N est le nombre de points expérimentaux, $T_{exp}(t_i)$ et $T_{mod}(t_i)$ sont respectivement la température mesurée et la température modélisée.

La minimisation a été réalisée en utilisant simultanément tous les flux de chaleur pour estimer h_{avant} , $h_{arrière}$ et la conductivité thermique du silicate de calcium. Les températures mesurées n'étant pas sensibles à $h_{latérale}$, il a été fixé à 10 W · m⁻² · K⁻¹. Il a également été supposé que h_{avant} pendant le chauffage pouvait être différent lors du refroidissement. On note alors $h_{avant, chauffage}$ et $h_{avant, refroidissement}$ les coefficients de convection de la face exposée au cône pendant la phase de chauffage et de refroidissement, respectivement.

6.2.2 Résultats expérimentaux et numériques

La figure 6.2 présente les températures expérimentales en profondeur à 25, 35, 45, 55, 65 et 75 kW · m⁻², ainsi que leur comparaison avec les températures numériques. Il convient de rappeler que pour chaque essai, l'échantillon est d'abord exposé à un flux de chaleur donné pendant environ 30 minutes, puis l'exposition est interrompue en couissant le cône, ce qui permet de suivre l'évolution de la température au sein de l'échantillon pendant la phase de chauffage et de refroidissement.

La figure 6.2 montre que les thermogrammes expérimentaux suivent la même tendance quel que soit le flux de chaleur. Pendant la phase de chauffage, les températures à l'intérieur de l'échantillon augmentent progressivement jusqu'à atteindre des quasi-plateaux. À environ 2000 secondes, une fois que la source de chaleur est retirée, le refroidissement commence. Durant cette phase, les températures diminuent de manière exponentielle. Seules les valeurs des températures atteintes varient d'un flux de chaleur à un autre.

La figure 6.2 montre également la bonne concordance entre les températures expérimentales et numériques. Les erreurs quadratiques moyennes obtenues sont de 2,9 °C, 5,6 °C, 3,5 °C, 4 °C, 4,8 °C et 4,2 °C pour les flux de chaleur de 25, 35, 45, 55, 65 et 75 kW · m⁻², respectivement. Cela conduit à une erreur quadratique totale de 4,3 °C et à une erreur quadratique moyenne normalisée (NRMSE) d'environ 0,6 %. La figure 6.3 montre la comparaison entre la conductivité thermique estimée par inversion et celle mesurée par la méthode du fil chaud [165]. L'écart moyen entre la conductivité thermique estimée et mesurée est d'environ 19,6 %. Cela reste acceptable compte tenu des incertitudes de mesure de température, de l'incertitude de la technique du fil chaud (10 %), ainsi que de l'hypothèse d'un flux de chaleur homogène reçu par la surface exposée au cône. Les coefficients de transfert de chaleur convectif obtenus sont les suivants : $h_{avant, chauffage} = 9,7 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$, $h_{avant, refroidissement} = 7,4 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$,

et $h_{\text{arrière}} = 13,5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$. En se basant sur les corrélations de convection naturelle, les valeurs des coefficients d'échange convectifs devraient être d'environ $10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$, ce qui renforce la fiabilité des résultats obtenus. Ces coefficients de convection seront utilisés ultérieurement pour modéliser les essais réalisés sur le bois.

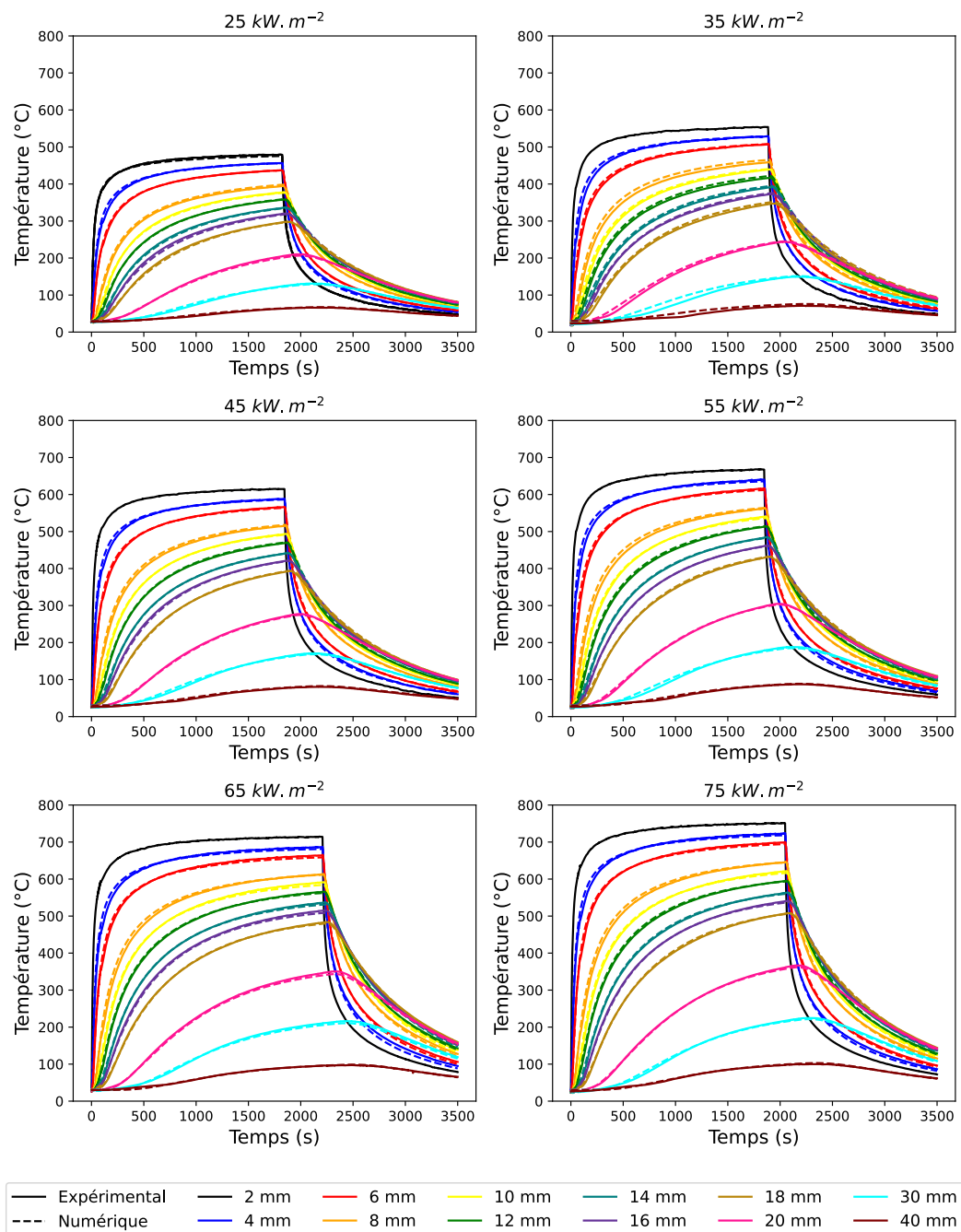


FIGURE 6.2 – Comparaison entre les températures numériques et expérimentales à l'intérieur de l'échantillon de silicate de calcium à six flux de chaleur différents.

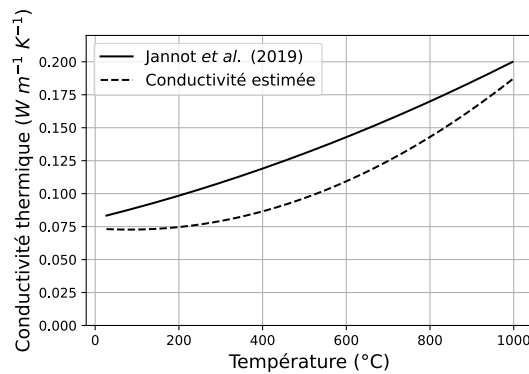


FIGURE 6.3 – Comparaison entre la conductivité thermique estimée et mesurée du silicate de calcium [165].

6.3 Dégradation et combustion du bois

Cette section est consacrée à présenter les résultats des essais réalisés sur le bois en termes de température de surface, de température interne, de vitesse de perte en masse et de position du front de charbon pour les différentes essences de bois et aux différents flux de chaleur : 15, 25, 35, 55 et 75 kW · m⁻². Ces résultats seront utilisés ultérieurement afin d'inclure l'oxydation du charbon ainsi que la combustion gazeuse (flamme) dans le modèle développé au chapitre 5.

6.3.1 Température de surface

Dans cette section, les températures de surface mesurées à l'aide de la caméra infrarouge sont présentées. Cette section est divisée en deux sous-sections : la première se concentre sur les essais réalisés à faible flux (15, 25 et 35 kW · m⁻²). Pour ces flux, aucune inflammation n'est observée, et l'accent est mis sur l'oxydation du charbon. La deuxième sous-section présente les résultats obtenus pour les flux de chaleur plus élevés (55 et 75 kW · m⁻²) avec inflammation.

Flux faibles

La figure 6.4 présente la variation des températures de surface mesurées pour toutes les essences de bois à des flux de chaleur faibles : 15, 25 et 35 kW · m⁻². Il est important de rappeler que la température de surface mesurée correspond à une moyenne spatiale sur la surface de l'échantillon observable par la caméra au travers de la troncature du cône. Pour un flux de chaleur de 15 kW · m⁻², la figure 6.4 (a) montre que l'évolution de la température de surface présente deux phases distinctes :

- **Première phase** : une fois l'échantillon exposé au flux de chaleur, la température de surface augmente rapidement jusqu'à atteindre un quasi-plateau à environ 360 °C. Dans cette phase, il n'y a pas d'oxydation du charbon, comme le montre la thèse de Terrei [1] (il n'y a que la pyrolyse). Dans cette phase, plus la masse volumique de l'essence de bois est élevée, plus l'inertie thermique augmente, ce qui ralentit davantage la croissance de la température.

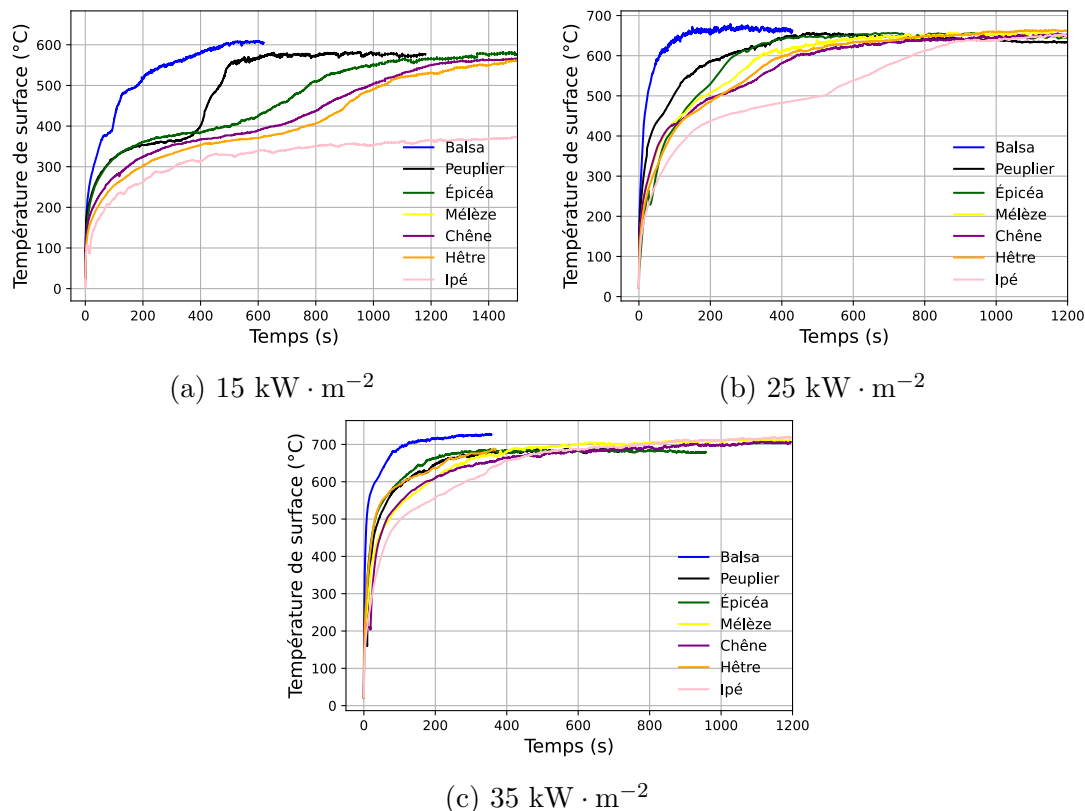


FIGURE 6.4 – Températures de surface mesurées pour toutes les essences de bois pour les faibles flux de chaleur : 15, 25 et 35 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

- Deuxième phase :** Une fois que la température de surface atteint une certaine valeur seuil, d'environ 380 °C, l'oxydation du charbon commence. Par conséquent, la chaleur dégagée pendant l'oxydation provoque à nouveau une augmentation de la température de surface jusqu'à atteindre un autre plateau, autour de 550 °C. Pour l'ipé, la deuxième phase n'est pas observable sur la durée présentée dans la figure 6.4 (a). Cependant, l'oxydation a bien eu lieu après 2400 secondes lorsque la température de surface a atteint environ 380 °C. La figure 6.4 (a) montre également que la période entre le début de la deuxième phase et l'établissement du deuxième plateau augmente avec la densité du bois. En effet, l'oxydation du charbon commence en un point chaud, et la température de surface commence à augmenter. Ensuite, la zone incandescente commence à se propager sur toute la surface du bois [1]. Ainsi, étant donné que la température de surface est moyennée sur la surface de l'échantillon, elle augmente à mesure que la zone incandescente s'élargit. Enfin, lorsque la zone incandescente couvre toute la surface de l'échantillon visible par la caméra, le deuxième plateau de température de surface s'établit. En résumé, la période entre le début de la deuxième phase et l'établissement du deuxième plateau correspond principalement au temps nécessaire pour que la zone incandescente couvre toute la surface du bois visible par la caméra. Cela s'explique logiquement par le fait que lorsque la densité augmente, l'effusivité thermique augmente, ce qui retarde la propagation de la chaleur latéralement et donc l'élargissement de la

zone incandescente.

En général, le même comportement est observable pour un flux de chaleur de $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Cependant, le premier plateau n'est pas aussi clairement identifiable et ressemble davantage à un point d'inflexion. En ce qui concerne un flux de chaleur de $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, les deux phases sont quasiment confondues, car l'oxydation du charbon débute rapidement tout comme la propagation de la zone incandescente.

Flux élevés

La figure 6.4 présente la variation des températures de surface mesurées pour toutes les essences de bois à des flux de chaleur élevés : 55 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Il est

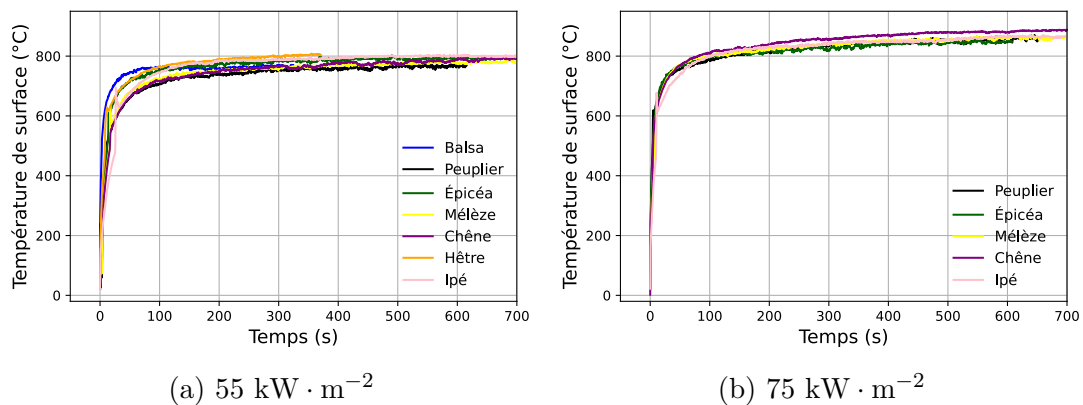


FIGURE 6.5 – Comparaison entre les températures de surface mesurées pour toutes les essences de bois pour les flux de chaleur élevés : 55 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

intéressant de noter que pour toutes les essences de bois, il y a eu inflammation des gaz de pyrolyse (auto-inflammation). Les temps d'auto-inflammation peuvent être déterminés à partir de l'évolution de la température de surface. En effet, dans la thèse de Terrei [1], Il a été démontré que l'apparition de la flamme provoque une augmentation instantanée de la température de surface. La figure 6.6, qui est un agrandissement de la figure 6.5, montre que les temps d'auto-inflammation sont compris entre 2 et 27 secondes pour $55 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ et entre 2 et 13 secondes pour $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Il convient de noter qu'on ne peut pas tirer de conclusions sur les temps d'auto-inflammation, vu que dans la thèse de Terrei, il a été montré que le temps d'auto-inflammation présente des disparités pour la même essence et pour les mêmes conditions expérimentales. Il faudra donc réaliser des essais de répétabilité afin de tirer des conclusions sur le temps d'auto-inflammation. De toute manière, ce sujet a été exhaustivement étudié pendant la thèse de Terrei [1].

6.3.2 Température au sein de l'échantillon

Pour chaque essence de bois, les températures en profondeur ont également été mesurées. La figure 6.7 montre à titre d'exemple, les températures obtenues pour le peuplier à des flux de chaleur de 15 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Cette figure montre que la tendance générale des températures en profondeur mesurées pour le peuplier est similaire à

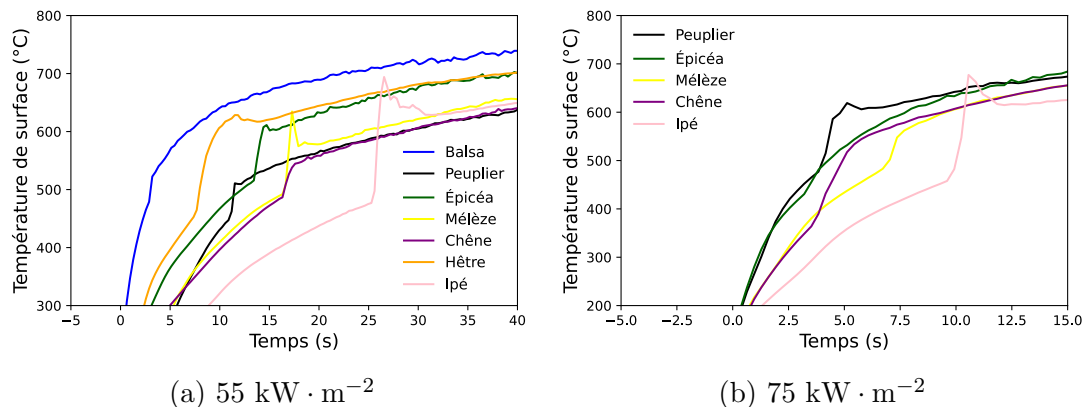


FIGURE 6.6 – Comparaison entre les températures de surface mesurées pour toutes les essences de bois pour les flux de chaleur élevés : 55 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

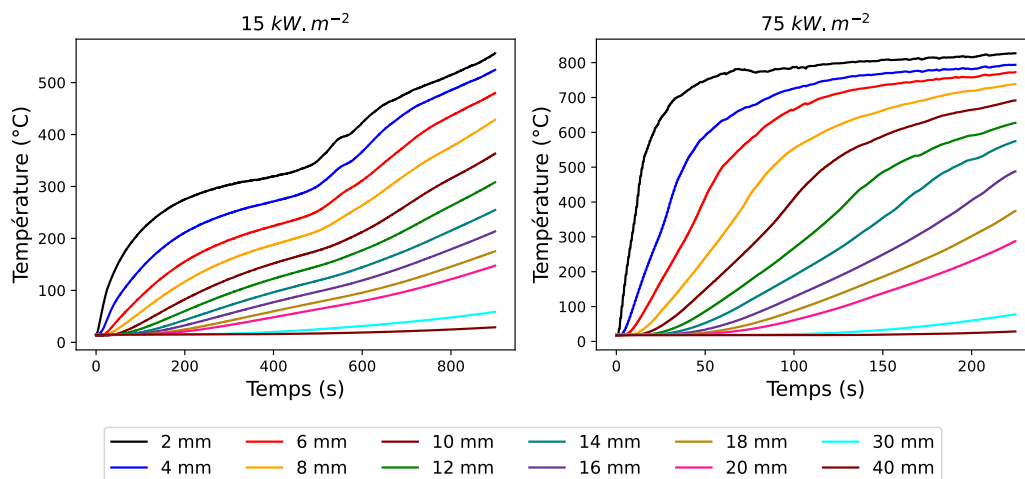


FIGURE 6.7 – Températures en profondeur des échantillons de peuplier pour les flux de chaleur : 15 et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

celle de l'épicéa décrite par Terrei *et al.* [144]. La même tendance de température a également été obtenue pour toutes les autres essences en fonction du flux de chaleur. Pour les faibles flux de chaleur, 15 et $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, les températures proches de la surface exposée au cône montent rapidement au début de l'essai, puis se stabilisent à un quasi-plateau en dessous de 380 °C . Lorsque l'oxydation du charbon survient, ces températures augmentent progressivement pour atteindre un nouveau plateau dont les valeurs dépendent du flux de chaleur du cône. Pour les flux de chaleur élevés, le premier plateau dans les températures internes ne peut être distingué puisque les phénomènes de dégradation se produisent quasi simultanément (comme présenté dans la section 6.3.1).

6.3.3 Vitesse de perte en masse

La figure 6.8 montre, à titre d'exemple, la variation de la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) d'un échantillon de peuplier sec soumis à un flux

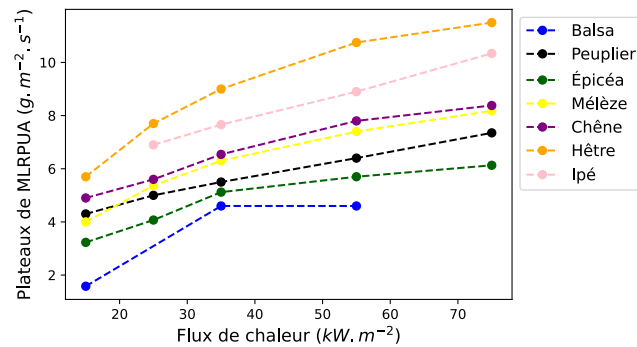


FIGURE 6.9 – Comparaison des plateaux de MLRPUA des différentes essences de bois en fonction du flux de chaleur.

charbon. La cinétique de l'oxydation du charbon, ainsi que la perméabilité à l'oxygène du charbon, peuvent être à l'origine de ces différences. Pour mieux comprendre ces différences, des essais spécifiques ont été réalisés avec des échantillons de charbon pur et seront présentés à la fin de ce chapitre.

6.3.4 Front de charbon

Afin de comparer les évolutions des températures internes de chaque essences, le front de charbon a été déterminé en se basant sur les thermogrammes expérimentaux, en suivant l'isotherme 300 °C. La figure 6.10 montre l'avancement du front de charbon pour toutes les essences de bois étudiées à 15, 25, 35, 55 et 75 kW · m⁻².

En général, pour le même flux de chaleur, la progression du front de charbon est plus rapide pour les essences à faible densité que pour les essences denses, à l'exception du hêtre et du mélèze, pour certains flux. En ce qui concerne le mélèze, pour des flux de chaleur de 15 et 55 kW · m⁻², la progression du front de charbon est plus lente que pour le chêne qui a une masse volumique légèrement plus élevée. Pour les autres flux, la progression du front de charbon est similaire pour les deux essences. Quant au hêtre, l'avancement du front de charbon est plus rapide que celui du chêne, bien qu'ils aient presque la même masse volumique. Cela vaut pour tous les flux, à l'exception de 55 kW · m⁻².

6.4 Comparaison des essais sous air et sous atmosphère inerte

Dans cette section, les essais sous atmosphère inerte sont comparés aux essais sous air pour les flux de chaleur de 25 et 35 kW · m⁻². Le but étant d'observer l'effet de l'oxydation du charbon qui a eu lieu pour les essais sous air et non sous argon. La figure 6.11 compare les plateaux de MLRPUA ainsi que l'avancement de la position du front de charbon obtenus sous air et sous atmosphère inerte pour les différentes essences de bois pour un flux de chaleur de 35 kW · m⁻².

