Actes des 11èmes Journées Scientifiques du GDR Sciences du Bois

Eric Badel, Joseph Gril, Isabelle Théry

▶ **To cite this version:**

Eric Badel, Joseph Gril, Isabelle Théry. Actes des 11èmes Journées Scientifiques du GDR Sciences du Bois. 11, 2023. hal-04136908

HAL Id: hal-04136908
https://hal.inrae.fr/hal-04136908

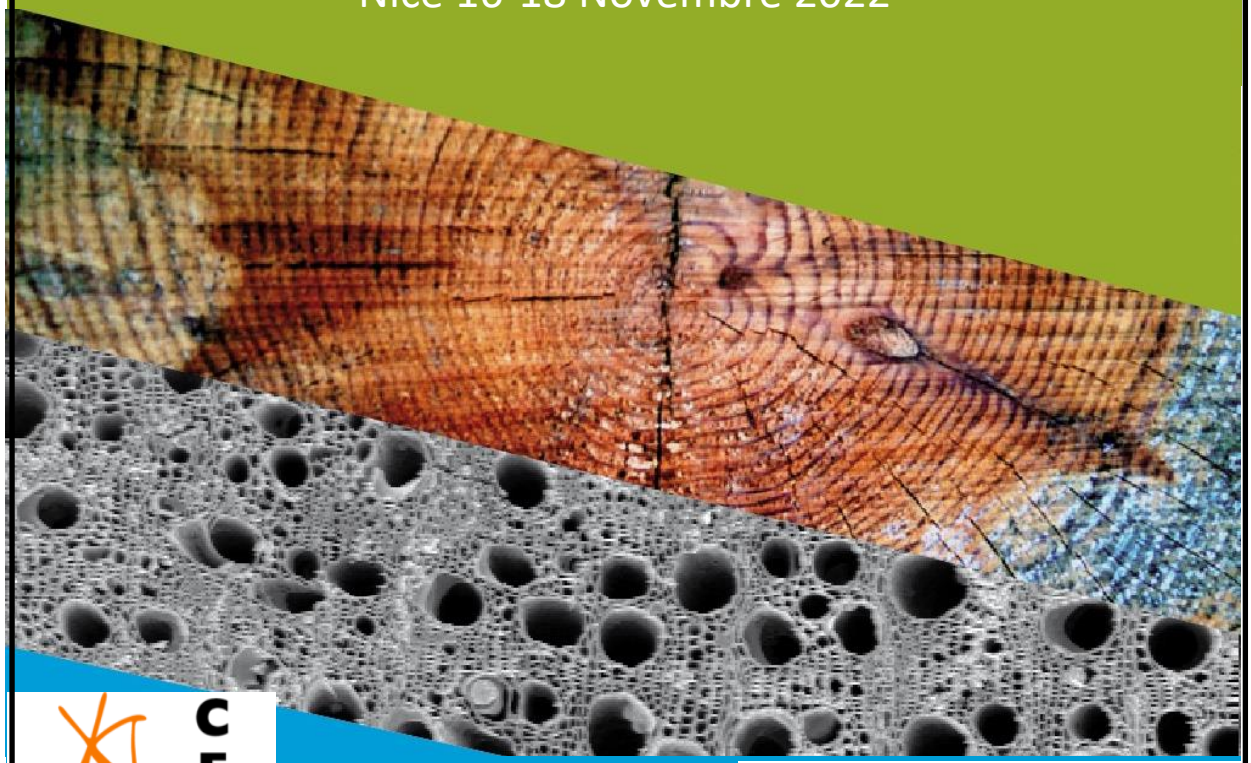
Submitted on 21 Jun 2023

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.

11èmes Journées Scientifiques du GDR3544 Sciences du bois

Nice 16-18 Novembre 2022



CEPAM Cultures Environnements Préhistoire•Antiquité•Moyen Âge

UNIVERSITÉ CÔTE D'AZUR

cnrs

GDR Groupement de recherche Sciences du bois

Actes

Coordination et édition: Eric Badel (PIAF), Joseph Gril (Institut Pascal), Isabelle Théry-Parisot (CEPAM)

Table des matières

Éditorial 3
Comités 4
Soutiens et sponsors 6
Programme des Journées 7
Groupes de travail 9
Visites 14
Hommage à Daniel Guitard 15
Présentations orales invitées 16
Posters / présentations flash 33
Liste des participants 355

Éditorial

Depuis sa première édition en 2012, cet événement est organisé tous les ans dans un nouveau campus, et est une opportunité pour ses participants de découvrir les différents sites nationaux de recherche en sciences du bois. En 2022, Nice a été à l'honneur en organisant la 11ème édition.

La thématique des journées « De La forêt au bois, passé, présent, futur : patrimoines culturels et naturels » est logiquement articulée autour des recherches de la communauté Niçoise. Ont été abordés en particulier, les paléoenvironnements, la forêt comme ressource, le développement durable, l'habitat en bois, les aspects patrimoniaux liés aux usages du bois. Les effets du changement climatique, sur la forêt et sur le bois comme matériau, ont été l'objet d'un éclairage spécifique.

Les sciences du bois sont pratiquées actuellement par une communauté très diverse par ses disciplines, thématiques et contextes institutionnels. Les objectifs du GDR 3544 Sciences du Bois sont de rassembler cette communauté autour de thèmes scientifiques transversaux, de proposer des actions de coordination en matière de pédagogie, de mettre en place des partages de ressources et d'établir des relations avec la communauté scientifique nationale, voire internationale francophone, et les acteurs professionnels.

L'objectif des journées scientifiques du GDR est de partager une culture commune. Cette manifestation s'est tenue les années précédentes à Montpellier (2012), Champs-sur-Marne (2013), Nancy (2014), Clermont-Ferrand (2015), Bordeaux (2016), Nantes (2017), Cluny (2018), Épinal (2019) et Grenoble (2020), Montpellier (2021).

En 2022, cette manifestation a été organisée à Nice par des acteurs du site scientifique niçois et en particulier le CEPAM. La participation à ces journées a été de l'ordre de 200 personnes avec une vingtaine de participants étrangers.

Ces journées ont consisté comme les années précédentes, en des exposés invités, suivis de présentations éclair appuyées par des posters. Des réunions d'une dizaine de groupes de travail à l'initiative des participants se sont déroulées, ainsi que la possibilité de découverte des activités des laboratoires du campus hôte et d'entreprises et lieux culturels locaux, toujours sur le thème du bois, bien sûr !

Le GDR 3544 « Sciences du Bois » remercie particulièrement le comité local d'organisation qui a œuvré pour la réussite de cet évènement ainsi que l'ensemble des membres du comité scientifique qui ont relu l'ensemble des résumés des communications afin de garantir la qualité des textes que vous retrouverez dans ces actes.

Comités

Comité d'organisation local

Isabelle Théry Parisot, DR CNRS, CEPAM
Corinne Martin, AgroParisTech, Nancy
Auréade Henry, Française, CR CNRS CEPAM
Claire Delhon, Française, CR CNRS CEPAM
Lydie Dussol, Française, MCF UCA CEPAM
Elysandre Puech, Française, doctorante CEPAM
Aurélie Liard, Française, doctorante CEPAM
Thomas Camagny, doctorant CEPAM
Benjamin Audiard, Post-doc Valencia
Isabelle Gillot, MCF UCA CEPAM
Anne Marie Gomez, Responsable administrative CEPAM
Marie-Amandine Chautard, Master PPA UCA
Marion Cosnefroy, Master PPA UCA
Emma Coste, Master PPA UCA
Peter Goebel, Master
Axelle James, Master PPA UCA
Anaëlle Joseph-Julien, Master PPA UCA
Anaïs Maurel, Master PPA UCA
Louison Maury, Master PPA UCA
Simon Poggi, Master PPA UCA
Doriane Vincent, Master PPA UCA

Comité scientifique

Almeras Tancrède, CR CNRS, LMGC Montpellier
Badel Eric, CR INRAE, PIAF Clermont-Ferrand
Belloncle Christophe, PU, ESB Nantes
Candelier Kevin, CR, CIRAD, Biowooeb Montpellier
Costa Guy, MC Univ Limoges, chaire Sylvalim, Pereine Limoges
Charrier Bertrand, PU Univ Pau, IPREM Pau
Chaplain Myriam, MC Univ Bordeaux, I2M Bordeaux
Constant Thierry, CR INRAE, LERFOB Nancy
Denaud Louis, MC, ENSAM, LABOMAP Cluny
Dubois Frédéric, PU, Unilim, GC2D Limoges
Gérardin Philippe, PU Univ Lorraine, LERMAB Nancy
Gril Joseph, DR CNRS, Institut Pascal Clermont-Ferrand
Maurin Emmanuel, IR, LRMH, Bordeaux
Petrissans Anélie, PU, Univ. Lorraine, LERMAB, Epinal
Pot Guillaume, MdC, ENSAM, Labomap Cluny
Py Vanessa, DR, CNRS, GEODE Toulouse

Rouger Frédéric, FCBA Paris
Sieffert Yannick, MC, UGA, S3R Grenoble
Thevenon Marie-France, CIRAD, Biowooeb, Montpellier
Thibaut Bernard, DR Emérite, CNRS, Montpellier
Trouy Marie-Christine, PU, Univ Lorraine, LERMAB Epinal

Soutiens et sponsors

UMR CEPAM

Université Cote d'Azur

Ecole Universitaire de Recherche « Sciences de la société et de l'environnement »

AgroParisTech

Ministère de la Culture

INRAE

CNRS

Programme des Journées

Mercredi 16 novembre

9h00 Visite du CEPAM ou de la Grotte du Lazaret (sur demande)

12h30 Accueil – café – Campus Valrose – Université Côte d'Azur– *Théâtre*

13h30 Discours d'ouverture – *Théâtre*

Mot de bienvenue – Isabelle THERY, Directrice du CEPAM, Nice

Discours d'accueil – Stéphane AZOULAY, VP Formation l'Université Côte d'Azur

Discours d'accueil – Christian RINAUDO, Directeur de l'EUR ODYSSEE

Informations générales – Éric BADEL, Directeur du GDR Sciences du Bois

Session 1 (Paléo)Environnements et Biodiversité – *Théâtre*

14h30 Claire DELHON (CNRS, CEPAM, Nice)
La forêt méditerranéenne, entre patrimoine naturel et héritage culturel

15h00 Stephen ROSTAIN (CNRS ArchAm, Paris) - *Amazonie, la forêt qui cache l'humain*

15h30 Posters – Flash talk session 1

16h20 Pause-café + poster 1

17h30 Réunion des Groupes de Travail

GT Xylogénèse – *Salle de réunion centre de biochimie*

GT Rupture – *Salle Von Derwies Petit Château*

GT Xylomat – *Salle du Belvédère*

GT Savoirs scientifiques et Artisanats – *Salle des actes Gd Château*

GT Construction – *Salle 102*

GT Ecologie du bois – *Théâtre*

19h30 Réunion bureau, comité de pilotage et représentants

Jeudi 17 novembre

Session 2 Ressources et Adaptation du bois au changement climatique : Physiologie, structure, mécanique – *Théâtre*

8h30 Myriam CHAPLAIN (I2M, Bordeaux) / Frédéric DUBOIS (GC2D Egleton)
Constructions bois face aux changements climatiques

8h55 Estelle VIAL (FCBA, Paris) – *Le bilan GES des produits bois*

9h25 Bernard THIBAUT (LMGC, Montpellier) – *Hommage à Daniel GUITARD*

9h40 Posters – Flash talk session 2

10h30 Pause-café + poster 2

11h30 Réunion des Groupes de Travail
GT Imagerie – *Salle du Belvédère*
GT Bois et calculs par éléments finis – *Théâtre*
GT Patrimoine – *Salle Von Derwies Petit Château*
GT Usinage – *Salle de réunion centre de biochimie*

12h30 *Pause déjeuner*

14h00 Réunion des Groupes de Travail
GT Imagerie – *Salle du Belvédère*
GT Bois et calculs par éléments finis – *Théâtre*
GT Patrimoine – *Salle Von Derwies Petit Château*
GT Usinage – *Salle de réunion centre de biochimie*

15h30 Visites / sorties au choix

A – Autour du feu	Elysandre PUECH
B – CEPAM chimie	Thomas CAMAGNY
C – CEPAM archéobotanique	Auréade HENRY
D – patrimone du campus de Valrose	Claire DELHON
E – Atelier lutherie Du Bois à la Musique	Isabelle THERY
F – Palais Lascaris	Lydie DUSSOL
G – Grotte du Lazaret	Benjamin AUDIARD
H- Parc Phoenix	Louison MAURY
I – Atelier de Sculpture sur bois	Ingrid BERTIN

19h30 *Diner de gala – Hard Rock Café*

Vendredi 18 novembre

Session 3 **Le bois patrimoine culturel - *Théâtre***

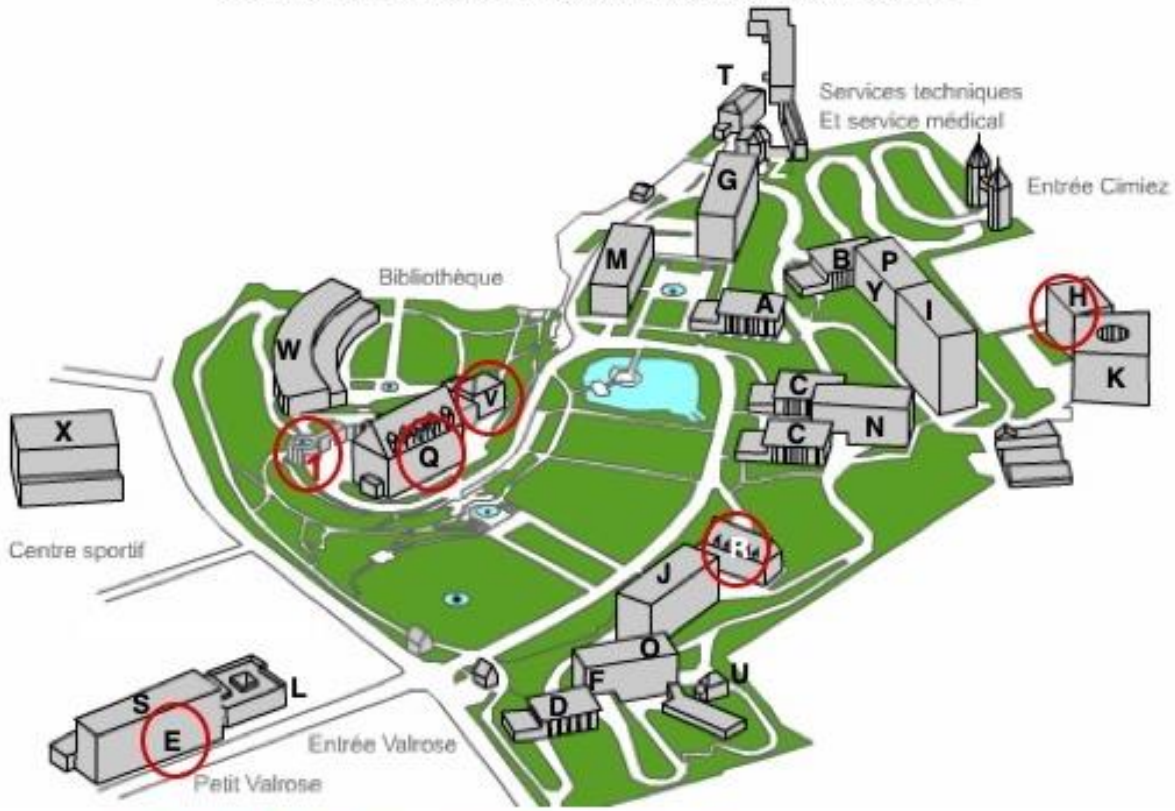
8h30 Posters – Flash talk session 3
9h20 Pause-café + poster 3
10h00 Olivier GIRARDCLOS (Chrono-environnement, Besançon)
Les charpentes de Notre-Dame de Paris, questionnement du bois dans le patrimoine et premiers apports de l'étude des restes carbonisés
10h30 Delphine JULLIEN (LMGC, Montpellier) L*es panneaux peints sur bois du patrimoine : approches scientifiques en étroit lien avec les acteurs de la conservation*

11h00 Conclusion et discours de clôture – Eric BADEL et Isabelle THERY
Décision du Copil
CR des réunions de GT
Remise des prix des posters

13h00 *Pause déjeuner*

Groupes de travail

Plan du Parc Valrose et des bâtiments



1 - *Salle du* ***Belvédère*** *(devant le château, sur le parvis)*
Q - ***Salle des actes*** *Grand Château (en haut des escaliers du théâtre, à côté de la salle à manger*
H - *Salle de réunion au rez-de-chaussée du centre de* ***biochimie***
R - *Salle* ***Von Derwies Petit Château*** *au 1er étage*
E - ***Salle 102***, 1er étage bâtiment petit Valrose, dans la rue qui mène au portail
V – ***Théâtre*** *(lieu des conférences)*

Mercredi 16 Novembre - 17h30
GT Xylogénèse – *biochimie (H)*
GT Rupture – *Von Derwies (R)*
GT Xylomat – *Belvédère (1)*
GT Savoirs scientifiques et Artisanats – *Actes Gd Château (Q)*
GT Construction – *Salle 102* (E)
GT Ecologie du bois – *Théâtre (V)*

Jeudi 17 Novembre - 11h30
GT Imagerie – *Belvédère (1)*
GT Bois et calculs par éléments finis – *Théâtre (V)*
GT Patrimoine – *Salle Von Derwies Petit Château (R)*
GT Usinage – *biochimie (H)*

Jeudi 17 Novembre 14h00
GT Imagerie – *Belvédère (1)*
GT Bois et calculs par éléments finis – *Théâtre (V)*
GT Patrimoine – *Von Derwies (R)*
GT Usinage – *biochimie (H)*

Ecologie du Bois

Animation :
Yannick Sieffert <yannick.sieffert@3sr-grenoble.fr>
David Rodrigues-Soares <soares.d@grenoble.archi.fr>
Ivan Mazel <ivan.mazel@grenoble.archi.fr>

Le groupe de travail Ecologie du bois se propose d'être, pour sa première édition, un lieu de rencontre et d'échanges autour de la question écologique ayant trait au bois. L'objectif est de discuter en quoi des problématiques scientifiques interrogent cette matière de manière imbriquée entre son exploitation, sa transformation et son usage, sans distinguer, pour simplifier : la forêt, l'industrie et les matériaux. L'enjeu est de croiser les réflexions en écologie forestière, en économie écologique, en histoire et archéologie environnementale, en ingénierie environnementale, en architecture écologique, en écologie industrielle et territoriale, ainsi que dans d'autres champs intéressés par cette approche. Les sujets de socio-écosystème, de bioéconomie, d'économie circulaire, de filière territoriale, de ressource locale, d'économie circulaire, d'impact environnemental ont été par exemple l'objet de présentations et de discussions.

Programme :
- Introduction sur ce nouveau groupe (pourquoi, proposition de définition, thématiques)
- Présentation sur le réemploi et la circularité (Yannick Sieffert, 3SR, Grenoble)
- Tour de table (intérêts, souhaits de travail collectif)
- Présentation sur la bioéconomie (Vincent Banos, INRAE, Bordeaux)
- Échanges sur l'écologie du bois et les suites du GT

Usinage bois

Animation :
Florent Eyma <florent.eyma@iut-tarbes.fr>
Louis Denaud <Louis.DENAUD@ensam.eu>

Les objectifs de ce groupe de travail sont de coordonner les efforts de recherche des équipes francophones impliquées dans l'usinage du bois en créant des synergies et des approches complémentaires sur des verrous scientifiques. Il s'agira également de mutualiser les plateaux techniques et de favoriser la mobilité des doctorants pour leur permettre de profiter des compétences et des moyens des différentes équipes. Enfin, l'objectif de ce GT est également d'organiser des colloques/séminaires, et d'assurer la diffusion des résultats de recherche liés à l'usinage du bois, en permettant notamment aux étudiants de présenter leurs travaux dans un cadre ouvert et de bon niveau scientifique.

Plus d'informations :

https://www6.inrae.fr/gdr-sciences-du-bois/Groupes-de-travail/Usinage-Bois

Xylogenèse

Animation :
Annabelle Dejardin <annabelle.dejardin@inrae.fr>
Thierry Constant <thiery.constant@inrae.fr>

Le groupe de travail Xylogenèse est un point de rencontre et d'échanges autour du thème de la xylogenèse. Son objectif est de créer ou de renforcer les liens existants entre les différentes communautés partageant cette question au travers de différentes approches disciplinaires. Le GT a organisé avec succès de premières journées scientifiques en juin 2019 à Paris, et Xylo2022 en juillet 2022 à Nancy. L'édition 2022 du GDR Sciences du Bois a été l'occasion de d'évoquer le format de la prochaine édition de ces journées, et d'échanger sur des projets qui démarrent, ou qui sont en gestation.

Rupture

Animation
Rostand Moutou Pitti <rostand.moutou_pitti@uca.fr>
Myriam Chaplain <myriam.chaplain@u-bordeaux.fr>
Frédéric Dubois <frederic.dubois@unilim.fr>

L'objectif de ce groupe de travail est de recenser les travaux liés à la rupture du bois couplée aux comportements thermo-hygro-mécaniques afin d'initier des collaborations et les projets recherches communs entre les laboratoires partenaires du GDR. Ce groupe de travail porte également des projets (par exemple action COST sur la Rupture, projets Européens et ANR …). Plus d'informations :

https://www6.inrae.fr/gdr-sciences-du-bois/Groupes-de-travail/Rupture-Bois

Imagerie

Animation
Evelyne Toussaint <evelyne.toussaint@uca.fr>
Guy Costa <guy.costa@unilim.fr>

Les objectifs de ce groupe de travail sont de (i) faire le point sur les techniques d'imagerie appliquées au bois, sur les compétences techniques et analytiques des membres du GT, (ii) organiser des journées d'échanges, (iii) partager des ressources via les réseaux existants, pour favoriser les échanges interdisciplinaires entre les laboratoires partenaires du GDR. Plus d'informations :

https://www6.inrae.fr/gdr-sciences-du-bois/Groupes-de-travail/Bois-et-Imagerie

Bois de construction

Animation
Nicolas Sauvat <nicolas.sauvat@unilim.fr>
Eric Fournely <eric.fournely@uca.fr>

Ce groupe de travail sera consacré à l'approche « matériau », avec une présentation de l'activité du TC 124 par Frédéric Rouger qui le préside. Nous aborderons ensuite les besoins de caractérisation des bois sous-employés dans les constructions, qu'ils soient d'origine géographique proche de leurs usages (bois locaux) et l'essor de leurs certifications potentielles, ou encore en bois de feuillus, hors gabarits industriels pour les transformateurs.

Plus d'informations :

https://www6.inrae.fr/gdr-sciences-du-bois/Groupes-de-travail/Construction

Savoirs scientifiques et artisanaux

Animation :
Iris Brémaud <iris.bremaud@umontpellier.fr>

L'objectif de ce groupe de travail est de recenser les travaux et initiatives à l'interface entre sciences du bois et artisanats du bois. Lors des journées du GDR, le GT est ouvert à toutes personnes intéressées par les diverses dimensions des artisanats du bois et des bois d'artisanats. Plus spécifiquement, en termes de recherches, nous nous intéressons en priorité à des démarches interdisciplinaires et inter-métiers, notamment en recensant les initiatives qui visent à relier des approches de SHS, de physique et de biodiversité des bois, et celles menées dans un esprit d'échanges entre « chercheurs-artisans » et « artisans-chercheurs.

Patrimoine

Animation :
Delphine Jullien <delphine.jullien@umontpellier.fr>
Emmanuel Maurin <emmanuel.maurin@culture.gouv.fr>

Le Groupe de Travail Patrimoine est un lieu d'échanges sur les trois thématiques traditionnelles du patrimoine à savoir : la connaissance du matériau, le diagnostic, les méthodes et techniques en conservation-restauration, et sur les différentes échelles d'étude : les matériaux, les assemblages et les structures bâties.

Une petite série d'interventions a présenté quelques exemples d'études en cours, ainsi que les dernières actualités du groupe Bois de la SFIIC (Section Française de l'Institut International de Conservation). Les scientifiques, restaurateurs, conservateurs, artisans, intéressés par ces échanges ont été vivement conviés à participer à ce groupe de Travail.

Bois et calculs par éléments finis, le projet WoodConstitutiveLaws

Animation :
Lorenzo Riparbelli <lorenzo.riparbelli@unifi.it>
Thomas Helfer <thomas.helfer@cea.fr>

Ordre du jour: (1h)
- Presentation du cadre général par Thomas Helfer (CEA)
- Presentation and demonstration of projet WoodConstitutiveLaws by Lorenzo Riparbelli
- Discussion
- mise en place d'un groupe d'utilisateurs

Descriptif:

Le projet WoodConstitutiveLaws est un logiciel libre et opensource, qui sera bientôt publié sous une licence ouverte. Il est dérivé d'un projet appelé MFrontGallery qui vise à capitaliser des lois de comportement écrites avec le le logiciel MFront.

MFront (https://thelfer.github.io/tfel/web/) est un logiciel français, opensource et développé dans le cadre du projet PLEIADES dédié aux simulation des éléments combustibles des réacteurs nucléaires co-développé par EDF (Électricité de France), le CEA (Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives) et Framatome. MFront permet d'écrire des lois de comportement pour les matériaux d'une manière (relativement) simple mais rigoureuse et numériquement performante qui peut être utilisée directement dans tous les principaux logiciels d'éléments finis tels que castem, code_aster, calculix, abaqus, ansys, fenics et beaucoup d'autres; cela représente une couverture proche de 100% des logiciels utilisés dans le domaine de la recherche, notamment les logiciels open source d'excellence castem et code_aster.

Pour en revenir à WoodConstitutiveLaws, il s'agit donc d'un logiciel spécifiquement dédié au bois, avec un ensemble de base de lois matérielles et de leurs propriétés qui permet d'utiliser une loi écrite sur n'importe quel logiciel d'éléments finis.

Les avantages sont les suivants :
1. portabilité
2. Transparence
3. la comparabilité des résultats entre différents solveurs
4. réutilisation, amélioration, adaptation des lois existantes
5. utilisation de la même loi en migrant vers différentes versions du solveur de base
6. transfert de technologie vers l'industrie et utilisation massive des lois

Xylomat

Animation :
Bertrand Charrier <bertrand.charrier@univ-pau.fr>

Voir :

https://www6.inrae.fr/gdr-sciences-du-bois/Groupes-de-travail/Xylomat

Visites

A – Autour du feu

Pilote : Elysandre PUECH

B – CEPAM chimie

Pilote : Thomas CAMAGNY

C – CEPAM archéobotanique

Pilote : Auréade HENRY

D – Patrimone du campus de Valrose

Pilote : Claire DELHON

E – Atelier lutherie Du Bois à la Musique

Pilote : Isabelle THERY

F – Palais Lascaris

Pilote : Lydie DUSSOL

G – Grotte du Lazaret

Pilote : Benjamin AUDIARD

H – Parc Phoenix

Pilote : Louison MAURY

I – Atelier de Sculpture sur bois

Pilote : Ingrid BERTIN

Hommage à Daniel Guitard

La communauté des Sciences du Bois Française est en deuil. Daniel Guitard nous a quitté lundi 15 Août, à Toctoucau près de Bordeaux dans sa 80ème année. Ingénieur diplômé de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, École Nationale Supérieure d'Électricité et de Mécanique (ENSEM) de Nancy, Daniel a y préparé sa thèse de Doctorat d'État en Physique, obtenue en 1969 et débuté sa carrière d'enseignant-chercheur en tant qu'assistant, maitre-assistant puis professeur. Il y a développé une équipe « bois » au Laboratoire d'Energétique, de Mécanique Théorique et Appliquée (LEMTA). A partir de 1978, il entre dans la grande aventure des sciences du bois nationales des années 80, qui sera incarnée par le GIS Rhéologie du Bois ou la création de l'ENSTIB à Épinal par Xavier Déglise. Il y apporte ses compétences en mécanique des composites à fibres, mises au service de la mécanique du bois. Il participe activement à la création de dynamiques interdisciplinaires, avec l'association pour la recherche sur le Bois en Lorraine (ARBOLOR) et le DEA national « Sciences du bois » en 1980. Son livre « Mécanique du matériau bois et composites » édité en 1987 est devenu la référence dans tous nos laboratoires de Sciences du Bois. En 1989, Daniel s'installe à Bordeaux pour développer aux côtés de Pierre Morlier le Laboratoire de Rhéologie du Bois de Bordeaux (LRBB), une des premières unités mixtes de recherche entre Université, CNRS et INRA. Il terminera sa carrière à Bordeaux comme professeur émérite. Sa renommée internationale acquise en particulier au Maroc, au Brésil et au Chili, lui a valu, en 1992, d'être élu « fellow » de l'IAWS (International Academy of Wood Science) où il a eu l'honneur de prononcer une « Academy Lecture » lors de la conférence annuelle en 2004 à Montpellier. C'est d'ailleurs en 2009, lors de la conférence annuelle de l'IAWS en Russie, qu'il a dû présenter une dernière communication avec deux de ses anciens chercheurs du Bénin et Cameroun !

Daniel « l'africain » avait passé une grande partie de sa jeunesse au Congo et toute sa vie il a été attaché à développer la formation sur ce continent, en étant par exemple directeur de l'École Polytechnique de Yaoundé entre 1980 et 1983 tout en développant une recherche sur le bois. Pour assoir cette recherche il a contribué à la création d'un institut universitaire professionnalisé de niveau master, le CRESA Forêt Bois, rayonnant sur plusieurs pays d'Afrique. Il fut ensuite conseiller scientifique auprès de l'AUF (Agence Universitaire de la Francophonie) à Dakar entre 1996 et 1998.

Daniel était un fort caractère et il a joué un rôle très important dans le développement de la filière Enseignement/Recherche Bois en France. Il était un enseignant hors pair qui aimait transmettre : Il a encadré, formé, un nombre impressionnant de doctorants, post-doctorants et bien sûr d'étudiants du DEA « Sciences du Bois » dont il a été un acteur incontournable jusqu'à la fin du DEA en 2003. Il était aussi un chercheur créatif qui a contribué à des thématiques importantes pour la mécanique du bois – comportement des composites stratifiés à base de bois, comportement anisotrope et viscoélastique … mais qui a surtout impulsé avec Bernard Thibaut des thématiques nouvelles, comme la « mécanique de l'arbre sur pied » intégrée ensuite dans les approches internationales « plant biomechanics », ou les approches « micro-macro » de la compréhension du comportement du bois reliant anatomie, chimie et rhéologie. Au sein des communautés interdisciplinaires, il mettait en valeur avec rigueur les bases de la discipline de la mécanique des solides, en tant que changement d'échelle entre le matériau et la structure. Enfin, Daniel aimait se définir comme un ingénieur c'est-à-dire quelqu'un qui résout sous contraintes des problèmes concrets et compliqués, en hybridant des outils et des disciplines.

Daniel Guitard nous laisse en héritage sa passion du matériau bois, de nombreux écrits qui serviront encore longtemps les chercheurs et étudiants de la communauté des sciences du bois et des chercheurs et enseignants chercheurs qui perpétuent son héritage scientifique en mécanique du bois et de l'arbre.

Eric Badel, Meriem Fournier, Xavier Déglise, Bernard Thibaut, Joseph Gril, Laurent Bléron, Patrick Martin

Présentations orales invitées

Session 1 - (Paléo)Environnements et Biodiversité (Mercredi 16/11)

Claire DELHON (CNRS, CEPAM Nice)
La forêt méditerranéenne, entre patrimoine naturel et héritage culturel

Stephen ROSTAIN (CNRS, ArchAm Paris)
Amazonie, la forêt qui cache l'humain

Session 2 - Ressources et Adaptation du bois au changement climatique : Physiologie, structure, mécanique (Jeudi 17/11)

Myriam CHAPLAIN (I2M, Bordeaux) / Frédéric DUBOIS (GC2D Egleton)
Les constructions bois face aux changements climatiques

Estelle VIAL (FCBA, Paris)
Le bilan Gaz à Effet de Serre des produits bois

Bernard THIBAUT (LMGC, Montpellier)
Hommage à Daniel GUITARD (voir encadré page précédente)

Session 3 - Le bois patrimoine culturel (Vendredi 17/11)

Olivier GIRARDCLOS (Chrono-environnement, Besançon)
Les charpentes de Notre-Dame de Paris, questionnement du bois dans le patrimoine et premiers apports de l'étude des restes carbonisés

Delphine JULLIEN (LMGC, Montpellier)
L*es panneaux peints sur bois du patrimoine : approches scientifiques en étroit lien avec les acteurs de la conservation*

La forêt méditerranéenne, entre patrimoine naturel et héritage culturel

DELHON Claire

Université Côte d'Azur, CNRS, CEPAM, Nice

Résumé

Les paysages méditerranéens du Midi de la France, avec leurs garrigues et maquis sempervirents, contrastent avec les hautes forêts caducifoliées qui se développent dans les régions plus septentrionales. Pourtant, la définition de ces végétations méditerranéennes a fait l'objet de nombreux débats entre la fin du 19éme siècle et le dernier quart du 20ème siècle, les propositions oscillant entre des critères éminemment anthropiques, comme la limite de la culture de l'olivier, et la définition d'étages de végétation d'origine exclusivement bioclimatique.

La prise en compte de l'histoire des associations végétales qui caractérisent le bassin méditerranéen nord-occidental, de leur mise en place, leur évolution et de leur répartition depuis le début de l'Holocène, il y a 12000 ans, a permis, à partir des années 1980, de mieux comprendre la part de du déterminisme climatique et celle des activités humaines, depuis l'avènement de l'économie agropastorale au Néolithique, il y a près de 8000 ans, dans la construction des paysages actuels.

L'étude des restes végétaux retrouvés en contexte naturel (pollen) ou sur les sites archéologiques (charbons de bois) montre que le réchauffement climatique postglaciaire a permis dans un premier temps le développement de chênaies caducifoliées, dominées par le chêne pubescent mais à la flore ligneuse très diversifiée, jusque dans les plaines littorales. Ce n'est qu'à partir du milieu du Néolithique, il y a 6 millénaires, que les végétations sempervirentes dominées par le chêne vert vont progressivement s'étendre sur l'ensemble de l'étage méso-méditerranéen, des formations de dégradation à buis, genévrier ou pin se développant à l'étage supra-méditerranéen, sous l'effet notamment du pastoralisme puis et de l'exploitation du combustible ligneux.

Les forêts, garrigues, maquis et landes méditerranéennes sont aujourd'hui reconnues comme des végétations anthropiques, héritage de pratiques humaines millénaires, dans un contexte climatique particulier. Leur évolution à venir, sous les effets conjugués de la déprise sylvo-agropastorale et du changement climatique global, reste particulièrement difficile à prédire.

Amazonie, la forêt qui cache l'humain

ROSTAIN Stéphen

Archéologie des Amériques (ArchAm), Paris

Résumé

La folie extractiviste occidentale vide de manière critique les veines végétales et les entrailles du sol de l'Amazonie depuis plus d'un siècle, tout en perpétuant la légende d'une jungle sauvage jusqu'alors oubliée des humains. Il est pourtant présent en Amazonie depuis plus de 13 000 ans et, si l'on parle souvent de l'incroyable biodiversité de la plus grande forêt tropicale du monde, on oublie presque toujours qu'elle s'accompagne d'une richesse culturelle tout aussi grande. Autrefois beaucoup plus peuplée, l'Amazonie a été profondément transformée par les Amérindiens, qui prenaient le soin de permettre la résilience d'un paysage dynamique. Sur la base de leur pensée animiste, ils ont conçu des relations étroites avec les autres entités vivantes de la forêt, notamment les plantes et les animaux. Cette intime interaction a abouti à une science extrêmement fine des qualités végétales notamment, menant par exemple à fonder leur régime sur la culture d'une plante vénéneuse : le manioc. Le bois constitue la matière première privilégiée de bien des industries et besoins des habitants de la forêt, qui appréhendent ce couvert forestier avec une grande subtilité. Ils ont ainsi transformé en douceur mais très profondément cet univers chlorophyllien, mais également le sol même qu'il ont foulé, tout en favorisant une préservation et une discrétion qui explique pourquoi ces modifications nous ont si longtemps échappé. Explorer le monde amazonien aboutit à découvrir les échanges privilégiés entre nature et culture dans la grande forêt pluviale.

Les constructions bois face aux effets du changement climatique

CHAPLAIN Myriam[1], DUBOIS Frédéric[2]

[1]Institut de Mécanique et d'Ingénierie (I2M), Université de Bordeaux
[2]Laboratoire de Génie Civil, Diagnostic et Durabilité (GC2D), Université de Limoges
myriam.chaplain@u-bordeaux.fr - frederic.dubois@unilim.fr

Mots clefs : Génie Civil bois ; Durée de vie ; Teneur en eau ; Fissuration ; Durabilité des structures ; Monitoring ; Diagnostic ; Contrôle Non Destructif

Contexte et objectifs

Les enjeux de la construction durable, de la rénovation du bâti, et de la valorisation du matériau bois correspondent à des thématiques prioritaires affichées en France. L'utilisation du bois dans la construction de bâtiments ou d'ouvrages d'art, bien que progressant, reste encore marginale en comparaison à d'autres pays européens ou à l'Amérique du Nord.

Pourtant, ce matériau de construction présente des atouts vis-à-vis de l'environnement, de sa capacité à stocker le carbone, de sa disponibilité locale en favorisant les circuits courts et de sa faible consommation d'énergie grise nécessaire à sa transformation et sa mise en œuvre.

Cependant, la problématique de la durabilité des structures bois est un frein majeur à l'utilisation du bois comme matériau d'ingénierie dans les structures du Génie Civil que ce soit pour concevoir des bâtiments ou des ouvrages d'art. Les risques biologiques et de fissuration sont principalement liés à l'eau dans le bois en équilibre avec les conditions climatiques locales. Pour répondre à ce frein, les systèmes constructifs actuels sont pensés pour limiter l'exposition des pièces de bois à l'humidité et à ses variations. Pour des ouvrages particuliers, comme les ponts ou les bâtiments de grande hauteur, des approches de type monitoring sont de plus en plus préconisées pour surveiller l'état hydrique dans les sections, cela pour prévenir des risques d'attaques biologiques ou d'apparition de fissures. Ce monitoring est également accompagné d'une modélisation avancée du transfert hydrique pour effectuer du pronostic du comportement à long terme. Cette modélisation est souvent complétée d'un recalcul mécanique afin de localiser les risques de fissuration ou les risques de propagation de fissures existantes.

Retour d'expérience

Dans le cadre des activités scientifiques d'accompagnement des maîtres d'ouvrage dans la surveillance des ouvrages, des démarches de surveillance des ouvrages existent depuis maintenant une trentaine d'années en cohérence avec la politique de maintenance des ouvrages pour laquelle la France a une reconnaissance internationale. Dans ce contexte, la surveillance hydrique et la détection des fissures sont le centre des préoccupations de ces surveillances. La surveillance doit être intégrée dès la conception des ouvrages et mise en place dès les phases chantier afin de limiter les risques de constatation hasardeuses lors des protocoles d'inspection sachant qu'il est toujours préférable de prévenir que de guérir. La Fig. 1 montre les conséquences d'un protocole de surveillance 'mal' étudié dans le sens où la seule solution qui a été de protéger, 15 ans après la construction, l'ouvrage par un bardage afin de limiter la fissuration des nœuds d'assemblage dégradant ainsi son aspect architectural.

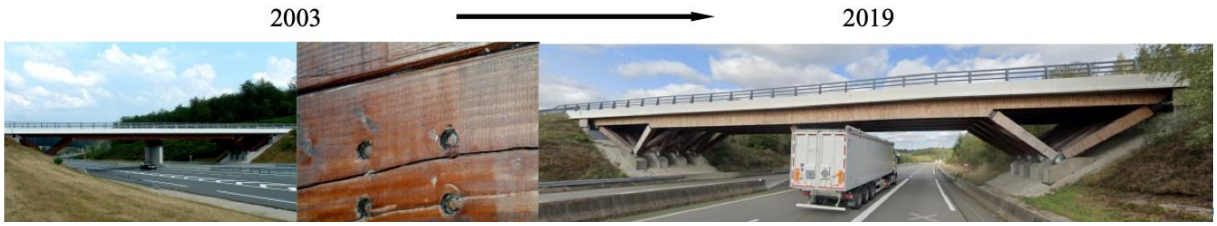


Fig. 1 : Retour d'expérience sur le passage supérieure de l'aire du Chavanon

Aujourd'hui, devant les enjeux environnementaux et structuraux, l'approche préventive des pathologies s'intègre dès la conception des ouvrages en y intégrant les risques liés aux accidents de chantier. Par exemple, dans le cadre des IGH en bois, l'étude du comportement hydrique et à la fissuration des porteurs verticaux est menée de façon concertée en faisant travailler, de concert, les bureaux d'études et les organismes de recherche spécialisés. La Fig. 2 met en exergue cette démarche à travers la mise ne place d'essais de reprise d'humidité en conditions climatiques extérieures et intérieures tout en étudiant les risques de fissuration induits par les périodes caniculaires pour les pièces placées en extérieur ou les effets de serre en intérieur derrière des baies vitrées.

Fig. 2 : Monitoring hydrique préventif des porteurs verticaux en phase chantier et en service

Cette surveillance hydrique doit cependant être secondée d'outils de diagnostic. Dans ce contexte, des modèles à la fois de transfert d'humidité et de fissuration doivent être développés afin de proposer un pronostic comportemental permettant de fournir, au gestionnaire d'ouvrages, une vision à long terme de la durée de vie résiduelle afin de programmer les inspections détaillées nécessaires ainsi que les travaux de maintenance et de réparation. Cette modélisation sera également employée pour faire des études prédictives vis-à-vis des changements climatiques annoncés et qui commencent à se faire ressentir aujourd'hui.

Dans un premier temps, ce travail présente les aspects monitoring hydrique permettant de traiter de la surveillance hydrique des éléments ainsi que les questions de fissuration à long terme. Dans un second temps, ce travail présentera les résultats d'essais de fissuration et de durée de vie réalisés à l'I2M ainsi les prévisions de la modélisation développée.

Ce travail se conclue par une approche diagnostic permettant, à la fois par de la modélisation du transfert hydrique et d'un calcul numérique en mécanique, prédire des risques de propagation de fissures de séchage dans des éléments structuraux.

Monitoring hydrique

Le monitoring hydrique a pour objectif de suivre l'évolution de l'humidité interne à différents endroits des sections pour pouvoir estimer les évolutions hydriques en périphérie et à cœur des sections localisées dans des zones à risques (zones d'assemblages, abouts d'éléments et sections courantes plus généralement). Une méthode éprouvée aujourd'hui consiste à introduire dans

une cavité étanche un capteur thermo-hydrique mesurant les propriétés de l'air occlus (Température T, Humidité relative HR) en équilibre avec l'humidité interne locale, teneur en eau H. Cet équilibre est représenté sous la forme d'isothermes de sorption corrigée de la température et des effets hystérétiques. Par exemple, le modèle employé s'écrit sous la forme suivante (Merakeb et al 2009) :

$$\ln\left(\frac{H}{H_s(T)}\right) = \varphi_n . \ln(HR) . \exp(\alpha_n . HR) \quad (1)$$

φ_n et α_n sont des paramètres thermodynamiques propres à ma famille d'essence considérée (résineux ou feuillus) avec un jeu propre à l'adsorption et à la désorption. H_s représente l'humidité de saturation dépendant de la température. Les isothermes de sorption sont prises en compte en intégrant une formulation incrémentale proposée par Kulasinski et al. (2015) (Varnier 2019). Dans le cadre du projet 'village vacances des JO 2024', la Fig. 3 montre un exemple de monitoring sur un élément porteur vertical (32x32cm² de section transversale) placé en extérieur avec une prise de mesure en surface et à cœur.

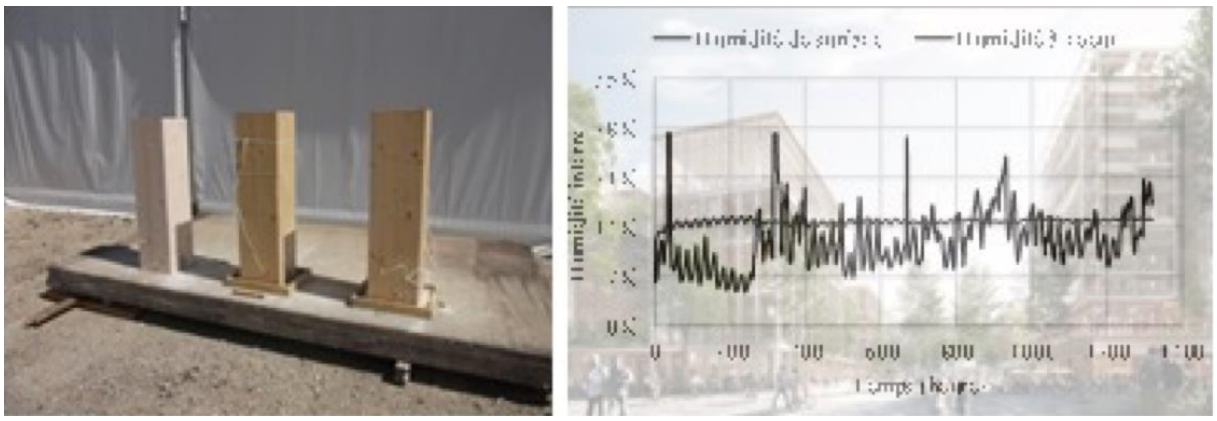


Fig. 3 : Monitoring hydrique site JO 2024

Mécanique de la rupture

Des essais de caractérisation à la rupture en mode I d'ouverture (principal mode de propagation de fissure) ont été réalisés sur des éprouvettes à plusieurs teneurs en eau (Phan 2016). Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes nommées mTDCB (Modified Tapered Double Cantilever Beam) qui présentent une bonne stabilité : la force nécessaire pour la propagation de la fissure est quasi indépendante de la longueur de la fissure tant que cette dernière reste dans la zone inclinée. Deux éprouvettes sont taillées côte à côte (Fig. 4), l'une est testée sous un chargement monotone, l'autre sous un chargement constant (fluage) en étuve : le résultat de l'essai monotone permettra d'avoir ainsi une bonne estimation de la charge à rupture (F_S) de l'éprouvette testée sous fluage.

Tout d'abord, les essais ont été réalisés sous chargements monotones (déplacement imposé) pour déterminer les paramètres de fissurations utilisés dans nos modélisations. Ces tests étant de courte durée, la teneur en eau de l'éprouvette est supposée constante pendant ceux-ci. Ces essais ont confirmé l'influence de ma teneur en eau sur la résistance à la rupture (Fig. 4a) et ont permis de déterminer à l'aide de lois cohésives bilinéaires, l'état de contrainte dans la zone d'élaboration de fissure en fonction de la teneur en eau H (Fig. 5) (Phan 2016).

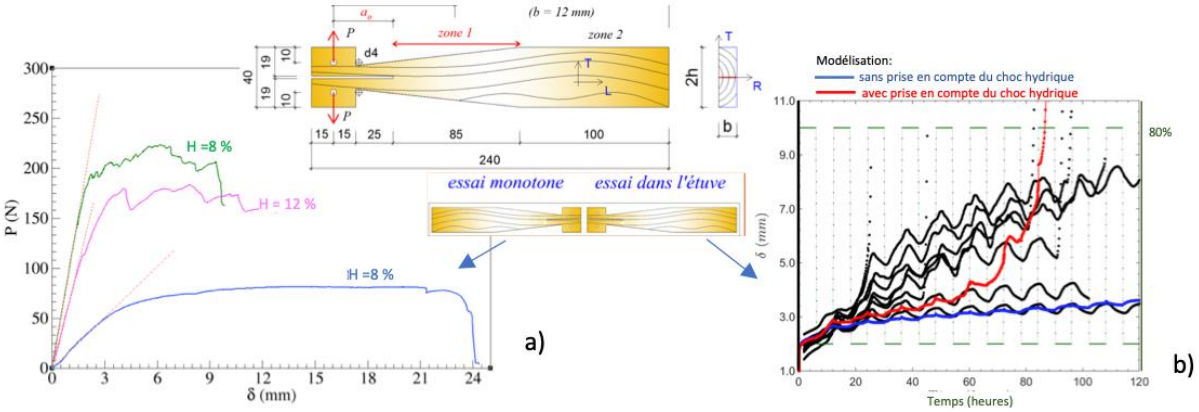


Fig. 4 : a) courbes types force P en fonction du déplacement d'ouverture δ au niveau de la force en fonction de la teneur en eau (H) : b) essai de fluage (niveau de charge SL= 85%) sous humidité relative (HR) variable : évolutions de l'ouverture δ en fonction du temps et modélisation – Fissuration de mode I sur éprouvette mTDCB en pin maritime

Dans un deuxième temps, des essais de propagation sont réalisés dans une enceinte climatisée dans laquelle la température est maintenue constante à 20°C et l'humidité relative est alternée chaque 6 h entre 40 % et 80% (durée du changement 20 minutes). Le niveau de charge SL appliqué est égal à 85% de la charge à rupture F_s estimée à partir de l'essai sur l'éprouvette « jumelle ». De par la difficulté à distinguer le fond de fissure réelle, nous retenons comme paramètre de propagation l'ouverture de la fissure au niveau de l'application de la force. L'évolution de l'ouverture δ est présente sur la Fig. 4b : nous observons que c'est généralement pendant les phases sèches ou de séchages que l'ouverture augmente et de ce fait que la fissure se propage.

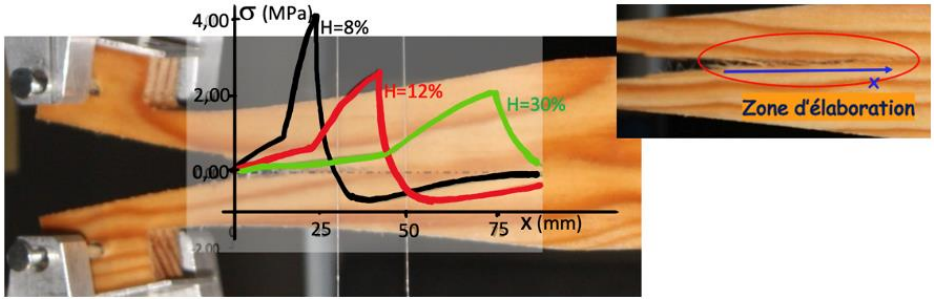


Fig. 5 : Contrainte normale à l'interface cohésive le long de la zone d'élaboration de fissure

Durée de vie

Une modélisation de la durée de vie développée à l'I2M repose sur la superposition de deux mécanismes : une phase d'incubation conduisant à la création d'une macro-fissure, traduite par un modèle d'endommagement, et une phase de propagation de cette fissure, traduit par un modèle de fissuration cohésive dans un milieu orthotrope viscoélastique. Ce modèle est nommé VCM (Viscoelastic Crack Model) (Chaplain et al. 2007, 2011). Ce modèle a d'abord été calé : i) sur des résultats d'essais de durée de vie sous conditions (humidité relative HR, Température T, chargement) constantes sur des éprouvettes entaillées (Fig. 6) ; ii) sur des essais de fissuration en mode I sous HR variable passant de 40% à 80% toutes les 6 h (Fig. 4b). Une loi de transfert permet de déterminer la teneur d'eau dans l'élément et ses variations en fonction de HR et de la température.

Des essais de flexion se sont aussi déroulés à l'extérieur sous abri où les poutres entaillées sont protégées de la pluie et du soleil (Fig. 6). Les conditions hydro-thermiques de l'air sont identiques sous abri et à l'extérieur. La durée d'expérimentation est d'une saison. Chaque

éprouvette a été entaillée puis conditionnée pendant 3 mois avant les essais sous l'abri. Notons que les poutres entaillées conditionnées dans une atmosphère sèche ont quasi toutes présentées une près fissuration avant même le chargement, dans leur cas la face d'incubation – l'initiation a été fixée à zéro.

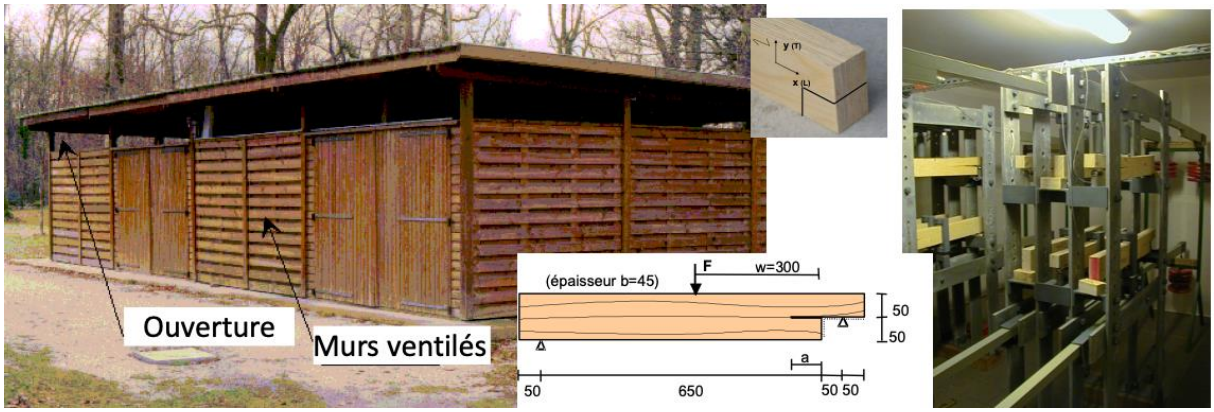


Fig. 6 : Géométrie des poutres entaillées en LVL testées en extérieur et en milieu contrôlé

La Fig. 7 représente les temps à rupture (perte de résistance de plus de 50%) des poutres entaillées en milieu contrôlé (HR 55% ou 80%, T=20°C) et variables (Chaplain et al., 2012). Le chargement était maintenu constant. La durée de vie est représentée non pas en fonction de l'effort appliqué, mais d'un niveau de charge, le niveau de charge SL correspond au rapport de l'effort appliqué F sur la résistance F_s l'élément testé à long terme : $SL=F/F_s$. La résistance F_s de l'élément ne peut être qu'estimative. La résistance est ici déterminée par une approche probabiliste : un lot extrait des échantillons dont on recherche les performances sous chargement de longue durée, est testé sous chargement statique, ce qui permet de connaître la probabilité cumulée des résistances de ce lot. De plus comme cette résistance est liée à la teneur en eau du bois, SL est défini comme le rapport entre l'effort appliqué sur la résistance de l'élément à une teneur en eau de référence (ici H_{ref}=9%, teneur en eau à HR=60% et T = 20°C), il est noté SL_r.

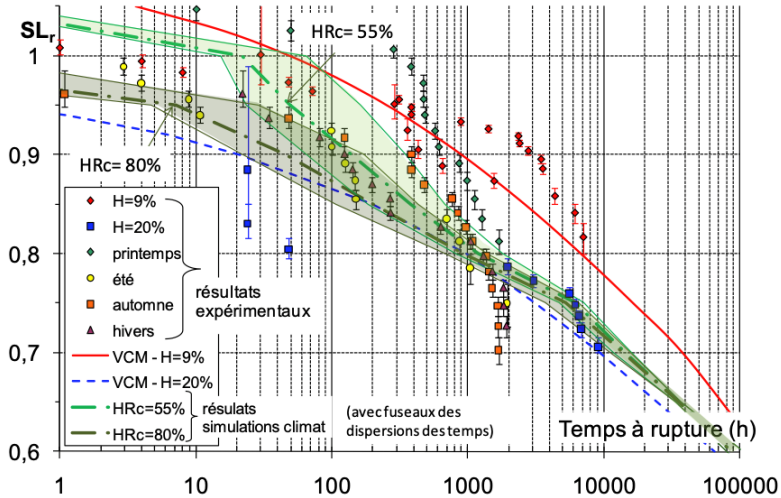


Fig. 7 : Temps de rupture expérimentaux et les prévisions moyennes de VCM (10 000 simulations du climat aquitain) – HRc : HR de conditionnement.

Globalement, en automne et en hiver, les temps à rupture observés sont similaires. Les temps à rupture obtenus en été et au printemps, pour lesquelles nous n'avions pas relevé les temps d'initiation, sont aussi représentés. Il est apparu expérimentalement que plus la teneur en eau est faible, plus le temps d'initiation de la fissure est faible. Par contre, le phénomène inverse est

observé par rapport à la propagation, une teneur en eau faible conduit à des temps de propagation plus longs. Il en résulte, pour un niveau de charge donné, un temps à rupture un peu plus élevé sous les teneurs en eau les plus faibles.

Les prévisions du modèle sont obtenues avec des simulations du climat bordelais obtenu à partie d'un modèle calé sur les données météorologiques des 20 dernières années (Breysse et al. 2014).

Il est apparu lors des simulations qu'une poutre conditionnée dans un milieu humide avait une fissuration retardée par rapport à un conditionnement en milieu sec. Cependant, en termes de durée de vie, il semble préférable d'avoir une poutre conditionnée dans un milieu sec.

En partant du modèle de simulations développé, nous avons simulé un changement climatique du climat à Bordeaux avec l'hypothèse d'une chute de l'humidité relative de l'air annuelle passant de 65% à 55% progressivement en 50 ans. 10 000 simulations de climat sont réalisées pour déterminer la durée de vie d'une poutre entaillée sous un niveau de charge de référence SL_r=55%. La Fig. 8 compare les résultats obtenus sous un climat inchangé et celui estimé dans le futur : pour une probabilité de 50%, nous observons une chute non négligeable de 15 ans (20%) de la durée de vie.

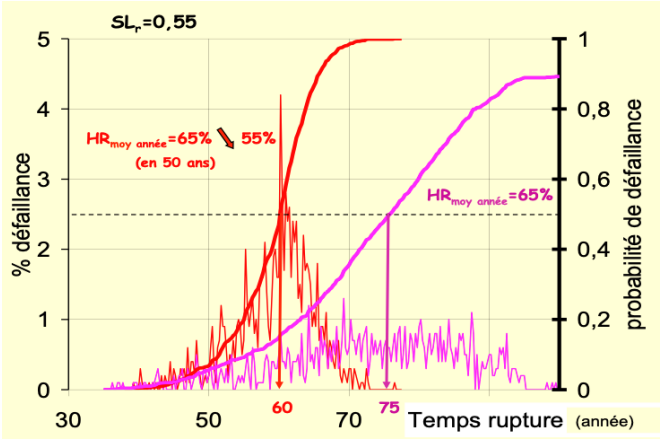


Fig. 8 : prévisions cumulées de défaillance de VCM
(10 000 simulations du climat actuel et prévisionnel aquitain)

Conclusion

Aujourd'hui, le Génie Civil bois a une grande opportunité d'apporter des solutions en réponse aux enjeux climatiques. Nous le voyons à travers le déploiement de ce matériau dans les ouvrages d'art et dans les immeubles de grande hauteur. Cependant, notre communauté scientifique doit se mobilier, et elle le fait, pour répondre aux nombreuses questions techniques portées par les ingénieurs de bureau d'étude et les gestionnaires d'ouvrages pour répondre aux questions liées à la durée de vie des structures couplant, comme nous l'avons montré dans ce travail, des problématiques de fissuration et d'humidité conditionnées par des expositions climatiques qui peuvent être sévères comme des effets de serre, des périodes caniculaires ou, encore, des conditions de chantier extrêmes impactées par le dérèglement climatique quotidien. Cela nécessite donc de l'expertise à plusieurs niveaux. Un premier niveau consiste à déployer du monitoring d'ouvrages afin de surveiller les niveaux d'humidité et leurs gradients durant les phases chantier et en condition de service. Le second niveau consiste à développer des protocoles d'inspection propres aux structures bois avec de la détection de fronts d'humidité et de fissures. Enfin, un troisième niveau à proposer des outils prédictifs et de transférer les compétences de laboratoire, de l'échelle du matériau vers les structures en bois, en initiant les professionnels de la construction allant de l'ingénieur au gestionnaire d'ouvrage. Pour illustrer

ce propos, nous tenions à faire partager une expérience sur une charpente en lamellé-collé mise en place en période d'été caniculaire avec l'apparition de fissures représentatives d'un effet 'gradient hydrique' pouvant faire craindre de futures avaries mécaniques (Fig. 9).

Fig. 9 : Fissuration de retrait hydrique sur charpente lamellé-collé

Des simulations climatiques coulées à des critères d'amorçage et de propagation de fissure, via à la mécanique de la rupture peuvent, d'une part, expliquer les causes de l'apparition des fissures et de pouvoir répondre au danger potentiel de la présence de ces fissures dans la vie de l'ouvrage. Ainsi, des simulations climatiques peuvent, en particulier, déterminer les gradients hydriques dans les sections transversales (Fig. 10).

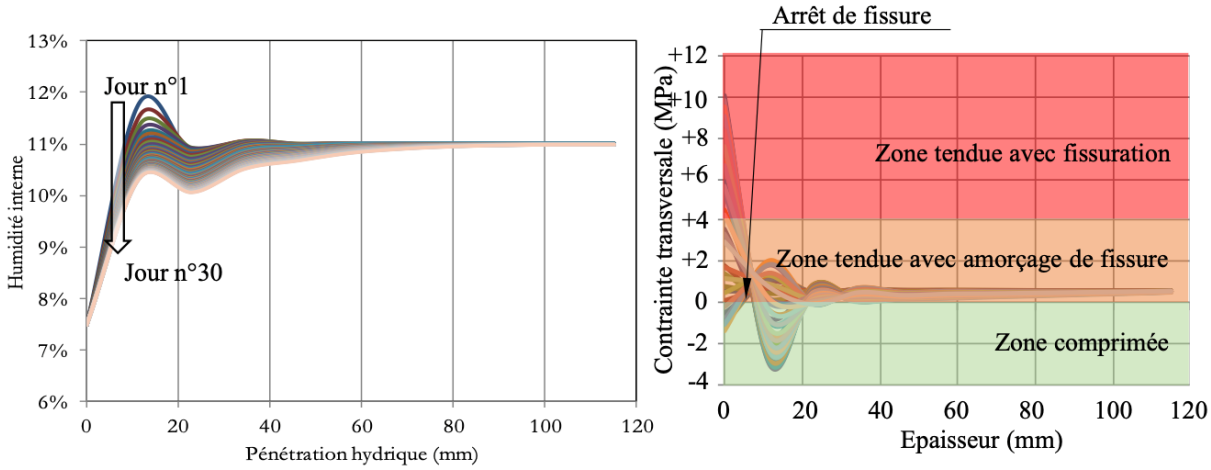


Fig. 10 : Profil hydrique et risques de fissuration

Dans cet exemple, nous observons qu'au-delà de 10mm de pénétration du front hydrique, l'état de contrainte transverse devient comprimé, ce qui limite les risques de propagation de fissure.

Références

Breysse D., Chaplain M., Marache A., Rodney E. (2014) Simulation of synthetic climate at local scale as a mean to assess the impact of climate change on infrastructures. Civil Engineering and Environmental Systems, Vol. 31, No. 2, pp. 165-178, DOI http://dx.doi.org/10.1080/10286608.2014.912643.

Chaplain M., Breysse D., Marache A. (2012) Lifetime of timber notched beams under several random modelling of french climates. World Conference on Timber Engineering, Auckland, Nouvelle-Zélande, 15-19 juillet, pp. 20-27.

Chaplain M., Breysse D., Marache A. (2011) Modelling time to failure of notched beams under random humidity variations of Atlantic environment. European Journal of Environmental and Civil Engineering, Vol. 15, No. 7, pp. 1059-1072, DOI http://dx.doi.org/10.1080/19648189.2011.9695293, 2011.

Chaplain M., Valentin G. (2007) Fracture mechanics models applied to delayed failure of LVL beams. Ed. Holz als Roh- und Werkstoff - Springer, Holz als Roh- und Werkstoff, No. 67, pp. 7-16, DOI http://dx.doi.org/10.1007/s00107-006-0128-6.

Kulasinski K., Guyer R., Derome D., Carmeliet J. (2015) Water Diffusion in Amorphous Hydrophilic Systems: A Stop and Go Process, Langmuir, Vol. 31:39, pp. 10843 – 108495

Merakeb S., Dubois F., Petit C. (2009) Modeling of the sorption hysteresis for wood. Wood Science and Technology, Vol. 43, pp. 575–589.

Phan N.A., Chaplain M., Morel S., Coureau J.L. (2017) Influence of moisture content on mode I fracture process of Pinus pinaster: evolution of micro-cracking and crack-bridging energies highlighted by bilinear softening in cohesive zone model. Wood Science and Technology, Vol. 51, N°5, pp. 1051-1066, DOI http://dx.doi.org/10.1007/s00226-017-0907-8.

Phan N.A. (2016) Simulation of time-dependent crack propagation in a quasi-brittle material under relative humidity variations based on cohesive zone approach: application to wood, thése de doctorat de l'université de Bordeaux, 239p.

Varnier M. (2019) Comportement thermos-hygro-mécanique différé des feuillus (Differed thermo-hygro-mechanical behavior of hardwoods), thèse de doctorat, Université de Limoges.

Bilan Gaz à Effet de Serre des produit bois

VIAL Estelle[1]

[1]Institut FCBA
estelle.vial@fcba.fr

Mots clefs : produits de construction ;FDES ; ACV ; Gaz à Effet de Serre

Résumé

La série des normes ISO 14060 qui portent sur la quantification, la surveillance, la déclaration et la vérification des émissions de gaz à effet de serre (GES). La norme ISO 14 067:2018 définit l'empreinte carbone d'un produit comme « la somme des émissions et de captations de Gaz à Effet de Serre dans un système de produits exprimée en équivalent CO_2 et fondée sur une analyse de cycle de vie prenant pour seul catégorie d'impact le changement climatique ». Les émissions et captations de GES fossiles et biogéniques doivent être déclarées ainsi que les émissions et captations associées à un changement d'utilisation des sols.

Selon les produits étudiés et les objectifs de l'évaluation, des normes ou même des réglementations spécifiques existent. Ainsi, pour les combustibles bois, la directive UE 2018/2001 sur les énergies renouvelables précise les différents termes du calcul et fournit même des valeurs par défaut pour les différents combustibles. Pour les produits d'ameublement, le référentiel utilisé est le Product Environmental Footprint développé par la commission européenne. La norme européenne EN 15804+A2 :2019 permet de réaliser des déclarations environnementales de produit de construction appelées Fiches de Déclaration Environnementale et Sanitaire (FDES) incluant dans sa liste d'indicateurs l'impact sur le changement climatique. Les FDES sont utilisées pour calculer le bilan carbone des bâtiments neufs requis par la RE2020, réglementation environnementale pour les bâtiments neufs.

La filière forêt bois dispose de plus de 66 FDES collectives réalisées par le CODIFAB qui couvrent l'ensemble des fabricants français, 22 FDES réalisées par la FNB pour les produits réalisés à partir de bois français, 10 par France Douglas et 6 par Bois des Alpes. Il existe également plus d'une centaine de FDES individuelles. Des outils ont également été développés par la filière afin de personnaliser les bilans et d'entrer dans une démarche d'éco-conception (www.de-bois.fr, www.de-boisdefrance.fr).

Les charpentes de Notre-Dame de Paris, questionnement du bois dans le patrimoine et premiers apports de l'étude des restes carbonisés

GIRARDCLOS Olivier[1], HUNOT Jean-Yves[2], PENAGOS Clara[1], JACQUOT Kévin[3], LEMOINE Michel[4], BROSSIER Benoit[5], TORITI Magali[2], DUFRAISSE Alexa[4]

[1]UMR6249 Chrono-environnement, UFC-CNRS
[2]UMR6566 CReAAH, CNRS-Pôle archéologique département Maine-et-Loire
[3]UMR 3495 MAP, CNRS-MC, Ecole nationale supérieure d'architecture de Lyon
[3]UMR7209 AASPE CP56, CNRS
[4]UMR 5554 ISEM, UM1-CNRS

olivier.girardclos@univ-fcomte.fr

Mots clefs : Bois du patrimoine, Archéologie du bois, Charpentes médiévales, Notre-Dame de Paris, Dendrochronologie

Contexte et objectifs

Dans le programme CASIMODO financé par l'ANR et animé par A. Dufraisse, le bois du patrimoine est considéré comme une archive naturelle. Cette archive est l'objet de recherches multicritères qui visent à comprendre l'impact des facteurs climatiques et anthropiques sur l'évolution du socio-écosystème forêt-bois entre les 11e et 13e siècles en Île-de-France et dans le Bassin parisien. Le projet propose trois axes de recherche pour aborder la réponse adaptative de la société à la disponibilité des ressources en bois entre les XIe et XIIIe siècle. Le premier objectif est de définir le contexte climatique et socio-économique de Paris, afin d'identifier les adaptations techniques potentielles de la société médiévale. Le second objectif est d'étudier la charpente en bois d'un point de vue archéologique afin de caractériser les techniques de construction et les modes d'approvisionnement du chantier. Le troisième objectif consiste à caractériser les peuplements forestiers exploités aux 11e et 13e siècles, leur gestion et les éventuels systèmes sylvicoles mis en place pour une production de bois adaptés à la couverture de grands combles.

Les équipes du programme sont actuellement concentrées sur l'acquisition des données ; la communication fera alors une place à la définition de ces questionnements, aux protocoles d'intervention sur les nombreux restes de bois carbonisés et leur relocalisation dans la charpente avant l'incendie, ainsi qu'aux premiers résultats issues des études archéologiques et dendrochronologiques.

Premières observations

La chronologie des abattages des arbres pose encore des questions, mais on retient qu'elle débute vers 1185 pour fournir des bois retrouvés en remploi dans la charpente du chœur qui serait reconstruite vers 1230. La charpente de la nef est majoritairement constituée de bois récoltés vers 1214, mais elle comporte également des éléments importants comme au moins deux entraits réalisés dans des arbres abattus vers 1290. Le croisement des datations de carottages anciens et de restes carbonisés va dans le sens d'une mise en place complexe de la charpente de la nef que l'observation archéologique des assemblages et des reprises alors que des bois sont en place n'est pas encore assez complète pour en donner une compréhension

détaillée. Par contre, des éléments tangibles vont dans le sens d'un assemblage de bois équarris en train de flottage avant leur mise en œuvre sur le chantier.

Par ailleurs, l'analyse de vestiges de la flèche construite sous la direction de Viollet-le-Duc montre clairement que la chaine d'approvisionnement ne comporte que des délais logistiques d'exploitation et de transport des bois et aucune période pouvant induire leur séchage. Notamment, un arbre dans lequel est taillée une sablière est abattu au cours de l'automne 1857 ou de l'hiver 1858 alors que la construction est terminée le 29 juin 1859 et plusieurs éléments majeurs du tabouret comportent plusieurs cernes d'aubier.