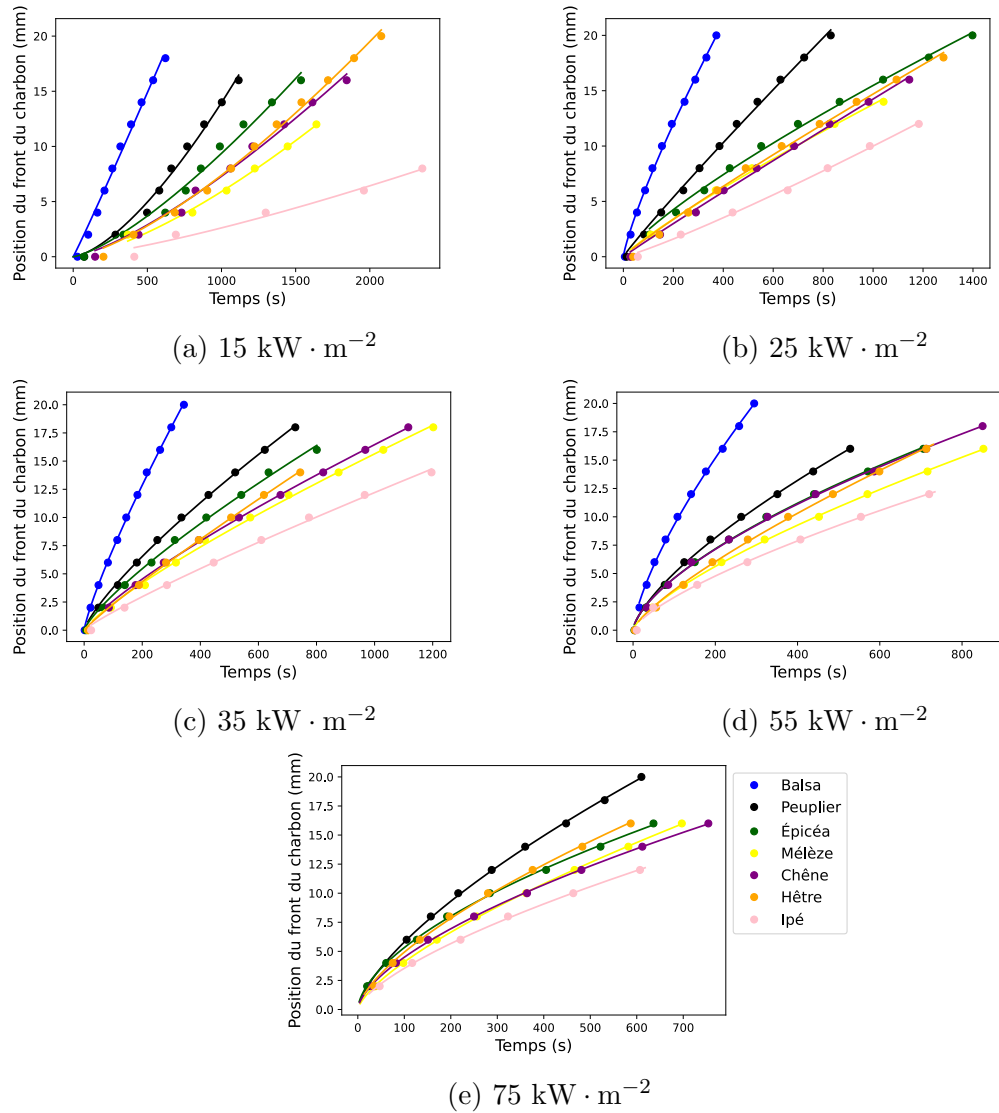


FIGURE 6.10 – Comparaison de la position du front de charbon pour les différentes essences de bois pour les flux de chaleur : $15, 25, 35, 55$ et $75 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

Dans la figure 6.11 (a), les plateaux de MLRPUA ont été calculés en moyennant les MLRPUA entre 500 et 600 secondes, pour les essais sous argon et sous air, c'est-à-dire sur le même intervalle de temps. Cette figure montre que les plateaux de MLRPUA sous air sont nettement plus élevés que ceux sous argon. En effet, en présence d'oxygène, le charbon se transforme en dioxyde de carbone, ce qui entraîne une augmentation du MLRPUA. De plus, l'enthalpie d'oxydation du charbon est assez élevée (36 000 joules par gramme de charbon [120]), ce qui contribue à la dégradation.

Pour toutes les essences, la figure 6.11 (b) montre que la vitesse de carbonisation est nettement plus élevée sous air que sous argon, ce qui est assez logique vu la chaleur importante dégagée lors du phénomène d'oxydation du charbon. En ce qui concerne le hêtre, il possède quasiment le même avancement de front de charbon sous air et sous

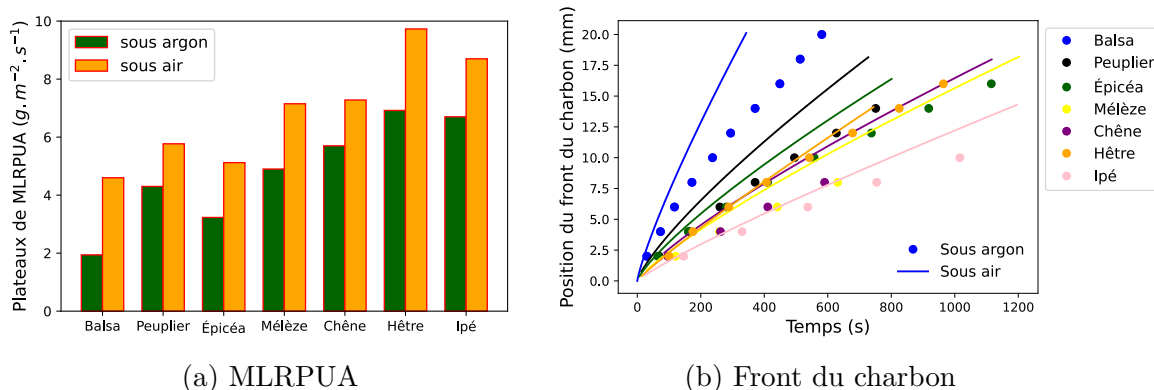


FIGURE 6.11 – Comparaison des plateaux de MLRPUA et de la position du front de charbon obtenus sous air et sous atmosphère inerte pour un flux de chaleur de $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, pour les différentes essences de bois.

argon. Ces résultats sont assez étonnants, surtout que la différence entre les plateaux de MLRPUA sous argon et sous air est supérieure à $2 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$. À première vue, il semble que les mesures de température dans le cas du hêtre ne soient pas assez fiables en raison de l'ouverture de l'échantillon en son milieu, ce qui conduit une mesure de la position du front de charbon non fiable. Cependant, il convient de rappeler que dans le quatrième chapitre, une inversion a été réalisée sur les mesures de perte en masse (**uniquement**) effectuées lors des essais sous argon (avec ouverture de l'échantillon), et les températures numériques et expérimentales ont été en bon accord, comme le montre la figure E.8. Ceci démontre que l'ouverture de l'échantillon ne conduit pas forcément à des mesures de température erronées (sauf pour les températures élevées). Ainsi, ce comportement exceptionnel du hêtre reste inexpliqué pour le moment.

6.5 Étude de l'oxydation du charbon

Le but de cette section est d'étudier le phénomène d'oxydation du charbon en découplant celui-ci des autres phénomènes et surtout de la pyrolyse. Pour ce faire, des essais spécifiques à différents flux de chaleur ont été réalisés sur des échantillons de charbon préparés au préalable, provenant des sept essences de bois. Cette section décrit la préparation des échantillons de charbon ainsi que les essais réalisés. Enfin, les résultats de ces essais sont présentés et analysés.

6.5.1 Préparation des échantillons du charbon

Les échantillons de charbon ont été préparés à partir d'échantillons de bois de différentes essences. Le procédé de fabrication consiste à exposer les échantillons de bois, initialement de dimensions de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ et d'une épaisseur de 5 cm , à une température d'environ $900 \text{ }^\circ\text{C}$, en l'absence d'oxygène, pendant plusieurs jours. La masse des échantillons de charbon ainsi préparés représente environ 30% de la masse initiale du bois. Ce pourcentage est élevé par rapport au rendement final de charbon obtenu par ATG (entre 15 et 20%). Cependant, en tenant compte du fait qu'il s'agit

d'échantillons de grandes dimensions, il est logique d'obtenir un rendement final en charbon élevé. En effet, le temps de résidence des goudrons dans l'échantillon est prolongé, favorisant ainsi les réactions secondaires et conduisant à une quantité de charbon plus importante, comme le montre le chapitre 2. D'autre part, il y a eu un rétrécissement important dans les différentes dimensions des échantillons de bois : 13 % dans le sens des fibres et 20 % dans le sens perpendiculaire aux fibres, approximativement.

Pour le balsa, le peuplier, l'épicéa et le mélèze, il a été possible d'obtenir certains échantillons de charbon non fissurés. Les échantillons de charbon de chêne présentent des fissures, de petites tailles. Cependant, les échantillons de hêtre et d'ipé présentent de grandes fissures et certains échantillons se sont cassés en plusieurs morceaux. La figure 6.12 présente un échantillon de charbon de chaque essence de bois étudiée.

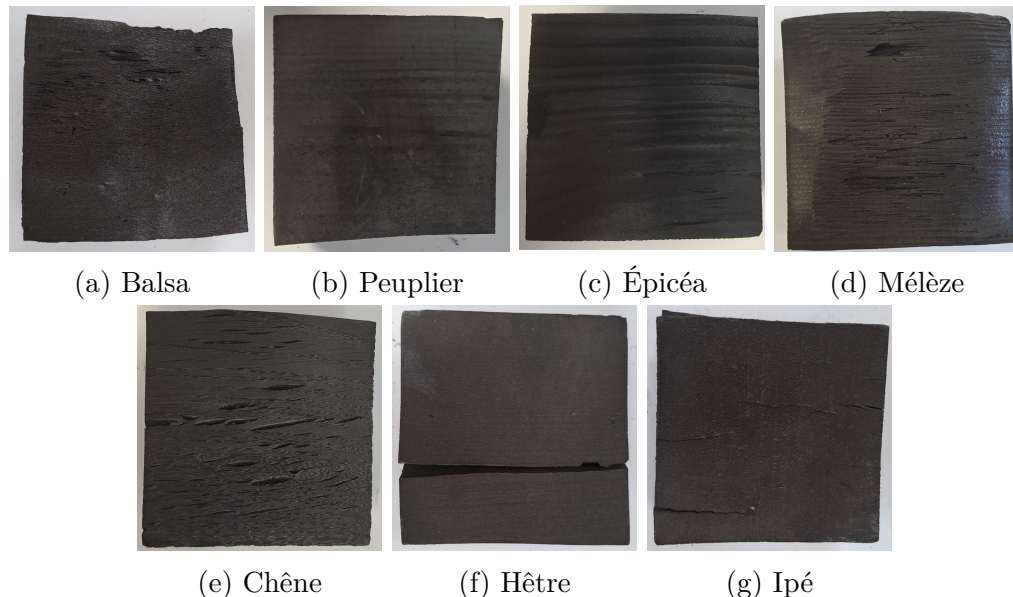


FIGURE 6.12 – Photos des échantillons de charbon de différentes essences de bois.

Un essai d'analyse thermogravimétrique a été réalisé sur le charbon de l'épicéa sous atmosphère inerte. Le but de cet essai était de contrôler si le charbon obtenu était stable et bien constitué uniquement de carbone fixe ou s'il persistait un certain pourcentage de matière susceptible de pyrolyser ou de dégazer à haute température. Quatre milligrammes du charbon massif ont été chauffés entre la température ambiante et 1000 °C avec une vitesse de chauffage de $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$. La perte en masse pendant cet essai était de 11,5 %, comme le montre la figure 6.13. Cette perte est due à deux facteurs :

- Le séchage du charbon : Les échantillons de charbon sont légèrement hygroscopiques et retiennent entre 2 et 3 % d'eau lorsqu'ils sont exposés aux conditions environnementales ambiantes. Le premier pic de perte de vitesse, observé dans la figure 6.13 (b) et se situant en dessous de 200 °C, correspond au séchage.
- La pyrolyse : le charbon n'est pas uniquement constitué de carbone fixe. Cela s'explique par le fait que la fabrication n'est pas réalisée avec un balayage

gazeux permettant l'évacuation des composés de pyrolyse (d'où le rendement élevé déjà mentionné).

Par ailleurs, un essai au cône calorimètre sous atmosphère inerte a été réalisé sur un échantillon de charbon de chêne sec, avec un flux de chaleur de $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Lors de cet essai, une perte de masse de 1,1 % de la masse initiale pendant 15 minutes a été constaté, ce qui est négligeable par rapport à la perte en masse due à l'oxydation du charbon lors d'essais réalisés sous air (voir section 6.5.3).

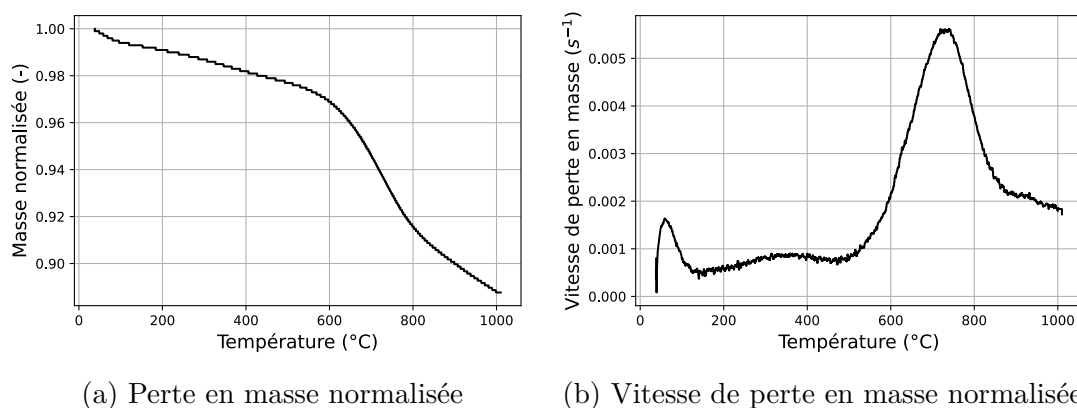


FIGURE 6.13 – Perte en masse normalisée et vitesse de perte en masse normalisée du charbon de l'épicéa en fonction de la température pour un vitesse de chauffage de $10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

6.5.2 Récapitulatif des essais

Pour le charbon d'épicéa, des essais à quatre flux de chaleur ont été réalisés : 15, 25, 35 et $55 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Le but de ces essais est de tester l'importance de l'aspect chimique dans le phénomène d'oxydation du charbon lors des essais au cône calorimètre. En effet, une légère variation du MLRPUA lorsque le flux de chaleur varie indique que l'aspect chimique n'a pas une influence significative à l'échelle du cône calorimètre. En revanche, des variations importantes du MLRPUA entre les différentes essences de bois montrent que l'aspect chimique a un effet significatif à cette échelle.

De plus, toutes les essences de bois étudiées ont été testées pour un flux de chaleur de $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Les échantillons testés ont été séchés dans une étuve à $105 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 24 heures.

6.5.3 Résultats et discussion

Cette section est divisée en deux parties. La première présente les essais réalisés sur le charbon d'épicéa à différents flux de chaleur. Dans la deuxième partie, les résultats obtenus pour les différentes essences de bois à $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ sont présentés.

Effet du flux de chaleur

La figure 6.14 montre l'évolution du MLRPUA et de la température de surface en fonction du temps pour un échantillon de charbon d'épicéa exposé à un flux de chaleur

de $15 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Au début de l'essai, il y a une légère perte de masse due au phénomène de séchage. Apparemment, l'échantillon reprend une légère quantité d'eau lorsqu'il est enlevé de l'étuve pour se refroidir avant l'essai. Ensuite, le MLRPUA reste nul jusqu'à 1500 secondes, où l'oxydation du charbon commence, comme le montre l'évolution de la température de surface. Ainsi, avant le début de l'oxydation du charbon, aucune perte de masse liée à la pyrolyse n'est observée. Donc, il est possible de considérer que la perte de masse obtenue lors des essais du charbon sous air est uniquement due au phénomène d'oxydation du charbon.

La figure 6.15 illustre l'évolution du MLRPUA et de la température de surface pour

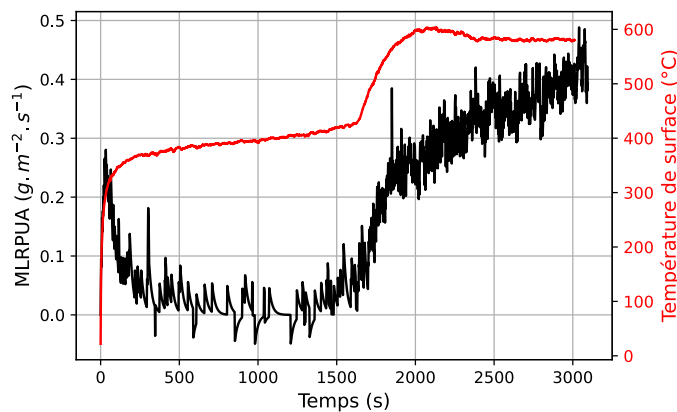


FIGURE 6.14 – Évolution du MLRPUA et de la température de surface pour un échantillon de charbon d'épicéa exposé à un flux de chaleur de $15 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

les échantillons de charbon d'épicéa exposés à des flux de chaleur de 25, 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Les résultats de l'essai à $15 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ ne sont pas présentés sur cette figure car l'oxydation du charbon à ce flux commence après 1500 s, ce qui est en dehors de la plage temporelle considérée dans la figure 6.15. Cette figure montre que les évolutions du MLRPUA et de la température de surface à 25 et 35 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$ suivent la même tendance que celle obtenue à $15 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, avec des valeurs de plateau qui augmentent avec le flux de chaleur. Pour le flux de chaleur à 55 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$, le pic de MLRPUA dû au séchage n'est pas observable car l'oxydation du charbon commence très rapidement lorsque l'échantillon est soumis au flux de chaleur. Le fait que le plateau de MLRPUA augmente lorsque le flux de chaleur augmente montre l'importance du régime chimique pour le phénomène d'oxydation du charbon à l'échelle du cône calorimètre. Ainsi, le développement d'un modèle cinétique avec des propriétés cinétiques bien calibrées est une étape nécessaire pour modéliser la dégradation et la combustion du bois à l'échelle du cône calorimètre.

Effet de l'essence du bois

La figure 6.16 compare l'évolution du MLRPUA et de la température de surface pour les échantillons de charbon de différentes essences de bois exposés à un flux de chaleur de 35 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Il convient de noter que la durée de l'essai pour le balsa a été plus courte que les autres essences du fait de sa faible densité. Cette figure montre qu'il y a des différences entre les essences de bois. Le charbon de balsa, de

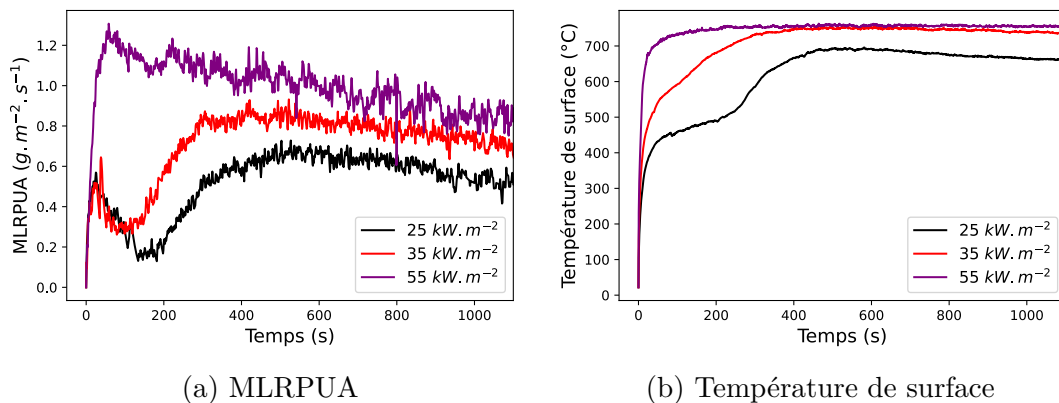


FIGURE 6.15 – Comparaison de l'évolution du MLRPUA et de la température de surface pour les échantillons de charbon d'épicéa exposés à des flux de chaleur de 25, 35 et 45 kW · m⁻².

peuplier, de mélèze et de hêtre débute à s'oxyder dès que l'essai commence. Cependant, concernant le sapin, le chêne et l'ipé, l'oxydation du charbon commence à des temps plus élevés. La figure 6.16 montre également qu'en général le MLRPUA augmente avec la densité, à l'exception du hêtre. En effet, le hêtre possède un MLRPUA plus élevé que le chêne ayant la même densité (ce qui est cohérent avec les résultats des essais du bois sous air), et il s'oxyde avant l'épicéa ayant une densité plus basse. Il peut y avoir plusieurs facteurs qui causent ce comportement du hêtre : la cinétique de l'oxydation, le transport de l'oxygène et le transfert de chaleur. Concernant la partie cinétique, Branca et Di Balasi [172] ont montré que celui du charbon de hêtre par ATG se produit à des températures plus basses que le pic de l'oxydation du sapin (17 °C de différence). Cependant, cette différence dans la cinétique ne semble pas suffisante afin d'expliquer cette différence entre le chêne et le hêtre. Les propriétés thermiques du chêne et du hêtre ne peuvent pas encore expliquer cette différence de comportement. En effet, les deux essences ont la même inertie (la chaleur spécifique est indépendante de l'essence), la conductivité du hêtre est plus élevée que celle du chêne, par conséquent, le flux conductif dans le cas du hêtre est plus élevé, ainsi la température de surface du hêtre devrait être plus faible, mais ce n'est pas le cas. Ainsi, il n'y a que la perméabilité à l'oxygène (similaire à la perméabilité à l'air) qui peut expliquer cette différence de comportement. Malheureusement, la littérature ne présente pas de valeurs de perméabilité du charbon de différentes essences de bois, pour comparer le hêtre et le chêne. Cependant, le hêtre vierge est plus perméable que le chêne (tableau 4.6) et il ne serait pas étonnant que le charbon de hêtre soit plus perméable que le charbon de chêne.

6.6 Validation du modèle de pyrolyse 3D

Comme évoqué dans la section 6.3, lors des essais réalisés sur le bois sous air à bas flux (15 et 25 kW · m⁻²), l'oxydation du charbon ne débute pas immédiatement dès le début de l'essai, mais nécessite un certain temps pour que la température de surface atteigne une valeur seuil spécifique. Dans cette section, le modèle de pyrolyse 3D déve-

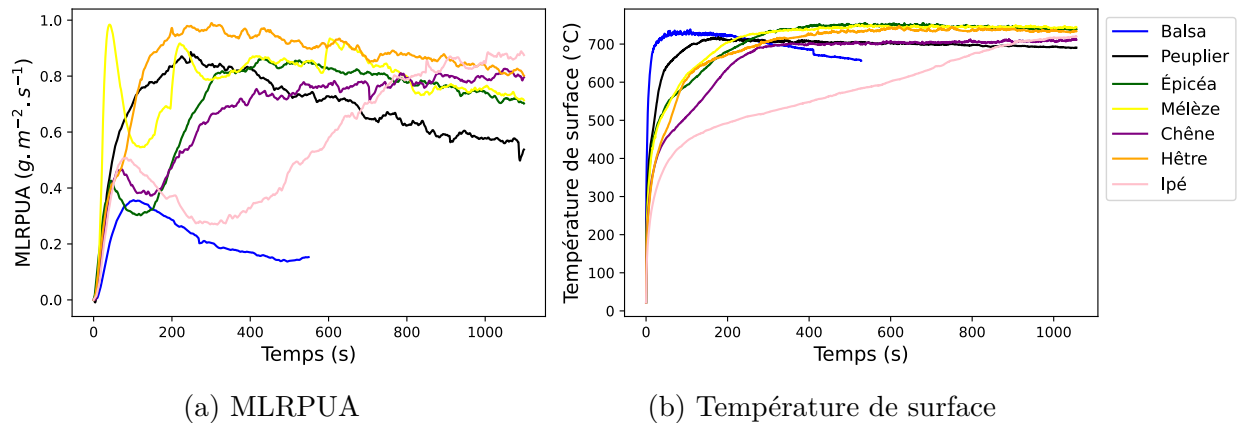


FIGURE 6.16 – Comparaison de l'évolution du MLRPUA et de la température de surface pour les échantillons de charbon de différentes essences de bois exposés à un flux de chaleur de $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

loppé au chapitre 5 est utilisé pour prédire les essais réalisés sous air sur l'épicéa à 15, 25 et $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. La figure 6.17 montre la comparaison entre les thermogrammes numériques et expérimentaux obtenus lors de ces essais. Les thermogrammes numériques ont été calculés à partir du modèle de pyrolyse en 3D en utilisant la masse volumique des échantillons testés sous air et les conditions aux limites estimées à partir des essais sur le silicate de calcium dans la section 6.2. Les autres propriétés utilisées dans le modèle sont celles montrées dans la section 5.3. Il s'agit d'une simulation directe, où toutes les propriétés sont connues au préalable. Pour un flux de chaleur de $15 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, la figure 6.17 (a) montre que les thermogrammes expérimentaux et numériques sont en bon accord jusqu'à environ 450 secondes, moment où l'oxydation du charbon commence, comme en témoigne la température de surface et le MLRPUA présenté dans la figure 6.18. Une tendance similaire est observée dans la figure 6.17 (b) pour un flux de chaleur de $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, mais jusqu'à environ 140 secondes. Cependant, le modèle sous-estime largement les thermogrammes expérimentaux obtenus à $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, étant donné que l'oxydation du charbon commence dès le début de l'essai. Concernant les MLRPUA montrés dans la figure 6.18, on observe également qu'au début des essais, les MLRPUA numériques et expérimentaux sont proches, mais une fois que l'oxydation débute, il y a des écarts importants entre eux. Le MLRPUA expérimental est presque le double de celui numérique calculé sans prendre en compte l'oxydation. Ces résultats attestent une nouvelle fois la validité du modèle. Ils soulignent également les écarts plus ou moins importants (selon le flux de chaleur incident) générés par l'oxydation du charbon. Sa prise en compte dans le modèle constitue véritablement la plus grande perspective de ce travail de thèse.