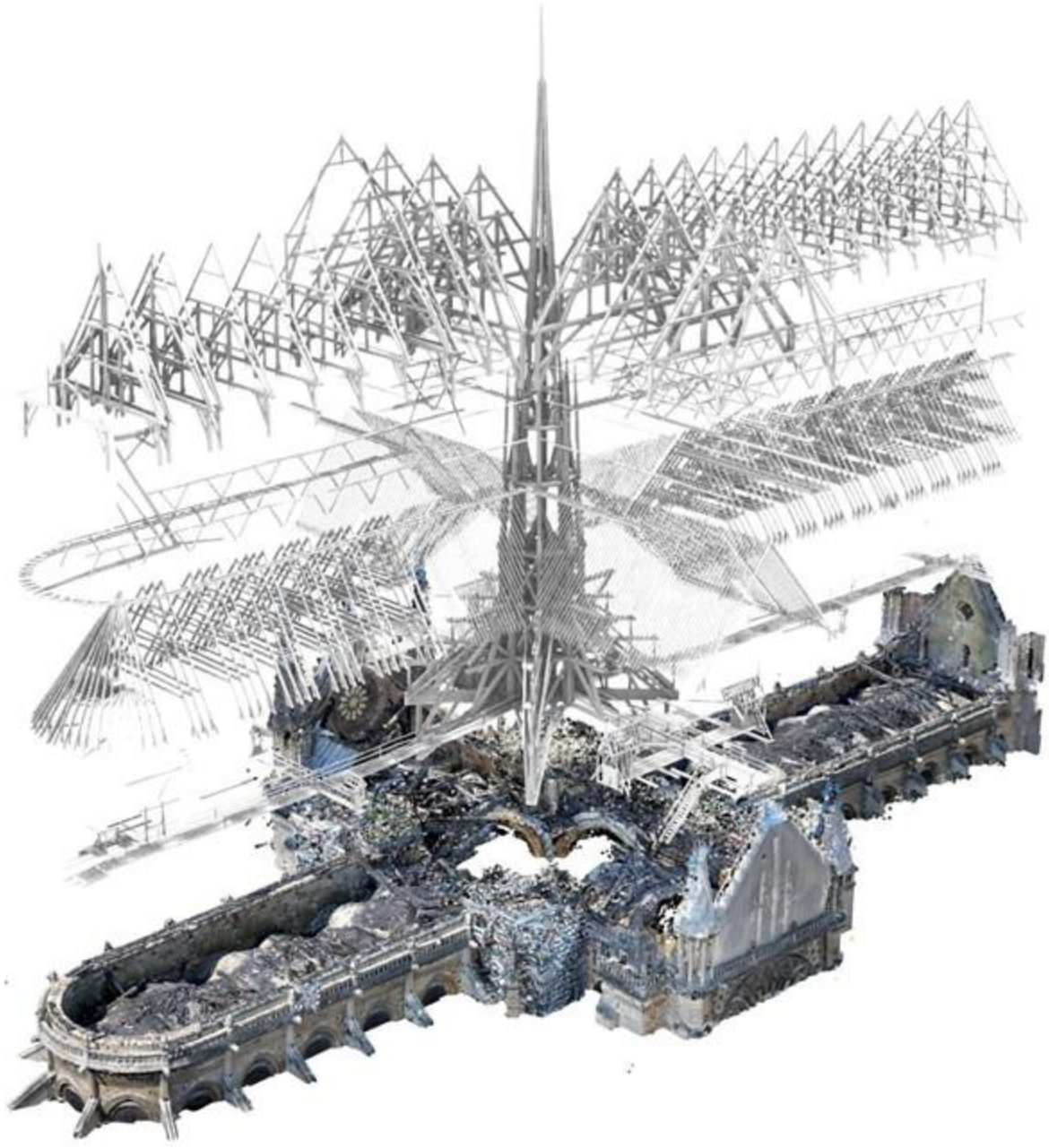


Fig. 1 : Capture d'écran des différentes couches de la restitution numérique de la charpente créée à partir des relevés architecturaux et du nuage de points post-incendie (K. Jacquot)

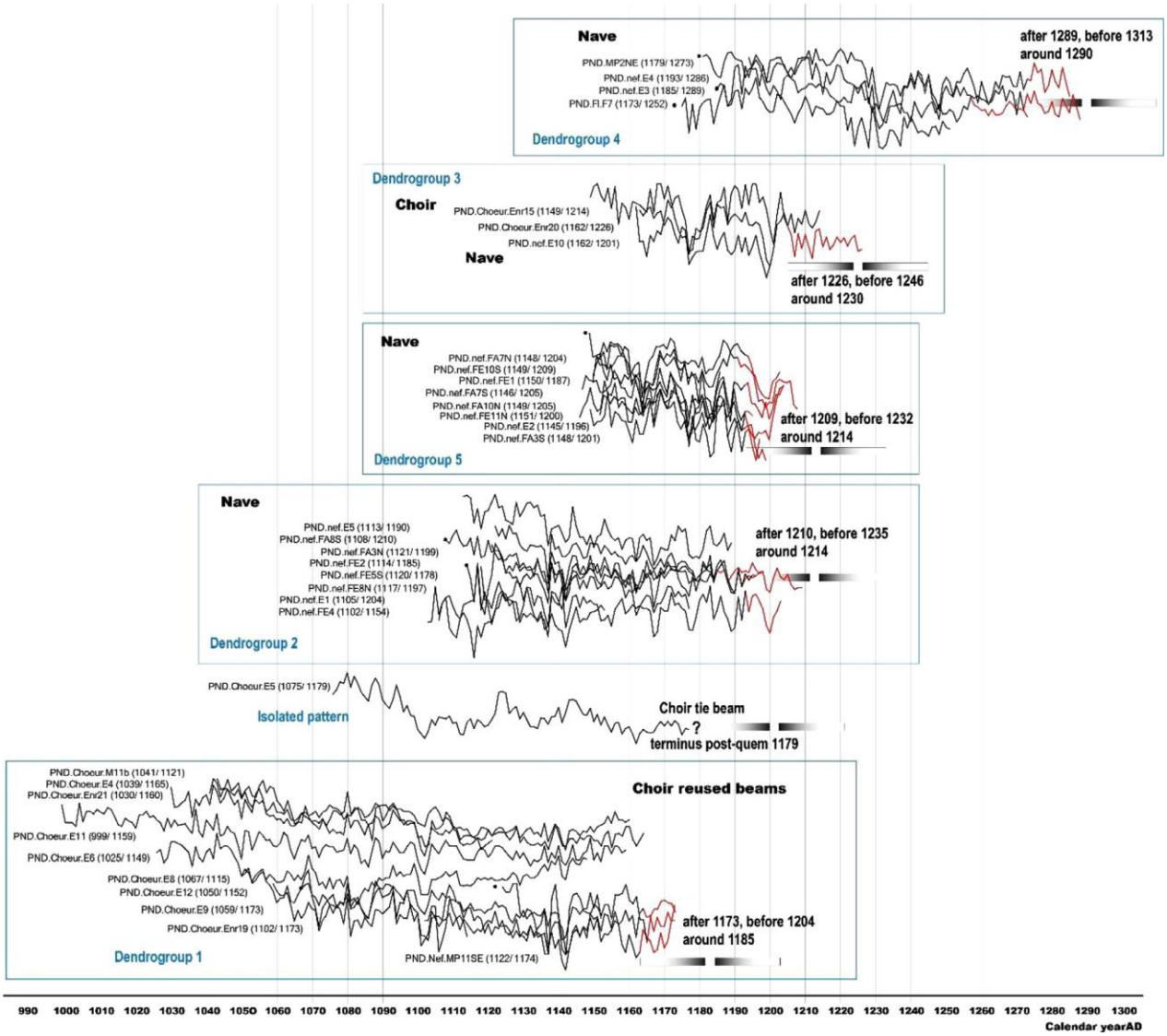


Fig. 2 : Chronologie des abattages à partir des carottages des années 1990 par groupe de croissance et localisation dans les charpentes (O. Girardclos)

Fig. 3 : Tranche sciée dans un reste carbonisé de la nef (VN8-D1) pour l'analyse des largeurs de cernes. Une gaine thermo-rétractable consolide la périphérie carbonisée (B. Brossier). Le cerne le plus ancien date de 1111 le plus récent de 1175 (A. Dufraisse et O. Girardclos).

Références

Penagos C., Girardclos O., Hunot J.Y., Martin C., Jacquot K., Cao I., Lemoine M., Brossier B., Lavier C., Coubray S., Dufraisse A. (2022) Naming, relocating and dating the woods of Notre-Dame "forest", first results based on collated data and archaeological surveys of the remains, Journal of Cultural Heritage, 56, pp.75-84.

Les objets en bois du patrimoine : approches scientifiques en étroit lien avec les acteurs de la conservation

JULLIEN Delphine

Equipe Bois, LMGC, Univ. Montpellier, CNRS, Montpellier, France
delphine.jullien@umontpellier.fr

Mots clés: Bois; patrimoine ; conservation ; structure ; environnement hygrothermique ; caractérisation mécanique

Résumé

Les objets en bois du patrimoine sont des structures souvent complexes, soumises aux variations hygrothermiques de leur environnement, qui évoluent au cours du temps et présentent parfois des dommages irréversibles. Les acteurs de la conservation et restauration établissent régulièrement des constats d'état visant à décrire l'évolution de l'œuvre au cours du temps, afin de prévenir d'éventuels dommages.

Par ailleurs, les outils d'analyse et les méthodes numériques développés pour les objets techniques peuvent être appliqués aux objets du patrimoine et servir la conservation préventive. C'est pourquoi le monde de la conservation se tourne vers les scientifiques pour, ensemble, comprendre et mieux décrire le comportement des objets du patrimoine au cours du temps.

Les objets en bois du patrimoine sont multiples, les situations rencontrées sont singulières. Cette conférence propose de décrire, à partir de quelques exemples, le type de problématiques soulevées, et comment les scientifiques et les acteurs de la conservation travaillent ensemble pour relever le défi de la conservation des œuvres d'art.

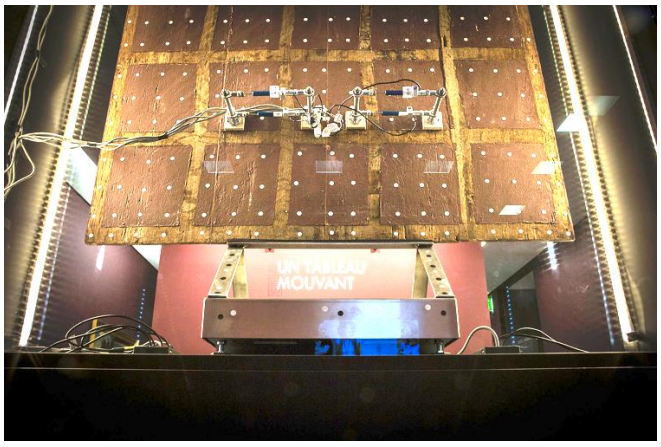


Figure 1 : Suivi des déformations d'un panneau peint du patrimoine après retrait du parquetage, musée Fabre, Montpellier

Posters et présentations flashs

Session A — Mercredi 16/11

A01	Ali ABDOULKADRI ABDOULLAYE	Agap, Montpellier	Histochimie des poches libériennes accumulatrices de gomme arabique chez l'*Acacia senegal* (L) Willd.
A03	Kyle AGUILAR	Lermab, Nancy	Production de mycocomposite à partir des déchets de l'industrie bois
A04	Peyman AHMADI	Biowooeb, Montpellier	Improvement of physical and mechanical properties of bagasse particle board by bagasse treatment with tannin/furfural complex
A05	Alaa AL FAYE	UM-msb, Montpellier	Caractérisation par analyse vibratoire des propriétés viscoélastiques d'échantillons de bois dans leur diversité naturelle
A06	Martian ASSEKO ELLA	Pascal, Clermont-Fd	Modélisation rhéologique du comportement mécanosorptif et viscoélastique
A07	Benjamin AUDIARD	Cepam, Nice	Le signal isotopique ($\delta^{13}C$) des charbons de bois préhistorique comme proxy paléoenvironnementale diachronique et spatial ? : Référentiel actuel et résultats archéologiques dans le Sud-Est de la France.
A08	Elham AZADEH	Lermab, Epinal	Furfurylation du bois de hêtre en présence de tanins ou/ou d'acide fulvique
A09	Eric BADEL	PIAF, Clermont-Fd	Chérie, on a agrandi la structure du bois en 3D: un projet collaboratif de science ouverte
A10	Sandrine BARDET	LMGC, Montpellier	Master Sciences du Bois À l'Université de Montpellier : bilan après 1 an
A11	Ingrid BERTIN	Cepam, Nice	Revealing nature and function of prehistoric plant-based artefacts: preservatives removal and biomolecular archaeology
A12	Juliette BOIVIN	Labomap, Cluny	Détermination de la transmittance de la lumière dans des essences locales (hêtre, peuplier, chêne, douglas)
A13	Arthur BONTEMPS	Pascal, Clermont-Fd	Analyse des essais de fluage sur des poutres entaillées de sapin pectiné (Abies alba) à l'état vert en éliminant les effets de rupture
A14	Romain BORDAGE	3SR COMHET, Grenoble	Vers un bois plus fort et plus propre que les composites structuraux actuels
A15	Thomas BOURSAT	LMGC, Montpellier	Mécano-biologie du cambium : influence des interactions mécaniques entre bois et écorce sur la formation du bois
A16	Joseph BRIHIEZ	MNHM, Paris	Des charpentiers dans les forêts. Les perspectives du travail manuel avec du bois vert en charpente.
A17	Romain CHEVALIER	Gascogne Bois, Bordeaux	Numerical multi-scale homogenization of hygro-mechanical properties of pinus pinaster (ait.) Lamellae constituting glued laminated timber
A18	Yi Hien Chin	Pascal, Clermont-Fd	Reduction of wood thermal conductivity by delignification
A19	Julien COLMARS	INSA, Lyon	Patrimoine bois et problèmes de mécanique des structures : deux cas d'étude en restauration de mobilier bois.
A20	Daniele DA COSTA	LIMBHA, Nantes	Expérimentation test d'un outil numérique d'aide à l'apprentissage de l'identification des essences de bois

A21	Jérémie DAMAY	Biowooeb, Montpellier	Valorisation d'une solution réactive dégradée sous forme de résine pour la fabrication de panneaux de particules
A22	Leyne DEMOULIN	Labomap, Cluny	Hétérogénéité et variabilité du bois homogène et sans défaut : cartographie de l'orientation des fibres dans le plan
A23	Louis DENAUD	Labomap, Cluny	Jumeau Numérique pour l'Enseignement Immersif et Interactif : JUmeau numérique du DEroulage
A24	Léa DIAZ	Iprem, Pau	Optimisation et étude de vieillissement d'une teinture végétale pour le bois
A25	Joao Vitor Dorini Falavinha	Lermab, Nancy	Nouvelles mousses furaniques biosourcées à base de tanin de Châtaignier (Castanea sativa)
A26	Elsa DURET	IPREM, Pau	Synthèse d'une résine biosourcée pour la protection du bois
A27 *	Olivier ARNOULD	LMGC Montpellier	Vers la fédération des forces vives françaises autour du Bambou ?

Session B Jeudi 17/11

B01	Davood EFHAMISISI	Univ.Tehran, Téhéran (IR)	Wood Preservation in Iran
B02	Georges EID	Lermab, Nancy	Synthèse de composés amphiphiles xylo-sourcés originaux par hémisynthèse chimique et enzymatique pour des applications cosmétiques et/ou pharmaceutique
B03	Arnauld ENGONGA EDZANG	PIAF, Clermont-Fd	Comparaison du comportement en flexion du tronc de deux clones d'Hévéa
B04	Daniela FLOREZ	Lermab, Epinal	Conduites de torréfaction du bois sur mesure pour répondre aux attentes des utilisateurs
B05	Cécilia GAUVIN	SMACH, Sainte-Cécile-Les-Vignes (NL)	S-MA-C-H, entreprise SAS EESS de promotion des études mécaniques pour le patrimoine culturel
B06	Pauline GÉRARDIN	Lermab, Nancy	Vers de nouveaux ingrédients à haute valeur ajoutée issus des connexes de l'industrie du bois pour des applications cosmétiques
B07	Maryam GHORBANI	Univ. Sari, Sari (IR)	Wood and composites modification: Industrial and modern methods
B08	Victor GIRARD	Lermab, Nancy	LITAMINA : La LIgnine de la TAille MIcro à NAnometrique
B09	Floriane MANGIN	Lermab, Nancy	Vers de nouveaux ingrédients polyfonctionnels xylo-sourcés pour la cosmétique
B10	Guilhem GREFFIER	Institut Clement Ader, Tarbes	Évaluation de l'évolution des propriétés mécanique du bois lamellé collé en extérieur et suivi des paramètres de vieillissement
B11	Lucie HEIM	Labomap, Cluny	Caractérisation mécanique de produits issus du déroulage de peupliers agroforestiers
B12	Tai-Yun Hsieh	LMGC, Montpellier	Experimental study and modeling on determining the predictors of creep behavior on small clear wood
B13	Dorian JANOT	3SR, Grenoble	Analyse de l'évolution du comportement vibratoire des immeubles de grande hauteur en bois
B14	Josephine KAHN	LMGC, Montpellier	Étude de la diversification des choix de bois en lutherie guitare face à la raréfaction des espèces traditionnellement employées
B15	Jean-Denis Lanvin	FCBA, Bordeaux	Xylorix Inspector : première application mobile de vérification d'essences

B16	Flore LEBRETON	LIMBHA, Nantes	A study of end-of-life fibreboards: their characteristics and availability in Europe
B17	Blandine LECOMTE-SCHMITT	Inrap-IdF, Pantin	Artisanat du bois dans l'Antiquité : le cas d'Izernore
B18	Maeva LEROY	Ecofog, Kourou (GF)	Valorisation des bois ronds de petits diamètre en construction en Guyane française.
B19	Xiaolin LI	Labomap, Cluny	Board localization within logs using image analysis approaches for traceability and quality assessment in sawmills
B20	Jerome AFOUTOU	GC2D, Egletons	Modèle Hankinson 3D pour l'estimation des vitesses d'ondes ultrasonores dans le bois.
B21	Caroline MARC	Labomap, Cluny	Évaluations préliminaires des performances de la densitométrie non ionisante du bois par ondes TeraHertz : Projet BOOST
B22	Resa MARTHA	Lermab, Nancy	Effect of chemical and thermal modification on surface characteristics of short rotation teak wood
B23	Florence MATHIEU	UM-msb, Montpellier	Usages du sapin pectiné (*Abies alba*) mis en œuvre à l'état vert ou partiellement séché pour des applications en structure
B24	Franck MICHAUD	LIMBHA, Nantes	Représentation de l'état des connaissances des acteurs de la filière bois en Pays de la Loire : adéquation ressources-besoins-gouvernance
B25	Nur Fatin Silmi Mohd Azani	UM-msb, Montpellier	The impact of steam explosion on the physicochemical properties of oil palm frond leaves biomass for bioethanol production as clean energy in fuel cell application
B26	Lie Regis Moumbina Dindzambot	Enef, Libreville (GA)	Contribution à l'étude du comportement en ambiance tropicale des essences de bois peu connues

Session C — Vendredi 17/11

C01	Alma NARCY	Navier, Champs-s-M	Méthodes de dimensionnement des panneaux en bois lamellé croisé (CLT) sollicités en flambement
C02	Valérie NSOUAMI	LaReVa Bois, Libreville (GA)	Impact des environnements climatiques sur le comportement mécanique des bois d'Ozigo et de Moabi soumis à un chargement de longue durée en flexion 4 points
C03	Ulfrid PASSO	Pascal, Clermont-Fd	Développement de panneaux en bois reconstitués à partir des sous-produits de scierie de bois exotiques originaires du Cameroun et d'un liant biosourcé : gomme arabique.
C04	Helene PENVERN	Labomap, Cluny	Modélisation 3D de l'orientation des fibres de bois pour la caractérisation non-destructive des performances mécaniques des bois sciés
C05	Svetlana PETLITCKAIA	SPE, Corte	Formulation de composites à base du liège mâle et déchets plastiques
C06	Nhat Tung Phan	Pascal, Clermont-Fd	Influence de la réticulation du réseau fibrillaire cellulosique sur le comportement élastique macroscopique du bois
C07	Gilles PILATE	BioForA, Orléans	Détermination de la teneur en bois de tension chez le peuplier par spectrométrie proche infrarouge
C08	Paul QUISTIN	Anco, Guadeloupe	Isothermes de sorption de bois guyanais en relation avec le projet Bois Duramhen 973
C09	Johan RAMAUX	Lermab / LRGP, Nancy	Caractérisation d'un composite bois pour l'impression 3D de pièces d'aspects personnalisées

C10	Andry Clarel Raobelina	ESSA, Tananarive (MG)	Influence de l'étendue de la gamme spectrale sur la performance des modèles de discrimination SPIR : cas de six espèces de *Diospyros* de Madagascar
C11	Patricia RASOAMANANA	ESSA, Tananarive (MG)	Spectrométrie Proche Infrarouge : Effet de la grandeur externe « humidité du bois » sur la performance des modèles de discrimination des espèces de bois précieux (cas de 3 espèces de *Dalbergia* de Madagascar)
C12	Amal REBHI	I2M, Bordeaux	Prise en compte des singularités dans la modélisation du comportement mécanique du bois de construction
C13	Lorenzo RIPARBELLI	Dagri, Florence (IT)	Le projet WoodConstitutiveLaws : un environnement pour capitaliser des lois constitutives compatibles avec les principaux solveurs d'éléments finis commerciaux et académiques
C14	Rodrigues-Soares David	ENSAG-AE&CC, Grenoble	Architecture et développement territorial soutenable en Auvergne-Rhône-Alpes : le cas de la filière bois local HaDEcoT-Bois
C15	Deborah Roversi	Cepam, Nice	Charcoal and wooden artefacts in archaeological assemblages
C16	Maria Celest Ruiz	Lermab, Nancy	Tensio-bioactifs xylo-sourcés : hémisynthèse, caractérisations physico-chimiques et biologiques
C17	Prabu Satria Sejati	Lermab, Nancy	Flexible, thermoplastic, and translucent film from solvent free myristic acid esterified spruce sawdust
C18	Antoine STEPHAN	Lermab, Epinal	Optimisation des conduites de séchage industriel du bois selon des critères de durée, de qualité et de consommation énergétique
C19	Arnoul VAN ROOIJ	PIAF, Clermont-Fd	Modélisation des contraintes de croissances dans les branches : comparaison de différentes stratégies de maintien postural
C20	Claire WAUQUIEZ	Ecofog, Kourou (GF)	Vers une nouvelle filière d'huile essentielle d'Aquilaria « Agarwood » en Guyane ?
C21	Jasmine WOLFGRAM	Lermab, Nancy	Impact of Potassium Impregnation coupled with Torrefaction on the Combustion of Wood
C22	Rodrigue SAFOU TCHIAMA	USTM, Franceville (GA)	Valorisation des produits connexes de l'exploitation forestière d'*Aucoumea klaineana* Pierre (Okoumé) : composition chimique, propriétés antiradicalaires, pesticides et stabilité dimensionnelle du houppier, du tronc et de la souche
C23	Léo LEROYER	Iprem, Pau	"Patine" biosourcée : Valorisation de ressources locales et inspiration des vernis traditionnels
C24	Elysandre PUECH	Cepam, Nice	An artificial intelligence approach to classify archaeological wood charcoals: introduction of a case study with southern African Prehistoric charcoals
C26	Lawrence KAUFFMANN	I2M, Bordeaux	Rétro-analyse du comportement d'une travée de charpente traditionnelle

* Pas de résumé

Histochimie des poches libériennes accumulatrices de gomme arabique chez l'*Acacia senegal* (L) Willd.

ABDOULKADRI ABDOULAYE Ali[1], GATINEAU Frédéric[2], VERDEIL Jean-Luc[2], ASSOUMANE Aichatou[1]

[1]Université Abdou Moumouni de Niamey
[2]CIRAD, département BIOS, UMR-AGAP Institut
alikbayama@gmail.com

Mots clefs : Gommose, gomme arabique, compartiments tissulaires ; synthèse ; réserve glucidique ; amylases ; *Acacia senegal* ; Yariv ; immunolocalisation

Introduction

Acacia senegal est l'une des espèces les plus utilisées dans les programmes de reboisement au Sahel. Sa forte résistance à l'aridité et ses faibles exigences en sols fertiles sont entre autres des avantages dont se saisissent les populations sahéliennes pour mettre en place des gommeraies à moindre coût. L'autre avantage est qu'il pousse naturellement dans ces zones à climat contrasté (8 à 11 mois sans pluie par année) et aux sols très pauvres en matière organique. L'espèce *Acacia senegal* est un arbre de 2 à 12 m de haut appartenant à la super famille des Fabacées, jouant ainsi un rôle écologique très important car intervenant substantiellement à la conversion du flux global de l'azote atmosphérique en composés organiques assimilables (Abdou, 2015). Cette espèce offre divers atouts aux populations du Sahel dans la lutte contre l'insécurité alimentaire et la pauvreté. En effet, ses capacités à fixer le sol et à améliorer sa fertilité constituent une énorme potentialité qu'exploitent les agriculteurs pour augmenter le rendement des cultures en association agroforestière sans avoir recours à l'utilisation excessive des engrais chimiques. C'est aussi une espèce fourragère très prisée par le bétail qui consomme ses feuilles et ses gousses. Son bois est utilisé dans la construction, la fabrication des navettes de tisserand, de manches d'outils ; il est excellent comme bois de feu et pour obtenir du charbon. Cependant, le principal intérêt de l'exploitation de cette espèce réside dans ses aptitudes à produire de la gomme arabique de qualité. La gomme arabique est un hydrocolloïde exsudé naturellement par plusieurs espèces ligneuses (Thevenet, 2009). On distingue la gomme dure et la gomme friable. *Acacia senegal* produit de la gomme dure qui est la catégorie la plus commercialisée au monde (90%) (Dione, 1996). La gomme arabique est localement utilisée dans l'alimentation et dans le traitement de plusieurs maladies. Elle est surtout exportée vers l'Europe, les USA et l'Asie où elle entre dans la fabrication de certains produits pharmaceutiques et cosmétiques, dans l'agroalimentaire, dans la lithographie, dans la production textile (Couleaud, 2018). Elle est principalement appréciée pour propriétés gélifiantes, émulsifiantes et stabilisantes.

Au Niger, les gommeraies à *Acacia senegal* existent à l'état naturel reparties dans trois grands bassins qui sont le bassin occidental, le bassin central et le bassin oriental. Depuis les années 70, les populations exploitent ces potentialités et de grandes quantités étaient récoltées exportées. Deux vagues de sécheresse, l'une entre 1973 et 1974 et l'autre en 1984, ont décimé les peuplements naturels. Depuis lors, la filière gomme arabique essentiellement basée sur la récolte au niveau de ces peuplements a du mal à se relancer et à s'organiser. La remontée ces dernières années du cours mondial de la gomme arabique et une demande internationale de celle-ci qui ne cesse d'accroître ont suscité au Niger la mise en place d'une politique intitulée « Programme de Relance de la Production et de la Commercialisation de la gomme arabique »

(FAO, 2003). Pour mettre en œuvre un tel programme, l'État a dû faire appel aux institutions de recherche pour mieux appréhender tous les aspects (biologiques et socioéconomiques) pouvant aider à améliorer la productivité et la rentabilité de ce produit.

Sur le plan anatomique, diverses études ont tenté d'expliquer les événements histologiques sous-jacents à la formation de la gomme dans l'écorce. Entre le 18ème et le 19ème siècle, des recherches abordant cette thématique se sont succédées. L'un des tout premiers auteurs à s'y intéresser fut Labat (1728) qui avançait que la gomme est produite dans les cellules des plantes puis stockée dans des compartiments spéciaux avant d'être exsudée à la suite des agressions extérieures. L'une des études les plus marquantes autour de cette thématique fut conduite par Prillieux (1875). Ses travaux ont permis de localiser les poches de gomme et de décrire leurs formes tout en essayant d'expliquer le phénomène de leur formation. Il a établi une théorie sur l'écartement entre les parois et leur désintégration. Ses travaux ont été repris par Lutz (1895) qui utilisait pour la première fois des colorations topographiques. Il observa à son tour la zone de formation de poches qui est selon lui l'assise génératrice. Pour Lutz, après l'apparition de la gomme, elle occupe divers tissus du liber (parenchyme, tubes criblés, cellules compagnes…) et finit par les déstructurer pour former des poches. La première approche histologique approfondie de la formation de la gomme a été abordée en 1962 par Ghosh et Puryastha. Ils arrivèrent à situer avec plus de précision la zone de formation des poches de gomme qui selon eux s'opèrerait au niveau du phloème interne. De plus, ils essayèrent de mettre en évidence une corrélation entre la disparition des réserves d'amidon dans les tissus et la formation de ces poches.

Cependant il se trouve que sur le plan histologique et physiologique de la synthèse de la gomme, il existe très peu d'études jusqu'à ce jour. La production de la gomme se faisant en saison sèche alors que l'arbre a perdu ses feuilles pose la question de l'origine des substrats carbonés qui servent à la biosynthèse de la gomme. Ullmann (1983) et Joseleau (1985) émettent l'hypothèse qu'il y aurait un lien entre le métabolisme de l'amidon et la synthèse de la gomme avec leur théorie selon laquelle « le ralentissement de la vie végétative de l'arbre entrainerait un excès d'amidon, lequel doit être éliminé parce que gênant l'activité physiologique ». Selon cette théorie, la synthèse de la gomme serait simplement un mécanisme régulateur à travers lequel l'amidon est lysé puis le produit est mobilité dans la formation de la gomme. Pour Joseleau (1985), cette lyse serait orchestrée par des amylases.

Les études les plus récentes sur les évènements histologiques de l'*Acacia senegal* ont été conduites par Mouret (1987) puis reconduites par Vassal et Mouret (1991). Ces auteurs ont essayé de préciser les sites de formation de gomme au sein du liber jeune. Selon eux, les poches se forment dans le parenchyme libérien et s'élargissent jusqu'atteindre le bois. Vassal et Mouret (1991) reprennent l'hypothèse Joseleau et Ullmann (1985) selon laquelle il existerait un lien entre le métabolisme de l'amidon et la formation de la gomme. Pour Vassal et Mouret (1991), la dégradation des grains d'amidon serait une forme de mobilisation de ces réserves glucidiques pour la synthèse de la gomme sans toutefois apporter d'arguments histochimiques sur la relation entre la formation des poches, l'accumulation de gomme et l'hydrolyse de l'amidon.

De façon à pallier l'absence de données histochimiques sur la gomme comme sur l'amidon nous avons utilisé des colorations histochimiques spécifiques de l'amidon (Lugol), des arabinogalactanes protéines (AGPs) constitutives de la gomme (Yariv) et des méthodes d'immunolocalisation (détection de la présence *in situ* d'amylase et d'épitope de la gomme arabique) pour permettre de mieux comprendre la relation entre la présence des poches, l'accumulation de gomme et l'hydrolyse de l'amidon chez *Acacia senegal.*

A terme, notre approche histochimique et d'immunolocalisation devrait permettre de proposer une cinétique des évènements cellulaires qui conduisent à la formation des poches et de la biosynthèse *in situ* de la gomme arabique.

Matériel et méthodes

Matériel. Le matériel biologique étudié est composé de morceaux de rameaux (branches) d'*Acacia senegal*. Ces échantillons ont été prélevés sur des arbres sains et présentant des nodules de gomme ou des signes d'exsudation. Ces prélèvements ont été effectués à deux périodes : période hors gommose (début octobre) et période de gommose (mars). Ils ont été ensuite fixés dans du paraformaldéhyde 4%.

Réalisation de coupes fines. Sur les échantillons, une tranche (allant du bois au suber) est prélevée puis coupée au vibratome. Les coupes transversales ont été réalisées avec un vibratome (référence Microm HV960) avec une épaisseur variant de 20 à 30 *µm.*

Colorations histochimiques. Pour localiser les régions de formations de poches de gomme, 2 colorations ont été utilisées, le FASGA (safranine + bleu alcian) (Tolivia, 1987) et le bleu de toluidine (BT) à pH = 4,6 ; ensuite, pour identifier le contenu des poches, le β–Yariv. Le Yariv colore spécifiquement les AGPs (Saladino et *al*., 2020). Cette coloration a été expressément choisie du fait de sa forte réactivité avec la gomme arabique. La molécule du Yariv cible les ramifications branchées sur la chaine protéique des AGPs. Elle s'enroule autour des β-1-3 galactanes composés d'au moins 5 motifs (Yoshihisa et *al*., 2018).

Immunolocalisation. La caractérisation du contenu des poches a été faite grâce à l'anticorps LM2 (Smallwood et al., 1996) qui reconnait le motif β-1-6 galactanes que l'on retrouve dans les AGPs. La détection de la présence d'alpha-amylase est réalisée par l'utilisation d'un anticorps anti-α-amylase. Les anticorps utilisés sont monoclonaux, c'est-à-dire qu'ils ne ciblent qu'un seul épitope. La révélation a été faite avec un anticorps secondaire marqué par un fluorochrome (Alexa 546).

Observation au microscope et acquisition des images. Les observations des coupes colorées au bleu de toluidine, FASGA et Yariv ont été faites sur un microscope optique à fond clair (Nikon Eclipse). Les images sont acquises grâce à une caméra pilotée par le logiciel de Nikon facilitant la configuration des paramètres d'acquisition. Quant aux coupes ayant reçu les anticorps, elles sont observées au microscope multiphotonique confocal. Les images sont acquises sur un logiciel qui contrôle toutes les étapes d'acquisition.

Analyse et traitement des images. Les images acquises au microscope à fond clair et enregistrées au format Tiff sont ensuite calibrées et légendées grâce au logiciel FIJI (ImageJ). Celles obtenues au microscope confocal ont été légendées sur le logiciel ZEN (ZEISS).

Résultats

Zone de localisation de poches. L'observation des coupes d'échantillons colorées au bleu de toluidine montre qu'il n'existe pas de poches dans le liber jeune hors période de gommose (Fig. 1). Cependant, en période de gommose on observe une formation des poches dans cette partie du liber (Fig. 2). Elles se seraient élargies progressivement jusqu'à leurs tailles maximales sans concerner (affecter) les rayons libériens. La coloration des coupes en période de gommose par le FASGA (Fig. 3) montre un marquage (bleu) des poches juste au-dessus du cambium par le bleu alcian qui est connu pour être un marqueur des mucilages.

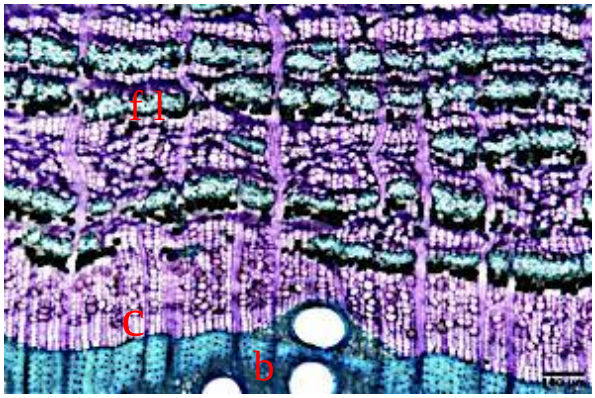


Fig. 1 : Coupe transversale d'écorce de branche d'*Acacia senegal* : liber jeune hors période de gommose (octobre) colorée au bleu de toluidine
c : cambium, **f** : fibres libérienne, **b** : bois

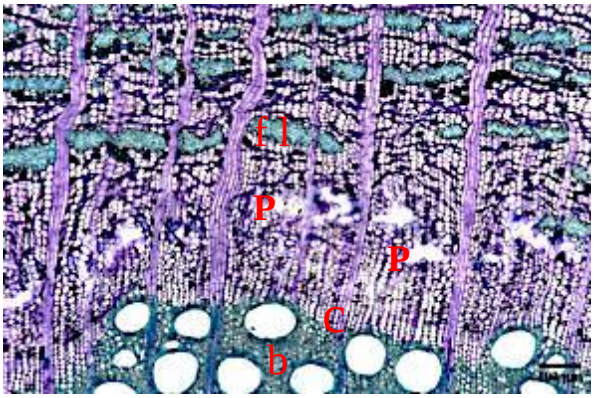


Fig. 2 : Coupe transversale d'écorce de branche d'*Acacia senegal* : liber jeune en période de gommose (mars) colorée au bleu de toluidine
c : cambium, **f** : fibres libériennes, **b** : bois, **p** : poche

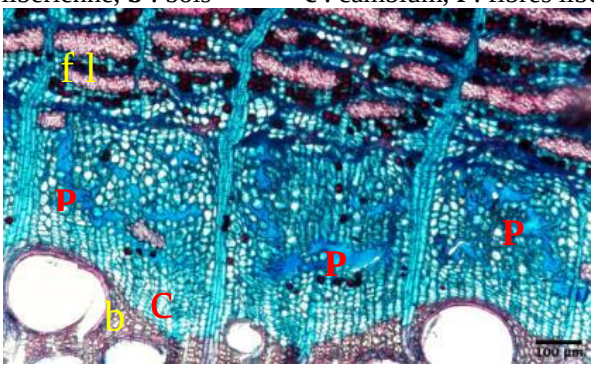


Fig. 3 : Liber jeune sur une coupe transversale de l'écorce d*'Acacia senegal* en période de gommose (mars) colorée au FASGA ; **c** : cambium, **f** :fibres libérienne, **b** : bois, p : poche

Identification du contenu des poches. La coloration par le réactif de Yariv des coupes d'échantillons prélevés en période de gommose révèle un marquage important (coloration orangée) qui cible spécifiquement des lacunes formées dans le liber jeune (Fig. 4). L'utilisation de l'anticorps LM2 nous montre également un marquage ciblant les poches (Fig. 5). On constate que le marquage du Yariv (orange) et de l'anticorps LM2 (jaune) ne concerne pas les contenus cellulaires, mais les poches.

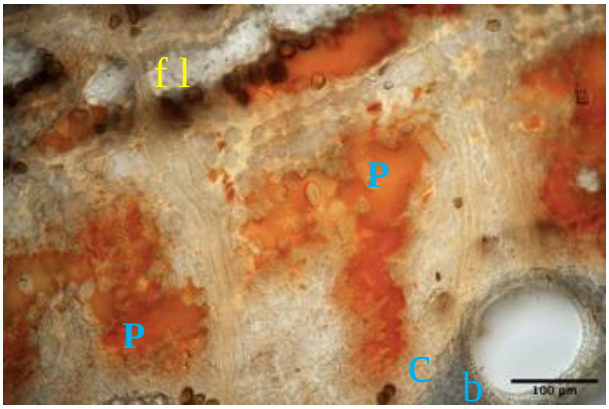


Fig. 4 : Liber jeune sur une coupe transversale de branche d'*Acacia senegal* en période de gommose (mars) colorée par le réactif de Yariv.
c : cambium, **f** :fibres libérienne, **b** : bois, p : poche

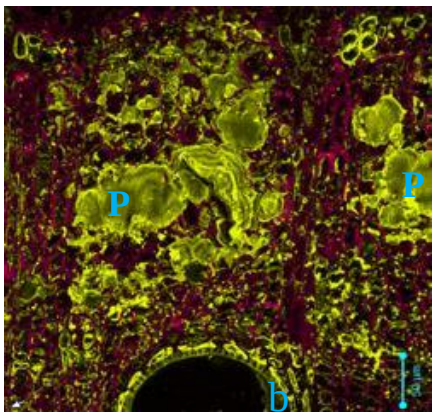


Fig. 5 : Liber jeune sur une coupe transversale de branche d'*Acacia senegal* en période de gommose (mars) ayant reçu l'anticorps LM2.
c : cambium, **f** :fibres libérienne, **b** : bois, poche

Métabolisme de l'amidon et formation de la gomme. La coloration au Lugol des coupes en période de gommose fait ressortir les réserves amylacées (grains d'amidon en bleu noirâtre)

principalement à l'intérieur des cellules qui bordent les poches (Fig. 6). En utilisant un anticorps anti-α-amylase sur les coupes en période de production de gomme, on constate que ces mêmes cellules se trouvant autour des poches sont abondamment marquées (signal jeune) (Fig. 7).

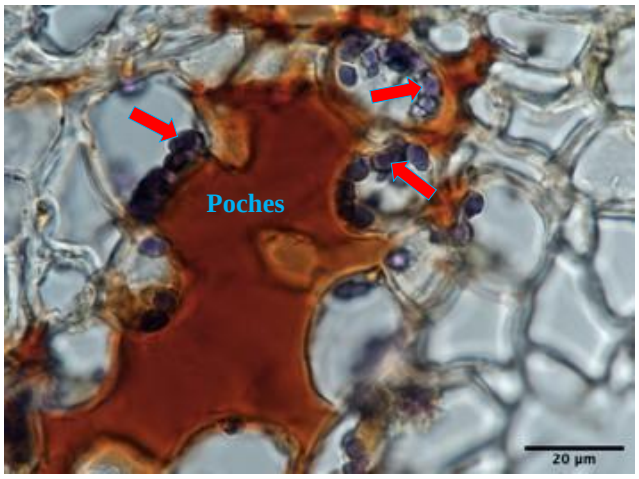


Fig. 6 : Grains d'amidon (bleu noirâtre) dans les cellules bordant les poches (coloration au Lugol)

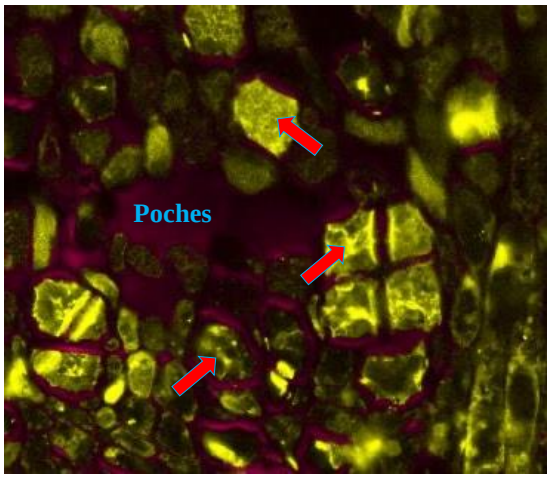


Fig. 7 : liber jeune d'une coupe transversale d'écorce *d'Acacia senegal* en période de gommose ayant reçu l'anticorps anti-α-amylase.

Discussion

L'utilisation des colorations au bleu de toluidine confirme la présence de poches dans le liber jeune, en période de gommose. Ces résultats corroborent ceux de Prillieux (1875) et Lutz (1895) qui affirment que les lacunes se forment dans les tissus libériens.

La coloration au FASGA révèle qu'en période de gommose, les poches accumulent une substance et la coloration au réactif de Yariv qui est spécifique des AGPs prouve que celles-ci renferment un composé riche en arabinogalactanes protéines. De plus, l'utilisation de l'anticorps LM2 (qui détecte l'épitope des AGPs constitutives de la gomme arabique) vient confirmer la présence de gomme arabique dans ces poches.

S'agissant du lien entre le métabolisme de l'amidon et la synthèse de la gomme, la coloration au Lugol en période de production a montré que les grains d'amidon sont majoritairement localisés dans les cellules qui entourent les poches. Le marquage obtenu avec l'anticorps anti-α-amylase a révélé que ce sont les mêmes cellules qui bordent les poches qui sont ciblées par le marquage. Ceci montre la présence dans ces compartiments de l'enzyme amylasique qui catalyse l'hydrolyse de l'amidon. Le produit de la lyse de ces réserves glucidiques serait ainsi mobilisé pour contribuer à la biosynthèse de la gomme et à son accumulation dans les poches. Ces résultats semblent confirmer l'hypothèse d'Ullmann (1983), Joseleau (1985) et Mouret (1987) qui avaient tenté d'établir cette corrélation entre la dégradation de l'amidon et la synthèse de gomme.

Conclusion

Ce travail combinant approche histochimique et immunolocalisation a permis de confirmer que les poches se forment dans le liber jeune et de caractériser leur contenu en AGPs. Il vient également confirmer les hypothèses selon lesquelles le métabolisme de l'amidon serait impliqué dans la biosynthèse de la gomme.

Références

Abdou M.M. (2015) Acacia senegal (L.) Willd. : Potentialités symbiotiques, effet sur la fertilité des sols et productivité des cultures associées dans les différents bassins gommiers au Niger.

Couleaud C. (2018) La gomme arabique, une filière d'importance pour la France et le Tchad. Ambassade de France au Cameroun/Service Économique Régional. 2p.

Dione M. (1996) Recherches expérimentales sur le gommier Acacia senegal dans le Ferlo sénégalais. Thèse, Université Paul Sabatier, Laboratoire d'écologie terrestre. 150p.

FAO (2003) Projet d'appui à la sécurité alimentaire, à l'attention de la pauvreté et de la lutte contre la dégradation des sols dans les pays producteurs de gommes. Document du Projet Rome, 44p.

Ghosh S.S., Purkayastha S.K. (1962) Anatomical studies of wood and bark of Acacia senegal Willd. Trees with special reference to gum exudation. Indian Forester, 88: 92-99, 4pl.

Joseleau J.P. (1983) Sur les hypothèses de l'origine biochimique de la gomme. In "Acquisitions récentes dans les domaines des hydrocolloïdes végétaux naturels" : 19-29. P. U. Aix-Marseille.

Joseleau J.P., Ullmann G. (1985) A relation between starch metabolism and the synthesis of gum arabic. Bull. Int. Group for the study of Mimosoideae, 13: 46-54.

Labat J.-B. (1728) Nouvelle relation de l'Afrique occidentale, contenant une description exacte du Sénégal et des pays situés entre le Cap-Blanc et la rivière de Sierra Leone, jusqu'à plus de 300 lieux en avant dans les terres, l'histoire naturelle de ces pays, les différentes nations qui y sont répandues, leurs religions & leurs mœurs, avec l'état ancien et présent des compagnies qui y font le commerce… (Paris : T. Le Gras).

Lutz L.C. (1895) Contribution à l'étude chimique et botanique des gommes. Thèse Pharmacie, Paris, 92p., 3 pl.

Moustapha S. (2011) Étude de cas pour la validation du standard CCB (volet communautés). République Niger. Projet de plantation d'Acacia senegal. 103p.

Prillieux E. (1875) Etude sur la formation de la gomme dans les arbres fruitiers. Ann. des Sc. Nat. (bot.), 176p.

Thevenet F. (2009) Gomme d'acacia, hydrocolloïde multifonctionnel et nutritionnel. Additifs et adjuvants alimentaires. Techniques d'ingénieur. 27-28. 63p.

Ullmann G. (1983) Étude de la structure et de la biosynthèse d'un exsudat naturel de plante d'importance industrielle : la gomme arabique d'Acacia senegal. Thèse Dr. Ing. Univ. Grenoble. 223p. CERMAV éd.

Mouret M. (1987) les acacias gommiers recherches essais expérimentaux histologiques sur la gommose.

Saladino M., Kuhn H., Caianiello D., Robert F. Lusi, Basu A. (2020) An Improved Protocol for the Synthesis and Purification of Yariv Reagents Raghuraj Hoshing. J. Org. Chem. 2020, 85, 16236−16242.

Smallwood M., Yates E.A., Willats W.G.T., Martin H., and Knox J.P. (1996) Immunochemical comparison of membrane-associated and secreted arabinogalactan-proteins in rice and carrot. Planta 198:452-459.

Yoshihisa Y., Kiminari K., Haruka I., Yoichi T. Toshihisa K. (2018) Yariv reactivity of type II arabinogalactan from larch wood☆ Kazuki Satoa,1, Katsuya Harab,1, Carbohydrate Research. Volume 467, September 2018, Pages 8-13.

Production de mycocomposite à partir des déchets de l'industrie bois

AGUILAR Kyle[1], SOUFFLET Lucas[2], BESSERER Arnaud[1], SAKER Safwan[3], BROSSE Nicolas[1]

[1]Université de Lorraine, LERMAB, France
[2]CF2P, Zi Tertre Landry, 70200 Lure, France
[3]CRITT, 27 Rue Philippe Séguin, 88000 Épinal, France
kyle.aguilar@univ-lorraine.fr

Mots clefs : Mycocomposite ; Prétraitement ; Champignon ; Déchets bois ; Recyclage

Contexte et objectifs

Le succès des meubles en kit assemblés à partir de panneaux de particules et de MDF a pour conséquence une augmentation des déchets qui en résultent. Ces déchets sont appelés déchets d'éléments d'ameublement (DEA). Pour la partie bois, les DEA contiennent entre autres des résines telles que l'urée –formaldéhyde (UF) qui sert de liant lors de la fabrication des panneaux de particules et de MDF et complique leur valorisation en fin de vie. Cependant, les DEA bois sont potentiellement utilisables pour la production de matériaux dotés de propriétés multiples et à très faible impact environnemental : les mycocomposites. Il s'agit de matériaux composites constitués par des particules de matière lignocellulosique liées entre elles par le mycelium d'un champignon ce qui en fait un matériau 100% biosourcé et biodégradable. Dans le contexte d'un modèle d'économie circulaire basé sur le « zéro déchet » ces matériaux suscitent un intérêt grandissant (Mohd Fairus et al. 2022).

L'objectif principal de ce travail est de produire des mycocomposites à partir de particules de bois recyclé issues de l'industrie du panneau.

Les mycocomposites sont généralement produit à partir de résidus de biomasses agricoles. Le premier défi de ce travail de thèse qui s'inscrit dans le projet Profex (Ecomobiler) est donc de produire de manière reproductible et efficace des mycocomposites dans un système modèle bois/champignon. Cela nécessite de caractériser plus précisément le développement du champignon dans des particules de bois ayant subi ou non un prétraitement. Les connaissances acquises sur ce modèle seront alors transférées à la biomasse industrielle d'intérêt constituée de bois issu du recyclage.

Matériel et méthodes :

Prétraitement de la biomasse

Le prétraitement utilisé est un procédé utilisé pour le prétraitement de la biomasse lignocellulosique avant sa bioconversion enzymatique en produits d'intérêt. Il s'agit d'un procédé versatile dont les effets sur la biomasse sont dépendants des conditions de réaction. Des expériences préliminaires ont montré que des conditions modérées du prétraitement modifient la porosité des fibres et des particules et semblent permettre une meilleure croissance du champignon.

Culture du champignon et production des mycocomposites :

La culture se décompose en deux parties : la pré-culture et la croissance du mycocomposite qui s'apparente à une fermentation en milieu solide. Les conditions de croissance et la pré-culture sont bien documentées dans la littérature mais la phase d'inoculation est quant à elle peu

expliquée. La croissance du champignon durant la pré-culture ou la culture sur le substrat est réalisée dans des conditions de croissance spécifiques et favorables selon l'espèce fongique choisie (dans notre cas *T. versicolor* CTB 863 A) (Elsacker et al. 2020 & Lelivelt et al. 2015). Une température comprise entre 25°C et 30°C permet d'obtenir une croissance optimale pour l'espèce *Trametes versicolor*. La pré-culture peut se faire en milieu solide ou liquide (avec ou sans agitation). Le choix de la méthode de culture reste important et impacte également les propriétés du matériau final (Elsacker et al. 2019). Certaines espèces fongiques telles que le *Trametes versicolor* sont cependant plus propices à une culture liquide que d'autres (Elsacker et al. 2019 & Dutton et al. 1993). La phase d'inoculation intervient une fois qu'une quantité suffisante de biomasse fongique a été récoltée. Il s'en suit la phase de culture du mycocomposites. Les méthodes diffèrent également et sont nombreuses (Attias et al. 2020). Dans notre cas comme la grande majorité des méthodes, la croissance sur le substrat s'effectue dans un moule de manière à obtenir la forme du matériau voulue pendant la croissance (Lelivelt et al. 2015). Ayant comme objectif la production d'un panneau, nous réaliserons une étape de pressage qui subviendra à la fin.

Résultats et discussions :

Le prétraitement utilisé est connu pour modifier les propriétés physico-chimiques de la paroi du bois. Afin d'évaluer l'effet d'un traitement effectué sur des particules de bois sur le développement de *T. versicolor*, des mycocomposites ont été réalisés en utilisant ces deux types de biomasses comme substrat de croissance pour le champignon. L'observation des matériaux obtenus après 5 j de croissance (Fig. 1 et 2) montre que *T. versicolor* a une croissance plus importante et plus homogène sur les particules traitées (Fig. 2).

Fig. 1 : Mycocomposite à partir de biomasse native

Fig. 2 : Mycocomposite à partir de biomasse prétraitée

L'observation au microscope électronique à balayage (MEB) du mycocomposite montre une densité de mycelium et une colonisation des particules plus importantes dans les mycocomposites réalisés à partir de particules traitées (Fig. 3-6). L'observation au MEB des particules avant et après le prétraitement a montré un défibrage et une modification structurelle des particules (Fig. 3-6).

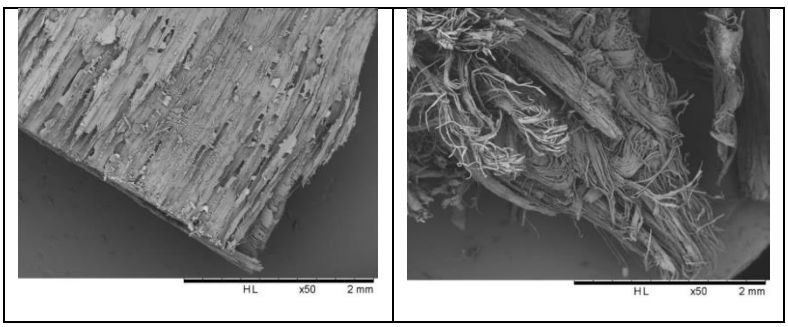


Fig. 3 : Image MEB d'une particule de biomasse native	Fig. 4 : Image MEB d'une particule de biomasse prétraité

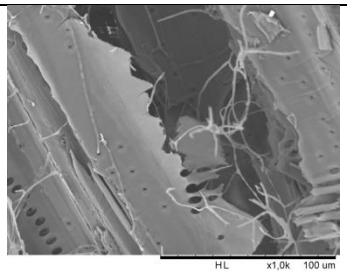
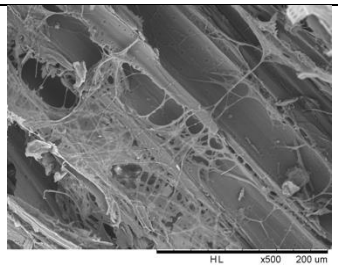

	

Fig. 5 : Image MEB de la présence du champignon dans un mycocomposite biomasse native	Fig. 6 : Image MEB de la présence du champignon dans un mycocomposite biomasse prétraité

Ces observations ont été complétées par des analyses en spectrométrie proche infrarouge (NIRS). Cette technique non destructive permet de mettre en évidence une forte modification des particules lors du traitement. Les résultats de l'imagerie et du NIRS sont donc corrélés. Ces données constituent une base pour la modélisation de croissance du champignon dans les particules en vue d'optimiser la production de mycocomposites.

Le prétraitement affectant l'ultrastructure et la physico-chimie de la paroi, nous avons fait l'hypothèse d'un enrichissement en nutriments et en molécules signal de la phase liquide obtenue lors du prétraitement. Afin de tester l'activité biologique de cette phase liquide lors de la phase de production du mycocomposite, le milieu de culture habituellement utilisé a été substitué par cette phase liquide. Au niveau qualitatif, une nette amélioration de la croissance fongique a été observée (Fig. 7, 8).

Fig. 7 : Mycocomposite bois natif sans effluent

Fig. 8 : Mycocomposite bois natif avec effluent du traitement.

De ce fait, des analyses des phases liquides ont été réalisées pour tenter de mieux comprendre ce phénomène et d'identifier les molécules présentes dans les phases liquides ayant potentiel inhibiteur ou stimulateur sur la croissance de *T.versicolor*.

Dans un premier temps, le résultat d'une analyse DNS nous a permis d'observer un taux de sucre important de 4,5±0,1 g/L dans les effluents. Cela montre l'intérêt de leur emploi comme nutriment et leur effet stimulateur de croissance dans la culture du champignon. Ce résultat ainsi que les mesures de masses sèches des effluents dans lesquelles on trouve une concentration de 10,02 g/L de molécules l'analyse de ces effluents est un élément important pour une croissance rapide du champignon et donc obtenir une production rapide de mycomposite. Pour ce faire, des analyses par HPTLC ont débuté ayant pour but d'identifier les éléments présents dans les différentes phases liquides notamment les molécules inhibitrices ou stimulatrices de croissance. Des essais en réalisant des dérivatisations et migrations différentes ont montré qu'on retrouve un nombre important de molécules différentes dans les différentes phases liquides.

Conclusion et perspectives :

L'optimisation de la culture étant en grande majorité aboutie, on peut affirmer que le prétraitement utilisé a un effet significatif dans le processus de production de mycocomposite. Non seulement les particules traitées permettent d'accroitre la colonisation des particules par le champignon mais les effluents semblent également jouer un rôle de stimulateur de croissance important. Ainsi le couplage des deux nous permet d'améliorer de façon drastique la croissance du champignon et ainsi remplir l'objectif d'une utilisation totale des éléments produits par le prétraitement à partir d'une biomasse bois disponible localement.

Références

N. Attias et al. (2020) Mycelium bio-composites in industrial design and architecture: Comparative review and experimental analysis, J. Clean. Prod., vol. 246, p. 119037

M. V. Dutton et al. (1993) Oxalate production by Basidiomycetes, including the white-rot species Coriolus versicolor and Phanerochaete chrysosporium, Appl. Microbiol. Biotechnol., vol. 39, no 1, p. 5-10

E. Elsacker et al. (2020) A comprehensive framework for the production of mycelium-based lignocellulosic composites, Sci. Total Environ., vol. 725, p. 138431

E. Elsacker et al. (2019) Mechanical, physical and chemical characterisation of mycelium-based composites with different types of lignocellulosic substrates, PLOS ONE, vol. 14, no 7, p. e0213954

Mohd Fairus et al. (2022) Mycelium-based composite: a way forward for renewable material, Journal of sustainability science and management 17 (1): 271-80.

Improvement of physical and mechanical properties of sugarcane bagasse particle board by bagasse treatment with tannin/furfural complex

AHMADI Peyman[1,2,3], EFHAMISISI Davood[1], THEVENON Marie-France[3], ZAREA HOSSEINABADI Hamid[1], OLADI Reza[1], GERARD Jean[2,3]

[1]Department of Wood and Paper Science and Technology, Faculty of Natural Resources, University of Tehran, Iran
[2]CIRAD, UR BioWooEB, TA B-114/16, 73 Rue Jean-François Breton, F-34398 Montpellier Cedex 5, France
[3]BioWooEB, Université de Montpellier, CIRAD, Montpellier, France
ahmadi.p@ut.ac.ir

Keywords: bio-composites; tannin; furfural; resin; bagasse waste; physico-mechanical properties

Context and objectives

Wood is an anisotropic material composed of polymers such as cellulose, hemicelluloses, and lignin as primary cell wall components (Sandberg et al 2021). As a result, it is susceptible to moisture-induced dimensional changes, which severely limits its use in a variety of applications (Bergman 2021). Wood-based composites are popular alternatives to solid wood, as they present less disadvantages than raw wood. The increasing trend toward the use of wood and wood-based products has led to an expansion in capacity and diversity of uses (Ali et al 2019). In Iran, difficulties in the supply of raw materials for particleboard production have prompted manufacturers to consider the introduction of a suitable alternative, especially since the implementation of the "Forest breathing plan" that banned wood exploitation (Gilanipoor et al 2021). Meanwhile, agricultural wastes (such as sugarcane bagasse) provide a renewable and environmentally friendly solution to meet this massive demand. Bagasse is a fibrous material that is produced in millions of tons each year in some countries, including Iran. Most of this lignocellulosic waste is either burned as fuel or sent to landfills (Han and Wu 2004). Using bagasse as a raw material for making particleboard is an efficient way to reuse this material and compensate the shortage of wood in the panel industry. However, its use is often limited due to its high moisture absorption capacity (Agustina et al 2019). Therefore, panels made of bagasse particles need to be treated to improve their physico-mechanical properties: using a pre-treatment, during the manufacturing, or with a post-treatment (Reinprecht 2016). The appropriate treatment method depends on the application of the use and the risks involved in service. Various methods have been used to improve the properties of boards, such as acetylation (Jonoobi et al 2010), heat treatment (Carvalho et al 2015), and resin impregnation (Yang et al 2007). The purpose of this research was to impregnate bagasse particles with a suitable tannin-furfural resin (TFu) to improve the bending, internal bonding strength, and physical properties of manufactured particleboards. In addition, tannin-based adhesives were used as environmentally friendly binders to manufacture the panels.

Material and methods

Pre-treatment of tannin and furfural

Quebracho tannin (Persianchimi Company) was dissolved in a 10% w/w NaOH (Neutron Pharmaceutical Chemistry Company) solution to obtain a 20% w/w tannin solution. The tannin

solution was heated to 80°C for 30 minutes before adding 8% NaSO (Neutron Pharmaceutical Chemistry Company) (w/w based on the dry tannin weight). The solution was stirred at 80°C for 30 minutes. The pretreatment for furfural (Behran Oil Company) was done by adding 5% v/v H_2SO_4 (Neutron Pharmaceutical Chemistry Company) (at 20% v/v) to the furfural and stirring for 20 minutes at 21°C (Yi et al 2016).

Resin synthesis

The previously obtained tannin aqueous solutions (20% w/w) were prepared under vigorous stirring to add furfural. Subsequently, 50% of furfural (based on tannin dry weight) was added to the solution. The resin pH was adjusted to 4.5 with NaOH (33% w/w) according to Ahmadi et al (2022).

Bagasse treatment

Anhydrous sugarcane bagasse were treated using an impregnation method with various tannin/furfural resin (TFu) concentrations. Impregnation was done with 5, 10, and 15% w/w formulations of tannin/furfural resin. After the impregnation, the curing operation of the resin was carried out by heating at 120° C. Resin uptakes were calculated with the oven-dried weight of the bagasse before and after impregnation.

Particleboard manufacturing

Tannin-Formaldehyde (TF), Tannin-Formaldehyde modified by Furfural (TFFu), Tannin Hexamine (TH) (all synthesized in the laboratory, according to Tondi (2017), and Melamine-urea-formal (MUF) (Samad Manufacturing and Industrial Company) were used to bond the treated bagasse. After the curing of resin and drying of bagasse, particleboards were prepared with the dimensions of 400×400×10 mm and a target density of 0.650 g/cm^3. Each adhesive type was added at 12% (based on the dry weight bagasse) in a rotary blending machine. The bagasse mixtures were hot-pressed at 160°C for MUF and 190°C for tannin-based adhesive (TF, TFFu, TH) with 40 kg/cm^2 pressure for an 8–12-minutes press closing time (depending on the adhesive). Three boards were produced from each treatment.

Physical and mechanical properties

Bulk density, Water Absorption (WA), and Thickness Swelling (TS) after 2 and 24 h of soaking in water (WA2h and WA24h; TS2h and TS24h, respectively) were determined according to EN 317 (1993). The Modulus of Rupture (MOR) and Modulus of Elasticity (MOE) were investigated according to EN 310 (1993). The Internal Bonding (IB) strength was investigated under dry and wet conditions according to EN 319 (1993). Data analysis was performed by the two-way ANOVA method in SPSS software. The effect of adhesive and resin concentration were investigated.

Results and discussion

The TFu resin uptake increased linearly with treatment concentration (Fig. 1).

Tab. 2 shows the physical and mechanical properties of TFu-impregnated particleboard. The results showed that the impregnation of bagasse with TFu resin prevents water absorption by the boards during the water-immersion procedure. This was possibly caused by the obstruction of vacant cell wall gaps. The particleboard treated showed less thickness swelling than the untreated board. Irrespective of the type of adhesive used, TS decreased significantly, as a result of the loading of resin ($p = 0.000$). The boards saturated by TFu15% swelled the least. Unreachable resin solids in cell walls may improve particleboard water and moisture resistance

(Yang et al, 2007). MUF as an exterior adhesive also performed well in terms of dimensional stability of bagasse particleboard when compared to samples bonded with tannin-based adhesives. The panels bonded with TF adhesive swelled by almost 24% after 24 hours in the water, while the MUF+TFu (15%) panels swelled by less than 8%. The findings also demonstrate that the MOR and MOE values of particleboards TFu-resin-impregnated were higher than those of MUF control particleboards and that the MOE and MOR increased with increasing resin loading. This can be explained by the increase in bagasse density as a result of saturation with the resin. Furthermore, the amount varies between adhesives. With increasing resin concentration for treatment up to a concentration of 5%, the IB strength has increased. However, a higher increase in the concentration of resin reduces internal resistance to adhesion. This is due to the reduction in the quantity of bagasse particles in the boards at constant board density, which in turn reduces the compaction of the boards (Kajita and Imamura 1991).

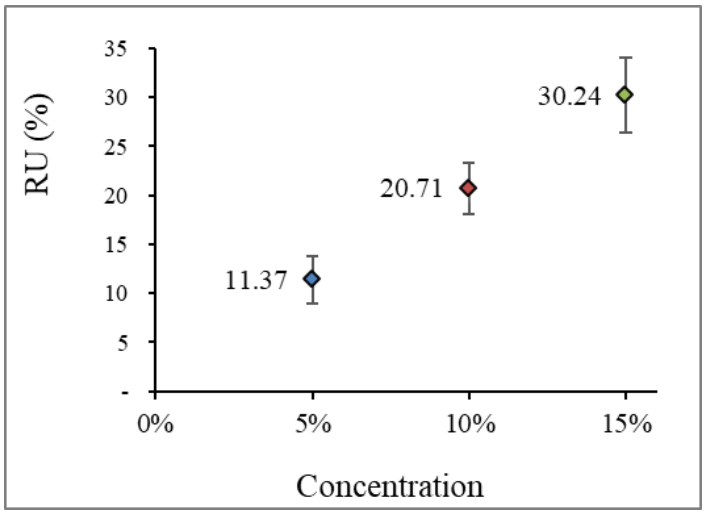


Fig. 1: Resin uptake (RU) content in treatments with different concentrations of TFu (N=3 replicates for each experiment)

The effect of adhesive type, the concentration of resin to impregnation, and the interaction between the type of adhesive and the concentration of resin on different physical and mechanical properties of TFu -impregnated particleboard are summarized in Tab. 3.

Tab. 2: Results of physical and mechanical tests on the different manufactured boards

Description of treatments			Results							
Adhesive Type	TF resin concentration (%)	Bulk density (g/cm3)	WA (%)		TS (%)		MOR (MPa)	MOE (MPa)	IB (MPa)	
			2 h	24 h	2 h	24 h			DRY	WET
TF	-	0.650	14.43	61.62	9.05	23.96	9.53	1023.4	0.25	-
	Tfu (5%)	0.668	12.76	52.10	8.30	20.32	10.43	1143.8	0.27	-
	Tfu(10%)	0.695	12.00	43.09	7.03	19.23	11.23	2645.8	0.23	0.05
	Tfu (15%)	0.764	10.90	34.12	7.14	12.84	15.73	3234.5	0.21	-
TFFu	-	0.598	15.02	58.10	8.00	19.98	10.09	1425.9	0.25	-
	Tfu(5%)	0.737	14.40	39.26	7.01	16.64	13.98	1245.6	0.24	-
	TFu(10%)	0.754	13.01	32.36	6.34	15.28	15.73	3223.5	0.24	0.05
	TFu(15%)	0.781	11.40	28.16	6.01	10.08	16.12	3975.8	0.23	-
TH	-	0.665	14.47	47.04	7.08	18.01	14.32	2013.5	0.27	-
	TFu(5%)	0.702	13.04	31.23	6.15	14.11	15.98	3953.4	0.26	0.05
	TFu(10%)	0.736	9.90	29.40	6.00	13.83	17.59	3684.6	0.27	0.06
	TFu(15%)	0.798	9.37	27.94	5.98	9.09	18.78	4046.8	0.23	-
MUF	Control	0.656	14.40	43.74	6.90	15.96	14.03	2567.9	0.30	0.07
	TFu(5%)	0.718	13.87	35.51	5.15	13.40	20.34	4829.6	0.32	0.04
	TFu(10%)	0.720	10.01	35.05	5.00	9.90	21.65	5013.4	0.27	0.08
	TFu(15%)	0.783	8.04	22.89	4.00	8.00	30.54	5322.4	0.27	0.09

N= 6 replicates for each experiment

Tab. 3. Effect of adhesive type concentration on different physical and mechanical properties of TFu-impregnated particleboard

Properties	density (g/cm^3)	WA (%)	TS (%)	Bonding properties		IB (MPa)	
				MOR (MPa)	MOE (MPa)	DRY	WET
Adhesive type	NS	*	*	*	*	*	*
Concentration	NS	NS	*	*	*	*	*
Adhesive type * concentration	NS	NS	NS	*	*	NS	*

*: Significant difference at the corresponding confidence level is 95%, ($p < 0.05$)
NS: No significant difference ($p > 0.05$)

Conclusion and perspectives

A review of the studies indicates that the impregnation of bagasse particles significantly improves water absorption and dimensional stability values. The TS and WA of particleboard decreased as the TF resin content in the bagasse particles increased. The mechanical properties of boards (MOE and MOR) improved as resin loading in bagasse particles increased. Increased resin loading in bagasse particles up to 5% increases IB strength, but higher values of 10 and 15% result in a significant decrease. This work shows that treating bagasse with tannin-furfural resin to produce particleboard improves their physical and mechanical characteristics.

Acknowledgments

This project was supported by The International Center for Scientific Studies & Collaboration (CISSC, Tehran, Iran) and Campus France (Paris, France) through a Gundishapur project (N°1584/N°45227SG).

References

Ahmadi P., Efhamisisi D., Thevenon M.F., Zarea Hossainabadi H., Oladi R., Gerard J. (2022) The properties of natural tannin-furfural resin to be used for Poplar wood modification, Journal of Wood and Forest Science and Technology, 29(2), 1-20.

Ali S., Hussain S.A., Tohir M.Z.M. (2019) Fire Test and Effects of Fire Retardant on the Natural Ability of Timber: A Review, Pertanika Journal of Science & Technology, 27(2) 867-895.

Agustina W., Aditiawati P., Kusumah S.S., Dungani R. (2019) Physical and mechanical properties of composite boards from the mixture of palm sugar fiber and cassava bagasse using mycelium of *Ganoderma lucidum* as a biological adhesive, In IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 374(1), 1-12.

Bergman, R. (2021) Chapter 13: Drying and control of moisture content and dimensional changes. In: Wood handbook wood as an engineering material. General Technical Report FPL-GTR-282. Madison, WI: U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory. 21 pp.

Carvalho A.G., Mendes R.F., Oliveira S.L., Mendes L.M. (2015) Effect of post-production heat treatment on particleboard from sugarcane bagasse, Materials Research, 18, 78-84.

EN 310 (1993) Wood-based panels. Determination of modulus of elasticity in bending and of bending strength, AFNOR.

EN 317 (1993) Particleboards and fibreboards. Determination of swelling in thickness after immersion in water, AFNOR.

EN 319 (1996) Particleboards and fibreboards. Determination of tensile strength perpendicular to the plane of the board, AFNOR

Gilanipoor N., Najafi A., Spinelli R., Naghdi R. (2021) The exploitation of tree pruning residues and their optimal allocation in the particleboard industry, Forest Research and Development, 7(3), 343-358.

Han G., Wu Q. (2004) Comparative properties of sugarcane rind and wood strands for structural composite manufacturing, Forest Products Journal, 54(12), 283-288.

Jonoobi M., Saraeyan A., Mastery F. M. (2010) Dimensional stability and mechanical properties of particleboard made from acetylated bagasse, Journal of wood and forest science and technology, 17 (3),125 -135.

Kajita H., Imamura Y. (1991) Improvement of physical and biological properties of particleboards by impregnation with phenolic resin, Wood Science and Technology, 26(1), 63-70.

Reinprecht L. (2016) Wood deterioration, protection, and maintenance. John Wiley & Sons.

Sandberg D., Kutnar A., Karlsson O., Jones D. (2021). Wood modification technologies: principles, sustainability, and the need for innovation (1st ed.). CRC Press.

Tondi, G. (2017) Tannin-based copolymer resins: Synthesis and characterization by solid state ^{13}C NMR and FT-IR spectroscopy. Polymers, 9(6), 3-22.

Yang T.H., Lin C.J., Wang S. Y., Tsai M.J. (2007) Characteristics of particleboard made from recycled wood-waste chips impregnated with phenol formaldehyde resin, Building and Environment, 42(1), 189-195.

Yi Z., Wang W., Zhang W., Li J. (2016) Preparation of tannin–formaldehyde–furfural resin with pretreatment of depolymerization of condensed tannin and ring-opening of furfural, Journal of adhesion science and Technology, 30(9), 947-959.

Caractérisation par analyse vibratoire des propriétés viscoélastiques d'échantillons de bois dans leur diversité naturelle

Al FAY Alaa[1], JULLIEN Delphine[1], CORN Stéphane[2], ARNOULD Olivier[1], LANGBOUR Patrick[3]

[1] Equipe Bois, LMGC, Univ. Montpellier, CNRS, Montpellier, France
[2] Equipe DMS, LMGC, Univ Montpellier, IMT Mines Ales, CNRS, Ales, France
[3]UR, BioWooEB, CIRAD, Montpellier, France
alaa.m.fay@hotmail.com

Mots clés : bois; analyse modale; viscoélasticité; modèle prédictif; base de données; diversité

Contexte et objectifs

Le bois représente une grande classe de matériaux polyvalents pour la mécanique à l'égal des métaux sur différents critères tels que le tonnage de production mondiale annuelle ou la grande diversité des propriétés techniques de base. Le niveau de densité des bois est de 5 à 10 fois inférieur à celui des métaux, du fait de leur structure cellulaire dont les parois sont constituées essentiellement de couches de nano-composites à fibres longues. Cela fait du bois l'un des matériaux les plus performants pour de nombreuses applications. Néanmoins, le comportement très anisotrope, viscoélastique, varié et variable des bois peut constituer une difficulté pour le dimensionnement et l'utilisation des pièces. Actuellement, les fiches techniques existantes dans les bases de données sont incomplètes pour la sélection des matériaux, or elles sont nécessaires pour les applications haut de gamme et performantes.

Comme tous les bois sont globalement constitués des mêmes éléments chimiques et structuraux en nombre assez restreint, cela donne une grande cohérence à leur comportement mécanique qui peut ainsi être approché par quelques paramètres seulement comme la masse volumique ou le module spécifique dans le sens longitudinal. En 1987, D. Guitard et F. El Amri ont réalisé un état de l'art des connaissances sur les paramètres élastiques orthotropes des bois. Ils ont proposé, sur la base des mesures effectuées sur différents échantillons par différentes méthodes et différents laboratoires, une modélisation statistique des coefficients élastiques basée sur la densité seule, ne couvrant pas toute la gamme de densité des bois.