6.7 Conclusion

Après avoir développé un modèle 3D de dégradation du bois capable de prédire la perte de masse, la vitesse de perte de masse, ainsi que la température au sein du bois se dégradant sous atmosphère inerte, le but de ce chapitre était d'obtenir des

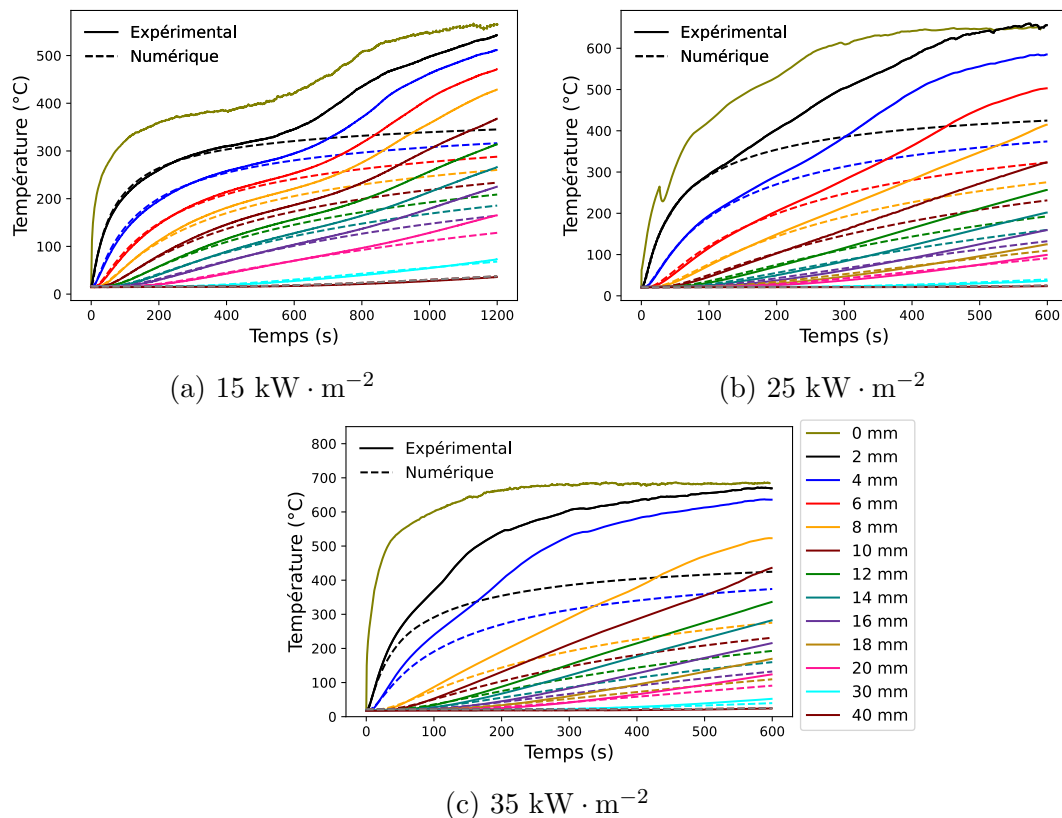


FIGURE 6.17 – Comparaison des thermogrammes numériques et expérimentaux obtenus lors des essais de l'épicéa sous air à 15, 25 et 35 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

données expérimentales en vue de compléter le modèle pour décrire la combustion du bois sous air. À cette fin, des essais spécifiques ont été réalisés sur différentes essences de bois sec sous air, pour différents flux de chaleur variant entre 15 et 75 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Pour les flux de chaleur inférieurs à 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$, les gaz de pyrolyse ne s'enflamment pas et ces essais seront principalement utilisés pour modéliser l'oxydation du charbon. Pour les flux de chaleur plus élevés, les gaz de pyrolyse s'enflamment et les essais réalisés pour de tels flux seront utilisés pour incorporer l'effet de la flamme dans le modèle.

Comme dans le chapitre précédent, une attention particulière a été accordée à la détermination des conditions aux limites thermiques. Pour cela, des tests ont été effectués avec un matériau inerte (silicate de calcium) à six flux de chaleur différents : 15, 25, 35, 55 et 75 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Une méthode inverse a été appliquée sur les thermogrammes obtenus pour tous les flux de chaleur simultanément, afin de déterminer les conditions aux limites thermiques ainsi que la conductivité du silicate de calcium. Les coefficients de convection obtenus sont de 9,7 et 13,5 $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$, pour la face exposée au cône et la face arrière de l'échantillon, respectivement. Ces valeurs sont cohérentes avec les valeurs de coefficient de convection calculées à partir des corrélations de convection naturelle. La conductivité du silicate estimée par inversion était en bon accord avec celle mesurée par fil chaud, assurant ainsi la fiabilité des résultats obtenus. Les thermogrammes expérimentaux et numériques obtenus concordent bien, ce qui montre qu'il n'est pas nécessaire

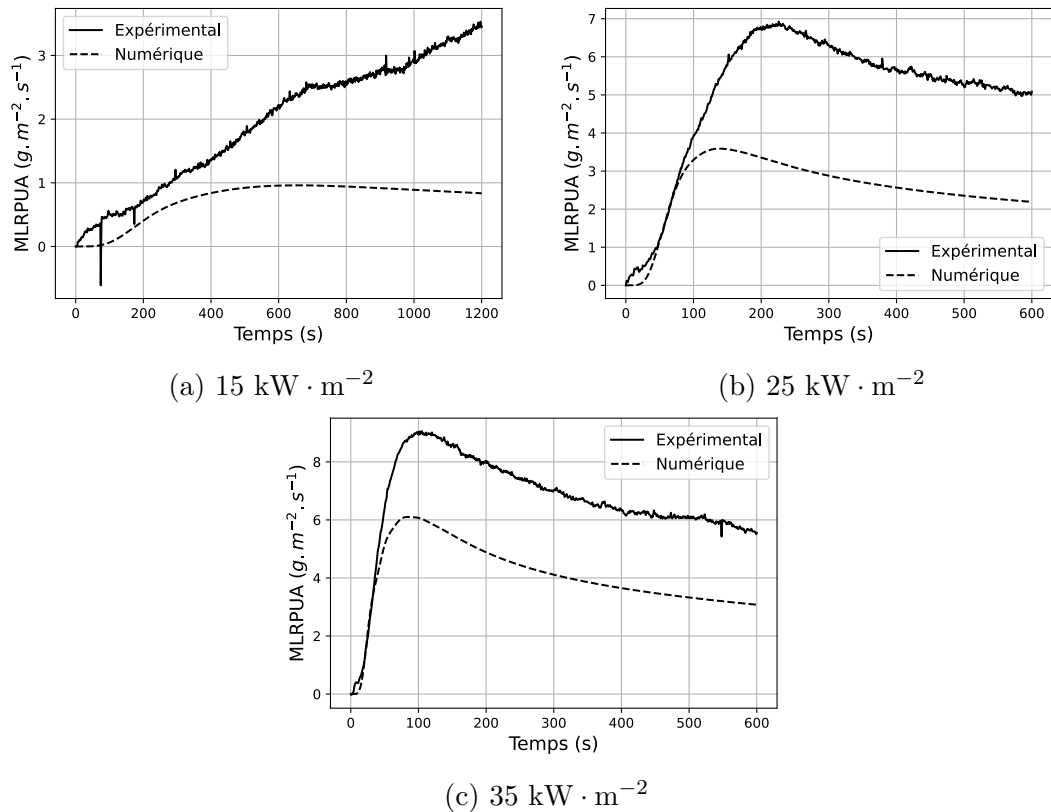


FIGURE 6.18 – Comparaison des MLRPUA numériques et expérimentaux obtenus lors des essais de l'épicéa sous air à 15, 25 et 35 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

de définir un coefficient de convection pour chaque flux de chaleur au cône calorimètre.

Les essais réalisés sur les essences de bois à différents flux de chaleur ont montré que les plateaux de MLRPUA ainsi que l'avancement du front de charbon varient entre les essences de bois. La masse volumique joue un rôle majeur dans le comportement de la dégradation et de la combustion du bois à l'échelle du cône calorimètre. En effet, plus la masse volumique augmente, plus le plateau de MLRPUA est élevé et plus l'avancement du charbon est lent, à l'exception de certaines essences (peuplier et hêtre). Les résultats sous air suivent la même tendance que les essais sous argon. Ainsi, les conductivités à haute température et la cinétique de pyrolyse sont les facteurs les plus importants qui contrôlent le comportement d'un échantillon de bois sollicité par une source de chaleur. Toutefois, certaines observations ont montré que le phénomène d'oxydation du charbon semble varier entre les essences.

Afin de se concentrer sur le phénomène d'oxydation du charbon, des essais ont été réalisés sur des échantillons de charbon préparés au préalable. Avant de réaliser les essais, les échantillons ont été testés par ATG et au cône sous atmosphère inerte. Ces tests ont montré que lorsqu'un échantillon de charbon est soumis à une source de chaleur sous air, la perte de masse résultante peut être attribuée principalement à l'oxydation du charbon. Des essais réalisés sur le charbon de sapin à 4 flux de chaleur différents : 15, 25, 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$ ont montré l'importance du régime

chimique pour le phénomène d'oxydation du charbon à l'échelle du cône calorimètre. Ainsi, le développement d'un modèle cinétique avec des propriétés cinétiques bien calibrées est une étape nécessaire pour modéliser la dégradation et la combustion du bois à l'échelle du cône calorimètre. Des essais réalisés sur des échantillons des différentes essences de bois à un flux de chaleur de $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ ont montré que le plateau de MLRPUA augmentait avec la densité à l'exception du hêtre. Apparemment, le charbon du hêtre semble plus perméable que les autres essences de bois.

Les données expérimentales obtenues dans ce chapitre seront très utiles en vue d'inclure le phénomène d'oxydation du charbon ainsi que la flamme dans le modèle de dégradation du bois 3D développé lors de ce travail de thèse.

Chapitre 7

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

L'objectif principal de cette thèse était de modéliser la dégradation et la combustion du bois en situation d'incendie à l'échelle du cône calorimètre. Cette dégradation implique de nombreux processus qui interagissent entre eux, tels que le séchage, la pyrolyse et la combustion avec ou sans flamme, entraînant des transferts de chaleur et de masse. Vu la complexité d'étudier tous ces phénomènes simultanément, la stratégie adoptée a consisté à séparer les différents phénomènes par le biais de modèles et d'expériences spécifiques. Chaque phénomène a ensuite été considéré individuellement avant d'être couplé avec les autres. De plus, l'ensemble du travail a été réalisé en utilisant du bois sec afin d'éliminer l'effet de l'eau et de simplifier le problème. Dans ce travail, huit essences de bois ont été étudiées : le balsa, le peuplier, l'épicéa, le sapin, le mélèze, le chêne, le hêtre et l'ipé. Ces essences ont été choisies afin de couvrir une large plage de masse volumique allant de 100 à 1000 kg·m⁻³.

Dans un premier temps, des méthodes de caractérisation spécifiques ont été utilisées afin de déterminer les propriétés thermiques du bois et du charbon. La porosité des différentes essences de bois a été mesurée, montrant des variations entre 30 % et 93 %. La masse volumique de la phase solide du bois s'est avérée être d'environ 1450 kg · m⁻³, indépendamment de l'essence de bois. Les mesures de capacité thermique réalisées sur le bois sec ont révélé une indépendance par rapport à l'essence de bois et à la masse volumique et une dépendance linéaire avec la température. Des mesures similaires ont été effectuées sur le charbon, montrant des tendances similaires. En utilisant la technique du fil chaud parallèle anisotrope, les conductivités thermiques (transverse et parallèle) des essences de bois ont été caractérisées dans une plage de température allant de 20 à 160 °C. Les résultats ont montré une dépendance à la masse volumique, à la température et à la teneur en eau. La conductivité transversale augmente avec la température, tandis que la conductivité longitudinale reste stable ou diminue légèrement. En ce qui concerne l'influence de la teneur en eau, la conductivité thermique du bois humide s'est révélée supérieure à celle du bois sec, en particulier dans la direction transversale. La présence d'eau a un impact limité sur la conductivité longitudinale des essences denses. Des corrélations linéaires entre la conductivité et la masse volumique sèche ont été établies. Enfin, les propriétés radiatives du bois

ont été étudiées, montrant que l'émissivité varie selon l'essence de bois et diminue légèrement avec l'augmentation de la température de surface du bois tant que celle-ci est inférieure à la température à laquelle la pyrolyse du bois commence. Au delà, l'émissivité varie de manière complexe (cette évolution transitoire n'a pas été étudiée dans le cadre de ce travail) pour atteindre une valeur proche de 0,93 dès lors que la surface est carbonisée. L'absorptivité varie également en fonction de l'essence de bois, les essences claires dans le visible (exemple balsa, peuplier) ayant une absorptivité plus faible que les essences plus sombres (par exemple l'ipé).

Dans le but de valider les propriétés thermiques mesurées précédemment, une attention particulière a été accordée au transfert de chaleur lors des essais au cône calorimètre avant l'initiation de la pyrolyse. Pour ce faire, une série d'expériences a été menée sur différentes essences de bois en utilisant un faible flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$. Ce choix de flux visait à maintenir la température à l'intérieur des échantillons de bois en dessous de $200 \text{ }^\circ\text{C}$, afin d'éviter les réactions de pyrolyse. Une attention particulière a été portée à l'évaluation de l'uniformité du flux de chaleur appliqué à l'échantillon. Une nouvelle méthode pour estimer la distribution du flux de chaleur sur la surface exposée au cône a été développée. Cette technique impliquait l'utilisation d'une fine plaque d'alumine exposée au cône calorimètre et d'une caméra infrarouge pour mesurer le flux de chaleur transmis par la plaque. En comparant ce signal à celui obtenu en exposant la plaque à un corps noir, il a été possible de déterminer la distribution du flux de chaleur. La cartographie du flux de chaleur a ensuite été intégrée dans un modèle de transfert de chaleur en 3D développé en Python. Ce modèle a réussi à prédire les variations de température mesurées à 21 positions différentes le long de la surface exposée au cône et à 7 profondeurs pour chaque position. Finalement, une méthode inverse a été appliquée aux mesures de température effectuées lors des essais à $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ pour toutes les essences de bois, en utilisant le modèle thermique en 3D. L'objectif était d'estimer les conditions aux limites thermiques et la conductivité thermique du bois dans la direction perpendiculaire aux fibres. Les résultats obtenus étaient en bon accord avec les données expérimentales, et les valeurs de conductivité thermique obtenues pour les différentes essences de bois ont été cohérentes avec celles mesurées par la méthode du fil chaud. De plus, les valeurs de coefficient de transfert de chaleur convectif sont conformes aux corrélations de convection naturelle. Ces résultats renforcent la fiabilité des mesures du fil chaud et de la technique de mesure de cartographie du flux de chaleur reçu.

Après avoir maîtrisé le transfert de chaleur avant le début de la pyrolyse, la dégradation du bois à l'échelle matière a été étudiée. À cette échelle, les transferts de chaleur et de masse à l'intérieur du bois sont négligés, ce qui permet de se focaliser sur la cinétique de dégradation et l'enthalpie de pyrolyse. Tout d'abord, la composition chimique des différentes essences de bois a été déterminée, incluant la composition élémentaire, la composition minérale, et la composition en polymères tels que les extractibles, les hémicelluloses, la cellulose et la lignine. Les compositions élémentaires étaient similaires entre les essences, mais la teneur en minéraux était plus élevée dans le balsa. La composition en fibres variait considérablement d'une essence à l'autre. Des essais ATG ont été réalisés sur les huit essences de bois à trois vitesses de chauffage,

sous atmosphère inerte. Bien qu'il y ait eu des variations dans la perte en masse et la vitesse de perte en masse, le mécanisme réactionnel utilisé, composé de trois réactions parallèles a permis d'obtenir un bon accord avec les résultats expérimentaux. Une méthode inverse a été employée pour estimer les propriétés cinétiques du modèle pour toutes les essences de bois, résultant sur une très bonne concordance entre résultats numériques et expérimentaux. Des essais DSC ont été effectués sur les différentes essences à une vitesse de chauffage de $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$, sous atmosphère inerte. Ces essais ont montré trois étapes de décomposition pour toutes les essences de bois, avec un pic exothermique lié à la dégradation de l'hémicellulose, un pic endothermique associé à la dégradation de la cellulose, et un pic exothermique correspondant au processus de carbonisation. Les mesures de la capacité thermique ont permis de séparer la chaleur sensible de la chaleur de réaction. Cependant, la dépendance de ces chaleurs de réaction par rapport au débit de gaz de balayage a été observée, en raison de processus concurrents d'évaporation de goudron et de formation de charbon secondaire. Pour améliorer la correspondance avec les résultats expérimentaux, une quatrième réaction a été ajoutée au modèle cinétique, permettant de prédire le flux de chaleur mesuré par DSC. En résumé, ce travail a permis de développer un modèle cinétique capable de prédire la perte en masse, la vitesse de perte en masse et le flux de chaleur absorbé ou généré par le bois en fonction de la température, pour différentes vitesses de chauffage, débits de gaz de balayage et essences de bois. Il a été également établi que l'enthalpie de pyrolyse diminue linéairement avec le rendement final en charbon.

Ensuite, la dégradation du bois thermiquement épais a été modélisée en se basant sur une série d'essais réalisée au cône calorimètre pour les huit essences de bois, sous atmosphère inerte. Au préalable, des essais ont été menés au cône calorimètre sur un matériau inerte (Silcal 1100[®]) sous atmosphère inerte à 25, 35 et 45 $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$. L'objectif était de caractériser les conditions aux limites du transfert de chaleur pour les essais effectués sur des échantillons de bois dans les mêmes conditions. Une méthode inverse a été appliquée aux températures en profondeur d'un échantillon de silicate de calcium en utilisant un modèle de transfert de chaleur en 3D, afin d'estimer les coefficients de transfert de chaleur convectifs et la conductivité thermique de cet échantillon. Les résultats ont montré que la conductivité thermique du silicate de calcium obtenue par optimisation était en bon accord avec la conductivité thermique mesurée par la technique du fil chaud. Par conséquent, les autres paramètres obtenus par optimisation, tels que le coefficient de transfert de chaleur convectif, peuvent être considérés comme fiables. Enfin, un modèle de pyrolyse en 3D a été développé en couplant le modèle cinétique, déjà développé, avec le modèle de transfert de chaleur en 3D. Toutes les propriétés du bois ont été mesurées expérimentalement, telles que l'émissivité, l'absorptivité, la capacité thermique du bois, la capacité thermique du charbon jusqu'à 600 °C, la conductivité thermique dans les directions transversale et longitudinale jusqu'à 160 °C. Les chaleurs de réaction ont également été déterminées par DSC. Les conditions aux limites estimées à partir des tests sur le silicate de calcium ont été utilisées et la seule propriété laissée inconnue était la conductivité thermique au-dessus de 200 °C. Cette dernière propriété a été estimée par une méthode inverse appliquée sur les mesures de perte en masse uniquement. Pour toutes les essences de bois, les résultats obtenus avec le modèle de

pyrolyse en 3D s'avèrent être en très bon accord avec les résultats expérimentaux, et la conductivité thermique obtenue au-dessus de 200 °C semble physiquement plausible.

Finalement, des données expérimentales ont été collectées pour enrichir le modèle en vue de décrire la combustion du bois sous air. Pour cela, des essais ont été menés sur différentes essences de bois sec exposées à des flux de chaleur variés, allant de 15 à 75 kW · m⁻². Pour les flux de chaleur inférieurs à 45 kW · m⁻², les gaz de pyrolyse ne s'enflamment pas, et ces essais serviront principalement dans le futur à modéliser l'oxydation du charbon. Pour les flux de chaleur plus élevés, où les gaz de pyrolyse s'enflamment, les essais correspondants seront utilisés pour incorporer l'effet de la flamme dans le modèle. La détermination précise des conditions aux limites thermiques a été une préoccupation majeure, et des tests ont été effectués avec un matériau inerte (silicate de calcium) à six niveaux de flux de chaleur différents, allant de 15 à 75 kW · m⁻². Une méthode inverse a été employée sur les thermogrammes obtenus pour tous les flux de chaleur, permettant de déterminer les coefficients de transfert de chaleur convectifs ainsi que la conductivité thermique du silicate de calcium. Les résultats ont montré que les coefficients de convection obtenus sont en accord avec les valeurs calculées à partir des corrélations de convection naturelle, renforçant ainsi la vraisemblance des paramètres obtenus. La comparaison entre les thermogrammes expérimentaux et numériques a confirmé qu'il n'était pas nécessaire de définir un coefficient de convection spécifique pour chaque flux de chaleur au cône calorimètre. Les essais effectués sur différentes essences de bois à divers flux de chaleur ont révélé que les plateaux de MLRPUA et l'avancement du front de charbon varient selon les essences de bois. La masse volumique a été identifiée comme un facteur important dans le comportement de dégradation et de combustion du bois à l'échelle du cône calorimètre. En général, une masse volumique plus élevée s'accompagne d'un plateau de MLRPUA plus élevé et d'une progression plus lente du charbon, à l'exception de certaines essences telles que le peuplier et le hêtre. Ces observations sous air suivent la même tendance que les essais sous argon. Cela souligne l'importance des conductivités à haute température et de la cinétique de pyrolyse comme facteurs clés dans le comportement des échantillons de bois exposés à une source de chaleur. Cependant, il est à noter que le phénomène d'oxydation du charbon semble varier entre les essences de bois. Pour mieux comprendre le processus d'oxydation du charbon, des essais ont été menés spécifiquement sur des échantillons de charbon préparés au préalable. Ces essais ont souligné l'importance du régime chimique dans le phénomène d'oxydation du charbon à l'échelle du cône calorimètre. Ainsi, le développement d'un modèle cinétique précis avec des propriétés cinétiques correctement calibrées est essentiel pour modéliser la dégradation et la combustion du bois à cette échelle. Les essais réalisés sur diverses essences de bois à un flux de chaleur de 35 kW · m⁻² ont montré que le plateau de MLRPUA augmente en fonction de la densité, sauf dans le cas du hêtre. Cela suggère que le charbon du hêtre peut être plus perméable que celui des autres essences de bois.

Perspectives

Toutes les propriétés thermiques du bois et du charbon ont été mesurées dans ce travail pour différentes essences de bois, à l'exception de la conductivité thermique

au-dessus de 200 °C. En effet, aucune étude dans la littérature ne fournit de mesures de cette propriété. Notre perspective est de mesurer la conductivité du charbon préparé au préalable (section 6.5.1) en utilisant la méthode du fil chaud parallèle. Le défi principal dans de telles mesures est de parvenir à éviter complètement l'oxydation du charbon. Des essais préliminaires ont été réalisés en insérant les échantillons de charbon préparés dans la section 6.5.1 dans une chambre spécifique préparée par l'équipe technique du LEMTA. Cette chambre permet de faire passer le fil électrique et le thermocouple nécessaires pour effectuer une mesure par fil chaud tout en maintenant une atmosphère complètement inerte. Ce travail sera finalisé dans un futur proche.

En outre, le modèle 3D de dégradation du bois sera amélioré afin d'inclure les phénomènes d'oxydation du charbon et l'effet de la flamme. La fiabilité du modèle final sera testée à partir des données expérimentales obtenues lors de la campagne expérimentale réalisée sur les différentes essences de bois et à différents flux de chaleur sous air.

Dans ce qui précède, tous les essais à l'échelle du cône ont été réalisés sur du bois sec afin de simplifier le problème. En effet, le séchage est complexe et englobe plusieurs phénomènes qui ont lieu simultanément : désorption de l'eau liée, évaporation, capillarité, diffusion... La perspective de ce travail est de prendre en compte tous ces phénomènes dans le modèle 3D de pyrolyse en se basant sur des essais réalisés sur du bois humide. En effet, étant donné que l'échantillon de bois ne se dégrade pas lors d'un essai à $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$, il est possible de faire plusieurs essais avec le même échantillon, en variant la teneur en eau de cet échantillon de 0 % (sec) à 30 % (la teneur en eau maximale que le bois peut atteindre sans être immergé dans l'eau). Un tel travail permettrait de modéliser les transferts de l'eau ainsi que le phénomène d'évaporation.