En parallèle, les avancées significatives dans l'analyse du comportement des matériaux à l'aide d'outils dérivés de l'analyse vibratoire, couplées à la modélisation et au calcul numérique performant, ouvrent de nouvelles perspectives pour l'acquisition rapide et multidirectionnelle des propriétés viscoélastiques sur un échantillon unique. Le développement et la mise en œuvre de ces techniques, très intéressantes pour les matériaux naturellement variables (Fogue et al, 2019) et anisotropes et comme le bois, devraient permettre de compléter les fiches techniques « bois » existantes.

Cette thèse, qui vient tout juste de commencer, à caractère expérimental et numérique, s'inscrit dans la lignée des travaux d'A. Burgers (2016) et les collaborations en cours entre les équipes Bois et DMS du LMGC et de l'IES (Université de Montpellier) sur la caractérisation « rapide » et non destructive de la plupart des constantes élastiques du comportement orthotrope d'échantillons de bois par analyse vibratoire et ultrasonore (Longo et al, 2017; Alkadri et al, 2020). Les principaux objectifs sont de développer ces mesures afin d'exploiter l'amortissement fréquentiel (ou l'atténuation temporelle des signaux) dans le but de les relier à un comportement viscoélastique orthotrope de l'échantillon, adapté aux différents domaines d'utilisation des bois.

Travail prévu

Les expériences seront basées sur une sélection d'échantillons de la xylothèque du CIRAD, qui permettra d'explorer la diversité des bois. Cela permettra d'enrichir la base de données bois du CIRAD et d'approfondir les relations existantes entre les différents paramètres viscoélastiques des bois. Le développement d'outils de caractérisation et de modèles pertinents devrait permettre de compléter rapidement des bases de données et des fiches techniques de composants en bois, et ainsi favoriser l'utilisation plus systématique du bois en lieu et place d'autres matériaux présentant un bilan écologique moins favorable.

Remerciements

Cette thèse est cofinancée par le Labex NUMEV et l'Ecole Doctorale I2S de l'Université de Montpellier.

Références

Alkadri A., Jullien D., Arnould O., Rosenkrantz E., Langbour P., Hovasse L., Gril J. (2020) Hygromechanical properties of grenadilla wood (*Dalbergia melanoxylon*), Wood Science and Technology, 54, pages 1269–1297.

Burgers A. (2016) Caractérisations physico-mécaniques de bois « sans défauts » pour la conception mécanique : application aux pins de la région méditerranéenne française, Thèse de doctorat, Université de Montpellier.

Guitard D., El Amri F. (1987) Modèles prévisionnels de comportement élastique tridimensionnel pour les bois feuillus et le bois résineux, Annales des Sciences Forestières, 44(3), 335–358.

Longo R., Laux D., Pagano S., Delaunay T., Le Clézio E., Arnould O. (2018) Elastic characterization of wood by Resonant Ultrasound Spectroscopy (RUS): a comprehensive study, Wood Science and Technology, 52, pages 383–402.

Fogue-Djombou Y., Corn S., Clerc L., Salze D., Garcia-Diaz E. (2019) Freeze-thaw resistance of limestone roofing tiles assessed through impulse vibration monitoring and finite element modeling in relation to their microstructure, Construction and Building Materials, 205, 2019, 656-667.

Modélisation rhéologique du comportement mécanosorptif et viscoélastique

ASSEKO ELLA Martian[1], MOUTOU PITTI Rostand[1,2], GIACOMO Goli[3], GRIL Joseph[4]

[1]Université Clermont Auvergne, CNRS, Clermont Auvergne INP, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France
[2]CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, Gabon
[3]University of Florence, DAGRI-Department of Agriculture, Food, Environment and Forestry, 50145 Firenze, Italia
[4]Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, F-63000 Clermont Ferrand, France
martian.asseko_ella@doctorant.uca.fr

Mots clefs : Modèle rhéologique ; Mécanosorption ; Viscoélastique ; Fluage ; Okoumé

Introduction

Les structures en bois exposées en environnement extérieur peuvent être sollicitées simultanément par des charges mécaniques et des variations de l'humidité relative. En tant que biopolymère poreux, hygroscopique et hétérogène, le bois est classé comme un matériau viscoélastique dont les propriétés mécaniques dépendent de la température et de la teneur en humidité (Genevaux et Guitard 1988). Dans le contexte de la durée de vie des structures en bois, les effets du fluage ne doivent pas être négligés dans la conception et la durabilité de ces structures. La cinétique du fluage résulte d'interactions entre l'état mécanique et la teneur en humidité, dont les variations provoquent une accélération du fluage. Un nombre considérable de travaux a été consacré à ce sujet depuis le début des années 1960 (Armstrong et Kingston 1960). Ce phénomène complexe, appelé mécanosorption est d'origine chimique et est partiellement corrélé au comportement des liaisons moléculaires ; cependant, le mécanisme réel n'a pas encore été bien établi. De nombreux modèles phénoménologiques ont été développés, bien qu'ils soient souvent validés uniquement pour des essais uniaxiaux et homogènes (charges de traction ou de compression) et ne sont pas facilement généralisables à d'autres conditions expérimentales. Nous avons appliqué un modèle rhéologique en 1D pour décrire le comportement viscoélastique et mécanosorptif des essais de fluage en environnement contrôlé. D'une part, le modèle prend en compte plusieurs effets notamment, l'expansion hydrique, l'élasticité sans effet de l'humidité et la viscoélasticité hygro activé de type Kelvin généralisé avec une activation mécanosorptive. D'autre part, le modèle prend également en compte les effets de la mécanosorption de type Kelvin mécanosorptif pour effet découplé de la viscoélasticité. Enfin, le modèle intègre l'effet viscoélastique hygro activé pour obtenir une déformation permanente après décharge. Ce document présente les résultats obtenus sur l'essence d'Okoumé pour des essais de fluage durant 14 jours.

Matériels et méthodes

Etude expérimentale

Les essais de fluage en flexion 3 points ont été effectués sur les éprouvettes d'Okoumé O3.1 et O3.2 à 10% de la contrainte à la rupture que nous avons déterminée préalablement. Les densités de ces éprouvettes sont 0,48 et 0,49 respectivement pour O3.2 et O3.1. La Fig.1a montre l'ensemble du dispositif expérimental et les bancs d'essais de fluage utilisés (Fig.1b). Chaque banc est composé de 3 transducteurs, deux aux extrémités et un au centre. Les transducteurs latéraux (T1, T3, T4, T6, T7, T9) permettent d'estimer le retrait-gonflement transversal le long de la hauteur de l'échantillon et de corriger la flèche centrale mesurée par les transducteurs au centre (T2, T5, T8). Les bancs sont placés dans une boîte hermétiquement fermée par une

fenêtre transparente de dimensions (750x450x450 mm) et équipée de deux capteurs thermo-hygromètres pour le contrôle de la température T et de l'humidité relative HR.

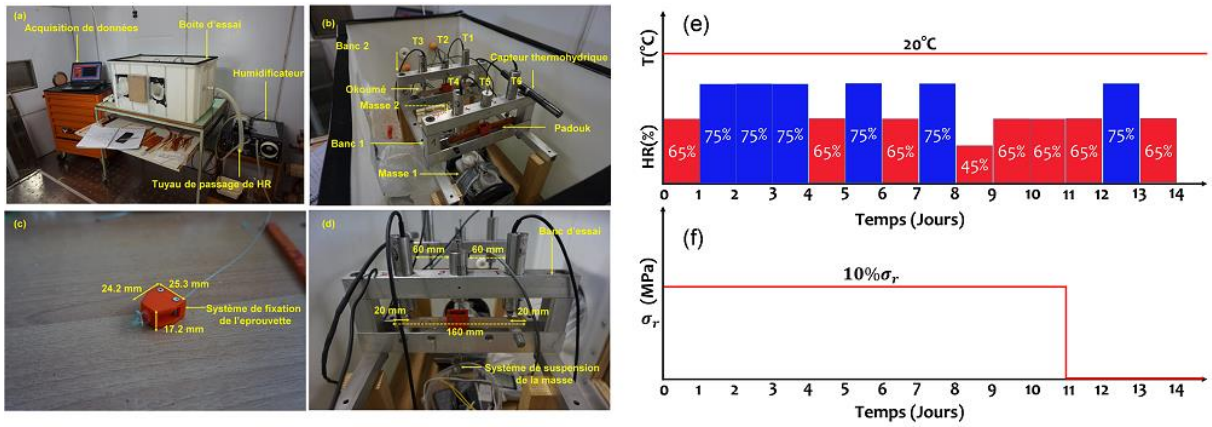


Fig.1 : Dispositif expérimental pour les essais de fluage de 14 jours :
(a) dispositif expérimental global ; (b) vue de la paire de bancs de fluage ;
(c) support plastique de la charge sur la poutre ; (d) banc d'essai ;
(e,f) histoire de chargement hydrique et mécanique des éprouvettes des essais de 14 jours.

Le contrôle de HR se fait au moyen d'une pompe à humidité (système d'humidification). La pompe diffuse l'humidité dans la boîte par un tuyau. Ces essais ont été réalisés pendant 14 jours, sous température et contrainte constantes et cycle hydrique variable. La Fig.1c montre le support en plastique pour fixer la charge sur les éprouvettes pendant le chargement, réalisé à l'aide d'une imprimante 3D. La Fig.1d montre les dimensions du banc d'essai : la longueur totale est de 160 mm et le bras de levier (L/2) de 70 mm. La distance entre les transducteurs est de 60 mm, de sorte que l'écart entre la position de chaque transducteur latéral et le support de chargement correspondant est de 10 mm. La Fig.1e et la Fig.1f présentent l'histoire de chargement hydrique et mécanique. Les cycles de sorption ont été fixés à un jour et varient entre 45, 65 et 75% HR en partant d'un état sec de 65% HR à un état humide de 75% HR correspondant au premier changement d'humidité.

Modèle rhéologique

Afin d'analyser plus profondément le comportement viscoélastique et mécanosorptif et d'obtenir de façon valable les paramètres viscoélastiques et mécanosorptifs des essences testées, nous avons appliqué un modèle rhéologique en 1D pour décrire le comportement viscoélastique et mécanosorptif des poutres.

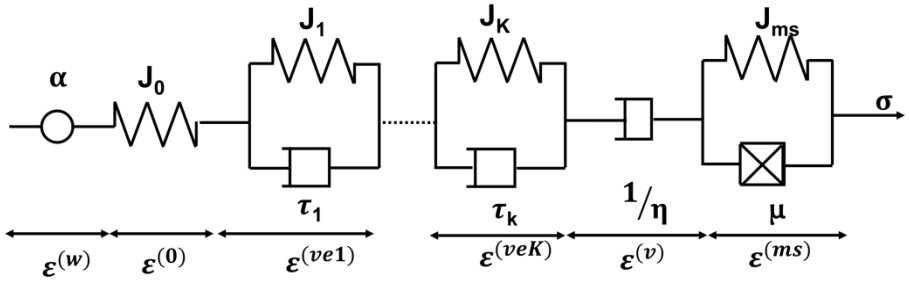


Fig.2 : Modèle rhéologique avec les paramètres viscoélastiques et mécanosorptif (k=1,2,3,4).

Ainsi l'approche est basée sur un modèle de Kelvin -Voigt constitué de 5 blocs en série donc 4 blocs pour décrire les déformations induites par le comportement viscoélastique (ε^{ve}) et un bloc pour la description des déformations dues au comportement mécanosorptif (ε^{ms}). Les 4 blocs viscoélastiques sont constitués chacun d'un ressort de complaisance viscoélastique (J^{veK}) et

d'un amortisseur de temps caractéristique (τ_k). Le dernier bloc est constitué d'un ressort de complaisance mécanosorptive (J^{ms}) et de temps de relaxation mécanosorptive μ. L'ajout d'un ressort en série de complaisance instantané J_0 permet de mettre en évidence le comportement instantané qui est défini par la déformation instantanée $\varepsilon^{(0)}$. Quant à l'expansion hydrique, nous avons ajouté un élément en série pour traduire la déformation hydrique ($\varepsilon^{(w)}$). Afin de prendre en compte les déformations permanentes après décharge, nous avons également ajouté un amortisseur en série. Cet amortisseur permet d'estimer une déformation visqueuse permanente (ε^{v}). Dans la littérature, plusieurs auteurs ont supposé que tous les ressorts et les propriétés des amortisseurs ont une dépendance à la teneur en eau (Bažant 1985, Hunt 1999).

Equations du modèle

En se basant sur la répartition de notre modèle, la déformation totale ε due aux comportement viscoélastique et mécanosorptif mécanosorptif (Toratti et Morlier 1995) est donnée par :

$$\varepsilon = \varepsilon^{w} + \varepsilon^{0} + \varepsilon^{ve1} \ldots + \varepsilon^{veK} + \varepsilon^{v} + \varepsilon^{ms} \quad (1)$$

La déformation ε^0 instantanée en fonction de J_0 la complaisance instantanée est introduite par :

$$\varepsilon^{(0)} = J_0\, \sigma(t) \quad (2)$$

La déformation due à l'expansion hydrique avec prise en compte des phénomènes de pseudo recouvrance et du pseudo fluage est traduite :

$$\varepsilon^{(w)} = (\alpha - \beta\, \varepsilon(t))(w - w_0) \quad (3)$$

avec α est le coefficient de dilatation hydrique, w_0 est la teneur en eau initiale et β est une constante. La déformation mécanosorptive est définie par l'équation différentielle :

$$d\varepsilon^{(ms)}/dt = (J^{(ms)}\, \sigma - \varepsilon^{(ms)})/\, \mu\, |dw/dt| \quad (4)$$

où μ est le temps de relaxation mécanosorptive et J^{ms} la complaisance mécanosorptive. Le fluage viscoélastique est donnée par les 4 éléments de Kelvin-Voigt avec des temps caractéristiques différents et se met sous la forme de l'Eq.5 suivante :

$$d\varepsilon^{(veK)}/dt = (J^{(veK)}\, \sigma - \varepsilon^{(veK)})/\tau^{K} \quad (5)$$

où τ^K est le temps caractéristique d'un K-élément de Kelvin-Voigt et est défini par l'expression suivante :

$$Log\tau^{K} = Log\tau^{K}_{0} - aw \quad (5)$$

La déformation visqueuse permanente donnée par l'amortisseur en série est définie par :

$$d\varepsilon^{(v)}/dt = \sigma/\eta \quad (6$$

avec $1/\eta = 1/(\eta_0 10^{-\alpha w})$. L'amortisseur que nous avons ajouté en série est équivalent à un K+1 élément de Kelvin de complaisance J_{K+1} et temps caractéristique η/J. Dans l'ensemble, le modèle comporte 9 paramètres principaux à ajuster (J_0, J_v, J_{ms}, μ, α, η, a, η_0 et τ). Ces 9 paramètres ont été déterminés grâce au solveur du logiciel Excel. En réalité il y a 15 paramètres et on a diminué leur nombre en imposant des valeurs des τ_i et en supposant tous les J_v égaux ou variant de manière affine impliquant une même influence de l'humidité pour tous.

Résultats

Ici, nous présentons les résultats obtenus pour les essais effectués sur l'Okoumé durant 14 jours. Les Fig.3a et 3b comparent le modèle rhéologique aux résultats expérimentaux de la déformation maximale en traction à mi travée de la poutre pour les trois essences testées. En ce qui concerne les déformations expérimentales, elles ont été calculées selon :

$$\varepsilon^0 = 6h(\ V_0 - V_a)/((\ 1 - \varphi + \omega)\ L^2) \qquad (7)$$

avec V_0, et V_a, la flèche mesurée par le transducteur du centre et latéral. Les paramètres φ et ω prennent en compte l'effet mécanique mesuré par le transducteur latéraux et l'effet du cisaillement ; h et L sont la hauteur et l'entraxe de la poutre. On observe de façon globale que le modèle permet d'approcher de manière satisfaisante le comportement viscoélastique et mécanosorptif des mesures expérimentales notamment. Plus précisément, le modèle reflète une augmentation du fluage viscoélastique lors de la première humidification suivi du phénomène de pseudo-fluage ou de pseudo- recouvrance lors des phases de sorption.

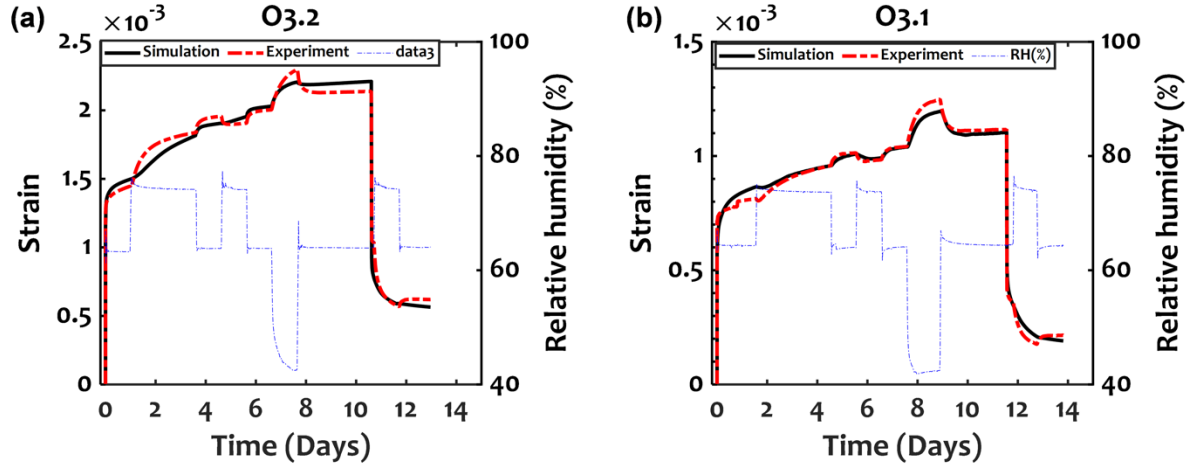


Fig.3 : Modélisation du fluage-recouvrance des éprouvettes de l'Okoumé : (a) essai 1 ; (b) essai 2 ; pointillés, courbe expérimentale ; ligne, modélisation.

Références

Armstrong L.D., Kingston R.S.T. (1960) Effect of moisture changes on creep in wood. Nature 185, 862–863.

Bažant Z.P. (1985) Constitutive equation of wood at variable humidity and temperature. Wood science and Technology, 159–177.

Genevaux J.M., Guitard D. (1988) Anisotropie du comportement différé : essai de fluage à température croissante d'un bois de peuplier, pp. 155–166. Groupement Scientifique Rhéologie du Bois, Bordeaux.

Hunt D.G. (1999) A unified approach to creep of wood. Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 455(1991), 4077– 4095.

Toratti T., Morlier P. (1995) Fluage à long terme du bois fléchi en grandeur structurale. Materials and structures, 284–292.

Le signal isotopique ($\delta^{13}C$) des charbons de bois préhistorique comme proxy paléoenvironnementale diachronique et spatial ? Référentiel actuel et résultats archéologiques dans le Sud-Est de la France.

AUDIARD Benjamin[1,2], MONNEY Julien[3], FRITZ Carole[4], BEAUVAIS Pierre-Antoine[4], TEYSSANDIER Nicolas[4], GUILLERMIN Patricia[4], MEIGNEN Liliane[2], TEXIER Pierre-Jean[5], TOMASSO Antonin[2], PORRAZ Guillaume[5], PURDUE Louise[2], BATTIPAGLIA Giovanna[6], THERY Isabelle[1]

[1] Departamento de Prehistoria y Arqueología. Facultad de Geografía e Historia. Universidad de Valencia. Av. Blasco Ibáñez, 28. E-46010 Valencia, España
[2] Université côte d'azur, CNRS, CEPAM, UMR 7264, 06300 Nice, France
[3] EDYTEM – Université de Savoie, CNRS (Chambéry ; France)
[4] Laboratoire TRACES – UMR 5608, Université Toulouse - Jean Jaurès Maison de la Recherche 5, 31058 Toulouse Cedex 9
[5] CNRS, Université Aix-Marseille, LAMPEA, UMR 7269, Maison Méditerranéenne des Sciences de l'Homme, Aix-en-Provence, France
[6] Department of Environmental, Biological and Pharmaceutical Sciences and Technologies University of Campania "L. Vanvitelli", Via Vivaldi 43 Caserta, Italy
benjamin.audiard@cepam.cnrs.fr

Mots clefs : Bois, Charbons, Isotopes, Paléo-environnement, Paléo-climatique

Contexte et objectifs

L'amélioration de la résolution spatio-temporelle des reconstitutions paléo-environnementales est un enjeu primordial si on veut appréhender la plasticité des écosystèmes faces aux changements climatiques passés. Cette approche est d'autant plus importante lorsqu'on s'intéresse à l'impact de ces changements sur l'hospitalité des territoires et la disponibilité des ressources végétales et animales, et par conséquent, leurs influences dans les modèles socio-économiques des sociétés préhistoriques.

Dans ce contexte, l'utilisation de proxies paléoécologiques locaux apparait alors essentielle, tant ils permettent de rendre compte de l'asynchronie et des spécificités des évolutions environnementales à l'échelle régionale. Parmi ces proxies, l'étude des charbons de bois archéologique permet d'apporter des informations importantes sur l'évolution des systèmes forestiers attenant aux sites, tout en connectant ces données au système socio-économique des sociétés à travers leur gestion du bois comme combustible (Chabal 1992, Théry-Parisot 2001, Vernet 1992, Asouti and Austin 2005).

Cependant, appliquée aux séquences préhistoriques, l'anthracologie se heurte à plusieurs limites. En premier lieu, la conservation des charbons n'est pas toujours optimale et il est parfois difficile d'atteindre le nombre minimal d'échantillons pour une étude fiable de la paléovégétation (Chabal 1994, Chrzazvez et al. 2014). De plus, dans le cadre des séquences pléistocènes, la faible diversité taxinomique des espèces ligneuses rend difficile la lecture des changements environnementaux. La résolution temporelle des interprétations est alors limitée par la dynamique lente des changements dans la composition forestière (Vernet 1992, Bazile-Robert 1979). Enfin, les variations du spectre de fréquence des taxons peuvent relever à la fois de modifications des conditions climatiques ou de changements dans la stratégie de collecte du

bois, sans qu'il soit toujours possible de démêler ce qui relève de l'un ou de l'autre (Chabal,1994, Théry-Parisot 2001).

Dans ce contexte, le développement durant ces dernières décennies de l'analyse isotopique ($\delta^{13}C$) des charbons de bois offre une approche complémentaire dans l'étude des changements environnementaux et climatiques (Farquhar et al. 1989, Siegwolf et al., 2022). Fondé sur la relation entre le $\delta^{13}C$ du bois et l'absorption du CO_2 atmosphérique (photosynthèse, conductance stomatique), l'enregistrement isotopique des charbons de bois renvoie, malgré les effets de la carbonisation, aux conditions environnementales qui contrôlent cette absorption (régime hydrique, température, …) (Ferrio et al., 2020). Les récentes études sur le pléistocène supérieur européen et proche-oriental, dans un environnement relativement aride, ont montré leur capacité d'obtenir des informations robustes et de haute fréquence, en particulier sur la disponibilité en eau, à l'échelle des sites eux-mêmes (Audiard et al. 2021, Audiard et al. 2019, Caracuta et al. 2021, Masi et al. 2013).

Ici, nous présentons les résultats de notre référentiel actuel sur *Pinus sylvestris* dans le Sud-Est de la France, réalisé dans le cadre du développement de l'analyse isotopique des charbons sur le Pleistocène (Audiard et al. 2018, Audiard 2020). Outre un référentiel de valeurs sur charbons, l'objectif était d'observer la variabilité du signal au sein du territoire et en fonction du climat, et discuter de l'applicabilité de cette approche sur des séquences diachroniques du Pléistocène supérieur. En complément, nous ouvrons ici la discussion autour du potentiel du signal isotopique dans les réflexions géographiques à travers une synthèse des résultats sur charbons actuels et archéologiques obtenus dans le Sud-Est de la France.

Matériel et méthodes

Notre référentiel a été réalisé sur 6 aires géographiques réparties dans le Sud-Est de la France, pour un total de 9 stations d'échantillonnage. Le référentiel a été réalisé sur *Pinus sylvestris* : (i) taxon régulièrement dominant dans les assemblages du Pléistocène et le plus répandu au monde aujourd'hui ; (ii) espèce isohydrique, intervenant sur ces ouvertures stomatiques pour conserver un potentiel hydrique stable, attribuant ainsi une forte sensibilité de son signal isotopique aux changements de la disponibilité en eau. Chaque station d'échantillonnage est représentée par 2 pins sylvestres, à l'exception de la station de Roussillon représentée par 8 individus.

Deux carottes sont récoltées par individu. Pour chacune d'elles, quatre groupes de 3 cernes successifs sont sélectionnés en fonction des conditions pluviométriques absolues (valeur moyenne sur 3 ans) et relatives (valeur moyenne sur 3 ans/50 ans), avec une phase humide et une phase sèche dans chacun des cas. L'objectif ici est de prendre en compte au mieux de la variabilité du $\delta^{13}C$ sur une station à travers l'effet maximal des changements de l'apport en eau. Pour l'ensemble des groupes de cernes, un sous-échantillon témoin est conservé et l'autre est brûlé à l'aide d'un « four à mouffle » à 350°C pendant 30 min (température de combustion représentative des charbons archéologiques majoritairement préservés). Nos résultats sont ensuite comparés à des données collectées dans la même région mais dans des stations de plus haute altitude proches de la vallée de la Vésubie, correspondant au $\delta^{13}C$ total de la branche entièrement carbonisée dans des conditions similaires.

Les données archéologiques utilisées proviennent des analyses isotopiques de sept séquences du Pléistocène supérieur et du début de l'Holocène, réalisées dans le cadre de la thèse de Audiard (2020) et suivant le protocole analytique développé pendant ces travaux : les Canalettes (Aveyron, Paléo.moy.) ; la Combette (Vaucluse, Paléo.moy.), Chauvet-Pont d'Arc (Ardèche, Paléo.sup.), la Baume d'Oulen (Ardèche, Paléo.sup./Méso.), la Grotte aux Points (Ardèche,

Paléo.sup.) ; les Prés de Laure (Var, Paléo.moy./sup.), la Baume de Monthiver (Paléo.sup./Méso.). Les données isotopiques sont comparées par grandes phases d'occupations, avec une correction moyenne de l'effet des paramètres atmosphériques ($CO_{2\ atm}$ et $\delta^{13}C_{atm}$) selon le modèle de Volker et al. (2016).

Résultats et discussion

Les résultats montrent que l'écart maximum des valeurs isotopiques intra-station (majoritairement entre 2 et 2,5‰) augmente peu par rapport à nos connaissances sur la variabilité inter-individus, malgré l'évolution des conditions hydriques. Plus encore, l'écart entre l'enregistrement isotopique moyen dans plusieurs conditions hydriques est moindre que celui entre deux stations. Si l'effet de la température comme facteur limitant doit également être pris en compte, il est probable que l'utilisation de groupe de cernes est contribuée à la relative faible variabilité isotopique observée. En d'autres termes, l'enregistrement des changements climatiques annuelles par le $\delta^{13}C$ est atténué, au profit d'une meilleure représentativité des environnementaux et climatiques de la station.

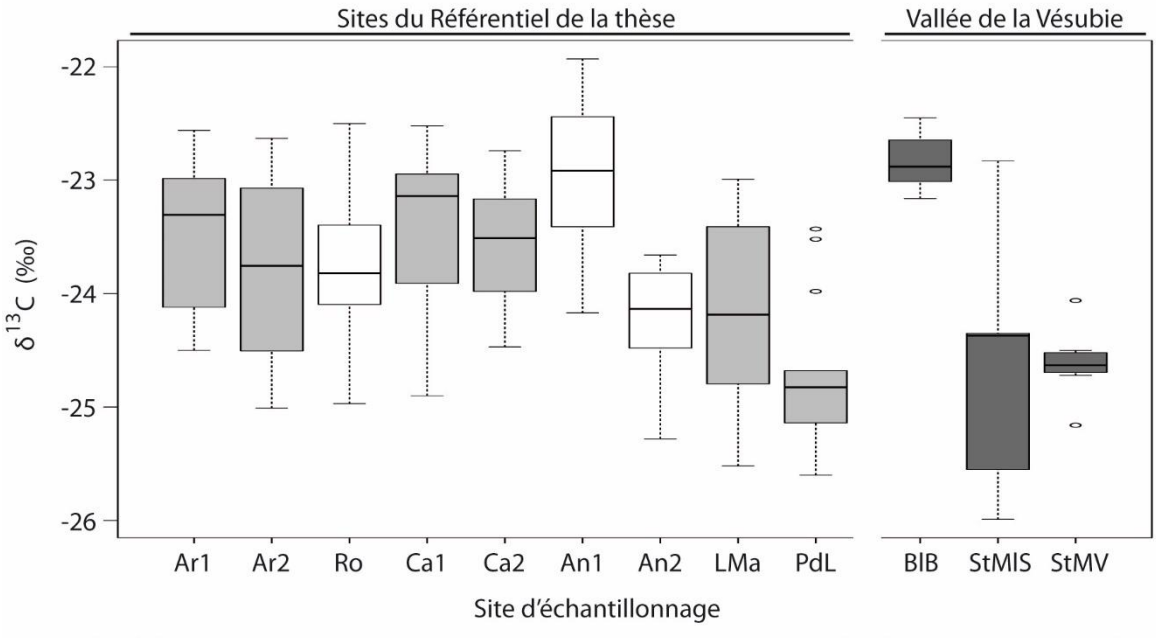
Nos résultats montrent ainsi que la station est un élément central dans la lecture des valeurs $\delta^{13}C$ moyennes obtenues (environnement, climat moyen). Une interprétation géographique, par la comparaison des données isotopiques de chaque station, est alors possible. En terme général, le signal isotopique ($\delta^{13}C$) renvoie au WUEi de la plante (Water Use efficiency intrinsect) (Gessler et al. 2014, Siegwolf et al. 2022). Celui-ci correspondant à la capacité d'assimilation du carbone par la plante pour une quantité d'eau donnée perdue par transpiration. Dans les conditions méditerranéennes de notre référentiel sur le pin sylvestre, essence isohydrique, une augmentation du WUEi renvoie essentiellement à une fermeture stomatique pour minimiser la perte en eau (Shestakova et al. 2017). Dans ce contexte, la température joue également un rôle limitant, en augmentant le stress hydrique de la plante.

La distributions des valeurs isotopiques des stations sont ainsi représentatives des conditions hydriques à travers la région, avec dans l'ordre décroissant des valeurs isotopiques: (i) les terrains secs où le sol est peu développé (An1, Ca1, Ca2 à moindre mesure et probablement BlB), (ii) les sites avec une forte influence méditerranéenne (Ar1, Ar2, Ro), (iii) les sites où les conditions de température et d'humidité sont plus en adéquation avec les exigences écologiques du pin sylvestre (An2, LMa, StMlS, StMV).

Les évolutions des paramètres environnementaux et climatiques d'une station (ex : pluviométrie moyenne, développement des sols, etc.) résultent de processus lents ; ils sont représentatifs de l'enregistrement basse fréquence (plusieurs dizaine d'années, à plusieurs centaines). A l'inverse, les variations isotopiques du $\delta^{13}C$ entre les groupes de cernes apparaissent comme une réponse de haute fréquence (réponse au climat saisonnier/annuel, ici en partie atténuée par le regroupement des cernes). Suivant cette logique, et nos observations, nous pouvons proposer que le $\delta^{13}C$ moyen issu de l'analyse de plusieurs charbons est davantage représentatif de l'enregistrement des fluctuations environnementales spatio-temporelles sur le temps long (basse fréquence), que les changements climatiques rapides (haute fréquence).

Nous proposons ainsi, dans la dernière partie, d'ouvrir la discussion sur une lecture inter-sites des résultats isotopiques obtenus dans le Sud-Est. Compte-tenu des importants changements climatiques et des concentrations atmosphériques en CO_2 entre notre référentiel actuel et les niveaux archéologiques étudiés, il est difficile de proposer une comparaison directe des valeurs isotopiques. Toutefois, que ce soit pour les phases froides et arides du Pléistocène supérieur ou dans les conditions méditerranéennes actuelles, le signal isotopique renvoie principalement à des changements dans la disponibilité en eau et des conditions plus ou moins favorables aux

exigences écologiques du Pin sylvestre. Les interprétations des données archéologiques peuvent ainsi s'appuyer sur celle de notre référentiel en termes d'environnement plus ou moins favorable à la croissance de la pineraie. Malgré tout, l'interprétation de l'enregistrement isotopique ne peut être dissociée du contexte environnemental dans lequel les charbons proviennent. La chronologie des sites, mais surtout les assemblages floristiques obtenus à travers l'étude taxinomique des charbons est alors primordiale.



Site	Ar1	Ar2	Ro	Ca1	Ca2	An1	An2	LMa	PdL	BlB	StMlS	StMV
I	963 (2017-1967)	963 (2017-1967)	760 (2015-1968)	731 (2017-1967)	731 (2017-1967)	945 (2017-1967)	945 (2017-1967)	945 (2017-1967)	945 (2017-1967)	1050 (2013-2007)	1200 (2013-2007)	1200 (2013-2007)
II	14,1 (2017-1987)	14,1 (2017-1987)	13,3 (2015-1968)	11,2 (2017-1987)	11,2 (2017-1987)	10,3 (2017-1987)	10,3 (2017-1987)	10,3 (2017-1987)	10,3 (2017-1987)	11,3 (2013-2007)	11,3 (2013-2007)	10,3 (2013-2007)
III	210	210	275	690	690	1450	1120	1010	800	983	1144	1248
IV	<10°	<10°	<10°	<10°	<10°	30°	<10°	40° à 60°	20°	60° (?)	70° (?)	70° (?)
V	Dev. faible - Calcaire	Dev. moyen - Calcaire	Dev. Moyen - Ocre	Dev. faible - Calcaire	Dev. moyen - Calcaire	Dev. faible - Calcaire	Dev. bon - Alluvion	Dev. faible - Calcaire	Dev. moyen - Calcaire	/ - Gneiss	/ - Gneiss	/ - Gneiss
VI	Meso Méd	Meso Méd	Meso Méd	Supra Méd - Monta.	Supra Méd - Monta.	Supra Méd - Monta.	Supra Méd - Monta.	Supra Méd - Monta.	Supra Méd - Monta.	Monta.	Monta.	Monta.
VII	12 (2)	12 (2)	28 (7)	16 (2)	15 (2)	16 (2)	16 (2)	12 (2)	16 (2)	8 (2)	8 (2)	9 (2)

Fig. 1 : Représentation en boxplot des données isotopiques des échantillons de charbons (350°C) des différentes stations étudiées (toute condition de croissance confondue) selon les températures moyennes décroissantes, complétées par les données environnementales et descriptives des différentes stations : (I) moyenne précipitation (mm/m2) (période pour le calcul de la moyenne) ; (II) température (période pour le calcul de la moyenne) ; (III) altitude (m) ; (IV) pente (? = incertitude sur la mesure) ; (V) sol développement – substrat (avec dev. = développement) ; (VI) type de climat (avec Meso Med. = Meso Méditerranéen ; Supra Med. = Supra Méditerranéen & Monta. = Montagnard) ; (VII) nombre d'individus, nombre d'échantillons analyses (nombre d'individus). [NB : Les données météorologiques moyennes sont obtenues : (i) à partir des stations régionales pour les stations de An, Ar, Ca, LMa et PdL ; (ii) a partir des stations locales pour Ro, StMV, StMlS et BlB].

La comparaison des données isotopiques obtenues nous permet de rendre compte des conditions environnementales entre les sites au moment des occupations archéologiques. Elles permettent alors d'ouvrir la discussion sur :

- Les aires géographiques favorables ou non à la mise en place de refuges forestiers (Ex : Gorges de l'Ardèche)
- La possibilité d'une relation de l'occupation des sites, selon les périodes environnementales, avec une plus large gamme de valeurs isotopiques (enregistrement des changements climatiques et des écosystèmes), avec les lacunes des recherches qui doivent toutefois être prises en compte (Ex : deux phases d'occupation à la Combette).

Références

Asouti E., Austin P. (2005) Reconstructing Woodland Vegetation and its Exploitation by Past Societies, based on the Analysis and Interpretation of Archaeological Wood Charcoal Macro-Remains. Environmental Archaeology 10, 1-18. doi:10.1179/env.2005.10.1.1.

Audiard B. (2020) Le bois, archive des changements climatiques entre mer et montagne du Paléolithique moyen au Mésolithique : composition isotopique (13C/12C), reconstitutions paléoclimatiques, histoire des forêts et interactions hommes/milieux. In: Préhistoire, pp. 594p. Nice: Université Côte d'Azur.