Bibliographie

- [1] L. Terrei, *Comportement au feu du matériau bois : auto-inflammation, dégradation et auto-extinction*. PhD thesis, Université de Lorraine, 2020.
- [2] L. Terrei, Z. Acem, V. Marchetti, P. Lardet, P. Boulet, and G. Parent, “In-depth wood temperature measurement using embedded thin wire thermocouples in cone calorimeter tests,” *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 162, p. 106686, Apr. 2021.
- [3] T. Salem, *Séchage intermittent du bois d’oeuvre : étude expérimentale et numérique*. PhD thesis, Université de Lorraine, 2016.
- [4] B. Batiot, P. Boulet, A. Cablé, K. Chetehouna, A. Coppalle, A. Collin, J.-P. Garo, D. Morvan, F. Richard, T. Rogau, *et al.*, “Mécanismes, enjeux et verrous scientifiques intervenant dans les incendies de grande ampleur. le cas de la cathédrale notre-dame de paris.”
- [5] F. F. Kollmann, W. A. Côté, and F. F. Kollmann, “Physics of wood,” *Principles of Wood Science and Technology : I Solid Wood*, pp. 160–291, 1968.
- [6] W. Ai, H. Duval, F. Pierre, and P. Perre, “A novel device to measure gaseous permeability over a wide range of pressures : characterisation of slip flow for norway spruce, european beech, and wood-based materials,” *Holzforschung*, vol. 71, no. 2, pp. 147–162, 2017.
- [7] T. Lihra, A. Cloutier, and S.-Y. Zhang, “Longitudinal and transverse permeability of balsam fir wetwood and normal heartwood,” *Wood and Fiber Science*, pp. 164–178, 2000.
- [8] J.-M. Husson, “Loi de comportement viscoélastique avec effet mémoire. application à la mécanosorption dans le bois,” *thèse de doctorat, Université de Limoges*, 2009.
- [9] M. Norimoto and J. Gril, “Wood bending using microwave heating,” *Journal of microwave power and electromagnetic energy*, vol. 24, no. 4, pp. 203–212, 1989.
- [10] K. Bytebier, *Etude du comportement mécanique de la paroi cellulaire du bois par Microscopie à Force Atomique*. PhD thesis, Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2009.
- [11] V. Dhyani and T. Bhaskar, “A comprehensive review on the pyrolysis of lignocellulosic biomass,” *Renewable Energy*, vol. 129, pp. 695–716, Dec. 2018.
- [12] W. Wang, R. Lemaire, A. Bensakhria, and D. Luart, “Review on the catalytic effects of alkali and alkaline earth metals (aaems) including sodium, potassium, calcium and magnesium on the pyrolysis of lignocellulosic biomass and on the

- co-pyrolysis of coal with biomass,” *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, p. 105479, 2022.
- [13] S. Benkorichi, T. Fateh, F. Richard, J.-L. Consalvi, and A. Nadjai, “Investigation of thermal degradation of pine needles using multi-step reaction mechanisms,” *Fire Safety Journal*, vol. 91, pp. 811–819, July 2017.
- [14] C. Branca, A. Albano, and C. Di Blasi, “Critical evaluation of global mechanisms of wood devolatilization,” *Thermochimica Acta*, vol. 429, pp. 133–141, May 2005.
- [15] D. Cancellieri, E. Innocenti, and V. Leroy-Cancellieri, “Wingpyro : A software platform for kinetic study of forest fuels,” *Fire safety journal*, vol. 58, pp. 103–111, 2013.
- [16] Z. Chen, M. Hu, X. Zhu, D. Guo, S. Liu, Z. Hu, B. Xiao, J. Wang, and M. Laghari, “Characteristics and kinetic study on pyrolysis of five lignocellulosic biomass via thermogravimetric analysis,” *Bioresource Technology*, vol. 192, pp. 441–450, 2015.
- [17] T. Fateh, T. Rogaume, J. Luche, F. Richard, and F. Jabouille, “Kinetic and mechanism of the thermal degradation of a plywood by using thermogravimetry and fourier-transformed infrared spectroscopy analysis in nitrogen and air atmosphere,” *Fire safety journal*, vol. 58, pp. 25–37, 2013.
- [18] T. Fateh, F. Richard, J. Zaida, T. Rogaume, and P. Joseph, “Multi-scale experimental investigations of the thermal degradation of pine needles,” *Fire and Materials*, vol. 41, no. 6, pp. 654–674, 2017.
- [19] M. G. Grønli, G. Várhegyi, and C. Di Blasi, “Thermogravimetric analysis and devolatilization kinetics of wood,” *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 41, no. 17, pp. 4201–4208, 2002.
- [20] C. A. Koufopoulos, A. Lucchesi, and G. Maschio, “Kinetic modelling of the pyrolysis of biomass and biomass components,” *Can. J. Chem. Eng.*, vol. 67, pp. 75–84, Feb. 1989.
- [21] C. Branca and C. D. Blasi, “Kinetics of the isothermal degradation of wood in the temperature range 528–708 K,” *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, p. 13, 2003.
- [22] C. Di Blasi and C. Branca, “Kinetics of primary product formation from wood pyrolysis,” *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 40, no. 23, pp. 5547–5556, 2001.
- [23] F. Thurner and U. Mann, “Kinetic investigation of wood pyrolysis,” *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*, vol. 20, no. 3, pp. 482–488, 1981.
- [24] J. Gong and L. Yang, “A review on flaming ignition of solid combustibles : Pyrolysis kinetics, experimental methods and modelling,” *Fire Technology*, pp. 1–98, 2022.
- [25] R. Narayan and M. J. Antal, “Thermal lag, fusion, and the compensation effect during biomass pyrolysis,” *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 35, no. 5, pp. 1711–1721, 1996.
- [26] A. Thiry-Muller, *Modélisation de la décomposition thermique des solides*. PhD thesis, Université de Lorraine, 2018.

- [27] T. Fateh, F. Richard, T. Rogaume, and P. Joseph, "Experimental and modelling studies on the kinetics and mechanisms of thermal degradation of polymethyl methacrylate in nitrogen and air," *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, vol. 120, pp. 423–433, 2016.
- [28] H. Yang, R. Yan, H. Chen, D. H. Lee, and C. Zheng, "Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis," *Fuel*, vol. 86, pp. 1781–1788, Aug. 2007.
- [29] V. Tihay, C. Boulnois, and P. Gillard, "Influence of oxygen concentration on the kinetics of cellulose wadding degradation," *Thermochimica acta*, vol. 525, no. 1-2, pp. 16–24, 2011.
- [30] P. Robert *et al.*, "De la foret aux chaufferies a bois a alimentation automatique dans l'industrie, l'habitat collectif et le tertiaire," 1984.
- [31] C. Fairbridge, R. Ross, and S. Sood, "A kinetic and surface study of the thermal decomposition of cellulose powder in inert and oxidizing atmospheres," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 22, no. 2, pp. 497–510, 1978.
- [32] B. M. Wagenaar, W. Prins, and W. van Swaaij, "Pyrolysis of biomass in the rotating cone reactor : modelling and experimental justification," *Chemical Engineering Science*, vol. 49, pp. 5109–5126, 1994.
- [33] M. J. Antal Jr, W. S. Mok, G. Varhegyi, and T. Szekely, "Review of methods for improving the yield of charcoal from biomass," *Energy & Fuels*, vol. 4, no. 3, pp. 221–225, 1990.
- [34] K. A. Murty and P. L. Blackshear Jr, "Pyrolysis effects in the transfer of heat and mass in thermally decomposing organic solids," in *Symposium (International) on Combustion*, vol. 11, pp. 517–523, Elsevier, 1967.
- [35] C. Di Blasi, "Modeling and simulation of combustion processes of charring and non-charring solid fuels," *Progress in energy and combustion science*, vol. 19, no. 1, pp. 71–104, 1993.
- [36] F. Shafizadeh and P. P. Chin, "Thermal deterioration of wood," ACS Publications, 1977.
- [37] R. Font, A. Marcilla, J. Devesa, and E. Verdú, "Gas production by almond shell pyrolysis at high temperature," *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, vol. 28, no. 1, pp. 13–27, 1994.
- [38] L. Terrei, G. Gerandi, H. Flity, V. Tihay-Felicelli, Z. Acem, G. Parent, and P.-A. Santoni, "Experimental and numerical multi-scale study of spruce wood degradation under inert atmosphere," *Fire Safety Journal*, vol. 130, p. 103598, June 2022.
- [39] C. Di Blasi, "Modeling chemical and physical processes of wood and biomass pyrolysis," *Progress in energy and combustion science*, vol. 34, no. 1, pp. 47–90, 2008.
- [40] C. Branca and C. Di Blasi, "Global interinsic kinetics of wood oxidation," *Fuel*, vol. 83, no. 1, pp. 81–87, 2004.
- [41] R. Sharma, P. N. Sheth, and A. M. Gujrathi, "Kinetic modeling and simulation : Pyrolysis of jatropha residue de-oiled cake," *Renewable Energy*, vol. 86, pp. 554–562, 2016.

- [42] A. G. Barneto, J. A. Carmona, J. E. M. Alfonso, and R. S. Serrano, "Simulation of the thermogravimetry analysis of three non-wood pulps," *Bioresource Technology*, vol. 101, pp. 3220–3229, May 2010.
- [43] J. Gong and M. Zhang, "Pyrolysis and autoignition behaviors of oriented strand board under power-law radiation," *Renewable Energy*, vol. 182, pp. 946–957, Jan. 2022.
- [44] F. J. Kilzer and A. Broido, "Speculations on nature of cellulose pyrolysis," *Pyrodynamic*, vol. 2, no. 2-3, p. 151, 1965.
- [45] M. J. Antal, "Biomass pyrolysis : A review of the literature part 2—lignocellulose pyrolysis," *Advances in Solar Energy : An Annual Review of Research and Development Volume 2*, pp. 175–255, 1985.
- [46] R. K. Agrawal, "Kinetics of reactions involved in pyrolysis of cellulose i. the three reaction model," *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, vol. 66, no. 3, pp. 403–412, 1988.
- [47] J. Banyasz, S. Li, J. Lyons-Hart, and K. Shafer, "Gas evolution and the mechanism of cellulose pyrolysis," *Fuel*, vol. 80, no. 12, pp. 1757–1763, 2001.
- [48] C. Di Blasi and M. Lanzetta, "Intrinsic kinetics of isothermal xylan degradation in inert atmosphere," *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, vol. 40, pp. 287–303, 1997.
- [49] M. J. Antal Jr, "Effects of reactor severity on the gas-phase pyrolysis of cellulose- and kraft lignin-derived volatile matter," *Industrial & Engineering Chemistry Product Research and Development*, vol. 22, no. 2, pp. 366–375, 1983.
- [50] H. B. Mayes and L. J. Broadbelt, "Unraveling the reactions that unravel cellulose," *The Journal of Physical Chemistry A*, vol. 116, no. 26, pp. 7098–7106, 2012.
- [51] X. Zhou, M. W. Nolte, H. B. Mayes, B. H. Shanks, and L. J. Broadbelt, "Experimental and mechanistic modeling of fast pyrolysis of neat glucose-based carbohydrates. 1. experiments and development of a detailed mechanistic model," *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 53, no. 34, pp. 13274–13289, 2014.
- [52] S. Vyazovkin, A. K. Burnham, J. M. Criado, L. A. Pérez-Maqueda, C. Popescu, and N. Sbirrazzuoli, "Ictac kinetics committee recommendations for performing kinetic computations on thermal analysis data," *Thermochimica Acta*, vol. 520, no. 1, pp. 1–19, 2011.
- [53] K. Chrissafis, "Kinetics of thermal degradation of polymers : complementary use of isoconversional and model-fitting methods," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 95, pp. 273–283, 2009.
- [54] J. Flynn, "The isoconversional method for dermination of corrections for the doyle approximation," *J. Therm. Anal*, vol. 27, pp. 95–102, 1983.
- [55] H. L. Friedman, "Kinetics of thermal degradation of char-forming plastics from thermogravimetry. application to a phenolic plastic," in *Journal of polymer science part C : polymer symposia*, vol. 6, pp. 183–195, Wiley Online Library, 1964.

- [56] J. H. Flynn and L. A. Wall, "A quick, direct method for the determination of activation energy from thermogravimetric data," *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Letters*, vol. 4, no. 5, pp. 323–328, 1966.
- [57] C.-R. Li and T. B. Tang, "A new method for analysing non-isothermal thermoanalytical data from solid-state reactions," *Thermochimica Acta*, vol. 325, no. 1, pp. 43–46, 1999.
- [58] Y. Haseli, J. Van Oijen, and L. De Goey, "Modeling biomass particle pyrolysis with temperature-dependent heat of reactions," *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, vol. 90, no. 2, pp. 140–154, 2011.
- [59] M. Grønli, *A Theoretical and experimental study of the thermal degradation of biomass*. Trondheim : Phd thesis, Norges Teknisk-Naturvitenskapelige Universitet, 1996. OCLC : 633376461.
- [60] N. Grioui, K. Halouani, A. Zoulalian, and F. Halouani, "Thermochemical modeling of isothermal carbonization of thick wood particle – effect of reactor temperature and wood particle size," *Energy Conversion and Management*, vol. 48, no. 3, pp. 927–936, 2007.
- [61] W. C. Park, *A study of pyrolysis of charring materials and its application to fire safety and biomass utilization*. University of Michigan, 2008.
- [62] C. Koufopoulos, N. Papayannakos, G. Maschio, and A. Lucchesi, "Modelling of the pyrolysis of biomass particles. studies on kinetics, thermal and heat transfer effects," *The Canadian journal of chemical engineering*, vol. 69, no. 4, pp. 907–915, 1991.
- [63] J. Rath, M. Wolfinger, G. Steiner, G. Krammer, F. Barontini, and V. Cozzani, "Heat of wood pyrolysis," *Fuel*, vol. 82, no. 1, pp. 81–91, 2003.
- [64] A. Rinta-Paavola, S. Hostikka, *et al.*, "A model for pyrolysis and oxidation of two common structural timbers," in *Proceedings of the I Forum Wood Building Baltic*, 2019.
- [65] I. Milosavljevic, V. Oja, and E. M. Suuberg, "Thermal effects in cellulose pyrolysis : relationship to char formation processes," *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 35, no. 3, pp. 653–662, 1996.
- [66] M. J. J. Antal and G. Varhegyi, "Cellulose pyrolysis kinetics : the current state of knowledge," *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 34, no. 3, pp. 703–717, 1995.
- [67] N. Zobel and A. Anca-Couce, "Influence of intraparticle secondary heterogeneous reactions on the reaction enthalpy of wood pyrolysis," *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, vol. 116, pp. 281–286, 2015.
- [68] W. S.-L. Mok and M. J. Antal Jr, "Effects of pressure on biomass pyrolysis. ii. heats of reaction of cellulose pyrolysis," *Thermochimica Acta*, vol. 68, no. 2-3, pp. 165–186, 1983.
- [69] J. Adánez, L. F. de Diego, F. García-Labiano, A. Abad, and J. C. Abanades, "Determination of biomass char combustion reactivities for fbc applications by a combined method," *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 40, no. 20, pp. 4317–4323, 2001.

- [70] C. Branca and C. Di Blasi, “Global kinetics of wood char devolatilization and combustion,” *Energy & Fuels*, vol. 17, no. 6, pp. 1609–1615, 2003.
- [71] C. Di Blasi, F. Buonanno, and C. Branca, “Reactivities of some biomass chars in air,” *Carbon*, vol. 37, no. 8, pp. 1227–1238, 1999.
- [72] A. M. Janse, H. G. de Jonge, W. Prins, and W. P. van Swaaij, “Combustion kinetics of char obtained by flash pyrolysis of pine wood,” *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 37, no. 10, pp. 3909–3918, 1998.
- [73] G. Várhegyi, E. Mészáros, M. J. Antal, J. Bourke, and E. Jakab, “Combustion kinetics of corncob charcoal and partially demineralized corncob charcoal in the kinetic regime,” *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 45, no. 14, pp. 4962–4970, 2006.
- [74] C. Branca and C. Di Blasi, “Effects of heat/mass transfer limitations and process exothermicity on the kinetic parameters of the devolatilization and oxidation reactions of wood chars,” *Thermochimica Acta*, vol. 716, p. 179321, 2022.
- [75] R. Bilbao, J. Mastral, M. Aldea, and J. Ceamanos, “The influence of the percentage of oxygen in the atmosphere on the thermal decomposition of lignocellulosic materials,” *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, vol. 42, no. 2, pp. 189–202, 1997.
- [76] C. Di Blasi, “Combustion and gasification rates of lignocellulosic chars,” *Progress in Energy and Combustion Science*, vol. 35, no. 2, pp. 121–140, 2009.
- [77] C. Branca and C. Di Blasi, “Burning dynamics of straw chars under the conditions of thermal analysis,” *Energy & Fuels*, vol. 35, no. 15, pp. 12187–12199, 2021.
- [78] R. H. Hurt and J. M. Calo, “Semi-global intrinsic kinetics for char combustion modeling,” *Combustion and flame*, vol. 125, no. 3, pp. 1138–1149, 2001.
- [79] R. Aseeva, B. Serkov, and A. Sivenkov, *Fire Behavior and Fire Protection in Timber Buildings*. Springer Series in Wood Science, Dordrecht : Springer Netherlands : Imprint : Springer, 1st ed. 2014 ed., 2014.
- [80] B. Bučar and A. Straže, “Determination of the thermal conductivity of wood by the hot plate method : The influence of morphological properties of fir wood (*Abies alba* Mill.) to the contact thermal resistance,” *Holzforschung*, vol. 62, May 2008.
- [81] O. Vay, K. D. Borst, C. Hansmann, and A. Teischinger, “Thermal conductivity of wood at angles to the principal anatomical directions,” *Wood Sci Technol*, p. 14, 2015.
- [82] S. Lagüela, P. Bison, F. Peron, and P. Romagnoni, “Thermal conductivity measurements on wood materials with transient plane source technique,” *Thermochimica Acta*, vol. 600, pp. 45–51, Jan. 2015.
- [83] S. Korkut, A. Aytin, Ç. Tasdemir, and L. Gurau, “The transverse thermal conductivity coefficients of wild cherry wood heat-treated using the thermowood method,” Nov. 2015. Pro Ligno, Brasov, Romania, pp. 679-683.
- [84] H. Kol, “The Transverse Thermal Conductivity Coefficients of Some Hardwood Species Grown in Turkey,” *Forest Products Journal*, vol. 59, pp. 58–63, Oct. 2009.

- [85] P. Ngohe-Ekam, P. Meukam, G. Menguy, and P. Girard, “Thermophysical characterisation of tropical wood used as building materials : With respect to the basal density,” *Construction and Building Materials*, vol. 20, pp. 929–938, Dec. 2006.
- [86] V. Hankalin, T. Ahonen, and R. Raiko, “On thermal properties of a pyrolysing wood particle,” in *Finnish-Swedish Flame Days 2009, January 28-29, 2009, Naantali, Finland*, p. 16 p, 2009.
- [87] A. Dupleix, A. Kusiak, M. Hughes, and F. Rossi, “Measuring the thermal properties of green wood by the transient plane source (TPS) technique,” *Holzforschung*, vol. 67, pp. 437–445, May 2013.
- [88] G. Leon, J. Cruz-de Leon, and L. Villasenor, “Thermal characterization of pine wood by photoacoustic and photothermal techniques,” *Holz als Roh- und Werkstoff*, vol. 58, pp. 241–246, Nov. 2000.
- [89] J. D. MacLean, “Thermal Conductivity of wood,” *Heat, Piping Air Cond*, 13 :380–391, p. 12, 1941.
- [90] B. M. Suleiman, J. Larfeldt, B. Leckner, and M. Gustavsson, “Thermal conductivity and diffusivity of wood,” *Wood Science and Technology*, vol. 33, pp. 465–473, Dec. 1999.
- [91] W. Sonderegger, S. Hering, and P. Niemz, “Thermal behaviour of Norway spruce and European beech in and between the principal anatomical directions,” *Holzforschung*, vol. 65, May 2011.
- [92] H. C. Aristide, A. Christophe, D. A. Armand, A. Malahimi, and V. Antoine, “Measurement of Thermal Effusivity and Thermal Conductivity at Various Water Content for Two Tropical Wood Species,” *Procedia Engineering*, vol. 127, pp. 48–55, 2015.
- [93] T. Harada, T. Hata, and S. Ishihara, “Thermal constants of wood during the heating process measured with the laser flash method,” *J Wood Sci*, vol. 44, pp. 425–431, Dec. 1998.
- [94] Z.-T. Yu, X. Xu, L.-W. Fan, Y.-C. Hu, and K.-F. Cen, “Experimental Measurements of Thermal Conductivity of Wood Species in China : Effects of Density, Temperature, and Moisture Content,” *Forest Products Journal*, vol. 61, pp. 130–135, Mar. 2011.
- [95] O. Vololonirina, M. Coutand, and B. Perrin, “Characterization of hygrothermal properties of wood-based products – Impact of moisture content and temperature,” *Construction and Building Materials*, vol. 63, pp. 223–233, July 2014.
- [96] Y. Li, B. Y. Lattimer, and S. W. Case, “Measurement and modelling of thermal and physical properties of wood construction materials,” *Construction and Building Materials*, vol. 284, p. 122780, May 2021.
- [97] C. K. Lee, R. F. Chaiken, and J. M. Singer, “Charring pyrolysis of wood in fires by laser simulation,” *Symposium (International) on Combustion*, vol. 16, no. 1, pp. 1459–1470, 1977.
- [98] L. E. Brown, *An experimental and analytic study of wood pyrolysis*. The University of Oklahoma, 1972.

- [99] T. Redko, A. Volford, E. Marek, S. Scott, and A. Hayhurst, “Measurement of the times for pyrolysis and the thermal diffusivity of a pyrolysing particle of wood and also of the resulting char,” *Combustion and Flame*, vol. 212, pp. 510–518, 2020.
- [100] F. Bobda, J. Damfeu, R. R. Ngonu Mvondo, P. Meukam, and Y. Jannot, “Thermal properties measurement of two tropical wood species as a function of their water content using the parallel hot wire method,” *Construction and Building Materials*, vol. 320, p. 125974, Feb. 2022.
- [101] J. Colombiano, *Approche multi-échelle pour la caractérisation de la réaction au feu sur un matériau bois. Développement d’une méthodologie pour l’ingénierie de la sécurité incendie*. PhD thesis, Ecole nationale supérieure de mécanique et d’Aérotechnique, Poitiers, 2020.
- [102] A. Simpson, William; TenWolde, *Wood handbook : wood as an engineering material*, ch. Physical properties and moisture relations of wood, pp. 3.1–3.24. Madison, WI : USDA Forest Service, Forest Products Laboratory, 1999.
- [103] M. Gupta, J. Yang, and C. Roy, “Specific heat and thermal conductivity of softwood bark and softwood char particles,” *Fuel*, vol. 82, no. 8, pp. 919–927, 2003.
- [104] B. Fredlund, “A model for heat and mass transfer in timber structures during fire : A theoretical, numerical and experimental study.,” 1989.
- [105] K. Ragland, D. Aerts, and A. Baker, “Properties of wood for combustion analysis,” *Bioresource technology*, vol. 37, no. 2, pp. 161–168, 1991.
- [106] I. Haberle, Ø. Skreiberg, J. Łazar, and N. E. L. Haugen, “Numerical models for thermochemical degradation of thermally thick woody biomass, and their application in domestic wood heating appliances and grate furnaces,” *Progress in Energy and Combustion Science*, vol. 63, pp. 204–252, 2017.
- [107] R. Mehrabian, S. Zahirovic, R. Scharler, I. Obernberger, S. Kleditzsch, S. Wirtz, V. Scherer, H. Lu, and L. L. Baxter, “A cfd model for thermal conversion of thermally thick biomass particles,” *Fuel Processing Technology*, vol. 95, pp. 96–108, 2012.
- [108] C. Bruch, B. Peters, and T. Nussbaumer, “Modelling wood combustion under fixed bed conditions ,” *Fuel*, vol. 82, no. 6, pp. 729–738, 2003.
- [109] F. Richter, “Computational investigation of the timber response to fire,” 2019.
- [110] D. Marquis, *Caractérisation et modélisation multi-échelle du comportement au feu d’un composite pour son utilisation en construction navale*. PhD thesis, Nantes, 2010.
- [111] A. Camillo, *Etude multi-échelle du comportement au feu d’un siège et d’une paroi types issus d’un système de transport ferroviaire européen*. PhD thesis, Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d ..., 2013.
- [112] T. Rogaume, “Thermal decomposition and pyrolysis of solid fuels : Objectives, challenges and modelling,” *Fire Safety Journal*, vol. 106, pp. 177–188, 2019.
- [113] T. Fateh, T. Rogaume, and F. Richard, “Multi-scale modeling of the thermal decomposition of fire retardant plywood,” *Fire safety journal*, vol. 64, pp. 36–47, 2014.