Audiard B., Blasco T., Brossier B., Fiorentino G., Battipaglia G., Théry-Parisot I. (2018) δ13C referential in three Pinus species for a first archeological application to Paleolithic contexts "Between intra- and inter-individual variation and carbonization effect". JAS: report 20, 775-783. doi:https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2018.06.029.

Audiard B., Thery-Parisot I., Blasco T., Mologni C., Texier P.-J., Battipaglia G. (2019) Crossing taxonomic and isotopic approaches in charcoal analyses to reveal past climates. New perspectives in Paleobotany from the Paleolithic Neanderthal dwelling-site of La Combette (Vaucluse, France). Review of Palaeobotany and Palynology 266, 52-60.

Audiard B., Théry-Parisot I., Meignen L., Blasco T., Battipaglia G. (2021) New climatic approaches of the middle Paleolithic sequences: combined methodology of the taxonomic and isotopic charcoal analyses on the Neanderthals settlements "Les Canalettes" (Aveyron, France). Quaternary International.

Chabal L. (1992) La représentativité paléo-écologique des charbons de bois archéologiques issus du bois de feu. Bulletin de la Société Botanique de France. Actualités Botaniques 139, 213-236.

Chabal L. (1994) Apports récents de l'anthracologie à la connaissance des paysages passés : performances et limites. Histoire & Mesure IX, 317-338.

Chrzazvez J., Théry-Parisot I., Fiorucci G., Terralc J.-F., Thibaut B. (2014) Impact of post-depositional processes on charcoal fragmentation and archaeobotanical implications: Experimental approach combining charcoal analysis and biomechanics. Journal of Archaeological Science 44, 30-42.

Farquhar G. D., Ehleringer J.R., Hubick K.T. (1989) Carbon isotope discrimination and photosynthesis. Annu. Rev. Plant Phys. 40, 503-537.

Ferrio J.P., Aguilera M., Voltas J., Araus, J.L. (2020) Stable carbon isotopes in archaeological plant remains. In: Carbon Isotope Stratigraphy, M. Montenari (ed.), pp. 107-145. Academic Press.

Shestakova T.A., Camarero J.J., Ferrio J.P., Knorre A.A., Gutiérrez E., Voltas J. (2017) Inreasing drought effects on five European pines modulate Δ^{13}C-growth coupling along a

Mediterranean altitudinal gradient. Functional Ecology 31, 1359–1370. doi:10.1111/1365-2435.12857.

Siegwolf R.T.W., Brooks J.R., Roden J., Saurer M. (2022) Stable Isotopes in Tree Rings: Inferring physiological, climatic and enviornmental responses. Springer, pp. 775.

Théry-Parisot I. (2001) Économie des combustibles au Paléolithique. CNRS éditions.

Vernet J.-L. (1992) Les charbons de bois, les anciens écosystèmes et le rôle de l'homme. In: Actes du colloque international d'anthracologie, pp. 725. Montpellier: Bulletin de la Société botanique française.

Voelker S.L., Brooks J.R., Meinzer F.C., Anderson R., Bader M.K.-F., Battipaglia G., et al. (2016) A dynamic leaf gas-exchange strategy is conserved in woody plants under changing ambient CO2: evidence from carbon isotope discrimination in paleo and CO2 enrichment studies. Global Change Biology 22, 889-902. doi:10.1111/gcb.13102.

Furfurylation du bois de hêtre en présence de tanins ou/ou d'acide fulvique

AZADEH Elham[1], ESSAWY Hisham[2], PIZZI Antonio[1], GERARDIN Philippe[1], GERARDIN-CHARBONNIER Christine[1]

[1] LERMAB, University of Lorraine, Boulevard des Aiguillettes, 54000 Nancy, France
[2] Department of Polymers and Pigments, National Research Center, Cairo 12622, Egypt
elham.azadeh@univ-lorraine.fr

Mots clés : acide fulvique, alcool furfurylique, durabilité, modification chimique, préservation, tanin, matériau bois.

Résumé

Un axe important de développement dans le domaine de la préservation du bois est la recherche de méthodes de préservation utilisant des produits chimiques non toxiques et des matériaux naturels à faible impact environnemental. Récemment, l'utilisation de tanins condensés et d'alcool furfurylique utilisés seuls ou en mélange pour modifier chimiquement le bois et améliorer sa durabilité face aux champignons de pourriture ont conduit à des résultats prometteurs. Dans cette étude, l'utilisation d'acide fulvique au mélange précédent ou en remplacement du tanin a été envisagée. Différentes solutions d'imprégnation préparées à partir d'alcool furfurylique, de tanin condensé et/ou d'acide fulvique en présence d'acide maléique utilisé comme catalyseur ont été imprégnées dans le bois. L'effet des traitements a été évalués sur la durabilité du bois face aux agents de pourriture et sur sa stabilité thermique. Il ressort des analyses que la substitution partielle ou totale du tanin condensé par l'acide fulvique conduit à des résultats plus ou moins similaires pour ce qui concerne la durabilité conférée aux éprouvettes vis-à-vis des champignons de pourriture. Cependant, l'analyse thermique montre que le pourcentage de dégradation des bois imprégnés par des solutions contenant de l'acide fulvique sans tanin condensés est plus élevé que celui de bois imprégnés des solutions contenant du tanin condensé sans acide fulvique.

Introduction

La réaction entre les tanins condensés et l'alcool furfurylique en présence d'un catalyseur est une réaction de polymérisation bien connue dans la littérature (Choura et al., 1996 ; Mubarok et al. 2022). Cette réaction a permis de préparer un grand nombre matériaux écologiques tels que des adhésifs et des résines utilisées pour la fabrication de panneaux, de mousses isolantes et des composites. Dans cette étude, l'acide fulvique a été utilisé comme substitut ou complément au tanin condensé. L'acide fulvique est un composé organique issu de l'humus provenant principalement du sol résultant de la dégradation microbienne des matières lignocellulosiques (Goenadi, 2021). La structure de l'acide fulvique comprend des noyaux aromatiques reliés par des chaînes aliphatiques (parties hydrophobes) et des groupes fonctionnels de type acide carboxylique et alcool (parties hydrophiles). L'acide fulvique est soluble dans les solutions à pH variés (Goenadi, 2021 ; Sangregorio et al., 2018). Du fait de leur structure aromatique proche de celle des tanins, l'acide fulvique pourrait constituer un autre agent de réticulation pouvant jouer un rôle similaire à celui des tanins en permettant l'obtention d'un polymère plus réticulé et mieux fixé dans le bois. Dans ce contexte, l'acide fulvique a été utilisé seul ou en combinaison avec des tanins pour évaluer son effet sur la fixation de la résine dans le bois, ainsi que sur la durabilité conférée aux éprouvettes vis-à-vis des agents de

dégradation fongique. L'effet de l'ajout d'acide fulvique sur la stabilité thermique du matériau a également été étudié.

Matériel et Méthodes

Matériel

Des échantillons de bois hêtre (*Fagus sylvatica)* exempt de tout défaut ont été découpés dans des planches aux dimensions suivantes (R.T.L) 20 mm × 20 mm × 5 mm. L'alcool furfurylique (97 %) a été acheté chez Sigma Aldrich et utilisé sans autre purification. Le tanin de mimosa utilisé a été obtenu auprès de la compagnie italienne Sylvateam. L'acide maléique a été acheté chez Sigma Aldrich. L'acide fulvique a été obtenu auprès de L.Gobbi S.r.L. (Campo Ligure, Italy) .

Préparation des solutions pour imprégner du bois

Les solutions d'imprégnation ont été préparées comme indiqué dans le Tab. 1 et identifiées par différentes lettres.

Tab. 1 : Différentes solutions d'imprégnation testées

ID	Formulation des solutions(m/m$_2$)
A	TAN 22.72%+AF 22.72%+MA 4.54%+ eau 50%
B	TAN 15.90% + AF22.72 % + FUL 6.81%+ MA 4.54%+ eau 50%
C	FUL 22.72%+AF 22.72%+MA 4.54%+ eau 50%
D	Éprouvette non traitée

alcool furfurylique (AF), acide maléique (MA), tanin (TAN) et acide fulvique (FUL).

Imprégnation

Les éprouvettes de bois ont été séchés à 103°C pendant 48 h., puis pesés (m_0). Les éprouvettes ont été placées sous vide (2 mbar) pour 30 min. avant imprégnation des différentes solutions de traitement, puis laissées immergées dans la solution pendant 60 min. à pression atmosphérique. Les éprouvettes sont alors retirées de la solution, égouttées rapidement puis pesées (m_1). Les éprouvettes sont ensuite placées dans une étuve à 103°C pendant 72h (48h emballées dans une feuille d'aluminium, puis 24h sans emballage) avant d'être pesées à nouveau (m_2). Le gain de masse (WPG) a été calculé suivant l'équation (1) :

$$WPG\ (\%) = 100 \times (m_2 - m_0) / m_0 \qquad \text{(Eq. 1)}$$

Lessivage

Le test adopté pour le lessivage des éprouvettes est une procédure adaptée de la norme NF X 41-568 (2014). Les éprouvettes imprégnées sont placées dans de l'eau distillée dans différents flacons fermés par un bouchon étanche en fonction des traitements d'imprégnation réalisés. Le rapport volume d'éprouvettes/volume d'eau distillée est de 1/5 dans chaque flacon.

Les flacons sont placés sur un agitateur orbital et agités pendant des durées de 1h., 2h., 4h., 8h., 16h. et 48h. avec renouvellement de l'eau distillée entre chaque cycle. Notons que les éprouvettes sont laissées à l'air et à température ambiante pendant 16h après le cycle de 4h. avant de continuer le lessivage. À la fin des différents cycles de lessivage, les éprouvettes sont retirées des flacons pesées (m_3), laissées à l'air pendant 1h. avant d'être séchées à 103°C dans une étuve pendant 48h (m_4). La quantité de produit lessivé (L) est calculée à l'aide de l'équation 2 :

$$L\ (\%) = 100 \times (m_2 - m_4) / (m_2 - m_0) \qquad \text{(Eq. 2)}$$

Essais Biologiques

Les essais biologiques réalisés en vue de tester l'efficacité des différents traitements sur la résistance fongique du bois de hêtre ont été réalisés avec une procédure utilisant des mini blocs inspirés de la norme EN 113 (1996). Les éprouvettes (traitées et non traitées) ont été stérilisées et exposées en boite de Pétri à différentes souches fongiques préalablement inoculées sur un milieu malt agar. Une pourriture blanche (*Trametes versicolor)* et une pourriture brune (*Coniophora puteana)* ont été utilisées. Après exposition des éprouvettes aux champignons, les boites ont été incubées à une température de 22°C ± 2 et à une humidité relative de 70% ± 5 pour une période de 12 semaines. Les éprouvettes sont alors débarrassées du mycélium qui les couvrait, puis pesées pour déterminer leurs masses humides (m_5) avant d'être séchées dans une étuve à 103°C pendant 48h. Ces éprouvettes sont à nouveau pesées (m_6). La perte de masse due à l'attaque fongique est calculée à l'aide de l'équation 3 :

$$ML_{TV\ or\ CP}\ (\%) = 100 \times (m_{2\ or\ 4} - m_6)/\ m_{2\ or\ 4} \qquad \text{(Eq. 3)}$$

Résultats et discussion

Lessivage et Durabilité biologique

Les résultats obtenus sont rapportés dans la Fig. 1.

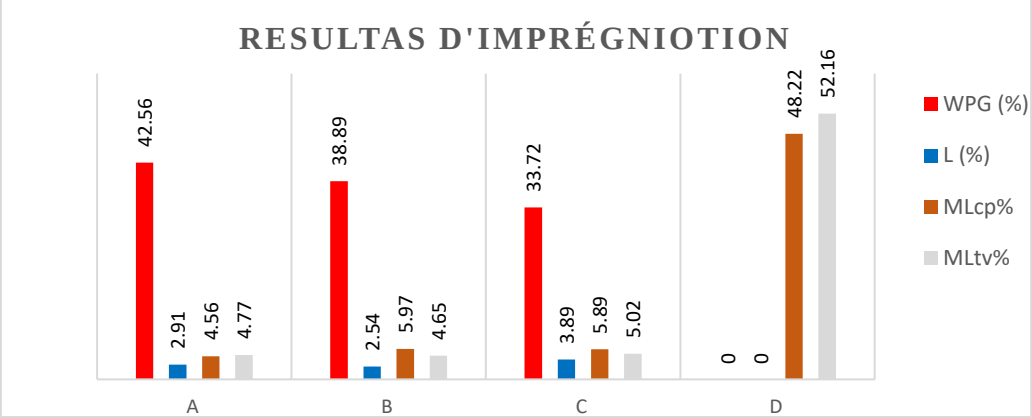


Fig. 1 : Résultats des essais de lessivage et de durabilité
CP: *Coniophora puteana* -TV: *Trametes versicolor*

Tous les échantillons traités présentent une bonne résistance contre *T. versicolor* et *C. puteana*. Ils peuvent donc être considérés comme des bois durables. Le traitement C présente une résistance un peu plus faible qui peut être attribué au plus faible gain de masse par rapport aux autres traitements. En comparant les formulations A, B, C, il a été observé que la réticulation entre le tanin et l'alcool furfurylique est meilleure que l'acide fulvique. Cependant, les résultats d'essais fongiques ont montré que la formulation C (qui n'a pas de tanin) a eu une bonne influence sur l'augmentation de résistance fongique.

Analyse Thermogravimétrique (TGA)

La caractérisation par TGA a été réalisée afin d'observer la résistance thermique des échantillons traités et non traités. La dégradation thermique a été observée entre 30°C et 600°C pour tous les échantillons (Fig. 2).

Les éprouvettes traitées par les traitements A et B ont un comportement thermique similaire, alors que celles traitées avec le traitement C impliquant l'acide fulvique présentent une perte de plus remarquable. Cette perte de masse plus importante peut être attribuée à une réticulation plus faible par rapport ou par une plus grande instabilité de l'acide fulvique par rapport au tanin.

À la fin de l'analyse, 22% de la masse initiale des éprouvettes traitées par la formulation C est présente, tandis qu'elle est de 29 et 30% respectivement pour les éprouvettes traitées par les formulations A et B. La première région de dégradation est entre 0 et 100°C. Cette dégradation correspond à l'évaporation d'eau résiduelle présente dans le bois (Karastergiou et Philipou, 2000). La deuxième région comprise entre 100 et 230°C correspond à l'évaporation des composés volatils et le début de la dégradation du bois. En comparant les quatre échantillons, il est observé qu'il n'y a pas de différence visible jusqu'à 250°C et la perte de masse maximum est de 10%. La perte de masse importante est observée entre 250°C et 350°C peut être attribuée à la décomposition du matériau (bois, tanin, acide fulvique) (Karastergiou et Philipou, 2000 ; Santos et al., 2018).

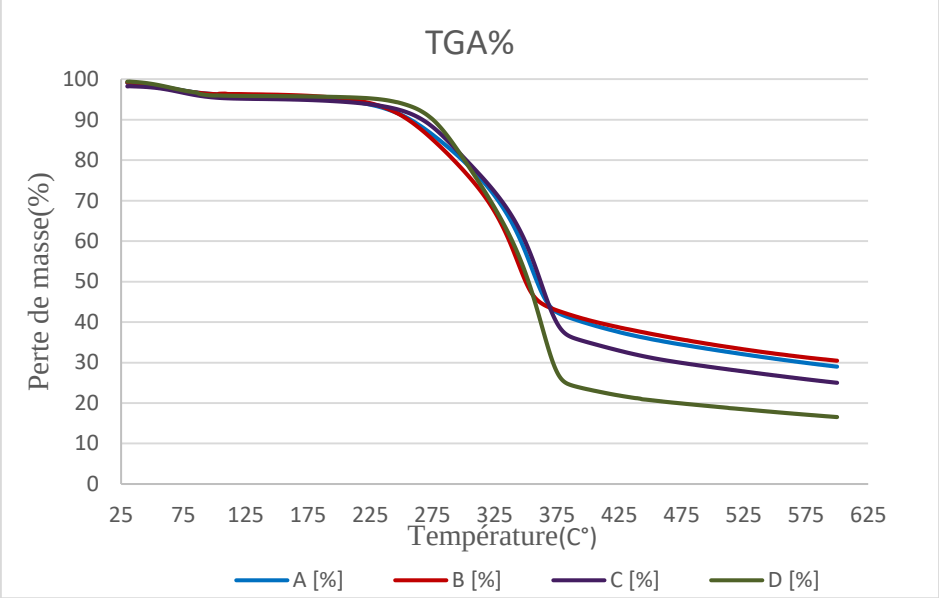


Fig. 2 : Résistance thermique des éprouvettes modifiées ou non

Conclusion

La substitution partielle ou totale du tanin par l'acide fulvique lors de la furfurylation du bois a montré un effet positif sur la durabilité du bois ainsi que sur la résistance thermique. Cette incorporation d'acide fulvique lors de la furfurylation permet d'avoir une copolymérisation assez similaire à celle obtenue lors de l'ajout des tanins condensés.

Références

Choura M., Belgacem N.M., Gandini A. (1996) Acid-catalyzed polycondensation of furfuryl alcohol: mechanisms of chromophore formation and cross-linking. Macromolecules, 29(11) 3839-3850.

EN 113 (1996) EN 113-Wood preservatives—determination of toxic values of wood preservatives against wood destroying basidiomycetes cultured on agar medium. AFNOR

Goenadi, D. H. (2021). Fulvic acid–a small but powerful natural substance for agricultural and medical applications. E-Journal Menara Perkebunan, 89(1).

Karastergiou, P. S., & Philippou, J. L. (2000). Thermogravimetric analysis of fire-retardant treated particle boards. Wood and fire safety 2000, 385-394.

Mubarok M., Gerardin-Charbonnier C., Azadeh E., Obounou Akong F., Dumarcay S., Pizzi A., Gerardin P. (2022) Modification of Wood by Tannin-Furfuryl Alcohol Resins-Effect on Dimensional Stability, Mechanical Properties and Decay Durability." Journal of Renewable Materials, Special Issue: Advanced Wood Composites from Renewable Materials. DOI: 10.32604/jrm.2022.024872

NF, X. (2014). X 41-568: Wood preservatives—laboratory method for obtaining samples for analysis to measure losses by leaching into water or synthetic sea water. AFNOR

Sangregorio, A., Guigo, N., van der Waal, J. C., & Sbirrazzuoli, N. (2018). Humins from biorefineries as thermoreactive macromolecular systems. ChemSusChem, 11(24), 4246-4255.

Santos, A. M., Bertoli, A. C., Borges, A. C. C., Gomes, R. A., Garcia, J. S., & Trevisan, M. G. (2018). New organomineral complex from humic substances extracted from poultry wastes: synthesis, characterization and controlled release study. Journal of the Brazilian chemical society, 29, 140-150.

Chérie, on a agrandi la structure du bois en 3D : un projet collaboratif de science ouverte

BADEL Eric[1], ARNOULD Olivier[2], CONCHON Pierre[1], DUHAMEL Yvan[3], RUELLE Julien[4], VIGUIER Joffrey[5], Andy KING[6]

[1] Université Clermont Auvergne, INRAE, UMR PIAF, 63000 Clermont-Ferrand, France
[2] Université de Montpellier, CNRS, LMGC, 34000 Montpellier, France
[3] Université de Montpellier, CNRS, Pro3D, 34000 Montpellier, France
[4] Université de Lorraine, AgroParisTech, INRAE, UMR Silva, 54000 Nancy, France
[5] Arts et Métiers Sciences et Technologies, Université Bourgogne Franche-Comté, HESAM Université, LABOMAP, 71250 Cluny, France
[6]Synchrotron SOLEIL, PSICHE, 91190 Saint Aubin, France
eric.badel@inrae.fr

Mots-clés : bois, anatomie, microtomographie à rayons X, impression 3D, science ouverte

Contexte et objectifs

Le bois est un matériau cellulaire complexe par son hétérogénéité et sa variabilité. Le premier niveau de variabilité est celui de l'espèce, laquelle pilote l'organisation du plan ligneux, qui lui est spécifique. Mais au sein d'une même espèce, au même bagage génétique, chaque arbre a son propre mode de croissance, de formation du bois, lesquels sont alors fortement dépendant de la région, de la placette, dans laquelle il se développe mais aussi de l'environnement local de l'individu. Enfin, chaque année, chaque saison impose ses conditions environnementales de croissance qui vont moduler les processus biologiques. A cela se rajoutent les spécificités locales du bois liées à des développements particuliers tels que les nœuds, la présence de bois de réaction, etc.

Mais, finalement, même parmi ceux qui travaillent le bois quotidiennement, peu sont ceux qui ont l'occasion de passer des heures sous un microscope pour apprécier toute cette complexité et cette diversité de structures. Et nombreux sont pourtant les enseignants, en lycée, à l'université, dans une école d'ingénieur de sciences du bois, qui souhaitent faire observer ces fascinantes structures à leurs élèves.

Il existe maintenant une solution théoriquement simple, un peu plus complexe à mettre en œuvre, qui permet de mettre dans les mains de tous, un objet, copie conforme d'une structure anatomique de bois en 3D.

Méthode

Le principe est simple et se divise en 4 étapes :

La première étape consiste à réaliser un scan d'un échantillon de bois grâce à une technologie de microtomographie à rayon X. Complètement non invasive, cette technique s'est imposée pour observer la structure interne d'échantillons sans aucune préparation ni découpe (Badel et al. 2008). La microtomographie à rayons X consiste à réaliser de nombreuses radiographies 2D, ou « projections » (typiquement environ 1000), d'un échantillon fixé sur une platine de rotation. Ces projections représentent des cartographies d'absorption de l'échantillon, intégrées sous différents angles. L'ensemble de ces projections est alors passé dans une moulinette informatique qui permet de reconstruire la cartographie 3D complète de la pièce de bois : c'est

la « reconstruction ». On obtient donc un fichier, une image volumique, constituée de voxels cubiques isotropes.

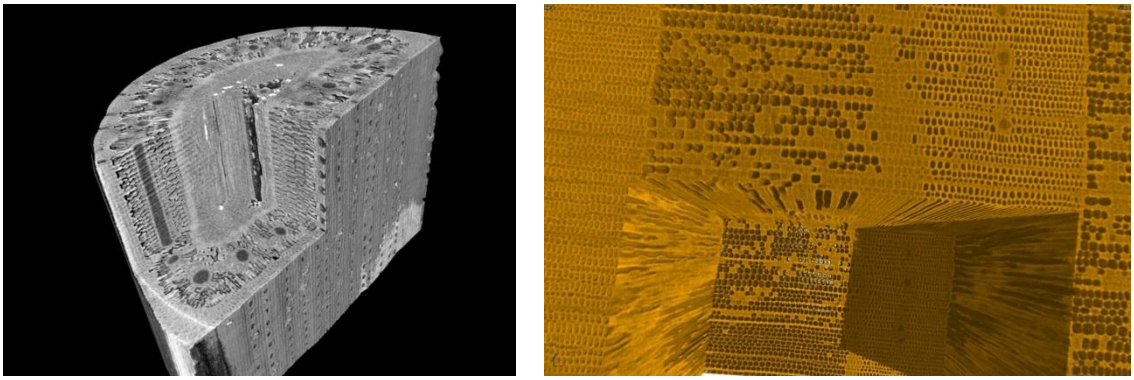


Fig. 1 : a) Structure d'une aiguille de pin (Charra-Vaskou et al. 2012) et b) d'un accroissement annuel de bois de Douglas (Dalla Salda et al. 2014)

La seconde étape nécessite un traitement d'image. Il s'agit nettoyer ces volumes du bruit de Poisson lié au rayonnement X afin de permettre l'opération de segmentation qui distinguera les différentes phases à savoir d'une part la matière (typiquement les parois cellulaires) et d'autre part l'air (typiquement les lumens cellulaires). La sortie de ces opérations est une image volumique binarisée ; c'est-à-dire, dont les niveaux de gris ne valent plus que 1 en cas de paroi cellulaire et 0 en cas d'air (lumens, ponctuations, etc, Fig. 1).

La troisième étape utilise un logiciel spécifique qui permet de transformer l'information continue de cette image volumique binarisée en une information vectorisée formatée selon les standards classiques lisibles par une imprimante 3D.

La dernière étape consiste en l'impression 3D de l'objet, à la dimension désirée par l'utilisateur (Fig. 2).

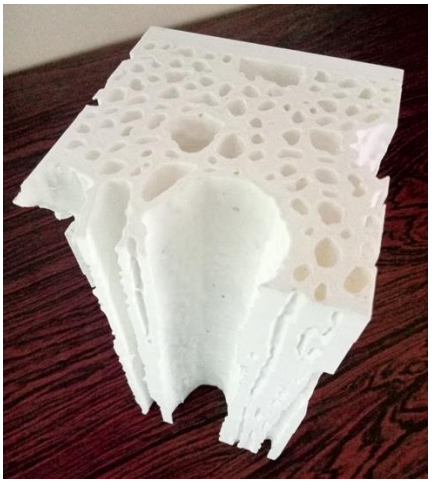


Fig. 2 : Impression 3D d'une structure anatomique de xylème de racine de chêne. Hauteur réelle de l'objet : 200 mm repésentant 250 µm. On peut y observer le résau vasculaire 3D, les positions des ponctuations, les fibres, etc.

Le projet

Une équipe du GDR « Sciences du Bois », convaincue de l'attente forte de nombreux collègues, a décidé de s'engager dans un projet collaboratif de Science Ouverte. Il s'agit, ni plus ni moins, de mettre à disposition de tous, par le biais du site web du GDR, une banque de fichiers directement compatibles avec les imprimantes 3D les plus standards. Il sera aussi possible de visualiser la structure sous différents angles grâce à des fichiers de type PDF interactifs. L'objectif est d'offrir gratuitement une diversité de structures anatomiques de bois d'angiospermes et gymnospermes, forestiers ou fruitiers, issus de climats tempérés ou tropicaux. Ces fichiers sont destinés à tous les enseignants pour leurs besoins pédagogiques, à tous les laboratoires désireux de montrer la diversité et la complexité du matériau bois (communication lors des journées portes ouvertes, etc…), ainsi qu'au grand public.

Pour cette opération, une campagne de scans tomographiques sera réalisée en Février 2023 sur la ligne Psiché du synchrotron SOLEIL dont la direction a alloué un temps de faisceau. Les fichiers seront ensuite traités au sein des laboratoires du GDR impliqués pour être « nettoyé », puis convertis en fichier au format STL. L'ensemble des fichiers ainsi réalisés seront progressivement, mis à disposition sur le site web du GDR et des laboratoires partenaires.

Remerciements

Les auteurs remercient tous les collaborateurs qui nous permettent d'accéder à leurs collection d'échantillons de bois au sein de leur laboratoire, en particulier David Gasparotto (AgroParisTech) pour l'accès à la xylothèque de Nancy, Loic Brancheriau et Patrick Langbour (CIRAD) pour l'accès à la xylothèque du CIRAD de Montpellier. Les auteurs remercient aussi la direction et les services communication du synchrotron SOLEIL pour l'accès offert à la ligne Psiché.

Références

Badel E., Lux, J., Delisée C. (2008). 3D structural characterisation, deformation measurements and assessment of low-density wood fibreboard under compression. The use of X-ray microtomography. Composite Sciences and Technology 68 (7-8) 1654-1663. hal-00964861v1

Charra-Vaskou K., Badel E., Burlett R., Cochard H., Delzon D., Mayr S. (2012). Hydraulic efficiency and safety of vascular and non-vascular components in *Pinus pinaster* leaves. Tree Physiol, 32 (9): 1161-1170 hal-00964504v1

Dalla-Salda G., Fernández M.E., Sergent A.S., Rozenberg P., Badel E. and Martinez-Meier A. (2014). Dynamics of cavitation in a Douglas-fir tree-ring: transition-wood, the lord of the ring? Journal of Plant Hydraulics 1: e-0005 hal-01095363v1

Master Sciences du Bois à l'Université de Montpellier : bilan après 1 an

BARDET Sandrine[1], CIANO Juliette[2], CLAIR[1] Bruno

[1] LMGC, Université de Montpellier, CNRS
[2] FDS, Université de Montpellier
Sandrine.bardet@umontpellier.fr

Mots clefs : Formation ; Master ; Sciences du Bois ; Interdisciplinarité ; Apprentissage actif, Approche par compétences ; Projets

Introduction

Lors de la réunion d'un groupe de travail « Enseignement à/par la Recherche en Sciences du Bois » aux journées scientifiques du GDR Sciences du Bois 2018 à Cluny, il avait été discuté de la nécessité de monter un ou des masters pluridisciplinaires en sciences du bois. A la suite de cette rencontre un collectif de 19 chercheur.es du site montpelliérain a répondu à un appel à projets "Innovation pédagogique" de l'I-site MUSE « Montpellier Université d'Excellence » et a obtenu un soutien financier pour le montage d'un master pluridisciplinaire en Sciences du Bois. Ce financement a permis le recrutement d'une coordinatrice pédagogique (Agnès BURGERS puis Juliette CIANO). Depuis, l'équipe s'est élargie à 50 enseignant.es-chercheur.es et chercheur.es et le projet a été validé par la Faculté des Sciences de Montpellier qui l'a inclus dans son offre de formation LMD5.

Le master Sciences du Bois aborde le bois depuis sa formation dans l'arbre jusqu'à ses multiples usages, des matériaux aux molécules, en intégrant les enjeux économiques, sociaux et environnementaux. Cette formation scientifique interdisciplinaire s'appuie sur des méthodes d'apprentissage actif pour développer le projet personnel de chacune et chacun, dans un esprit de coopération, mobilisant la curiosité et l'esprit critique des étudiant·es de parcours variés. Des moyens techniques sont mis à la disposition des apprenant.es pour concevoir et fabriquer de nouveaux produits, avec l'appui de 14 laboratoires de recherche du site montpelliérain.

Le master a pour objectif de créer un lien entre recherche académique et entreprises en formant des cadres et des chercheur·euses en sciences du bois, force de propositions pour l'innovation dans la filière forêt-bois.

La promotion 2021-2023 a été accueillie en septembre 2021 en 1ère année de master (M1). Les enseignements ont eu lieu de septembre à mars puis les étudiant.es sont parti.es en stage. En parallèle, l'équipe pédagogique a préparé l'année de M2 qui a ouvert en septembre 2022.

Former des étudiant·es aux profils variés

Les étudiant·es entrent dans le master Sciences du Bois après un parcours disciplinaire (biologie, physique, chimie, bois ou autre), et sortent du master avec des compétences interdisciplinaire. Le master souhaite attirer des étudiant·es de formation initiale, en apprentissage et en formation continue, de toute la France et à l'international, hommes et femmes, pouvant s'impliquer dans les différents secteurs de la filière de l'amont à l'aval.

La première promotion 2021-2023 (Fig. 1) se compose de la façon suivante :

- 10 Femmes, 9 Hommes ;
- 13 sont des jeunes diplômés de L3 (Biologie, Chimie, Physique, Physique-Chimie, Géographie) de moins de 25 ans ;
- 2 sont en reconversion professionnelle de + 50 ans (Formation Continue) ;

- 3 sont apprentis en alternance, issus d'une Licence Professionnelle, de 20 à 35 ans ;
- 1 est titulaire d'un master du Congo (dossier hors UE) de 28 ans (abandon après le M1).

Le profil très hétérogène des étudiant·es est une richesse. Il a permis de mettre en place des enseignements innovants basés sur l'échange des savoirs et l'entraide, notamment dans la première phase de mise à niveau sur un socle commun de connaissance en M1.

(a)

(b)

Fig 1. (a) et (b) : Arrivée de la promo de M1 Sciences du Bois en septembre 2021

Apprendre autrement

Ce master interdisciplinaire en Sciences du Bois est intrinsèquement fondé sur une « Approche Programme Compétences ». Le programme de la formation a été élaboré de manière collective par des enseignant·es et chercheur·euses de différentes disciplines, à l'écoute des besoins des professionnel·les de la filière forêt-bois. La formation se construit sur des compétences interdisciplinaires autour du matériau bois, de l'arbre et de la forêt et des compétences transverses et pré-professionnelles indispensables, afin de préparer au mieux les étudiant·es à entrer dans le monde professionnel. Pour développer au maximum ces compétences, le master se fonde sur la mise en œuvre de pédagogies actives centrées sur l'étudiant·e. En particulier, l'équipe pédagogique a choisi de déployer une grande partie de la formation sous la forme d'apprentissage par problème (APP) et sous la forme de projets, de donner une place importante aux travaux pratiques et de sortir les étudiant·es des salles de cours. Une unité d'enseignement est dédiée à la construction du projet personnel de chaque étudiant, axé sur ses motivations propres et sur sa manière de travailler.

La mise en place de pédagogies actives vise notamment à accroître l'implication et la motivation des étudiant·es.

De la pratique à la théorie

Une salle d'expérimentation dédiée à la caractérisation du matériau bois a été équipée : anatomie (microtome, microscopie optique), mesures physiques (densité, teneur en eau, coefficient de retrait), mécaniques (module de rigidité par méthodes vibratoires, cintrage).

Un atelier équipé de machine-outils pour l'usinage du bois permet aux étudiants de « toucher du bois » dans le cadre de leurs enseignements mais aussi de développer leur créativité et entretenir leur savoir-faire dans des projets personnels ou collectifs (Fig. 2b).

Les travaux pratiques de chimie, biologie et de mécanique se déroulent dans les salles des départements d'enseignement ou dans les plateformes technologiques des laboratoires BioWooEB, LMGC, IATE (Fig 2a). Les étudiant·es bénéficient ainsi d'équipements modernes et d'un encadrement d'experts pour chaque expérimentation.

(a) (b)

Fig. 2 (a) TP de Chimie et (b) Usinage

Apprentissage par Problème (APP)

L'équipe pédagogique du master Sciences du bois a suivi plusieurs formations en 2020 et 2021 dispensées par l'Université de Québec, Montréal (UQAM) et par l'Université de Louvain (Belgique), l'Université du Mons (Belgique), et l'Université catholique de Lille pour développer cette méthode d'apprentissage actif.

Le cours n'est pas dispensé frontalement de l'enseignant·e vers les élèves, mais une « mise en situation/problème » (PROSIT) rédigé par l'équipe pédagogique permet à l'enseignant·e et aux étudiant·es de construire ensemble les objectifs d'apprentissage par des phases de tutorat, de lecture dirigée et de questions/réponses. Les étudiant·es sont donc moteurs de leur apprentissage et apprennent à clarifier un problème, à développer des hypothèses et à réunir des informations pertinentes. L'emploi du temps est réfléchi et adapté à cette méthode pédagogique pour que les étudiant·es aient le temps d'effectuer leur travail en autonomie.

Sortir les étudiant·es des salles de cours

Au cours de l'année de M1, des séquences pédagogiques ont eu lieu hors des salles de cours :

- Première semaine du M1 au Vigan (Gard), Sept 2021 : découverte de la forêt aux usages / découverte des acteurs de la filière forêt-bois (Fig 3) ;
- Journées scientifiques du GDR Sciences du Bois, Montpellier, Novembre 2021 : assister à des conférences scientifiques pour découvrir les sujets à la pointe de la recherche en sciences du bois et se construire un réseau (5 stages sont issus des discussions pendant les Journées Scientifiques du GDR 2021) ;
- Semaine de formation à l'Ecole des Arts et Métiers de Cluny, Janvier 2022 : usinage, déroulage, chaines de production des outils bois et contrôles non destructifs.

(a) (b)

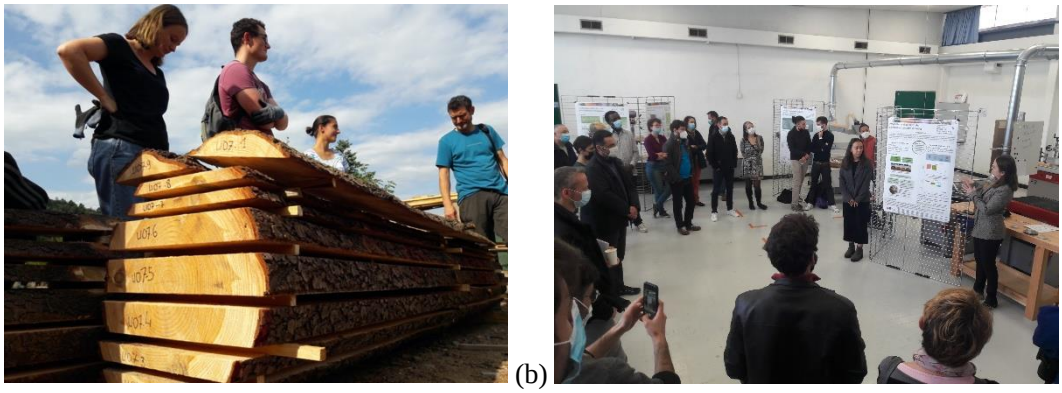
Fig. 3 (a) Travail sur parcelle en forêt et (b) Visite d'entreprise

Répondre aux besoins des acteurs de la filière : Fil Rouge, Études de cas, Stages, Apprentissage

Projet « Fil Rouge »

Le projet « fil rouge » vise à faire le lien entre l'ensemble des apprentissages autour d'un même arbre d'étude. Le projet commence par une sortie en forêt pour prélever l'arbre, et se poursuit sur les deux années de master, par l'étude de l'arbre et de son bois (en M1) puis, sa valorisation par la création de produits dans les différents usages possibles (M2). En 2021-2022 les étudiant.es du M1 ont caractérisé un Cèdre de Atlas, *Cedrus atlantica*, prélevé à Avèze (30) : étude de la parcelle de prélèvement, description morphologique et anatomique, étude dendrométrique, caractérisation chimique, physique et mécanique, durabilité.