- [114] C. Lautenberger and C. Fernandez-Pello, “Generalized pyrolysis model for combustible solids,” *Fire Safety Journal*, vol. 44, no. 6, pp. 819–839, 2009.
- [115] S. I. Stoliarov, S. Crowley, R. N. Walters, and R. E. Lyon, “Prediction of the burning rates of charring polymers,” *Combustion and Flame*, vol. 157, no. 11, pp. 2024–2034, 2010.
- [116] A. Ephraïm, *Valorization of wood and plastic waste by pyro-gasification and syngas cleaning*. PhD thesis, Ecole nationale des Mines d’Albi-Carmaux, 2016.
- [117] L. B. Valencia, *Experimental and numerical investigation of the thermal decomposition of materials at three scales : application to polyether polyurethane foam used in upholstered furniture*. PhD thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechnique-Poitiers, 2009.
- [118] I. Vermesi, M. J. DiDomizio, F. Richter, E. J. Weckman, and G. Rein, “Pyrolysis and spontaneous ignition of wood under transient irradiation : Experiments and a-priori predictions,” *Fire safety journal*, vol. 91, pp. 218–225, 2017.
- [119] F. Richter and G. Rein, “A multiscale model of wood pyrolysis in fire to study the roles of chemistry and heat transfer at the mesoscale,” *Combustion and Flame*, vol. 216, pp. 316–325, 2020.
- [120] C. Lautenberger and C. Fernandez-Pello, “A model for the oxidative pyrolysis of wood,” *Combustion and Flame*, vol. 156, no. 8, pp. 1503–1513, 2009.
- [121] O. Authier, M. Ferrer, G. Mauviel, A.-E. Khalfi, and J. Lede, “Wood fast pyrolysis : comparison of lagrangian and eulerian modeling approaches with experimental measurements,” *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 48, no. 10, pp. 4796–4809, 2009.
- [122] H. R. Baum and A. Atreya, “A model of transport of fuel gases in a charring solid and its application to opposed-flow flame spread,” *Proceedings of the Combustion Institute*, vol. 31, no. 2, pp. 2633–2641, 2007.
- [123] M. Bellais, *Modelling of the pyrolysis of large wood particles*. PhD thesis, KTH, 2007.
- [124] C. Di Blasi, “Physico-chemical processes occurring inside a degrading two-dimensional anisotropic porous medium,” *International journal of heat and mass transfer*, vol. 41, no. 24, pp. 4139–4150, 1998.
- [125] J. Larfeldt, B. Leckner, and M. C. Melaaen, “Modelling and measurements of heat transfer in charcoal from pyrolysis of large wood particles,” *Biomass and Bioenergy*, vol. 18, no. 6, pp. 507–514, 2000.
- [126] W. C. Park, A. Atreya, and H. R. Baum, “Experimental and theoretical investigation of heat and mass transfer processes during wood pyrolysis,” *Combustion and flame*, vol. 157, no. 3, pp. 481–494, 2010.
- [127] U. Sand, J. Sandberg, J. Larfeldt, and R. B. Fdhila, “Numerical prediction of the transport and pyrolysis in the interior and surrounding of dry and wet wood log,” *Applied Energy*, vol. 85, no. 12, pp. 1208–1224, 2008.
- [128] W.-C. R. Chan, M. Kelbon, and B. B. Krieger, “Modelling and experimental verification of physical and chemical processes during pyrolysis of a large biomass particle,” *Fuel*, vol. 64, no. 11, pp. 1505–1513, 1985.

- [129] M. G. Grønli and M. C. Melaaen, “Mathematical model for wood pyrolysis comparison of experimental measurements with model predictions,” *Energy & Fuels*, vol. 14, no. 4, pp. 791–800, 2000.
- [130] D. Shen, M. Fang, M. Luo, K. Cen, and W. K. Chow, “Thermal degradation and ignition of wood by thermal radiation,” *Fire Saf Sci*, vol. 7, pp. 90–102, 2007.
- [131] T. Kashiwagi, T. Ohlemiller, and K. Werner, “Effects of external radiant flux and ambient oxygen concentration on nonflaming gasification rates and evolved products of white pine,” *Combustion and Flame*, vol. 69, pp. 331–345, Sept. 1987.
- [132] D. Ditmars, S. Ishihara, S. Chang, G. Bernstein, and E. West, “Enthalpy and Heat-Capacity Standard Reference Material : Synthetic Sapphire (Alpha-Al₂O₃) From 10 to 2250 K,” *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, vol. 87, p. 159, Mar. 1982.
- [133] H. Flity, Y. Jannot, T. Terrei, P. Lardet, V. Schick, Z. Acem, and G. Parent, “Thermal conductivity parallel and perpendicular to fibers direction and thermal capacity measurements of eight wood species up to 160 °c,” (submitted 2023).
- [134] K. Raznjevic, M. Bošković, and R. Podhorsky, *Handbook of Thermodynamic Tables and Charts*. Hemisphere Publishing Corporation, 1976.
- [135] Y. Jannot, A. Degiovanni, V. Schick, and J. Meulemans, “Apparent thermal conductivity measurement of anisotropic insulating materials at high temperature by the parallel hot-wire method,” *International Journal of Thermal Sciences*, p. 9, 2021.
- [136] F. R. de Hoog, J. H. Knight, and A. N. Stokes, “An Improved Method for Numerical Inversion of Laplace Transforms,” *SIAM J. Sci. and Stat. Comput.*, vol. 3, pp. 357–366, Sept. 1982.
- [137] D. W. Marquardt, “An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters,” *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, vol. 11, pp. 431–441, June 1963.
- [138] K. H. J. Buschow, ed., *Encyclopedia of materials : science and technology*. Amsterdam ; New York : Elsevier, 2001.
- [139] Y. Jannot, H. M. Bal, and C. Moyne, “Influence of mass transfer on the estimation of the thermal conductivity of a wet material by the hot wire and parallel hot wire methods,” *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 202, p. 123732, 2023.
- [140] A. TenWolde, J. D. McNatt, and L. Krahn, “Thermal properties of wood and wood panel products for use in buildings,” Tech. Rep. DOE/OR/21697-1, 6059532, June 1988.
- [141] J. Eitelberger and K. Hofstetter, “Prediction of transport properties of wood below the fiber saturation point – A multiscale homogenization approach and its experimental validation,” *Composites Science and Technology*, vol. 71, pp. 134–144, Jan. 2011.
- [142] A. Degiovanni and Y. Jannot, *Thermal properties measurement of materials*. John Wiley & Sons, 2018.

- [143] G. Gerandi, *Approches expérimentale et numérique multi-échelle pour modéliser le terme source de masse durant la dégradation du bois pour l'incendie*. PhD thesis, Université Pascal Paoli, 2020.
- [144] L. Terrei, Z. Acem, V. Marchetti, P. Lardet, P. Boulet, and G. Parent, “In-depth wood temperature measurement using embedded thin wire thermocouples in cone calorimeter tests,” *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 162, p. 106686, Apr. 2021.
- [145] O. Rozenbaum, “Etude de l'influence de la texture sur l'émissivité spectrale de matériaux poreux semi-transparents à haute température,” *These de doctorat, Université d'Orléans*, 1999.
- [146] J. Carignan, P. Hild, G. Mevelle, J. Morel, and D. Yeghicheyan, “Routine analyses of trace elements in geological samples using flow injection and low pressure on-line liquid chromatography coupled to icp-ms : A study of geochemical reference materials br, dr-n, ub-n, an-g and gh,” *Geostandards Newsletter*, vol. 25, no. 2-3, pp. 187–198, 2001.
- [147] R. Fahmi, A. Bridgwater, L. Darvell, J. Jones, N. Yates, S. Thain, and I. Donnison, “The effect of alkali metals on combustion and pyrolysis of lolium and festuca grasses, switchgrass and willow,” *Fuel*, vol. 86, no. 10-11, pp. 1560–1569, 2007.
- [148] A. Jensen, K. Dam-Johansen, M. A. Wójtowicz, and M. A. Serio, “Tg-ftir study of the influence of potassium chloride on wheat straw pyrolysis,” *Energy & Fuels*, vol. 12, no. 5, pp. 929–938, 1998.
- [149] J. Yu, N. Paterson, J. Blamey, and M. Millan, “Cellulose, xylan and lignin interactions during pyrolysis of lignocellulosic biomass,” *Fuel*, vol. 191, pp. 140–149, 2017.
- [150] A. M. Azeez, D. Meier, J. Odermatt, and T. Willner, “Fast Pyrolysis of African and European Lignocellulosic Biomasses Using Py-GC/MS and Fluidized Bed Reactor,” *Energy Fuels*, vol. 24, pp. 2078–2085, Mar. 2010.
- [151] Y. Le Brech, J. Raya, L. Delmotte, N. Brosse, R. Gadiou, and A. Dufour, “Characterization of biomass char formation investigated by advanced solid state nmr,” *Carbon*, vol. 108, pp. 165–177, 2016.
- [152] C. S. Goh, H. T. Tan, K. T. Lee, and N. Brosse, “Evaluation and optimization of organosolv pretreatment using combined severity factors and response surface methodology,” *Biomass and Bioenergy*, vol. 35, no. 9, pp. 4025–4033, 2011.
- [153] R. C. Pettersen, “The chemical composition of wood,” *Advances in chemistry series*, pp. 57–126, 1984.
- [154] L.-H. Xu, C.-Y. Ma, C. Zhang, Y. Xu, J.-L. Wen, and T.-Q. Yuan, “An integrated acetic acid-catalyzed hydrothermal-pretreatment (aap) and rapid ball-milling for producing high-yield of xylo-oligosaccharides, fermentable glucose and lignin from poplar wood,” *Renewable Energy*, vol. 201, pp. 691–699, 2022.
- [155] H. Hao, C. L. Chow, and D. Lau, “Effect of heat flux on combustion of different wood species,” *Fuel*, vol. 278, p. 118325, 2020.

- [156] A. Mariam, H. Flity, L. Terrei, A. Zoulalian, R. Mehaddi, P. Girods, and Y. Rogaume, “An alternative wood pyrolysis model based on tga and cone calorimeter tests,” *Thermochimica Acta*, p. 179646, 2023.
- [157] M. Abdo, “Modélisation de la combustion de bois bûches en foyer domestique,” *thèse de doctorat, Université de Lorraine*, 2024.
- [158] C. Gomez, E. Velo, F. Barontini, and V. Cozzani, “Influence of secondary reactions on the heat of pyrolysis of biomass,” *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 48, no. 23, pp. 10222–10233, 2009.
- [159] C. Branca and C. Di Blasi, “A summative model for the pyrolysis reaction heats of beech wood,” *Thermochimica Acta*, vol. 638, pp. 10–16, 2016.
- [160] E.-S. Jang and C.-W. Kang, “Sound absorption characteristics of three species (binuang, balsa and paulownia) of low density hardwood,” *Holzforschung*, vol. 75, no. 12, pp. 1115–1124, 2021.
- [161] H. R. Taghiyari, H. Abbasi, H. Militz, and A. N. Papadopoulos, “Fluid flow of polar and less polar liquids through modified poplar wood,” *Forests*, vol. 12, no. 4, p. 482, 2021.
- [162] Y. Li, B. Y. Lattimer, and S. W. Case, “Measurement and modelling of thermal and physical properties of wood construction materials,” *Construction and Building Materials*, vol. 284, p. 122780, 2021.
- [163] H. Kolya and C.-W. Kang, “Effective changes in softwood cell walls, gas permeability and sound absorption capability of larix kaempferi (larch) by steam explosion,” *Wood Material Science & Engineering*, vol. 17, no. 6, pp. 627–635, 2022.
- [164] E. Choong, F. Tesoro, and F. Manwiller, “Permeability of twenty-two small diameter hardwoods growing on southern pine sites,” *Wood and Fiber 6 (1) : 91-101*, 1974.
- [165] Y. Jannot and A. Degiovanni, “An improved model for the parallel hot wire : Application to thermal conductivity measurement of low density insulating materials at high temperature,” *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 142, pp. 379–391, Aug. 2019.
- [166] Z. Acem, D. Brissinger, A. Collin, G. Parent, P. Boulet, T. H. Y. Quach, B. Batiot, F. Richard, and T. Rogaume, “Surface temperature of carbon composite samples during thermal degradation,” *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 112, pp. 427–438, 2017.
- [167] A. I. Bartlett, R. M. Hadden, and L. A. Bisby, “A review of factors affecting the burning behaviour of wood for application to tall timber construction,” *Fire Technology*, vol. 55, pp. 1–49, 2019.
- [168] J. M. Njankouo, J.-C. Dotreppe, and J.-M. Franssen, “Experimental study of the charring rate of tropical hardwoods,” *Fire and materials*, vol. 28, no. 1, pp. 15–24, 2004.
- [169] G. Parent, Z. Acem, S. Lechêne, and P. Boulet, “Measurement of infrared radiation emitted by the flame of a vegetation fire,” *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 49, no. 3, pp. 555–562, 2010.

- [170] Z. Acem, D. Brissinger, A. Collin, G. Parent, P. Boulet, T. H. Y. Quach, B. Batiot, F. Richard, and T. Rogaume, “Surface temperature of carbon composite samples during thermal degradation,” *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 112, pp. 427–438, 2017.
- [171] L. Terrei, Z. Acem, V. Georges, P. Lardet, P. Boulet, and G. Parent, “Experimental tools applied to ignition study of spruce wood under cone calorimeter,” *Fire Safety Journal*, vol. 108, p. 102845, Sept. 2019.
- [172] C. Branca and C. Di Blasi, “Self-heating effects in the thermogravimetric analysis of wood char oxidation,” *Fuel*, vol. 276, p. 118012, 2020.

Annexes

Annexe A

Méthode fil chaud

A.1 Les valeurs de conductivité thermique obtenues par la technique APHW

TABLEAU A.1 – Conductivité thermique de 8 essences de bois \pm l'écart type entre trois tests effectués consécutivement dans les directions longitudinale et transversale à l'état sec aux températures de 20, 60, 110 et 160 °C.

Essence	Température (°C)	Conductivité transversale ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	Conductivité longitudinale ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	Facteur d'anisotropie
Balsa	20	0,067 \pm 1,04%	0,142 \pm 2,6 %	2,12
	60	0,07 \pm 0,06 %	0,138 \pm 0,12 %	1,97
	110	0,071 \pm 0,3 %	0,132 \pm 0,49 %	1,86
	160	0,07 \pm 0,06 %	0,126 \pm 0,05 %	1,8
Peuplier 1	20	Non mesurée	-	-
	60	Non mesurée	-	-
	110	0,0817 \pm 0,33	0,303 \pm 0,68	3,71
	160	0,0830 \pm 0,53	0,288 \pm 1,19	3,46
Peuplier 2	20	0,0768 \pm 0,57 %	0,292 \pm 0,37 %	3,8
	60	0,0795 \pm 0,48 %	0,294 \pm 0,53 %	3,7
	110	0,0836 \pm 0,41 %	0,295 \pm 0,63 %	3,53
	160	0,084 \pm 0,24 %	0,297 \pm 0,98 %	3,53
Épicéa 1	20	Non mesuré	-	-
	60	Non mesuré	-	-
	110	0,107 \pm 0,10	0,321 \pm 0,19	3,01
	160	0,11 \pm 0,53	0,317 \pm 0,68	2,89
Épicéa 2	20	0,0956 \pm 0,47 %	0,352 \pm 0,48 %	3,7
	60	0,102 \pm 0,1 %	0,351 \pm 0,38 %	3,4
	110	0,107 \pm 0,17 %	0,336 \pm 0,56 %	3,14
	160	0,103 \pm 0,39 %	0,34 \pm 0,05 %	3,3
Sapin	20	0,095 \pm 2,8 %	0,308 \pm 2,41 %	3,24
	60	0,097 \pm 0,15 %	0,309 \pm 0,34 %	3,19
	110	0,099 \pm 0,32 %	0,319 \pm 0,08 %	3,2
	160	0,1 \pm 0,99 %	0,293 \pm 1,34 %	2,93
Mélèze	20	0,123 \pm 0,9 %	0,467 \pm 1,44 %	3,76
	60	0,130 \pm 0,04 %	0,469 \pm 0,465 %	3,6
	110	0,133 \pm 0,46 %	0,47 \pm 0,74 %	3,51
	160	0,135 \pm 0,18 %	0,457 \pm 1,13 %	3,39
Chêne	20	0,125 \pm 2,61 %	0,480 \pm 0,484 %	3,94
	60	0,133 \pm 0,11 %	0,464 \pm 0,54 %	3,48
	110	0,134 \pm 0,45 %	0,47 \pm 0,74 %	3,51
	160	0,140 \pm 0,09 %	0,44 \pm 1,3 %	3,15
Hêtre	20	0,127 \pm 0,21 %	0,515 \pm 1,34 %	4,04
	60	0,138 \pm 0,20 %	0,526 \pm 0,28 %	3,81
	110	0,143 \pm 0,14 %	0,512 \pm 0,21 %	3,58
	160	0,144 \pm 0,12 %	0,489 \pm 1,25 %	3,39
Ipé	20	0,175 \pm 1,2 %	0,663 \pm 1,05 %	3,79
	60	0,19 \pm 0,18 %	0,637 \pm 0,40 %	3,34
	110	0,206 \pm 0,18 %	0,586 \pm 0,42 %	2,85
	160	0,21 \pm 0,28 %	0,573 \pm 0,28 %	2,74

Annexe B

Essais 42 thermocouples

B.1 Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour un échantillon d'épicéa soumis à un flux de chaleur de $4 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

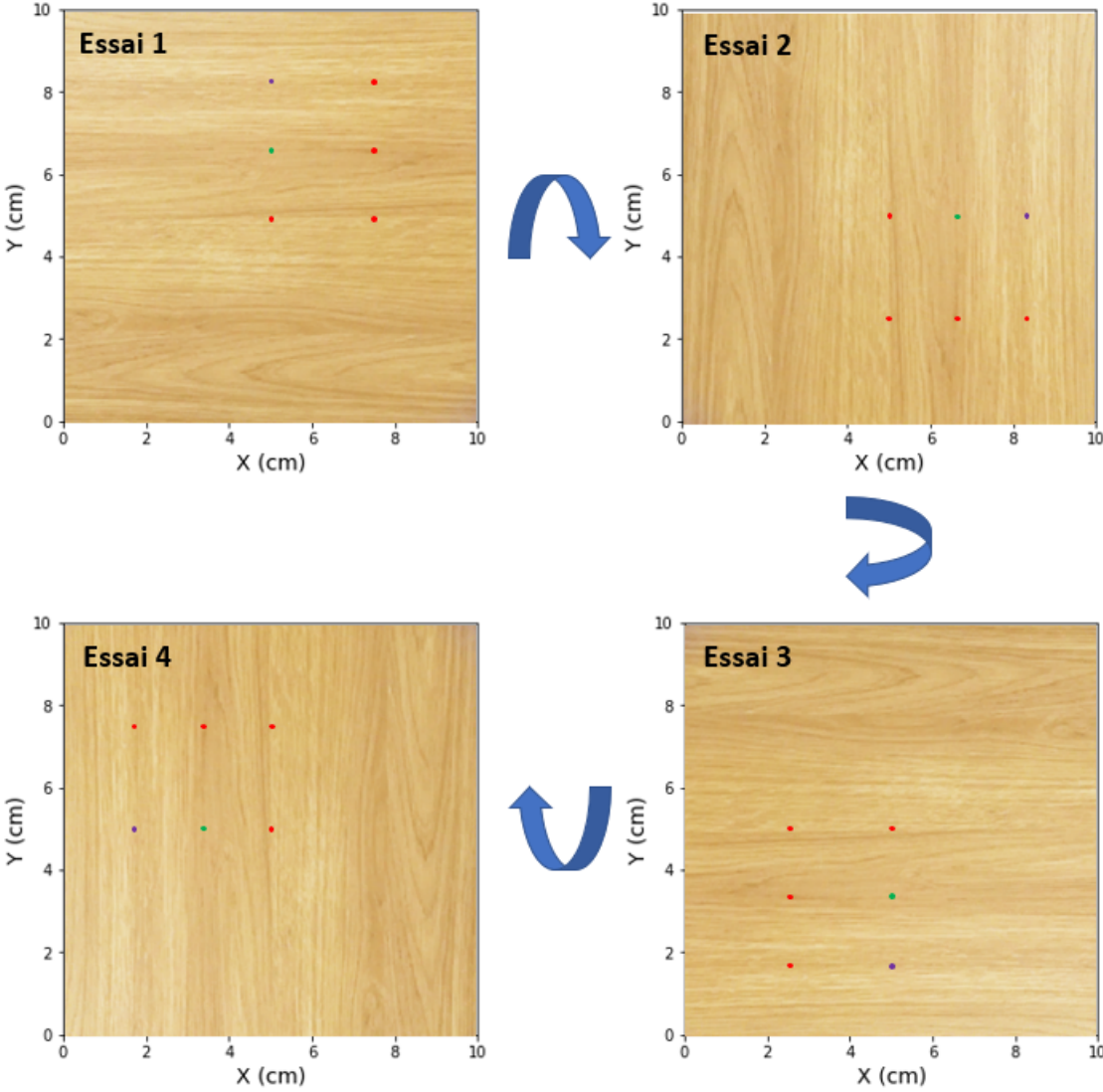


FIGURE B.1 – Position des thermocouples par rapport à la surface exposée au cône pour chaque essai.

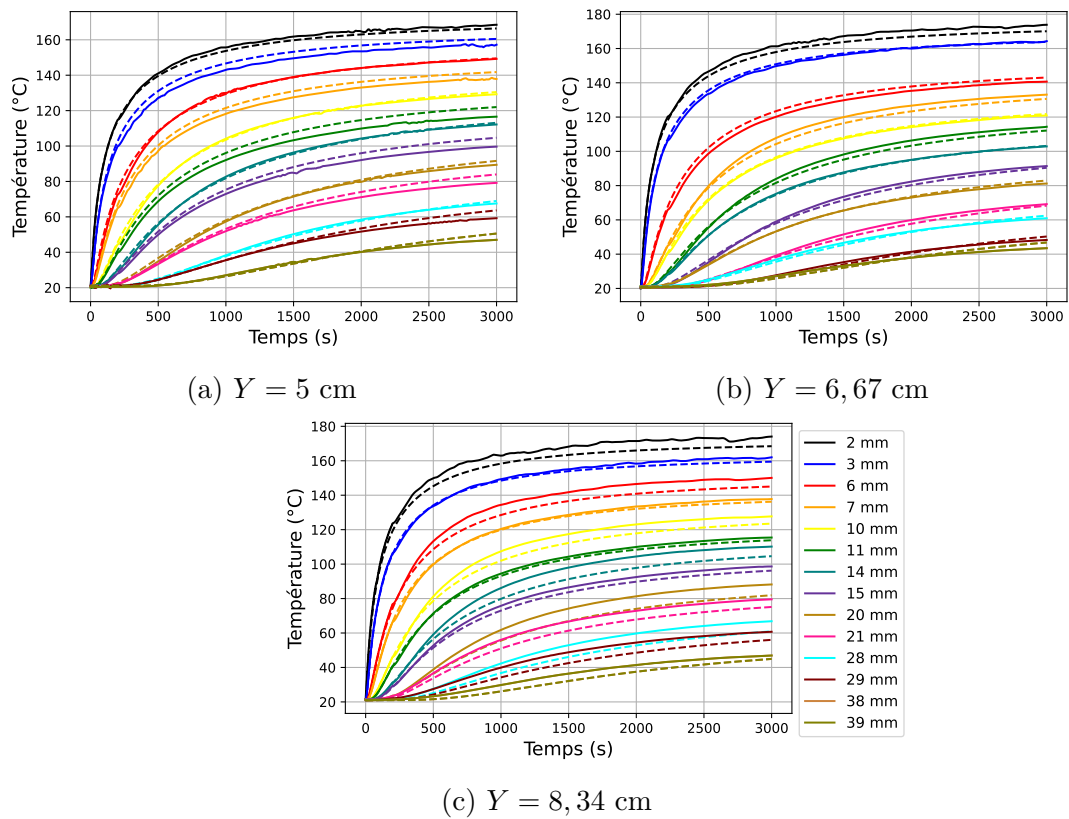


FIGURE B.2 – Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 1, présenté dans la figure B.1.