Ce travail conséquent a donné lieu à un rapport (Atlas du Cèdre), à un rapport de synthèse (petit atlas du Cèdre) et à une conférence sur posters devant l'équipe pédagogique et des intervenants professionnels de l'ONF, du CRPF et du Parc des Cévennes (Fig. 4).



(b)

Fig. 4 (a) Sciage du Cèdre et (b) Conférence du Cèdre devant l'équipe pédagogique et les acteurs de la filière

Etudes de cas

Un projet « études de cas » de 5 semaines est au programme du M1. Ce projet vise à placer l'étudiant·e, dans un travail d'équipe, en situation de répondre à une problématique proposée par des professionnels (recherche en laboratoire académique, en entreprise, en milieu associatif et collectivité locale et territoriale) de la filière bois. Pendant 5 semaines, à temps plein, les trinômes d'étudiant·es encadrés par un enseignant-chercheur ou chercheur réfléchissent à une question spécifique, réalisent une recherche bibliographique, mettent au point un protocole, expérimentent, analysent les résultats afin de répondre une question spécifique.

Les différents sujets d'étude de cette première année du Master Bois ont été proposés par des industriels, des professionnels et des chercheurs et enseignants chercheurs. Les thématiques traitées sont donc interdisciplinaires, scientifiques, techniques, mais aussi socio-économiques.

Les études de cas ont donné lieu à une soutenance finale devant un jury composé de chercheurs et des professionnels à l'origine des sujets et à des rapports de 30 pages par sujet compilés dans un document unique.

Stages

En formation initiale et en formation continue, 2 stages longs de 4 mois minimum sont prévus, un en entreprise et un en recherche académique.

Les offres de stage reçues par le master ainsi que les démarches individuelles ont permis aux étudiant.es de M1 de trouver un stage sans difficulté. La diversité des structures d'accueil et

des thématiques montre que la formation répond aux attentes de l'ensemble de la filière et des laboratoires de recherche.

La répartition des stages des 16 étudiant.es (Fig. 5) en formation initiale est la suivante :

- Géographique : 13 en métropole, 2 en Guyane et 1 au Sénégal
- Thématique : 3 Développement de la filière, 4 Mécanique, 6 Physique-Chimie, 2 en Biologie, 1 Construction bois
- Secteur : 5 secteur privé, 10 secteur public, 1 EPIC

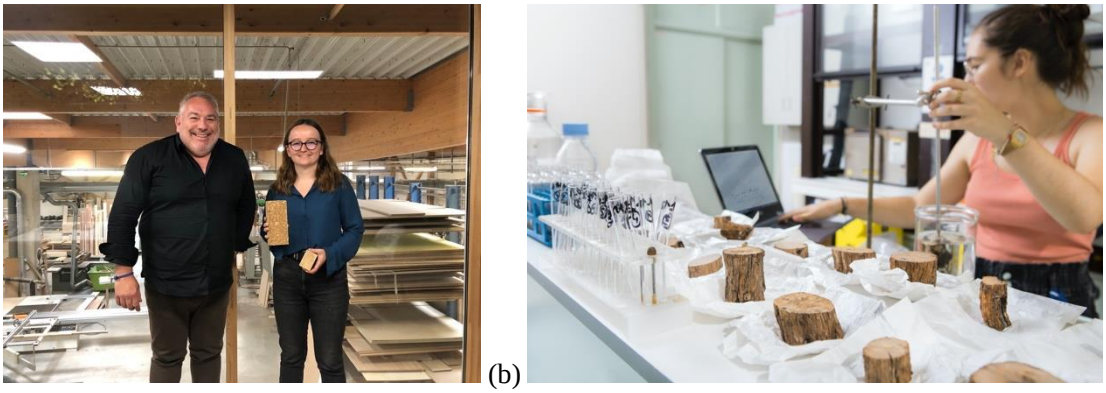


Fig. 5 (a) Emma Kieny en stage dans l'entreprise Carayon à Béziers, (b) Lucie Bulteau en stage au CNRS au laboratoire CEFE à Montpellier

Apprentissage / formation continue

Dès la genèse du projet nous avons choisi d'ouvrir la formation à la voie de l'apprentissage dans le but de créer un lien avec les entreprises, de permettre l'accès à des études à Bac+5 à des étudiant.es sans financement et pour ajouter de la mixité dans le groupe.

En 2021-2022, trois apprenti.es ont intégré le master, 2 en contrat d'apprentissage dans une entreprise de la construction bois, 1 en contrat avec l'ONF. Nous avons aussi intégré 2 cadres séniors en reconversion professionnelle sur la base d'un projet professionnel tourné vers la filière forêt-bois.

Fig. 6 : Debrief hebdomadaire des étudiant.es

Piloter, coopérer et améliorer

Retour critique des apprenant·es

Les apprenant.es sont mobilisés une fois par semaine pour un débrief en vue d'améliorer la formation (Fig. 6). La séance est organisée sous forme d'atelier collectif puis de synthèse avec

l'équipe de pilotage pour aboutir à une analyse partagée des séances et des évènements passés, dans un but d'une co-amélioration permanente du programme et des pratiques pédagogiques.

Coordination de l'équipe pédagogique

La coordination et la mise en cohérence des modules sont réalisées par Juliette CIANO, coordinatrice pédagogique, ingénieure ENSTIB, formée à la pédagogie active depuis 2 ans, et par les co-responsables Sandrine Bardet, MCF Faculté des Sciences, Université de Montpellier et Bruno Clair, DR CNRS.

L'équipe pédagogique est constituée de 42 membres représentant les établissements d'enseignement supérieur, les organismes de recherche et les acteurs publics et privés de la filière forêt-bois. Une équipe ressource de plus de 200 membres est sollicitée régulièrement pour participer, proposer des sujets de stage, d'études de cas ou évaluer les étudiants en tant que jury. Des réunions pédagogiques régulières sont l'occasion de faire le bilan régulier de la formation, et conduit à des améliorations en cours d'année. Par exemple, un bilan des 8 premières semaines d'APP, suivi d'une séance de retour avec le formateur de l'UQAM, a conduit à de nouvelles consignes pour les tutrices.eurs et les étudiant.es.

Évaluation des méthodes pédagogiques

Retour quantitatif : Le service d'Observation de la Transition Pédagogique de l'UM a été contacté pour évaluer l'impact des méthodes pédagogiques mises en place par l'intermédiaire d'enquêtes basées sur les travaux des sciences de l'éducation. L'analyse des enquêtes est en cours.

Retours qualitatifs issus des débriefs hebdomadaires, du débrief de bilan de fin d'année et des discussions en fin de soutenance de stage :

Points positifs	Points d'amélioration
Très bonne ambiance générale entre étudiant.es et avec l'équipe pédagogique, esprit familial, investissement, respect, bienveillance → « on se donne plus à fond, on est moins stressé » Réactivité de l'équipe pédagogique, réajustement en continu Semaines hors du campus renforcent la cohésio de groupe Développement de l'autonomie, esprit critique et démarche scientifique Deux propositions d'apprentissage en fin de stage ou plusieurs perspectives de thèse	Surcharge de travail à certaines périodes > étaler les rendus de projet et les contrôles Pas assez d'infos sur les évaluations et de retours > prévoir en début d'UE une séance de présentation objectifs, contenu , évaluation Apprentissage par Problèmes déstabilisant au début > accompagner avec un guide de l'APP

Liste des partenaires sur https://master-bois-fds.edu.umontpellier.fr/partenariats/

Revealing nature and function of prehistoric plant-based artefacts: preservatives removal and biomolecular archaeology

BERTIN Ingrid[1], THERY-PARISOT Isabelle[2], PIQUE HUERTA Raquel[1]

[1]University Autonomous of Barcelona, Prehistory Department
[2]CEPAM UMR 7264, University Côte d'Azur
Ingrid.bertin@palaeome.org

Key words: proteomic; restoration; wood; plant fibres; organic residues

Rationale

Plant-based artefacts were created and used since Paleolithic for numerous function (domestic, subsistence, symbolic). Their preservation gives incredible insights on perishable material cultures, including the management of raw material, the fabrication processes, and their function. Organic residues can enter in the crafting process or repairs of these objects (dyes, adhesives) or be direct evidence to the actual use of the objects (e.g., foodcrusts).

This research aims at providing new data on the manufacturing process of plant-based artefacts, from the material choice to their use by last hunter-gatherer and first farmers population. Thus, the biomolecular composition of the organic material and residues is studied. Few studies have been performed on plant objects and little is known about how the biomolecules found on the residues interact with the organic matrix of the artefacts. Moreover, the addition of polymers and resins to preserve global morphology of artefacts impacts the possibility to carry out biomolecules analyses. Even if these preservatives are known to be reversible, it is unclear if the existent cleaning methods have an impact on macromolecules such as proteins, and the effectiveness of these methodologies need to be tested.

Objectives

The objectives are both methodological and archaeological. Firstly, the impact of restoration practices on biomolecule level (protein, amino acid) will be assessed. Secondly, the role of different contexts (waterlogged, arid) on biomolecules survival will be characterized. Thirdly, the interest of proteomics for plant taxonomic identification will be explored. Then, by combining organic residues identification (coating, adhesives, foodcrusts, diverse) and dendrological evidence, the manufacture and use of artefacts will be investigated, and compared within the sites, and within the different late Mesolithic-early Neolithic traditions in Europe.

Material

The 80 artefacts sampled so far come from three sites: a Late Mesolithic site (Dąbki, V millennium) and two Early Neolithic sites (La Draga and La Cueva de Murciélagos, VI-V millennium cal BC). All the artefacts from the waterlogged settlement of La Draga are restored with polyethylene glycol and Paraloid B-72.

The artefacts from Dąbki (waterlogged and fishery) and La Cueva de Murciélagos (dried, burial cave) are not restored.

Methodology

For the preservative removal, an acetone-based and a water and acetone-based protocols were selected. They are inspired by cleaning protocols prior to C14 datation (Brock et al., 2010; Bruhn et al., 2001) but without excessive heating or aggressive solvent for proteins. After spending three to twenty-four hours in solution, they were dried and weighed. Then, for each subsample, an infrared absorption spectrum was obtained by Attenuated Total Reflection-Fourier Transform Infrared Spectroscopy to screen the absence or persistence of preservatives. Amino acid racemization analyses will be carried out to assess the amino acid composition, concentration, and racemization rate before and after the cleaning protocols.

Bottom-up shotgun proteomics will be carried out on old organic residues and plant remains (archaeological and actual). After proteins extraction and cleaning with SP3 beads (Hugues et al., 2014, Hugues et al., 2019), spectrometry analyses are performed by LC-O-MS/MS. Bioinformatics treatments will allow to find the original proteins and its taxa, as well as the degradation patterns the amino acid have undergone (post-depositional processes and aging).

First results

The progress to date concerns the removal of consolidate (polyethylene glycol 4000 and 400, Paraloid B-72) and shows the effectiveness of water-acetone-based protocols (Fig. 1), while the consolidates are still present in the samples treated differently (Fig. 1 and Tab. 1). The next step will be to check the survival of proteins in these samples.

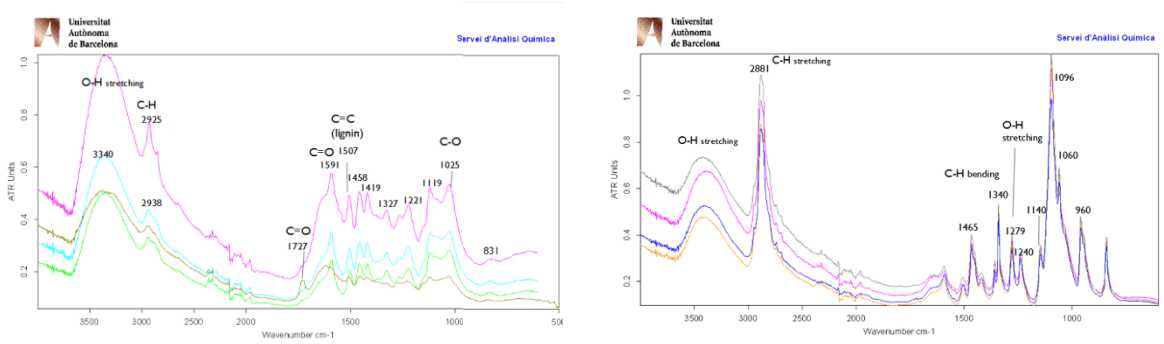


Fig 1: FTIR-ATR spectra of oak artefacts treated
with water-acetone protocols (left) and only acetone protocols (right)

Tab.1 : Wave numbers from FTIR spectra and their assignment

Wave number cm-1	Assignment	Paraloid	PEG	Oak - protocole A	Oak - protocole A/W and oak referential
1740-1640	C=O stretching	X			
1480-1300	**C-H bending**	**X**	**X**	**X**	Weak (lignin and/or hemicellulose)
1140	**C-CO-O stretching**	**X**		**X**	
1100-1020	**C-O stretching**		**X**	**X**	
1024	C-O-C stretching	X			Weak (hemicellulose, cellulose)
960 **841**	**C=C bending**	**X**	**X**	**X**	
753	CH2- CH3-	X			

Perspectives

Thus, the project is ongoing, and the preliminary results are encouraging for preservatives cleaning. The next first steps will be to check the survival of proteins after the experiments, while the identification of residues from the other sites is also in progress.

Acknowledgements

This project has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under the Marie Skłodowska-Curie grant agreement No 956351.

I acknowledge Jacek Kabaciński (Dąbki) and Francisco Martínez-Sevilla (La Cueva de Murciélagos) for providing the samples as well as the Museu Arqueològic Comarcal de Banyoles, Museo Arqueológico Nacional de Madrid and Museo Arqueológico y Ethnológico de Granada. I acknowledge also the laboratory helps and training received from the senior Research Technician, Krista McGrath.

References

Brock F., Higham T., Ditchfield P., Bronk Ramsey C. (2010) Current Pretreatment Methods for AMS Radiocarbon Dating at the Oxford Radiocarbon Accelerator Unit (Orau). Radiocarbon 52(1):103–12.

Bruhn F., Duhr A., Grootes P.M., Mintrop A., Nadeau M.-J. (2001) Chemical Removal of Conservation Substances by Soxhlet-Type. Cambridge Online Press, 229–37.

Hughues C.S., Foehr S., Garfield D.A., E. Furlong E.E., Steinmetz L.M., Krijgsveld J. (2014) Ultrasensitive Proteome Analysis Using Paramagnetic Bead Technology. Molecular Systems Biology 10 (October): 757.

Hughues C.S., Moggridge S., Müller T., Sorenson P.H., Morin G.B., Krijgsveld J. (2019) Single-Pot, Solid-Phase-Enhanced Sample Preparation for Proteomics Experiments." Nature Protocols 14: 68–85.

Solazzo C., Courel B., Connan J., van Dongen B.E., Barden H., Penkman K., Taylor S. (2016). Identification of the Earliest Collagen- and Plant-Based Coatings from Neolithic Artefacts (Nahal Hemar Cave, Israel). Scientific Reports 6: 31053.

Détermination de la transmittance de la lumière dans des essences locales (hêtre, peuplier, chêne, douglas)

BOIVIN Juliette[1], GIRARDON Stéphane[1], DENAUD Louis[1], ROUX Benjamin[1], TEYSSIEUX Damien[2], FROEHLY Luc[2]

[1]Arts et Métiers Sciences et Technologies, LABOMAP, Université Bourgogne Franche-Comté, HESAM Université, F-71250 Cluny, France
Juliette.Boivin@ensam.eu, Louis.Denaud@ensam.eu, Stephane.Girardon@ensam.eu, Benjamin.Roux@ensam.eu
[2] Franche-Comté Electronique Mécanique Thermique et Optique – Sciences et Technologies (FEMTO – ST) – UMR 6174
Luc.Froehly@univ-fcomte.fr, Damien.Teyssieux@femto-st.fr

Mots clefs : Traitement d'images ; Effet trachéide ; Lumière ; Optique

Contexte

Le bois sera l'un des matériaux de construction de base du XXI^{ème} siècle. Ses propriétés de légèreté, de rigidité, d'isolation et sa capacité à capturer le carbone font de lui un matériau incontournable dans le contexte actuel, où les préoccupations écologiques sont omniprésentes.

Une de ses particularités réside dans sa structure multi-échelle complexe et hétérogène qui résulte de la croissance adaptative et singulière d'un arbre dans son environnement (Schoch 2004, Trouy 2015). Comme toute ressource issue du vivant, sa variabilité naturelle est très forte et représente un enjeu essentiel dans sa valorisation comme matériau de construction, d'emballage ou d'aménagement intérieur ou extérieur.

Le principal frein à l'utilisation de bois français dans la construction réside dans la difficulté à prédire ses propriétés mécaniques du fait de son hétérogénéité intrinsèque plus forte que celle des bois du nord. En particulier, la construction à partir de bois feuillus, qui représentent plus des deux-tiers de la ressource sur le territoire métropolitain, est aujourd'hui freinée par la complexité à modéliser leur comportement mécanique et un contexte normatif globalement moins complet que celui concernant les résineux.

Le premier paramètre d'hétérogénéité du bois réside dans l'orientation de ses fibres, qui gouverne ses propriétés mécaniques et physiques. La connaissance de cette orientation pour un placage ou un sciage peut améliorer son usage. Aujourd'hui, cette mesure peut être réalisée par des techniques faisant appels à des faisceaux laser par effet trachéide (Briggert 2018, Kienle 2008, Nyström 2003) : lorsqu'un faisceau laser illumine une surface en bois, la lumière est diffusée et conduit à un halo de lumière de forme elliptique dont le grand axe suit les fibres du bois (Fig. 1).

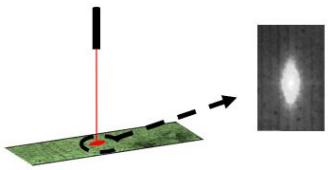


Fig. 1 : Représentation de l'effet trachéide

Ce phénomène, peu coûteux à instrumenter, peut être utilisé pour développer des modèles de comportement mécanique et de séchage. La plupart des auteurs se contentent de l'utiliser et peu d'études ont approfondi le potentiel réel de l'exploitation de cet effet. Il semble pourtant

considérable pour valoriser les bois locaux qui présentent des défauts comme des nœuds ou du fil tors.

Objectif

L'objectif de ce travail est de déterminer les propriétés physiques et mécaniques qui ont une influence sur l'effet trachéide afin d'exploiter au mieux celui-ci dans l'industrie comme par exemple pour le classement mécanique (Besseau 2021). La première étape consiste à déterminer l'effet des paramètres du laser (longueur d'onde, puissance, focalisation…) sur l'effet trachéide obtenu, dans le but de pouvoir ensuite obtenir un effet trachéide prononcé et pouvoir ainsi l'exploiter au mieux. En particulier, on va mesurer la transmittance de différentes essences de bois afin de déterminer la longueur d'onde qui transmet le mieux de manière générale, afin de l'utiliser lors de nos expérimentations ultérieures (une grande transmittance conduit à une importante diffusion de la lumière et donc un effet trachéide plus marqué, au moins au niveau de l'intensité).

Matériel et méthodes

Les essences sélectionnées sont le hêtre (*Fagus Sylvatica*), le douglas (*Pseudotsuga menziesii*), le peuplier (*Populus*), et le chêne (*Quercus*). Ce sont des essences poussant en France choisies de manière à couvrir un panel de microstructures variées afin de faire un lien entre les observations et leur microstructure. On s'intéresse à deux plans de coupe (LR et LT). Des éprouvettes de bois rabotées de taille 5 x 5 cm et d'épaisseur 1 mm ont été utilisées.

Le montage expérimental de la Fig. 2 a été réalisé afin de mesurer la transmittance des éprouvettes. La transmittance est définie comme le rapport du flux lumineux avant passage par l'éprouvette et du flux lumineux après passage dans l'éprouvette.

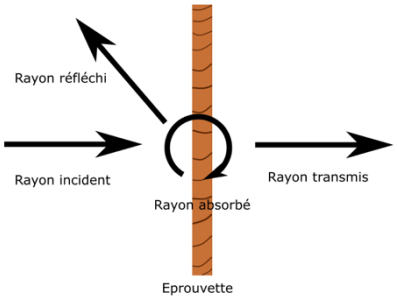


Fig. 2 : Comportement du rayon incident lorsqu'il arrive sur l'éprouvette

Le montage est composé d'une source réglable en longueur d'onde, de filtres servant à supprimer les longueurs d'onde parasites et d'un objectif permettant de focaliser le faisceau. Après avoir déterminé la sensibilité de chacun des composants optiques du montage en fonction de la longueur d'onde à laquelle ils sont exposés, on détermine la transmittance de chacun des échantillons sur une plage de longueurs d'onde allant de 475 à 800 nm, correspondant au spectre visible, ce qui a l'avantage de poser moins de problèmes de sécurité pour l'opérateur.

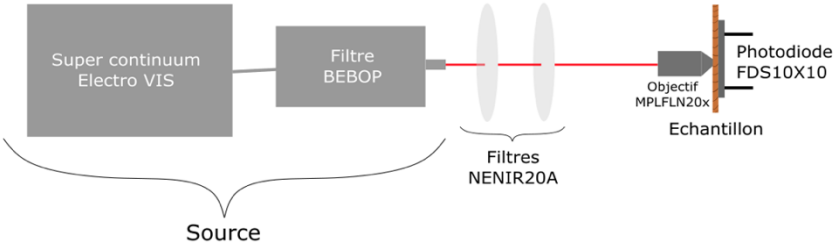


Fig. 3 : Montage expérimental permettant de déterminer la transmittance d'échantillons de bois

Dans un premier temps, ces mesures sont effectuées en un point quelconque de chaque échantillon afin de déterminer des ordres de grandeur de mesures et déterminer des tendances. Dans un second temps les mesures sont réalisées sur un ensemble de points de l'échantillon afin de réaliser des cartographies et les mettre en relation avec les images photographiques et les cartographies rayon X correspondantes.

Premiers résultats

La valeur de transmittance dans le cas de la première campagne de mesure (en un unique point quelconque de l'échantillon) vis-à-vis de la longueur d'onde émise est illustrée sur la Fig. 4. Les premières tendances sont :

- Les 8 courbes présentent la même tendance générale, c'est-à-dire une transmittance plus grande dans le proche infrarouge (800 nm) que dans le proche ultra-violet (400nm).
- Une légère différence dans la forme des courbes est visible entre le peuplier/douglas et le chêne/hêtre. La transmittance des deux premières essences semble commencer à se stabiliser ou au moins croître plus lentement autour de 800 nm tandis que la transmittance des deux autres essences continue de croître. Il s'agit peut-être simplement d'une translation, mais cela n'est pour l'instant pas vérifiable sans des mesures au-delà de 800 nm.
- La transmittance en coupe tangentielle est supérieure à la transmittance en coupe radiale pour les 4 essences.

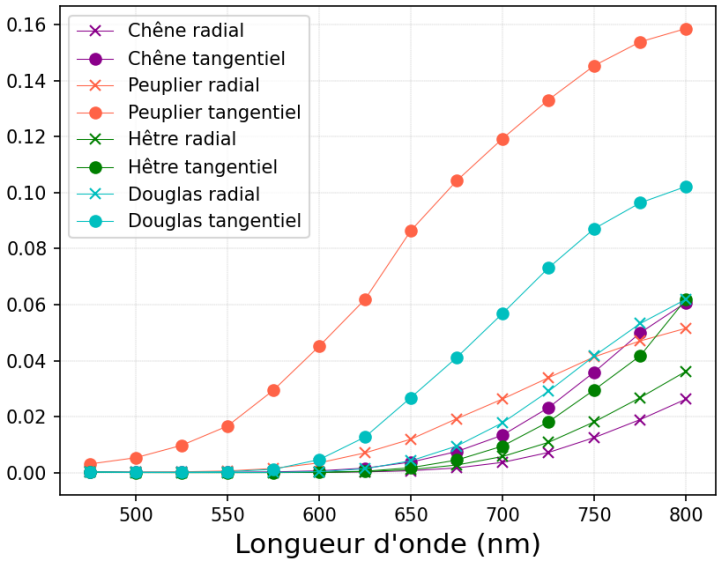


Fig. 4 : Transmittance des essences en un point de chaque échantillon

Les résultats obtenus ne sont pas généralisables, car ils sont basés sur un point quelconque de l'échantillon. Les mêmes mesures sont donc en cours sur plusieurs points définis par une grille de l'échantillon afin d'obtenir une cartographie (Fig. 5) exploitable.

La tendance de transmittance plus élevée dans le proche infrarouge semble se dégager sur les premiers échantillons scannés, mais cela reste à confirmer sur un plus grand nombre d'échantillons.

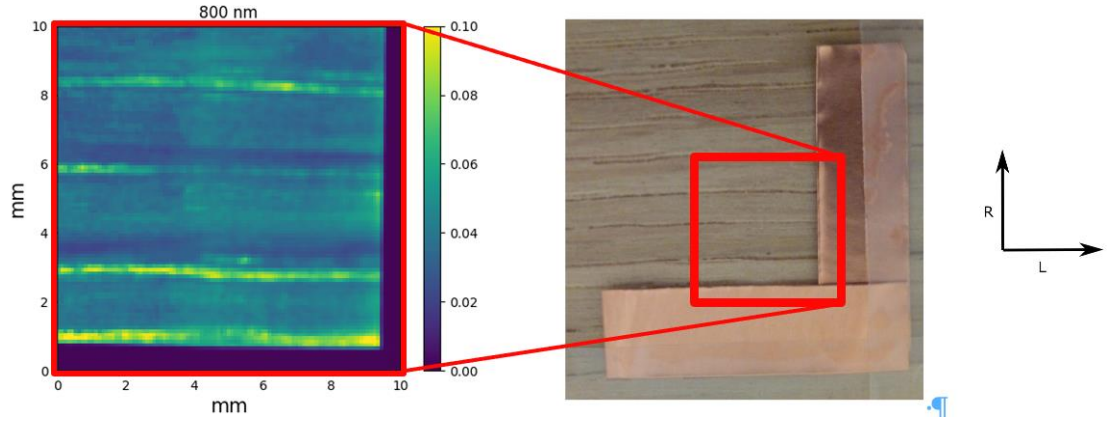


Fig. 5 : Cartographie de la transmittance de l'échantillon de chêne en coupe radiale à 800 nm à gauche et photographie de la zone scannée dans le carré rouge à droite

Conclusion et perspectives

Des tendances semblent se dégager des premières mesures effectuées, cependant celles-ci ne sont pas généralisables. Les cartographies réalisées à la suite des premières mesures sont prometteuses.

Dans la suite, il est prévu de remplacer la photodiode par une caméra pour travailler sur des images d'ellipses et plus seulement sur des valeurs d'intensité (qui sont l'équivalent de l'intégrale des ellipses), et de travailler sur des longueurs d'onde plus élevées, en composant avec les contraintes supplémentaires qui apparaîtront.

Remerciements

Ce travail est soutenu par la région Bourgogne-Franche-Comté.

Références

Besseau B. (2021) Contribution au développement de procédés innovants pour une transformation plus efficiente du chêne, thèse HESAM université.

Briggert A., Hu M., Olsson A., Oscarsson J. (2018) Tracheid effect scanning and evaluation of in-plane and out-of-plane fiber direction in Norway spruce timber. Wood and Fiber Science. 50. 411-429. 10.22382/wfs-2018-053.

Kienle A., D'Andrea C., Foschum F., Taroni P., Pifferi A. (2008) Light propagation in dry and wet softwood, Opt. Express 16, 9895-9906.

Nyström J. (2003) Automatic measurement of fiber orientation in softwoods by using the tracheid effect, Computers and Electronics in Agriculture, Volume 41, Issues 1–3.

Schoch W., Heller I., Schweingruber F.H., Kienast F. (2004) Wood anatomy of central European Species.

Trouy M.C. (2015) Anatomie du bois. Formation, fonctions et identification. Editions Quae.

Analyse des essais de fluage sur des poutres entaillées de sapin pectiné (*Abies alba)* à l'état vert en éliminant les effets de rupture

BONTEMPS Arthur[1], MATHIEU Florence[4], GODI Gaël[1], FOURNELY Eric[1], MOUTOU PITTI Rostand[1,3], GRIL Joseph[1,2]

[1]Clermont Auvergne Université, CNRS, Clermont Auvergne INP, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France.
[2]Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, F-63000 Clermont Ferrand, France.
[3]CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, Gabon.
[4]Master Sciences du bois, UFR Sciences, Univ. Montpellier, France.
arthur.bontemps@doctorant.uca.fr

Mots clefs : fluage ; bois vert ; poutres entaillées ; sapin pectiné.

Contexte et objectifs

Le sapin pectiné (*Abies alba)* est une essence emblématique de la région Auvergne - Rhône Alpes. En volume de bois sur pied, il représente 17% du stock de la forêt de cette région (FCBA 2019). Il est apprécié par les charpentiers mais son usage est freiné par des problèmes de séchage. En effet, des poches d'eau sont fréquemment présentes dans les grumes (Martin et al 2021) et le séchage exigé par les normes de construction est onéreux (AFNOR 2005). Mieux comprendre le comportement de structures construites en bois à l'état vert devient alors un enjeu économique : des solutions constructives s'accommodant de bois vert, comme des structures ventilées type bâtiments agricoles ou ombrières, pourraient atténuer les exigences de l'Eurocode 5.

Un travail de recherche expérimentale a été mis en place pour alimenter les réponses à cette problématique. Il consiste en une série d'essais de fluage sur des poutres à l'échelle d'un élément de structure et soumises à un environnement extérieur semi-abrité, c'est-à-dire protégées de la pluie et partiellement du rayonnement solaire. Les essais ont pour but de suivre le comportement différé du bois dans une situation proche de ce que subit un élément de structure en bois partiellement séché, dans un cas de chargement mécanique extrême. Les poutres ont donc été entaillées dans le but de mettre en situation le pire cas possible et d'exacerber une fissure au niveau de l'entaille. Elles ont été chargées à l'état vert ou partiellement séché sauf certaines à l'état sec, servant d'élément de comparaison.

L'analyse d'un tel essai est rendue complexe par la juxtaposition des phénomènes de fluage et de fissuration. On sait que le fluage du bois dépend de la teneur en eau, et qu'il est accéléré par le séchage du fait de l'effet mécano-sorptif (Hunt 1999). Ce papier est focalisé sur l'aspect fluage de l'analyse, en vue du découplage entre fluage et fissuration.

Matériel et méthode

Les essais de fluage ont été répartis en 3 vagues de 6 poutres chargées pendant 5 à 6 mois. Le chargement est en flexion 4-points, conformes à la norme NF EN 408+A1 (AFNOR 2012). Afin de maîtriser la durée des essais, le chargement est multi-paliers : le poids est incrémenté de 150 à 300 N par mois, puis chaque jour au bout de 5 mois pour terminer la vague. Les dimensions et l'équipement d'une poutre sont illustrés sur la Fig. 1. Des capteurs de déplacement LVDT mesurent les flèches centrale Uc et intermédiaires Ug et Ud. Une méthode de suivi de marqueurs permet de mesurer l'ouverture et la longueur de fissure O_F et L_F, ainsi

que le retrait-gonflement RT (Bontemps et al. 2022). Enfin, deux thermomètres sont installés sur chaque poutre et une station météo mesure température et humidité relative de l'air.

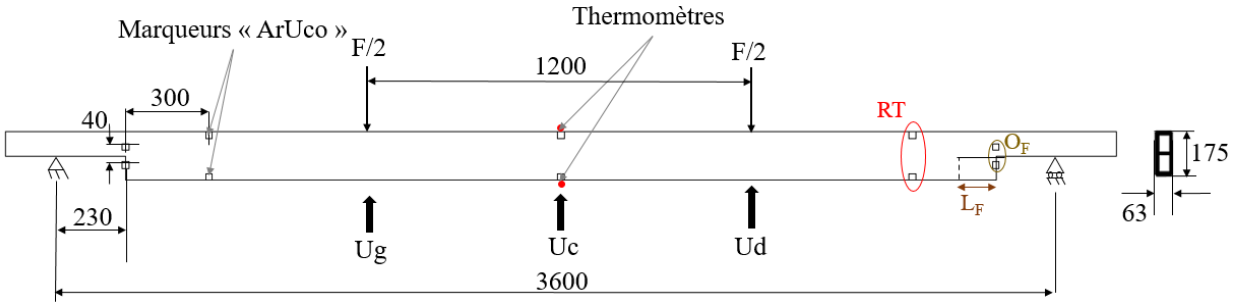


Fig. 1 : Conditions des essais de fluage et positionnement des dispositifs de mesure

Le Tab. 1 indique les dates de lancement des vagues, les valeurs des chargements appliqués et les conditions initiales des poutres le jour du chargement.

Tab. 1 : Récapitulatif des dates de lancement, chargements et conditions initiales des poutres.

	N° de poutre	Charge initiale [kN]	E_S [$Mm^2.s^{-2}$]	ρ_{ID} [$kg.m^{-3}$]	TE [%]
Première vague : Chargement le 03/05/2021 Printemps – Eté 2021	S03	3,38	28,7	368,2	21,6
	S04	3,38	30,5	401,6	27,1
	S07	3,38	28,8	341,6	49,5
	S14	3,38	32,6	401,5	31,8
	S12	3,36	39,1	382,4	34,1
	S21	3,39	34,4	390	26,4
Deuxième vague : Chargement le 25/10/2021 Automne – hiver 2021-2022	S05	3,4	28,5	333,2	19,5
	S06	3,39	30,5	348	26,8
	S09	3,41	30,5	347,3	31,8
	S28	3,69	27,3	418,4	20
	S25	3,81	31,1	398,5	14,4
	S26	3,42	24,6	390,1	28
Troisième vague : Chargement le 20/04/2022 Printemps – été 2022	S29	3,36	24,2	355,8	60,3
	S24	3,35	22,1	344,8	23,5
	S18	3,37	21,5	350,7	61
	S19	3,37	32,8	385,5	47,1
	S22	3,38	31	408,1	32
	S23	3,35	32,5	389,5	16,6

ρ_{ID}, infradensité ; $E_S = E/\rho_{ID}$, infra-module spécifique ; TE, teneur en eau moyenne au lancement de l'essai.