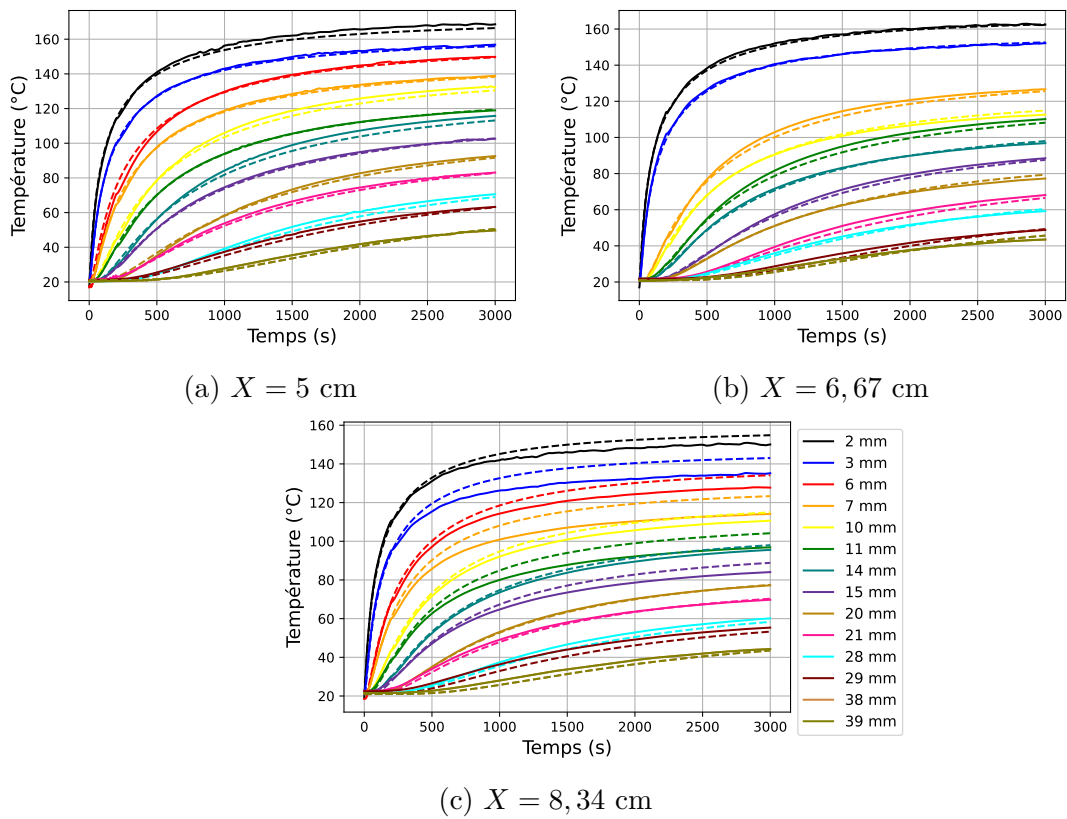


FIGURE B.3 – Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 2, présenté dans la figure B.1.

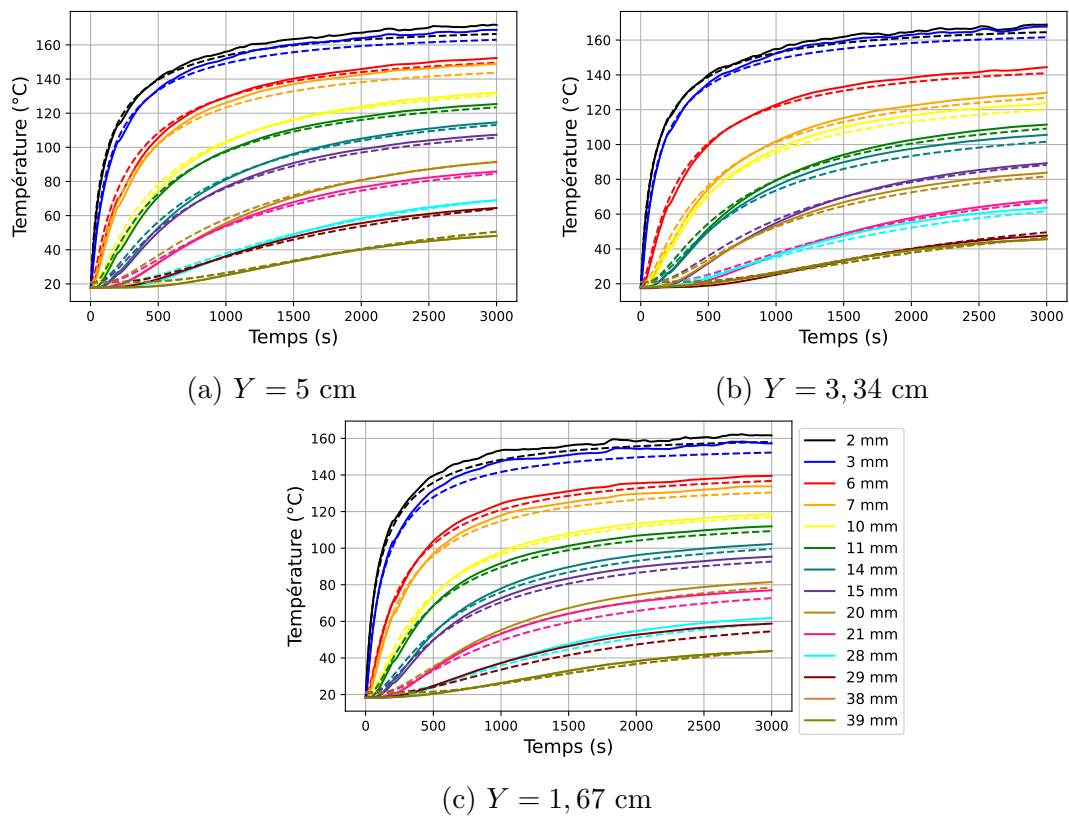


FIGURE B.4 – Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 3, présenté dans la figure B.1.

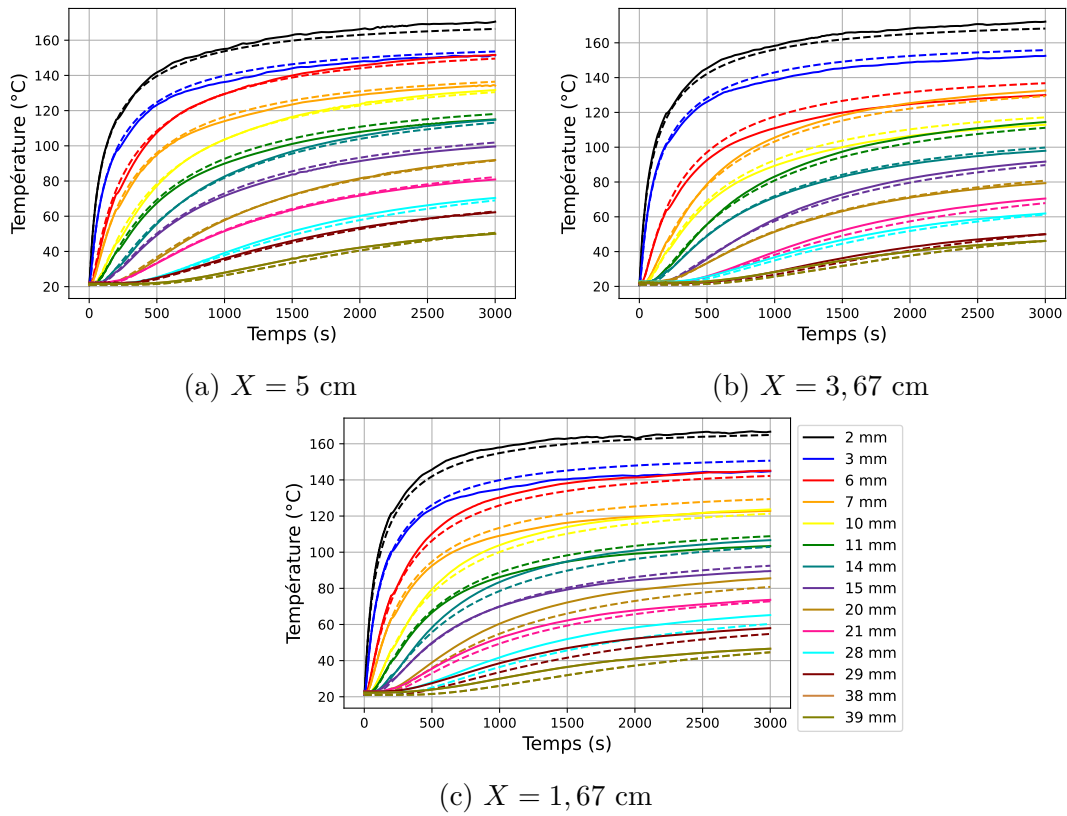


FIGURE B.5 – Comparaison des températures numériques et expérimentales obtenues pour l'essai 4, présenté dans la figure B.1.

Annexe C

Analyse thermogravimétrique

C.1 Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux à l'échelle de l'ATG

TABLEAU C.1 – Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le balsa.

Réaction	K_{0i} (s^{-1})	E_i ($kJ \cdot mol^{-1}$)	α_i (-)	γ_i (-)
(1)	$3,4 \times 10^{10}$	132	0,17	-
(2)	$6,8 \times 10^{14}$	192	0,59	0,08
(3)	371	80	0,24	0,63

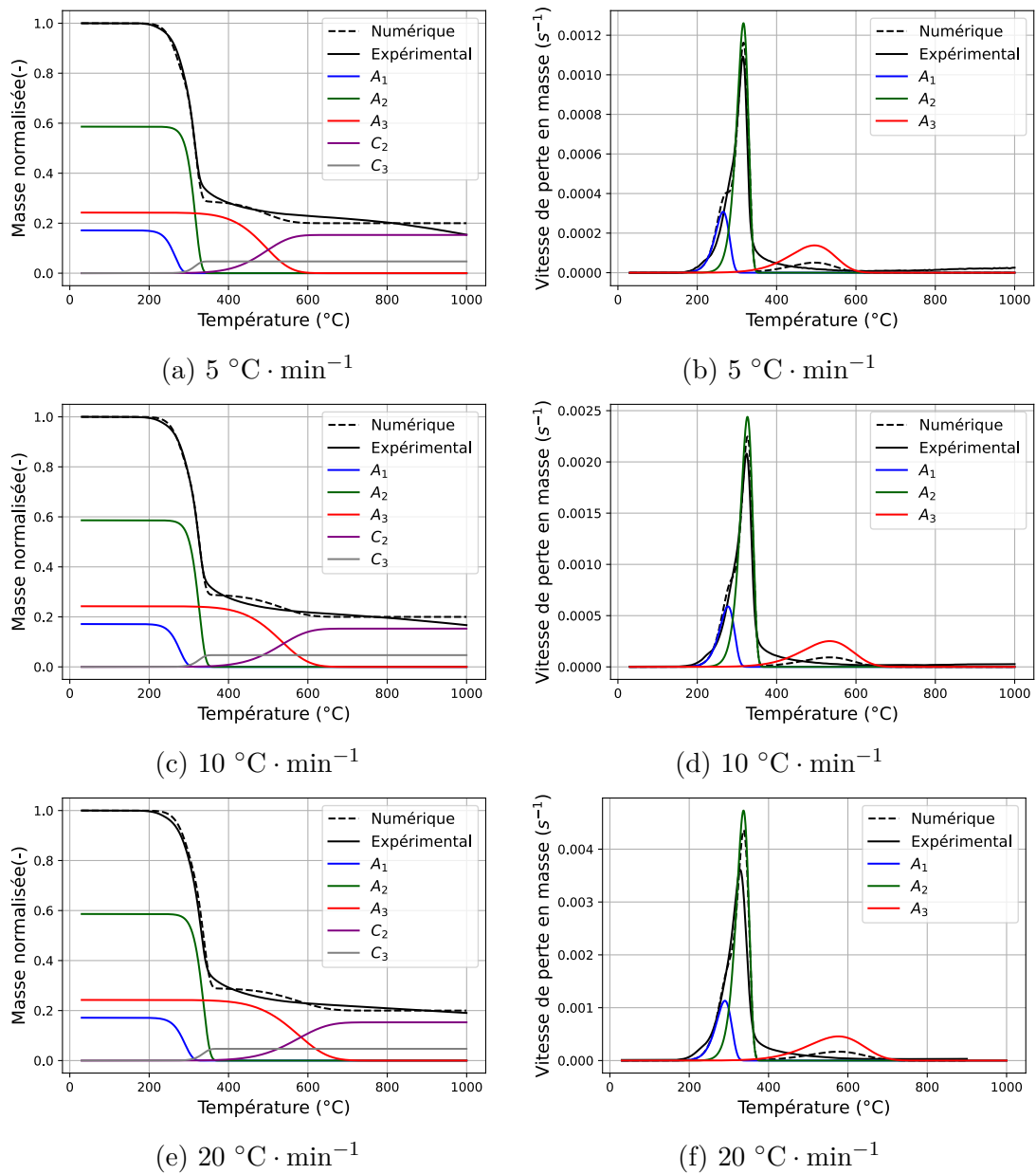
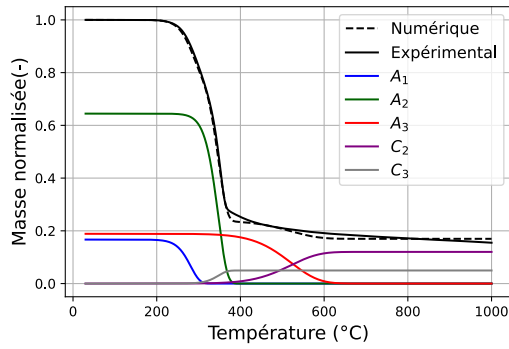


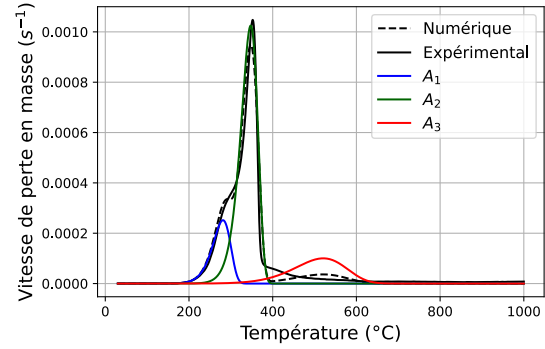
FIGURE C.1 – Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le balsa à différentes vitesses de chauffage.

TABLEAU C.2 – Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le peuplier.

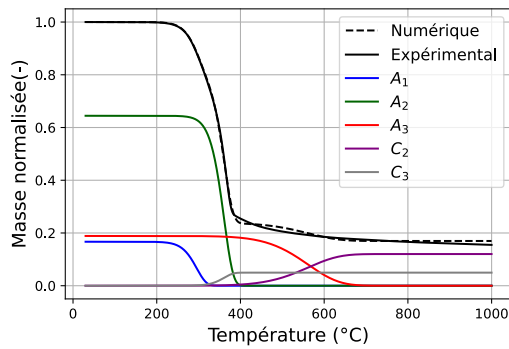
Réaction	K_{0i} (s^{-1})	E_i ($kJ \cdot mol^{-1}$)	α_i (-)	γ_i (-)
(1)	$4,0 \times 10^8$	116,9	0,17	-
(2)	$5,5 \times 10^{10}$	156	0,64	0,08
(3)	209	79,3	0,19	0,64



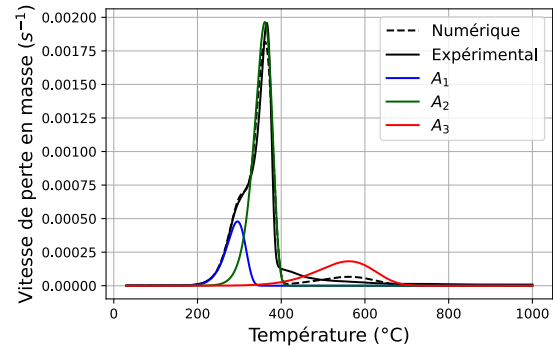
(a) $5 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$



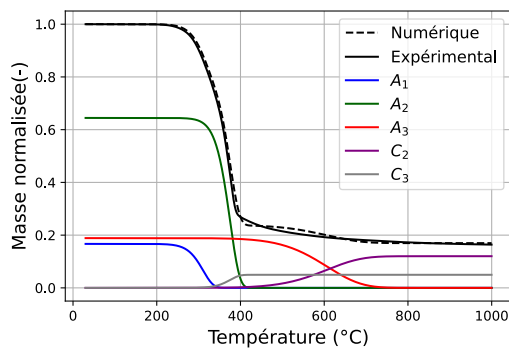
(b) $5 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$



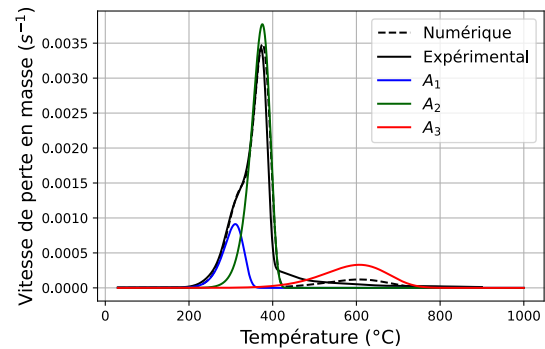
(c) $10 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$



(d) $10 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$



(e) $20 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$

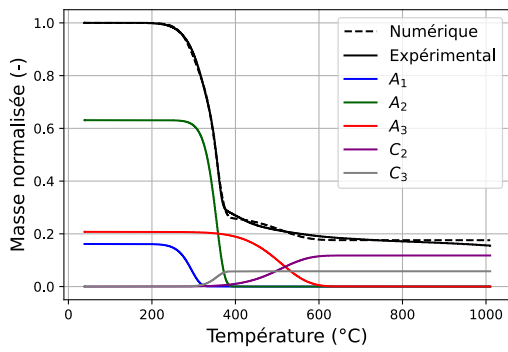


(f) $20 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$

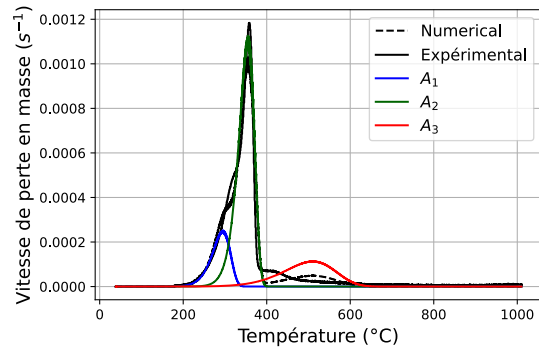
FIGURE C.2 – Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le peuplier à différentes vitesses de chauffage.

TABLEAU C.3 – Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le sapin.

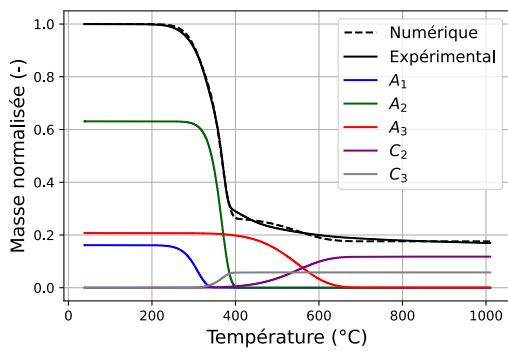
Réaction	K_{0i} (s^{-1})	E_i ($kJ \cdot mol^{-1}$)	α_i (-)	γ_i (-)
(1)	$7,1 \times 10^8$	122	0,16	-
(2)	$1,3 \times 10^{12}$	174	0,63	0,09
(3)	202	78	0,21	0,57



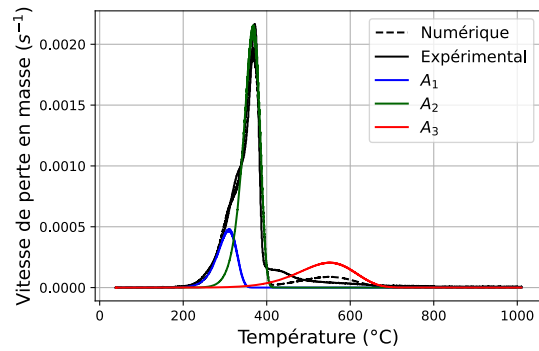
(a) $5 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$



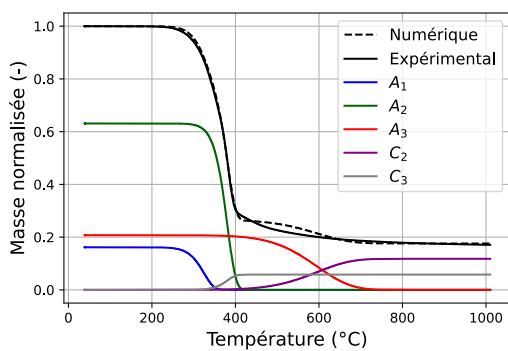
(b) $5 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$



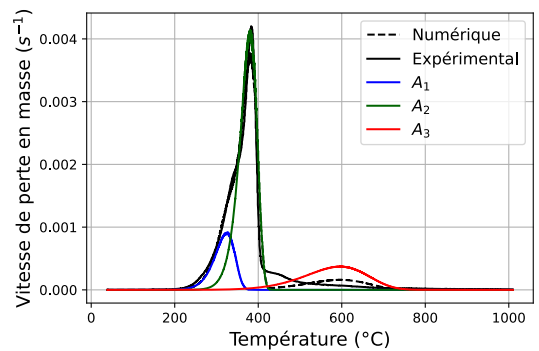
(c) $10 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$



(d) $10 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$



(e) $20 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$



(f) $20 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$

FIGURE C.3 – Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le sapin à différentes vitesses de chauffage.

TABLEAU C.4 – Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le mélèze.

Réaction	K_{0i} (s^{-1})	E_i ($kJ \cdot mol^{-1}$)	α_i (-)	γ_i (-)
(1)	$2,4 \times 10^9$	127,7	0,15	-
(2)	$1,3 \times 10^{12}$	173,1	0,61	0,12
(3)	718	84,9	0,24	0,60

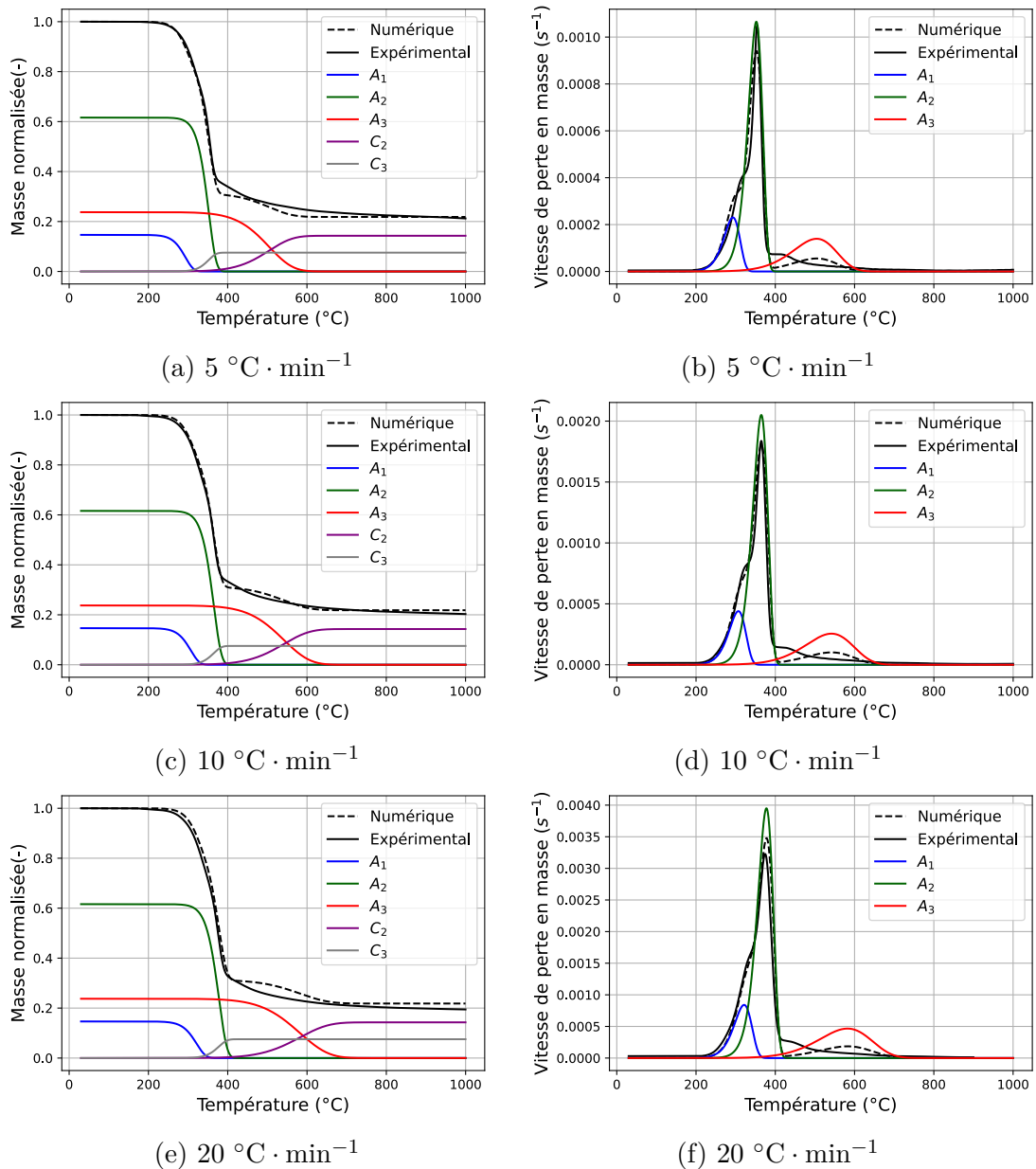


FIGURE C.4 – Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le mélèze à différentes vitesses de chauffage.

TABLEAU C.5 – Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le chêne.

Réaction	K_{0i} (s^{-1})	E_i ($kJ \cdot mol^{-1}$)	α_i (-)	γ_i (-)
(1)	$1,2 \times 10^7$	100,0	0,23	-
(2)	$3,0 \times 10^{14}$	196,1	0,56	0,28
(3)	6209	97,8	0,21	0,44

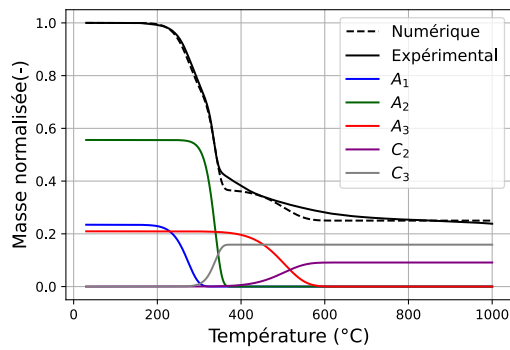
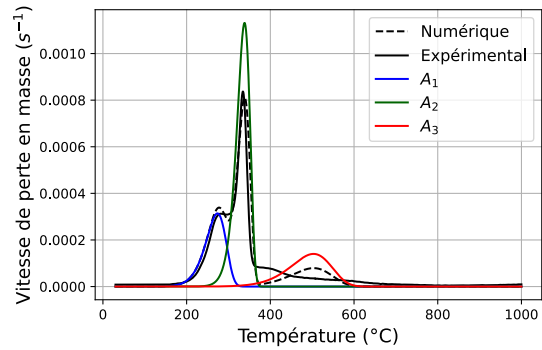
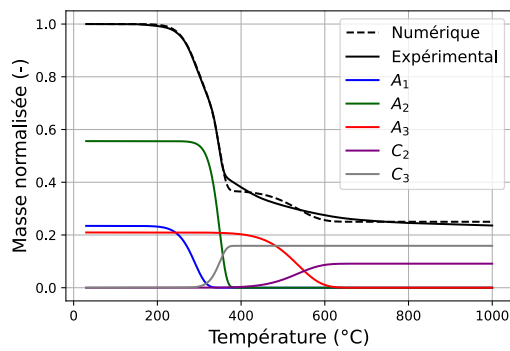
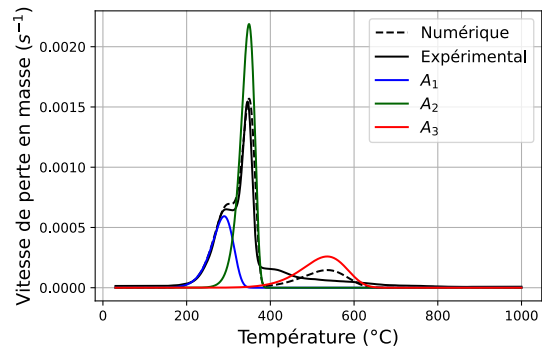
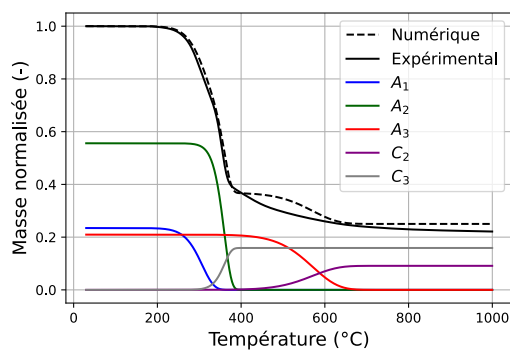
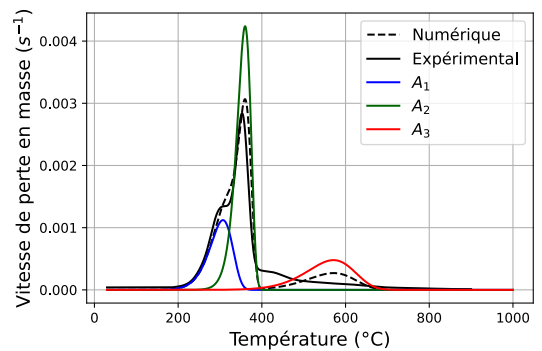
(a) $5 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ (b) $5 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ (c) $10 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ (d) $10 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ (e) $20 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ (f) $20 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$

FIGURE C.5 – Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le chêne à différentes vitesses de chauffage.

TABLEAU C.6 – Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour le hêtre.

Réaction	K_{0i} (s^{-1})	E_i ($kJ \cdot mol^{-1}$)	α_i (-)	γ_i (-)
(1)	$8,6 \times 10^8$	121,2	0,21	-
(2)	$1,2 \times 10^{12}$	171,7	0,61	0,15
(3)	53	69,8	0,18	0,57

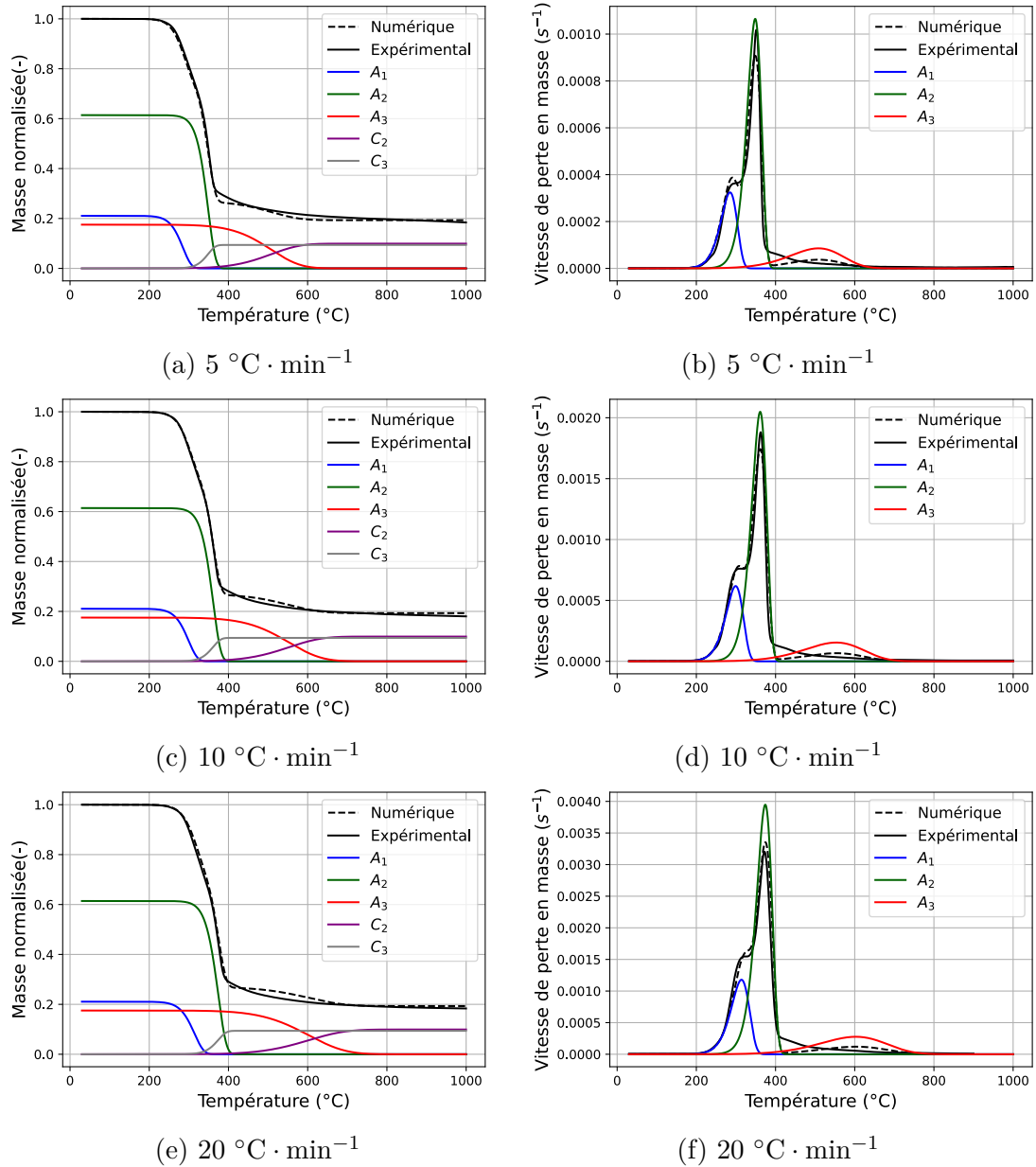


FIGURE C.6 – Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour le hêtre à différentes vitesses de chauffage.

TABLEAU C.7 – Paramètres cinétiques obtenus par optimisation pour l'ipé.

Réaction	K_{0i} (s^{-1})	E_i ($kJ \cdot mol^{-1}$)	α_i (-)	γ_i (-)
(1)	$5,1 \times 10^6$	98,1	0,20	-
(2)	$2,6 \times 10^{14}$	202,8	0,63	0,26
(3)	3655	96,8	0,17	0,50

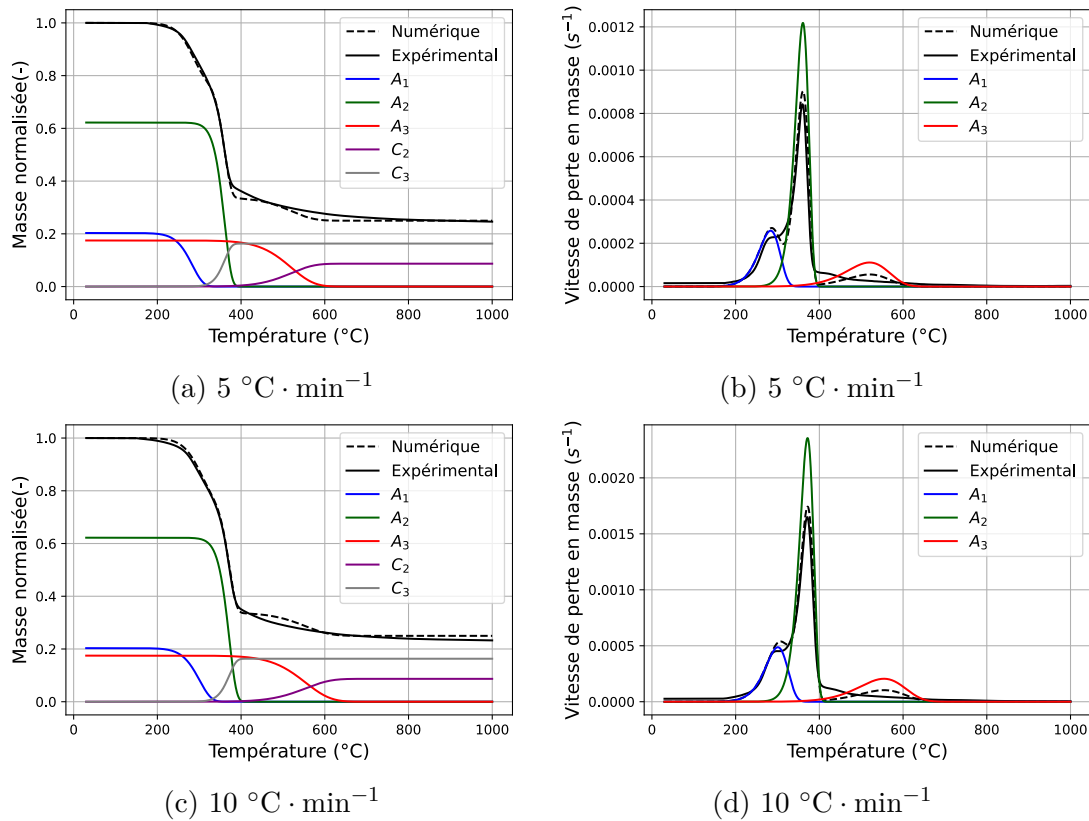


FIGURE C.7 – Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour l'ipé à différentes vitesses de chauffage.

Concernant l'ipé, les paramètres cinétiques ont été calculés en ajustant les courbes de perte en masse et de vitesse de perte en masse à 5 et $10 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ uniquement. La raison est qu'il était impossible de séparer la perte en masse liée à l'évaporation de l'eau et la perte en masse liée à la dégradation pour une vitesse de chauffage de $20 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. En effet, l'eau dans l'ipé s'évapore très lentement et pour une vitesse de chauffage de $20 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, le phénomène de séchage et de dégradation a lieu presque simultanément.

Annexe D

Analyse de sensibilité

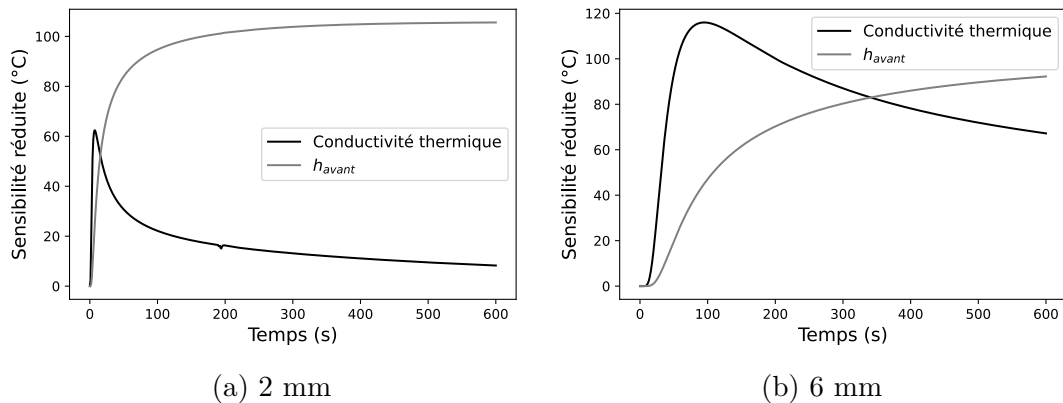


FIGURE D.1 – Sensibilité réduite des températures mesurées à 2 et 6 mm aux différents paramètres inconnus.

Les sensibilités réduites des températures à 2 et 6 mm aux différents paramètres inconnus ont été calculées afin d'évaluer l'identifiabilité de la conductivité thermique et de h_{avant} en se basant sur les mesures des températures. La sensibilité réduite de la température T à un paramètre k est définie par $k \frac{dT}{dk}$ et son unité est en °C. Ces sensibilités sont calculées en basant sur le modèle de chaleur en 3D, utilisé pour modéliser les essais de silicate de calcium.

Cette analyse montre que la sensibilité réduite des températures à la conductivité thermique et à h_{avant} a le même ordre de grandeur, et de plus, les deux paramètres ne sont pas corrélés. En effet, la sensibilité réduite à la conductivité thermique présente un pic en dessous de 100 secondes, puis elle diminue progressivement jusqu'à atteindre un plateau. Cependant, celle à h_{avant} continue à augmenter pendant toute la durée de l'essai. Ainsi, ces deux paramètres peuvent être estimés simultanément par méthode inverse.

Annexe E

Modèle de pyrolyse 3D

E.1 Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux à l'échelle du cône calorimètre sous atmosphère inerte.

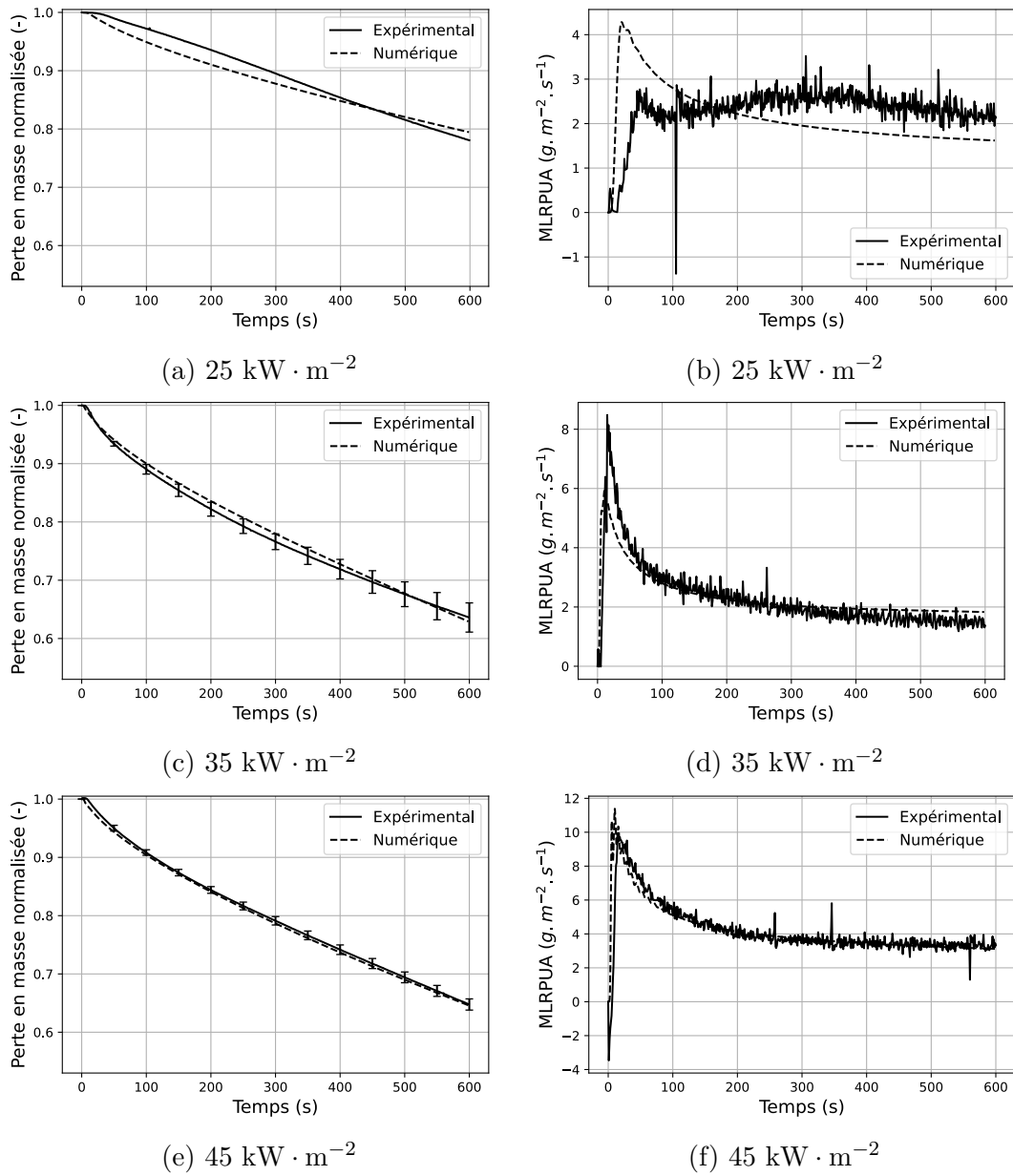
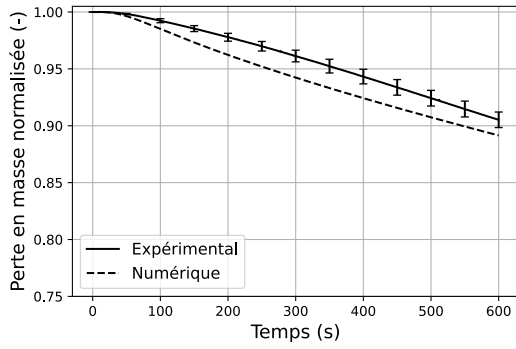
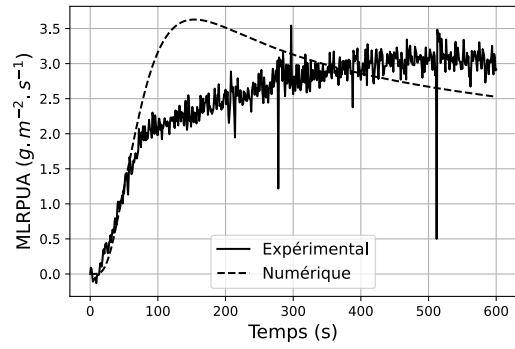


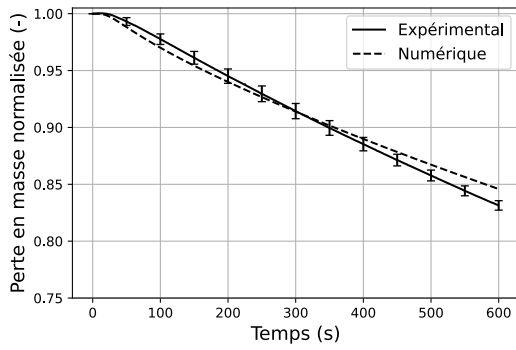
FIGURE E.1 – Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le balsa à différents flux de chaleur.



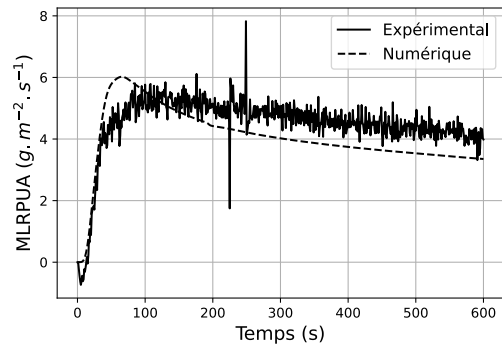
(a) $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



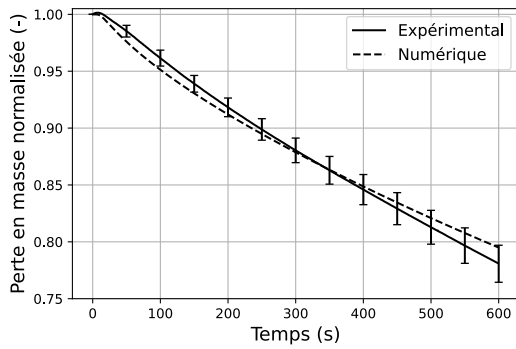
(b) $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



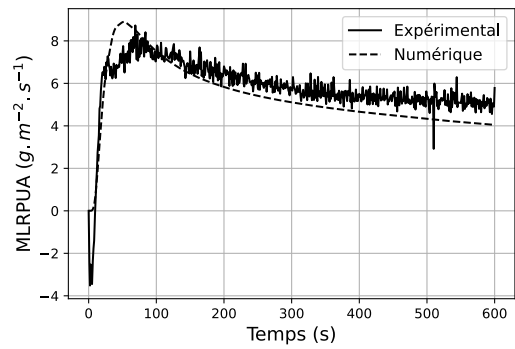
(c) $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



(d) $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



(e) $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



(f) $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$

FIGURE E.2 – Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le peuplier à différents flux de chaleur.

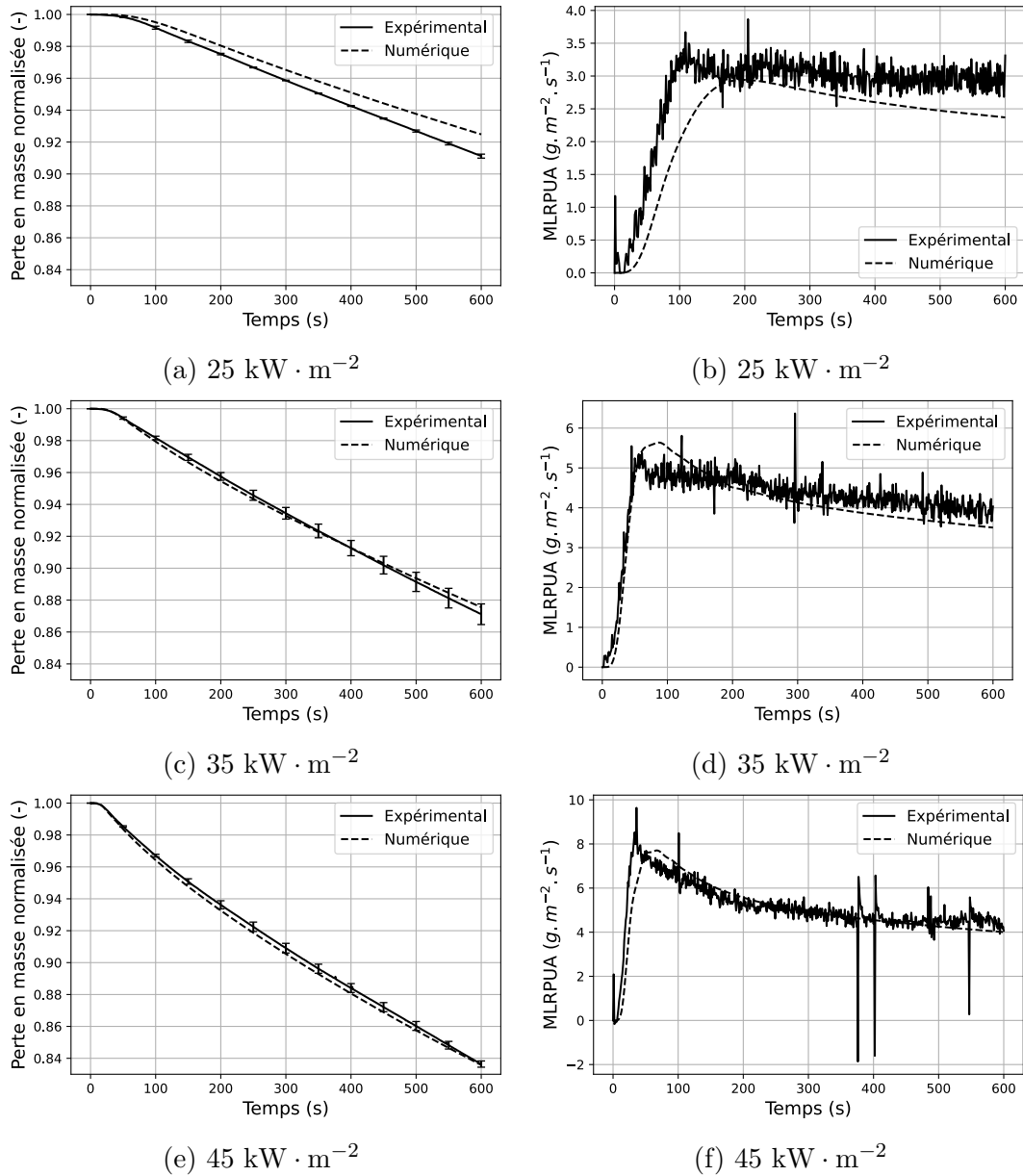
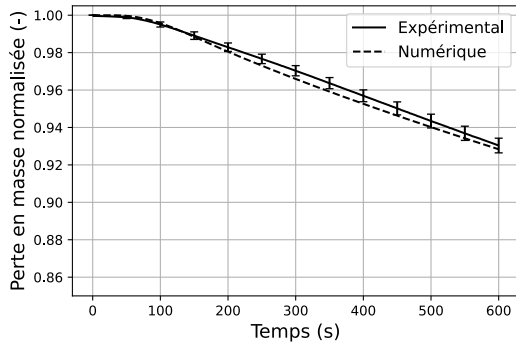
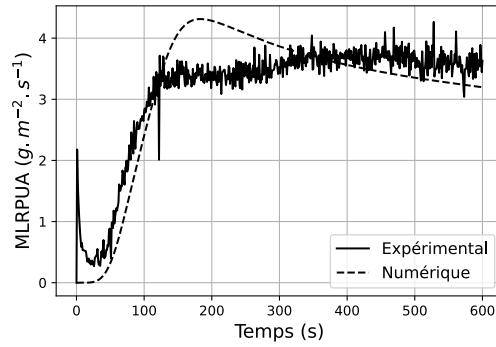


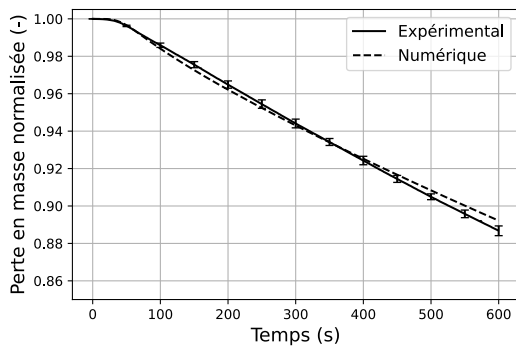
FIGURE E.3 – Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le sapin à différents flux de chaleur.



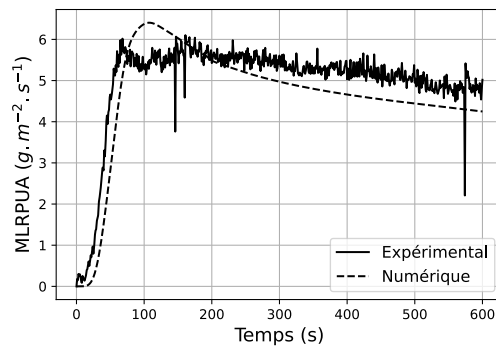
(a) $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



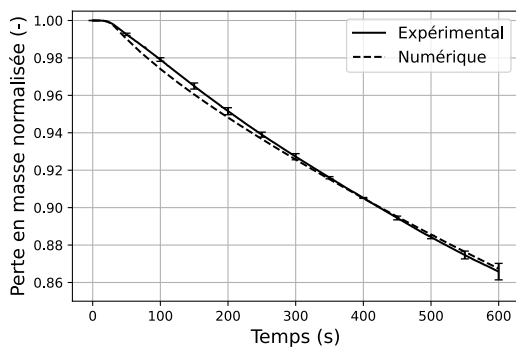
(b) $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



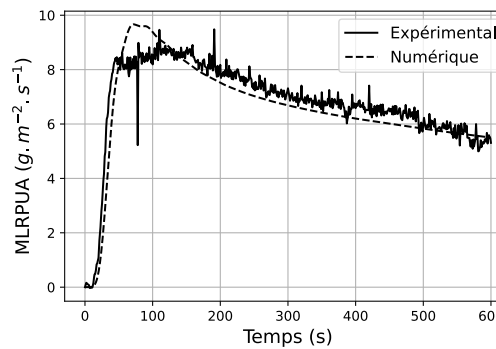
(c) $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



(d) $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



(e) $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



(f) $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$

FIGURE E.4 – Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le mélèze à différents flux de chaleur.

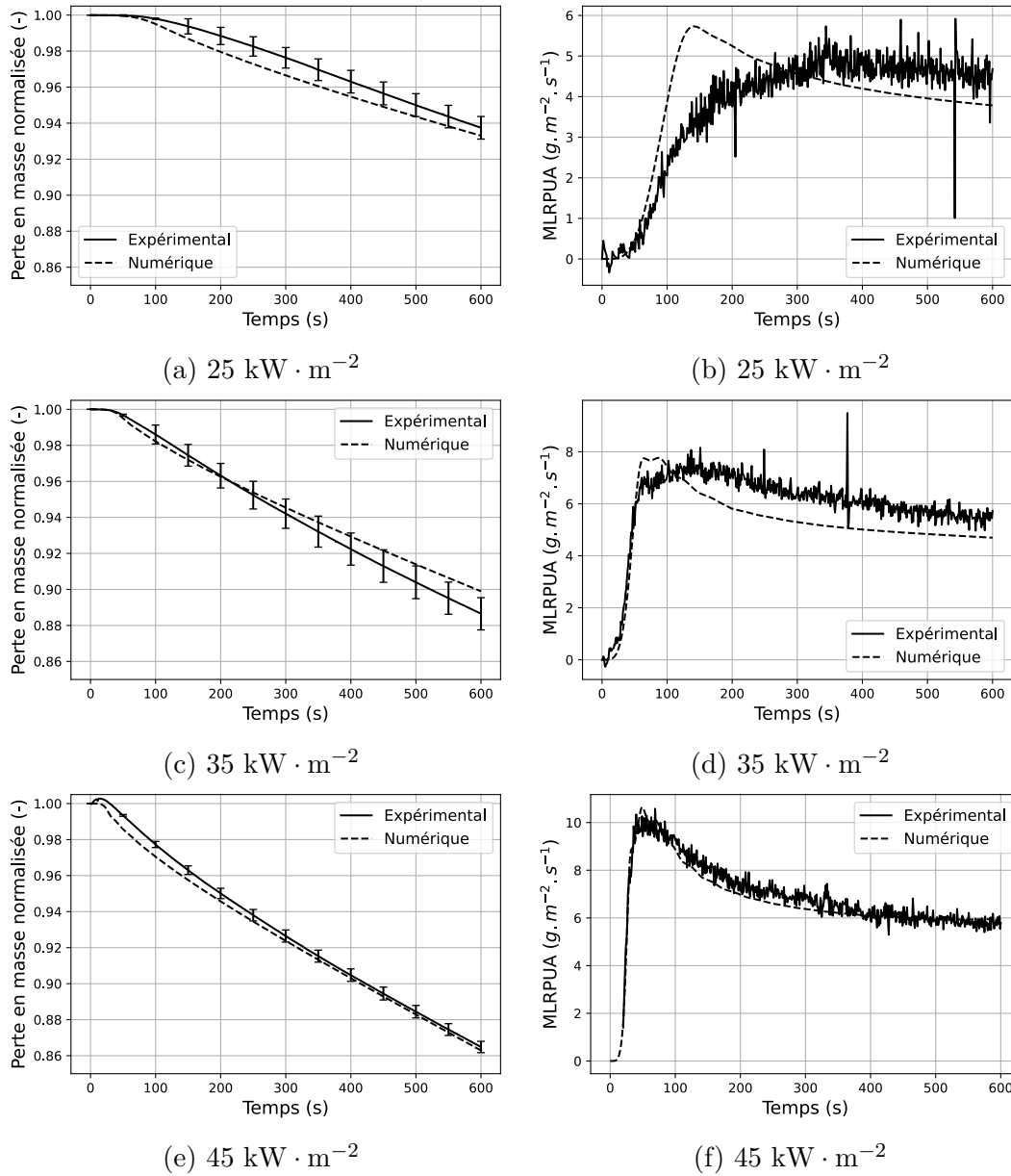
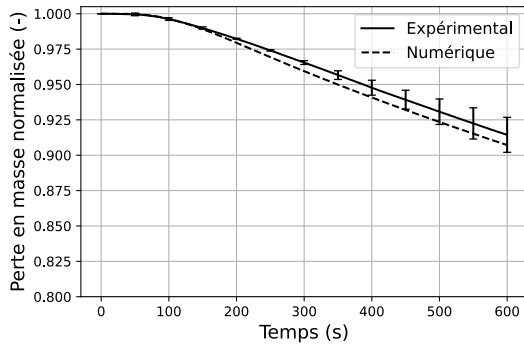
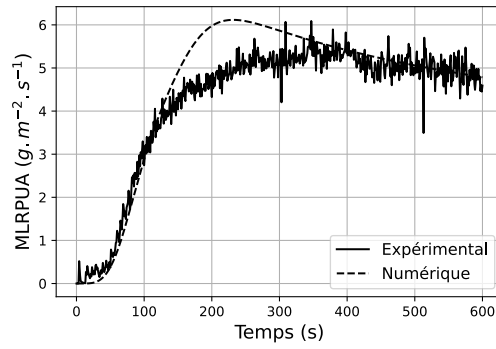


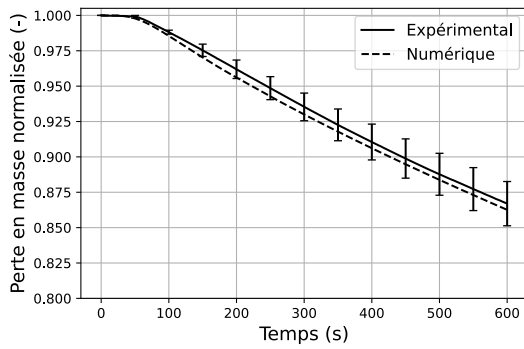
FIGURE E.5 – Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le chêne à différents flux de chaleur.



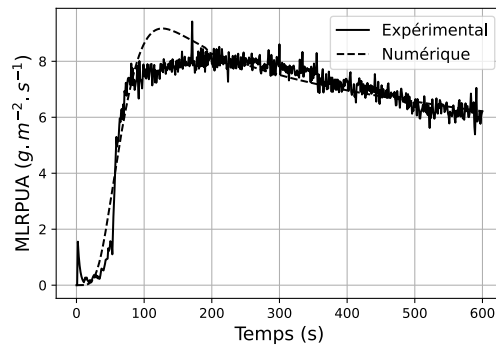
(a) $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



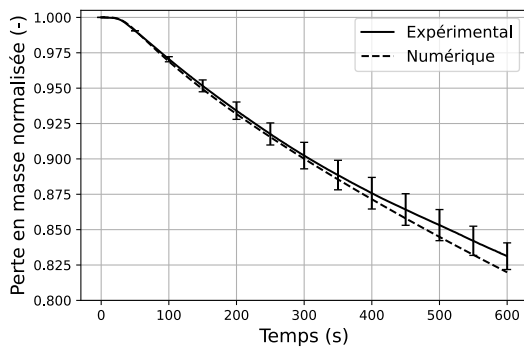
(b) $25 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



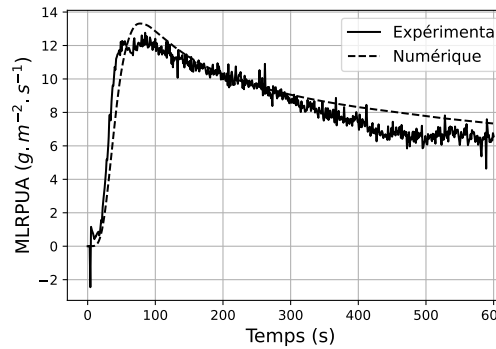
(c) $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



(d) $35 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



(e) $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$



(f) $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$

FIGURE E.6 – Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour le hêtre à différents flux de chaleur.

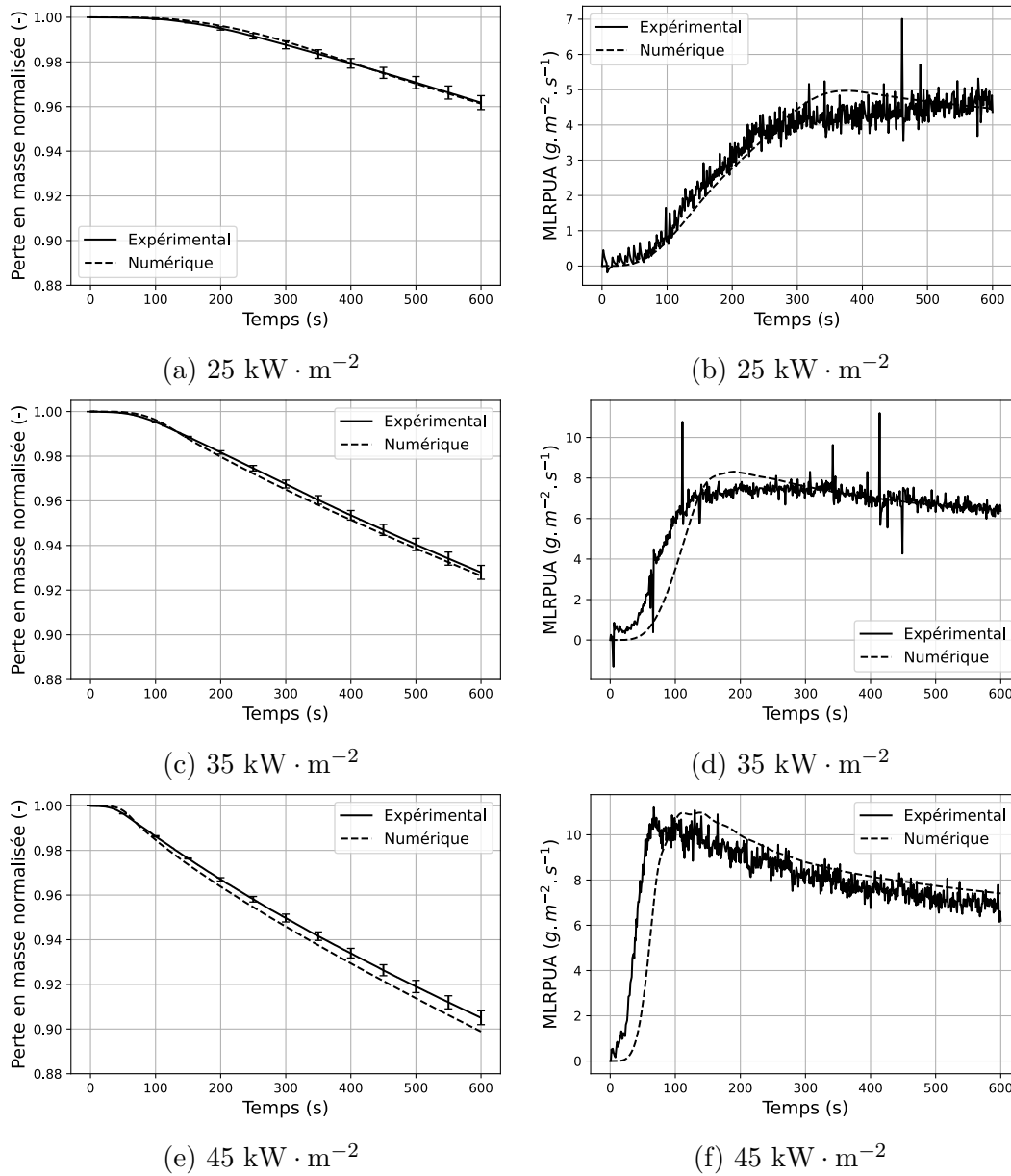


FIGURE E.7 – Comparaison entre la perte en masse numérique et expérimentale, ainsi que la vitesse de perte en masse par unité de surface (MLRPUA) pour l'ipé à différents flux de chaleur.

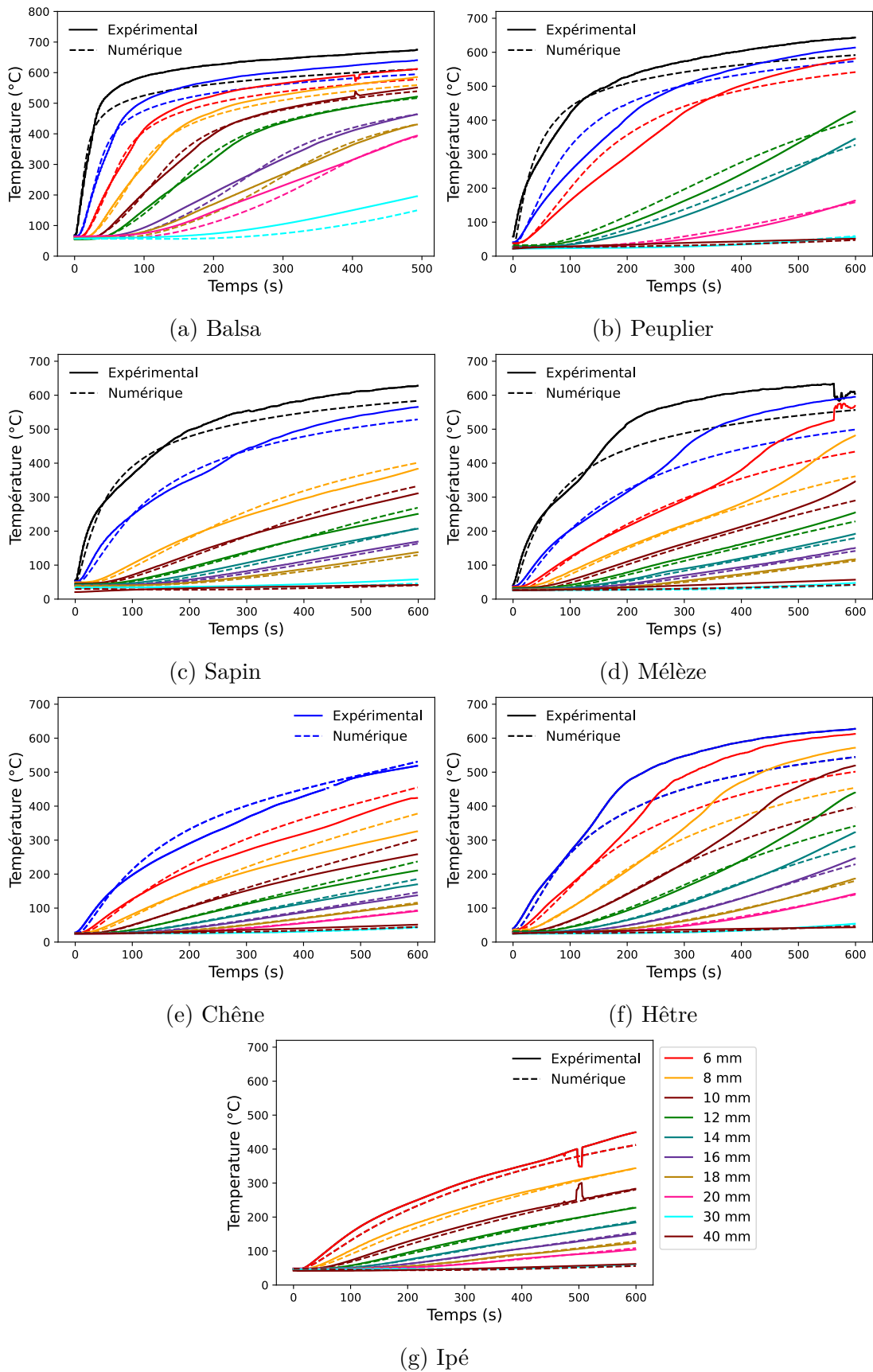


FIGURE E.8 – Comparaison entre les températures expérimentales et numériques à l'intérieur des échantillons de différentes essences de bois à $45 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$.

Résumé

L'utilisation du bois dans la construction présente de nombreux avantages, mais aussi des risques en termes de sécurité incendie. La littérature regorge d'études, qu'elles soient expérimentales ou numériques, sur le comportement au feu du bois. Cependant, les résultats, divers et variés, ne permettent pas d'identifier un comportement intrinsèque au bois, et le cadre réglementaire doit se résoudre à de nombreuses hypothèses simplificatrices. L'objectif de ce travail de thèse est d'étudier la dégradation thermique du bois à l'échelle du cône calorimètre. L'originalité de l'étude repose sur l'adoption d'une démarche à complexité croissante, l'utilisation d'une métrologie méticuleuse et sur une caractérisation la plus complète possible des propriétés des échantillons de bois étudiés. La dégradation implique de nombreux processus qui interagissent entre eux, tels que le séchage, la pyrolyse et la combustion avec ou sans flamme, entraînant des transferts de chaleur et de masse. Vu la complexité d'étudier tous ces phénomènes simultanément, la stratégie adoptée a consisté à séparer autant que faire se peut les différents phénomènes par le biais de modèles et d'expériences spécifiques. Pour s'affranchir du problème du séchage et des transferts hydriques, l'ensemble du travail a été réalisé sur du bois anhydre. Dans un premier temps, des méthodes de caractérisation spécifiques ont été utilisées afin de déterminer les propriétés thermiques du bois et du charbon. Ces expériences ont permis d'établir des lois de comportement pour certaines de ces propriétés, facilitant ainsi leur intégration dans un modèle. Ensuite, une campagne expérimentale a été réalisée sur le bois à l'échelle matière en utilisant des techniques telles que l'analyse thermogravimétrique et la calorimétrie différentielle de balayage, sous atmosphère inerte. À cette échelle, le bois est thermiquement mince, ce qui a permis de développer un modèle cinétique capable de prédire la perte en masse, la vitesse de perte en masse et la chaleur absorbée ou générée par le bois lors de la pyrolyse, en fonction de la température. Ensuite, une campagne expérimentale a été réalisée sur des échantillons de bois à l'échelle du cône calorimètre sous atmosphère inerte afin de valider le modèle de pyrolyse 3D développé pour la prédiction de la pyrolyse du bois, en l'absence de combustion, lorsque celle-ci est principalement pilotée par les transferts thermiques dans le matériau. Des essais sous air ont enfin été réalisés en vue d'une modélisation globale de la combustion du bois anhydre, nécessitant une caractérisation précise de la combustion du charbon et de l'apport de chaleur associé et du flux de chaleur apporté par la flamme.

Mots-clés : Pyrolyse du bois, Combustion du bois, Transferts de chaleur, Modélisation, Méthodes inverses, Cône calorimètre, Caractérisation thermique et thermocinétique.

Abstract

The use of wood in construction offers numerous advantages, but also poses fire safety risks. Several studies available in the literature, whether experimental or numerical, have investigated the fire behavior of wood. However, the diverse and varied results do not allow the identification of the intrinsic behavior of wood, and regulatory frameworks have to rely on numerous simplifying assumptions. The objective of this thesis is to study the thermal degradation of wood at the cone calorimeter scale. The uniqueness of the study lies in the adoption of an increasingly complex approach, the use of meticulous metrology, and the most comprehensive characterization of the properties of the wood samples under investigation. Degradation involves numerous interacting processes such as drying, pyrolysis, and combustion with or without flames, resulting in heat and mass transfer. Given the complexity of studying all these phenomena simultaneously, the strategy adopted was to separate the different phenomena as much as possible through models and specific experiments. In order to overcome the problem of drying and hydric transfer, all the work was carried out on dry wood. First, specific characterization methods were used to determine the thermal properties of wood and charcoal. These experiments helped to establish behavioral laws for some of these properties, facilitating their integration into a model. Subsequently, an experimental campaign was conducted at the material scale of wood using techniques such as thermogravimetric analysis and differential scanning calorimetry under an inert atmosphere. At this scale, wood is thermally thin, which allowed the development of a kinetic model capable of predicting mass loss, mass loss rate, and heat absorbed or generated by wood during pyrolysis as a function of temperature. Next, an experimental campaign was carried out on wood samples at the scale of the cone calorimeter in an inert atmosphere to validate the 3D pyrolysis model developed to predict wood pyrolysis in the absence of combustion, driven primarily by heat transfer within the material. Finally, tests in an air environment were conducted for a comprehensive modeling of dry wood combustion, which requires a precise characterization of char combustion, the associated heat generated, and the heat flux supplied by the flame.

Keywords : Wood pyrolysis, Wood combustion, Heat transfer, Modeling, Inverse methods, Cone calorimeter, Thermal and thermokinetic characterization.