Résultats et discussion

Le Tab. 2 présente les résultats des essais de fluage. 2 poutres de la vague 1 (S04 et S07) ont cassé pendant le chargement, 2 n'avaient pas atteint la rupture avant la nouvelle vague (S21 et S06) et 2 de la vague 3 sont encore en charge (S24 et S22). L'évolution de la complaisance de chacune des poutres entaillées a été calculée à l'aide de la formule (Pambou Nziengui 2019) :

$$J(t,\alpha,k) = \frac{1}{E_L^s} = \frac{Uc(t)}{A.F(t).f(\alpha,k)} \quad (1)$$

où $A = (23aL^2)/(36eH^3)$; *Uc(t)* est l'évolution de la flèche centrale et *F(t)* celle du chargement, et $f(\alpha,k)$ est défini par :

$$f(\alpha,k) = \left(1 + \frac{189}{23}\alpha^3\right) \times \left[1 + \frac{108}{115}\left(\frac{H}{L}\right)^2 \times k \times \frac{1 + \left(\frac{3}{2}\right)\alpha}{1 + \left(\frac{189}{23}\right)\alpha^3}\right] \quad (2)$$

Dans ces équations, a est la distance entre le point d'appui et le point de chargement (1200 mm) ; L, e et H respectivement la longueur, l'épaisseur et la hauteur de la poutre (3600, 63 et 175 mm) ; k le rapport d'anisotropie (E/G) et α le facteur d'entaille :
$\alpha = 2 \times (L_F + L_{entaille})/L$

Tab. 2 : Résultats des essais de fluage

N° de poutre	Uc 10min [mm]	Uc max [mm]	Durée [jours]	Fmax [kN]
S03	15,23	45,08	141	4,38
S04	/	/	0	3,41
S07	/	/	0	3,41
S14	10,3	35,29	148	5,03
S12	9,31	27,49	158	5,2
S21	9,14	29,93	175 – arrêté	6,09
S05	14,51	42,13	150	5,5
S06	11,44	44,4	150 - chute	5,51
S09	13,5	17,37	4	3,44
S28	11,43	31,16	134	4,87
S25	9,45	17,36	150	4,54
S26	13,26	31,55	176	3,75
S29	14,37	53,72	73	3,66
S24	15,21	40,3	En cours	3,97
S18	17,22	32,75	10	3,37
S19	12,34	14,65	0	3,37
S22	10,53	20,67	En cours	3,97
S23	12,08	16,01	21	3,38

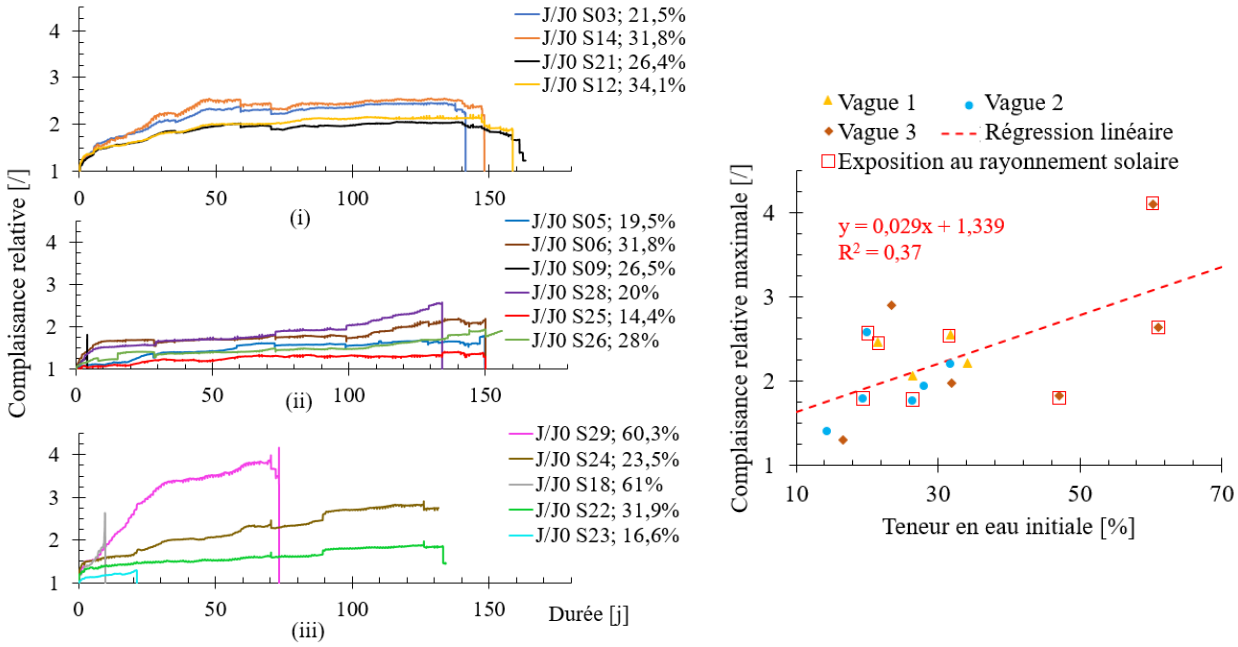
Uc : flèche centrale à 10 min après chargement, flèche centrale maximale, durée jusqu'à rupture, force maximale atteinte.

Les évolutions de la complaisance relative Jr sont représentées en Fig. 2 (a), avec :

$$Jr = \frac{J(t, \alpha, k)}{J0(\alpha, k)} \quad (3)$$

où J0(α, k) est la complaisance initiale calculée à partir du chargement initial et de la flèche centrale mesurée à 10 min. La complaisance relative prend en compte la propagation de fissure par le paramètre α et l'évolution du chargement tout en s'affranchissant des propriétés mécaniques initiales qui se simplifient dans le rapport J/J0. Ce qui impacte la complaisance relative est donc le temps, la teneur en eau du bois (TE), l'environnement et éventuellement les configurations anatomiques. La Fig. 2 (b) présente la complaisance relative maximale atteinte en fonction de la TE initiale : elle semble proportionnelle bien qu'avec une mauvaise corrélation. Les poutres exposées au soleil sont encadrées en rouges. Parmi celles ayant atteint les complaisances relatives les plus élevées, la majorité étaient exposées au soleil et chargées pendant l'été.

Ce calcul de complaisance relative a permis de comparer les poutres tout en s'affranchissant de leurs différences de propriétés mécaniques initiales et des propagations de fissure. Dans l'Eurocode 5, le facteur prenant en compte l'environnement est K_{mod}. Ce paramètre est le même pour une classe de service 1 (local chauffé) ou 2 (extérieur abrité). Le bois vert est quant à lui pénalisé par un facteur K_{def} plus élevé (Benoit et al 2008). Les résultats de cette étude suggèrent que le bois vert a effectivement un fluage plus rapide, mais l'exposition au soleil et l'environnement sont également des paramètres importants. De fait, de nombreux éléments interviennent dans le fluage observé au cours de ces essais. Les résultats mettent en évidence la complexité de ce que subissent des éléments de structures en extérieur, et les conclusions sur le rôle de chacun des paramètres sont délicates.



(a) (b)

Fig. 2 : Complaisances relatives observées lors du fluage : (a) évolution temporelle de la première (i), deuxième (ii) puis troisième (iii) vague ; (b) valeur maximale atteinte en fonction de la teneur en eau des poutres le jour du chargement. Points encadrés en rouge : poutres exposées au rayonnement solaire.

Remerciements

Les auteurs remercient la région Auvergne Rhône Alpes pour la bourse de thèse et l'Université Clermont Auvergne pour le chèque Recherche Innovation du programme Hub-Innovergne.

Références

AFNOR. (2012) NF EN 408+A1. Structures en bois, bois de structure et bois lamellé-collé.

AFNOR. (2005) NF EN 1995-1-1. Eurocode 5 – Conception et calcul des structures en bois – Partie 1-1 : généralités – Règles communes et règles pour les bâtiments.

Benoit Y., Legrand B., Tastet V. (2008) Calcul des structures en bois. Eyrolles, AFNOR.

Bontemps A., Godi G., Fournely E., Moutou Pitti R., Gril J. (2022) Implementation of an optical measurement method for monitoring mechanical behaviour. Experimental Techniques, Under review, 33p.

FCBA, Institut Technologique, (2019) Memento de la filière bois.

Hunt, D.G. (1999) A unified approach to creep of wood. J. Royal Society. 455, 4077.

Martin L., Cochard H., Mayr S., Badel E. (2021) Using electrical resistivity tomography to detect wetwood and estimate moisture content in silver fir (*Abies alba* Mill.). Annals of Forest Science, 78, 65.

Pambou Nziengui C.F., Moutou Pitti R., Fournely E., Gril J., Godi G., Ikogou S. (2019) Notched-beam creep of Douglas fir and white fir in outdoor conditions: Experimental study, Construction and Building Materials, 196, 659.

Vers un bois plus fort et plus propre que les composites structuraux actuels

DA SILVA-FARIA Margot[1], KERALTA Assira[3], BORDAGE Romain[1], NISHIYAMA Yoshiharu[2], ROLLAND du ROSCOAT Sabine[1], OGAWA Yu[2], ORGEAS Laurent[1].

[1]Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, 3SR, 38000 Grenoble, France
[2]Univ. Grenoble Alpes, CNRS, CERMAV, 38000 Grenoble, France
[3] Département des sciences du bois et de la forêt, Université Laval, Québec G1V 0A6, Canada
romain.bordage.@grenoble-inp.org

Mots clefs : Bois densifié ; Délignification et dé-acétylation ; Compression ; Analyse structurale et chimique ; Imagerie 3D par micro-tomographie RX ;

Contexte et positionnement du projet

Dans de nombreux secteurs comme celui des transports aussi bien automobile qu'aéronautique, la demande pour concevoir des matériaux de structures architecturés à hautes performances (*i.e.*, légers) est de plus en plus marquée. Ces nouveaux matériaux doivent aussi répondre aux exigences environnementales nouvelles en vigueur en manière de durabilité, de biodégradabilité et de coût énergétique.

Les matériaux souvent utilisés pour ce type d'application sont les composites à matrice polymère et renforts fibreux inorganiques continus ou encore les structures métalliques architecturées grâce à l'essor de la fabrication additive (DUBOIS T. 2018). Cependant, l'impact environnemental de ces matériaux n'est plus acceptable autant par l'utilisation de produits pétro-sourcés que par l'énergie nécessaire à leur fabrication.

Les matériaux issus de la biomasse comme le bois ont quant à eux la possibilité de répondre aux exigences environnementales les plus élevées du fait de leur abondance, leur aspect biodégradable et renouvelable, et leur faible coût énergétique de transformation comparé aux matériaux traditionnels (Xiao S. *et al.*, 2021). De plus, le bois et les matériaux issus de la biomasse végétale bénéficient des propriétés mécaniques intrinsèquement élevées de la cellulose et d'une densité faible ce qui en font de bons candidats pour répondre aux exigences précédentes.

Le bois est un matériau à microstructure cellulaire architecturée (Fig. 1a). Il possède des fibres creuses appelées lumens dont les parois forment un matériau composite constitué de microfibrilles, de cellulose cristalline, très résistantes incrustées dans une matrice de lignine et d'hémicellulose (Y. Nishiyama 2009). Le module d'Young longitudinal des parois de ces fibres est ainsi de l'ordre de 50-60 GPa ce qui concurrence avec les meilleurs composites à matrices polymères pétro-sourcées renforcés de fibres.

A l'échelle supérieure, du fait de la grande porosité du bois, les propriétés mécaniques sont inférieures. Une manière d'augmenter ces dernières, tout en limitant le coût énergétique de fabrication, est d'utiliser le couplage d'un processus de traitement chimique de délignification et de dé-acétylation de l'hémicellulose suivi d'un traitement thermo-hygro-mécanique de densification du bois. Ce couplage permet de donner au bois une architecture densifiée et ordonnée en refermant et en collant les lumens sur eux-mêmes comme le montre l'image (b) de la Fig. 1.

Ce projet d'actualité résonne avec d'autres recherches récentes et études déjà menées. Song *et al*. (2018) montre par exemple que la combinaison d'un traitement au sulfite alcalin et d'une

densification par compression peut induire des propriétés mécaniques du bois fortement augmentées tout en conservant une densité faible, de l'ordre de 1300 kg m^{-3}. D'autres travaux plus récents, (Li *et al.* 2020) montrent qu'en combinant délignification au chlorite, oxydation catalytique de l'alcool primaire du bois suivi d'une densification, il était possible d'atteindre un module d'Young longitudinal de 50 GPa et une résistance à la traction longitudinale de 500 MPa. Ramenés à la faible densité du bois dense obtenue, ces nouveaux matériaux possèdent des propriétés mécaniques exceptionnelles comme le montrent encore de nouveau les travaux de recherche récents de Xiao *et al.* (2021).

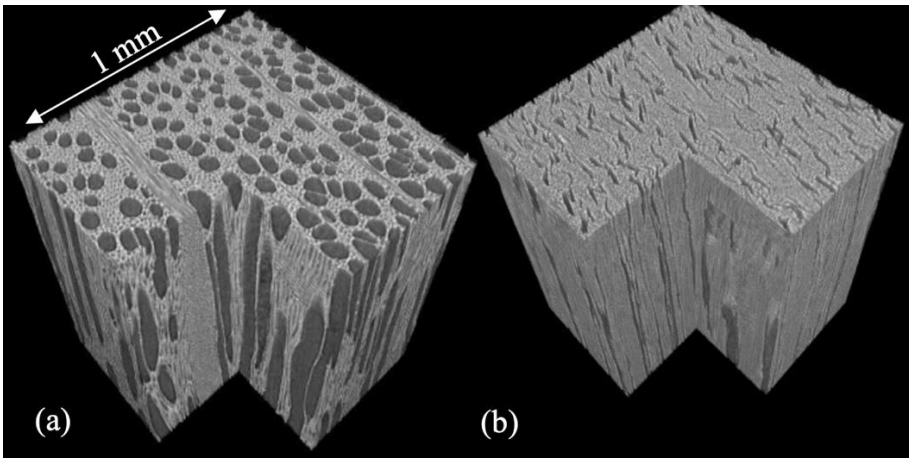


Fig. 1 : Essai préliminaire de compression partielle d'un échantillon de hêtre délignifié (1 mm^3) : images 3D (microtomographie à rayons X) montrant sa méso-structure avant (a) et après (b) compression (b) avec la fermeture (ici partielle) des lumens des fibres de bois et des vaisseaux (Da Silva-Faria 2021).

Matériaux et méthodes

Le matériau utilisé dans ce travail est du bois de hêtre, deuxième essence la plus répandue en Europe. Des traitements chimiques et thermo-hygro-mécaniques pour réaliser des bois densifiés ont été testés.

Pour cela, nous avons dans un premier temps utilisé un traitement chimique de délignification par oxydation de la lignine à l'aide d'acide peracétique (PAA) couplé à un rinçage. Pour cela les pores des bois testés ont été remplis d'acide peracétique à 4 concentrations différentes (15%, 20%, 30%, 55%) et les échantillons ont été maintenus à 70˚C pendant 2 heures et 4 heures. Les pertes en masse correspondant à la lignine extraite sont présentées sur la figure 2. (Keralta 2021).

De là, les échantillons de hêtre traités à 30% PAA pendant 2h puis lavés ont été soumis à une compression de 20 MPa dans une presse à température ambiante. Le module d'Young des échantillons ainsi obtenus a été calculé à partir d'essais de flexion trois points à hygrométrie contrôlée et de suivi de déformation par corrélation d'images (Da Silva-Faria M. 2021).

Influence du traitement chimique et mécanique

La Fig. 2 montre la délignification c'est-à-dire l'oxydation de la lignine obtenue par mesure de la perte de masse des échantillons. La proportion de lignine enlevée augmente avec le temps de traitement et la concentration en PAA.

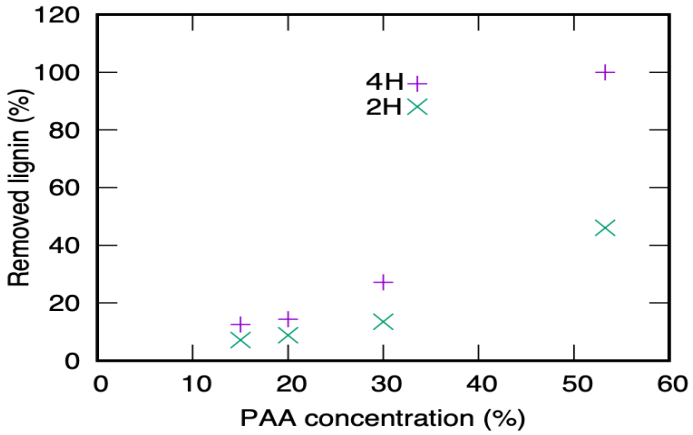


Fig. 2 : Pourcentage de lignine enlevée en fonction de la concentration en acide peracétique pour deux durées de traitement respectivement 4 heures (4H) et 2 heures (2H) (Keralta 2021).

La Fig. 3 compare les modules d'Young des échantillons bruts, traités, traités puis comprimés en fonction de leur teneur en eau. Le bois seulement traité ne montre pas de changement de module d'Young par rapport au bois brut mais le bois traité puis comprimé possède un module d'Young largement supérieur au bois brut. Ces tendances sont affectées à la baisse avec la teneur en eau.

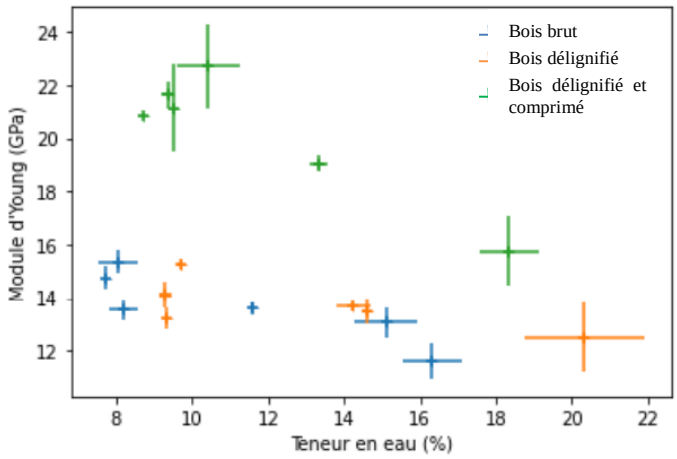


Fig. 3 : Module d'Young des échantillons en fonction de leur teneur en eau (Da Silva-Faria 2021)

Conclusion et perspectives

Ces résultats préliminaires montrent que l'amélioration des propriétés mécaniques du bois par densification utilisant le couplage chimique et mécanique est possible. Les premiers tests réalisés montrent que l'augmentation du module d'Young obtenue n'est qu'uniquement due à la densification du bois, sans auto-cohésion des lumens. Le travail doit être poursuivi pour obtenir des bois densifiés capables de concurrencer avec les matériaux composites structuraux à hautes performances mécaniques spécifiques actuels.

Remerciements

Ces travaux bénéficient du soutien financier du CNRS à travers les projets 80|PRIME « BOISFORPRO » et PEPS « Vers un bois plus fort et plus propre que les composites structuraux actuels », de l'Institut Carnot PolyNat (ANR16-CARN-0025) à travers le projet « Woodmol ». Le laboratoire 3SR est membre du LabEx Tec21 (ANR-11-LABX-0030)

Références

Da Silva-Faria M. (2021) Microstructure et comportement mécanique de bois densifiés, Rapport de stage master 1.

Dubois T. (2013/2018) Nouveaux matériaux : l'aluminium fait un retour remarqué, Science&Vie.

Keratla A. (2021) Investigation on the effect of hemicellulose deacetylation and lignin oxidation on the hygro-mechanical properties of beech wood, Rapport de stage master 2.

Li K. , Berglung L. , Zhou Q. (2020) Self-densification of highly mesoporous wood structure into a strong and transparent film, Advanced Materials, 32.

Nishiyama Y. (2009) Structure and properties of the cellulose microfibril, Journal of Wood Science **55**, 241–249.

Song J et al. (2018) Processing bulk natural wood into a high-performance structural material, Nature 55457691), 224-228.

Xiao S. et al., (2021) Lightweight, strong, moldable wood via cell wall engineering as a sustainable structural material, Science, 374(6566), 465-471.

Mécano-biologie du cambium : influence des interactions mécaniques entre bois et écorce sur la formation du bois

Thomas Boursat[1], Tancrède Alméras[1], Yann Boursiac[2], Bruno Clair[1]

[1]Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC), Université de Montpellier, CNRS, Montpellier, France
[2]IPSIM, Univ Montpellier, CNRS, INRAE, Institut Agro, Montpellier, France
thomas.boursat@umontpellier.fr, tancrede.almeras@umontpellier.fr, yann.boursiac@inrae.fr, bruno.clair@cnrs.fr

Mots clefs : cambium ; croissance secondaire ; xylème ; phloème ; pression de turgescence ; propriétés mécaniques ; biomécanique

Contexte, enjeux, objectifs

La croissance des plantes peut se décomposer en une croissance primaire et secondaire, cette dernière étant quantitativement très importante chez les plantes arborescentes. Dans l'état des connaissances actuelles, la croissance primaire a été beaucoup mieux décrite. Certains mécanismes élémentaires sont bien connus. Pour que celle-ci s'opère, les cellules végétales doivent être turgescentes, c'est-à-dire qu'une différence de potentiel hydrique entraine l'eau à l'intérieur de la cellule et voit sa membrane plasmique exercer une pression contre la paroi cellulaire. L'auxine, une hormone de croissance, déclenche une série de réactions qui amène à l'activation d'enzymes pariétales qui vont relaxer, c'est-à-dire baisser la limite d'élasticité de la paroi cellulaire. Ceci aura pour conséquence une déformation plastique donc permanente de celle-ci, c'est l'allongement cellulaire (Lockhart 1965). Il est accompagné d'un dépôt de matières pariétales. Ces avancées ont été réalisées sur des méristèmes primaires, responsables de la génération de nouveaux organes et de l'augmentation de la longueur des tiges.

Bien que la croissance secondaire participe davantage au stockage du carbone, nos connaissances sur les mécanismes sous-jacents restent limitées. L'étude du méristème secondaire, appelé cambium, situé sous l'écorce, est plus compliquée du fait des difficultés d'accès pour l'observation et l'expérimentation.

Le cambium produit à la fois les cellules du xylème et du phloème secondaire, respectivement le bois et l'écorce interne. De ce fait, le cambium est confiné entre ces deux tissus rigides (Fig. 1).

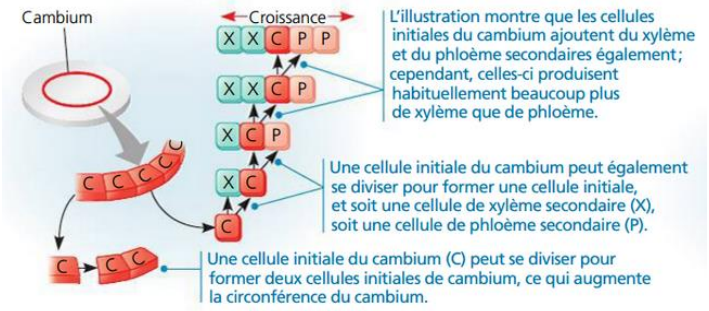


Fig. 1 : La croissance secondaire produite par le cambium (Reece et al. 2012)

On trouve autour du cambium les stades successifs de la croissance des jeunes cellules. On y distingue trois zones ; la zone de division cellulaire, la zone d'allongement cellulaire et la zone de différenciation cellulaire. L'ensemble est appelé zone cambiale.

L'expansion de la zone cambiale exerce une contrainte radiale sur l'écorce, qui en retour se retrouve tendue tangentiellement ce qui se traduit en une force de réaction. La pression de croissance de la zone cambiale, liée à sa pression de turgescence, doit donc vaincre la résistance offerte par l'écorce.

L'objectif de nos travaux est d'abord de quantifier ces contraintes mécaniques et de comprendre leurs rôles dans la croissance cambiale. L'hypothèse de départ est que cette croissance est potentiellement limitée et pilotée par l'interaction mécanique avec l'écorce interne. Cette hypothèse présente des analogies intéressantes avec les méristèmes primaires, pour lesquels il a été montré que la croissance des tissus internes est pilotée par l'assouplissement des tissus externes (Dyson et al 2014 ; Hamant et al 2008 ; Vermeer et al 2014).

Nos travaux visent à étudier les interactions mécaniques se produisant entre bois et écorce. L'espèce étudié est *Tilia platyphyllos*. Ces travaux sont divisés en 3 parties. La première partie consiste à étudier l'influence d'une sur-contrainte radiale appliquée à des tiges en croissance pour quantifier son impact sur les différentes phases de la croissance cellulaire. En second, afin de quantifier la force que doit exercer les jeunes cellules de bois pour pouvoir s'agrandir, on mesurera les propriétés mécaniques tangentielles de l'écorce. La dernière partie consiste à quantifier la pression de turgescence des cellules du cambium via l'utilisation d'une sonde à pression (Husken D. et al 1978), car celle-ci est le moteur de la croissance. Elle ne sera pas évoquée ici.

Matériels et méthodes

Matériel végétal

Nous avons sélectionné des plants de *Tilia platyphyllos* (Malvaceae) sur des critères phénotypiques (hauteur, nombre de nœuds, longueur des entrenœuds etc.). Leurs écorces présentent une organisation bien particulière. On y trouve des marqueurs correspondant à des zones de dilatations associées à une croissance tangentielle de l'écorce.

Croissance sur-contrainte

18 plants de *Tilia platyphyllos* ont été sélectionnés et placés dans une serre à température contrôlée de mars à octobre. 12 d'entre eux sont équipés d'un dispositif permettant d'appliquer une contrainte à l'encontre de la croissance. Ils ont été installés avant que celle-ci ne commence. Ce système est composé d'un manchon en silicone moulé autour de la tige, 2 capteurs viennent en contact sur ce dernier. Le tout est cintré par deux demi-cylindres en cuivre avec des colliers de serrage permettant, quand on les serre, d'appliquer une pression sur le système. 6 ont été précontraints à 2 bars, 6 autres à 4 bars, les 6 restants faisant office de témoins. On mesure sur cette période la pression à l'interface silicone-cuivre et le diamètre des tiges au-dessus et en dessous du dispositif.

Mesure du module tangentiel de l'écorce

Fig. 2 : Dispositif de mesure du module tangentiel de l'écorce

Sur chacun des 3 arbres sélectionnés, une tige issue d'un rejet a été prélevée. On extrait 3 segments par tiges qui sont ensuite évidés afin de ne garder qu'un tube d'écorce dont le diamètre

extérieur vaut environ 12 mm. Chaque tube est ensuite coincé entre deux plaques qui sont vissées entre elles. La surface intérieure du tube est recouverte de silicone ainsi qu'à ses extrémités. Ce système est relié à une machine de compression via un tube en plastique et une seringue. Ceci permet de faire gonfler le tube d'écorce à vitesse constante. Un mouchetis est appliqué sur la surface de l'écorce. Un capteur est placé en amont du tube en plastique pour mesurer la pression. Lors de l'essai, une caméra est utilisée pour prendre des photos à intervalles réguliers (0,05 bar) qui sert ensuite à mesurer la déformation à surface de l'écorce.

Résultats et discussions

La Fig. 3 représente l'évolution de la pression à l'intérieur du dispositif ainsi que du diamètre au-dessus et en-dessous de ce dernier pour un individu précontraint à 4 bars. Sur la Fig. 4, l'évolution du diamètre sur la même période mais pour un témoin. En premier lieu on remarque une similarité des cinétiques de croissance pour les diamètres entre ces deux individus. Ceci est un argument en faveur d'un impact réduit voire nul du dispositif sur la croissance globale des plants. De plus, tous deux connaissent une croissance rapide au printemps correspondant à la période où le cambium est très actif avant de ralentir en été et de quasiment cesser fin été/début automne. Quant à la pression, on observe là aussi une croissance rapide au printemps, avant d'atteindre un pic en été.

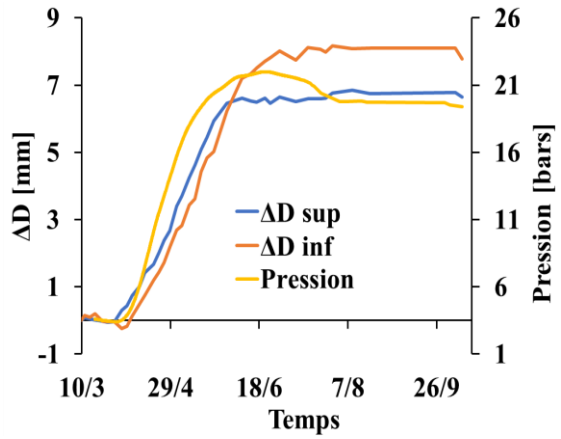


Fig. 3 : Pression et diamètres d'un individu précontraint à 4 bars

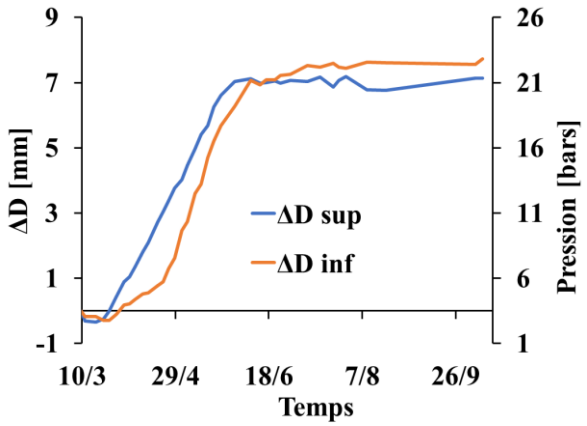


Fig. 4 : Diamètres d'un témoin

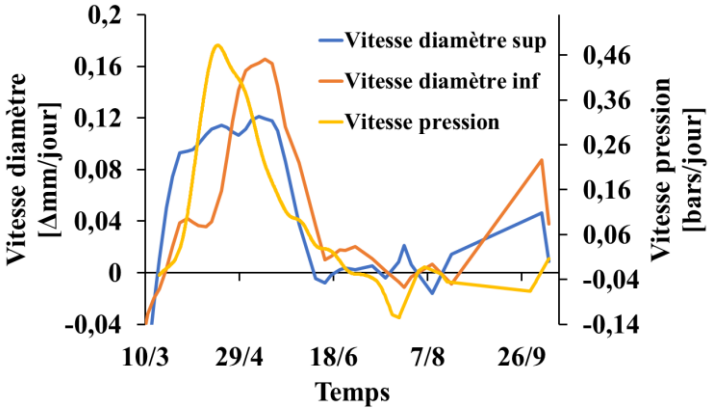


Fig. 5 : Vitesse du diamètre et de la pression d'un individu précontraint à 4 bars

Il est intéressant de noter, comme le montre la Fig. 5, un ralentissement de la vitesse de pression qui intervient avant celle du diamètre. Ceci n'est néanmoins pas systématique. Ce phénomène pourrait donc être lié à la saisonnalité du tilleul et non pas un effet de notre dispositif. Plus surprenant, on observe une diminution de la pression au cours du temps puis un plateau. Ceci

pourrait être un retrait des cellules non lignifiées qui ne sont plus turgescentes. Pour finir, on prélèvera sur chacun des individus précontraints une coupe transversale de la tige qui était à l'intérieur du dispositif, mais aussi en-dessous et au-dessus de celui-ci. Elles seront comparées avec celles des arbres témoins, ceci afin d'évaluer l'impact de cette sur-contrainte sur la croissance.

Mesure du module tangentiel de l'écorce

La Fig. 6 représente la moyenne du module d'Young pour chaque rejet. On observe une différence significative entre chacun d'eux. On constate une dispersion plus importante des valeurs inter-arbres qu'intra-arbres. Ceci pourrait être expliqué par la variabilité naturelle des arbres. La variabilité due au protocole n'est pas non plus à négliger. Ainsi, on a un ordre de grandeur du module tangentiel de l'écorce qui nous permettra de déterminer la résistance offerte par l'écorce à l'encontre de la croissance cambiale.

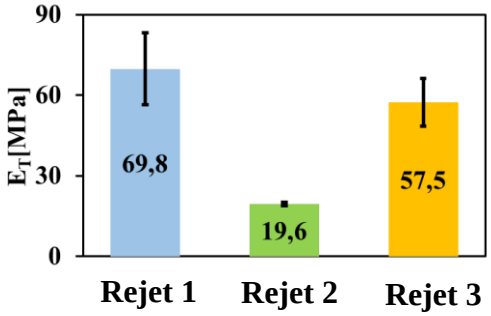


Fig. 6 : Module tangentiel moyen de l'écorce pour chaque rejet

References

Dyson R.J., Vizcay-Barrena G., Band R.L., Fernandes A.N., French A.P., Fozard J.A., et al. (2014) Mechanical modelling quantifies the functional importance of outer tissue layers during root elongation and bending. The New Phytologist, 202.4, 1212–22

Hamant O., Heisler M.G., Jönsson H., Krupinski P., Uyttewaal, M. Bokov P., et al. (2008) Developmental patterning by mechanical signals in *Arabidopsis*. Science (New York, N.Y.), 322.5908, 1650–55

Hüsken D., Steudle E., Zimmermann U. (1978) Pressure probe technique for measuring water relations of cells in higher plants. Plant Physiology, 61.2, 158–63

Lockhart J.A. (1965) An analysis of irreversible plant cell elongation, .J. Theoret. Biol, VIII

Reece J.B., Urry L.A., Cain M.L., Wasserman S.A., Minorsky P.V., Jackson B.J. (2012) Campbell biology, 9ème edition, 875

Vermeer J.E.M., Von Wangenheim D., Barberon M., Lee Y., Stelzer E.H.K., Maizel A., et al. (2014) A spatial accommodation by neighboring cells is required for organ initiation in arabidopsis, Science (New York, N.Y.), 343.6167, 178–83

Des charpentiers dans les forêts : Les perspectives du travail manuel avec du bois vert en charpente.

BRIHIEZ Joseph[1], MARIANI Léo[2], ROTURIER Samuel[3]

[1] Laboratoire Eco-anthropologie, UMR 7206, Paris
[2] Laboratoire Eco-Anthropologie, UMR 7206, MNHN, CNRS, Université de Paris
[3] Laboratoire ESE, UMR 8079, Université Paris Saclay, CNRS, AgroParisTech
jbrihiez@gmail.com

Mots clefs : Bois vert ; Charpente ; Équarrissage à la hache ; Arbres ; Forêts ; Ethnoécologie.

Contexte

La crise environnementale entraîne des bouleversements globaux dont les conséquences sur les sociétés humaines se manifestent avec une fréquence et une intensité croissante. Ces perturbations résultent d'un changement climatique d'origine anthropique, plus précisément de certaines formes d'exploitations de l'environnement imputables à des systèmes économiques et sociaux conçus et mis en œuvre par une part réduite de l'humanité. Au côté des réflexions menées par les sciences écologiques et biologiques, l'analyse de la diversité des rapports entre les humains et leur environnement menée depuis plusieurs décennies en sciences humaines notamment grâce à l'ethnoécologie (Friedberg 1997, Roué 2006, Bahuchet 2017) et l'anthropologie de la nature (Descola 2005, 2016) est plus que jamais centrale pour accompagner le changement. En France métropolitaine, parler des forêts revient nécessairement à inclure un ensemble de pratiques anthropiques, l'écologie historique des milieux boisés (Koerner et al. 1997, Bergès et Dupouey 2017) et l'archéologie des massifs forestiers (Georges-Leroy et al. 2009) nous le rappelle. Ainsi lorsque le dérèglement climatique nous révèle la fragilité de certaines forêts, cela pousse à nous interroger sur les limites des pratiques actuelles et de considérer avec un regard critique les changements d'usages et de besoins qui ont marqué les forêts et les filières de transformations associées. Les questions qui se posent sont d'autant plus complexes qu'elles se formulent simplement : quelles forêts, pour qui, pour quoi ? Quelle légitimité et quelle priorité/hiérarchie accorder aux usages ?

Depuis 2019 je mène une réflexion sur le rapprochement de certains charpentiers à certaines forêts proches de leurs ateliers à l'aune du travail manuel du bois vert, matière vivante et porteuses de singularités. Cette recherche a donné lieu à un mémoire de master 2 au MNHN (Brihiez 2021), co-encadré par Samuel Roturier (AgroParisTech) et Léo Mariani (MNHN). Le projet de recherche que je souhaite défendre à l'avenir s'inscrit dans la continuité de ces premières analyses et portera plus largement sur les rapports plus généraux entre savoir-faire/usage du bois et gestion/orientation des forêts. Je construis en ce moment ce projet de thèse doctorale avec Léo Mariani. Je ne suis donc pas encore doctorant et ne suis donc pas encore rattaché à une UMR. Une première demande « d'association » au laboratoire d'Eco-Anthropologie du Musée de l'Homme (UMR 7206) est en cours de traitement en attendant de commencer ma thèse.

Projet de recherche

Si l'on demande à un charpentier français d'où provient le bois qu'il travaille, la réponse courante renverra au nom d'un fournisseur de matériaux, à celui d'une scierie, éventuellement à une région ou une aire géographique. Il est plus rare que le charpentier sache de quelle forêt

ou de quel arbre vient le bois qu'il transforme. De fait, il existe aujourd'hui des distances multiples et conséquentes entre l'atelier de charpente et les forêts. Les charpentiers sont dits les seconds transformateurs du bois. Entre eux et les arbres se trouve le secteur de la première transformation, un ensemble de processus aujourd'hui largement industrialisés, mécanisés, automatisés et mondialisés qui produit et commercialise une matière homogène, stable, normée. Une ressource contrôlée et maitrisée que la seconde transformation peut ainsi consommer sans risque tout en gardant ses distances. Mes enquêtes ethnographiques m'ont amené à travailler avec des charpentiers de France métropolitaine qui établissent des liens directs aux arbres et aux forêts et qui, collectivement et dans le quotidien de leurs ateliers, valorisent des savoir-faire dits manuels ou préindustriels, tout particulièrement l'équarrissage à la hache. Cet engouement grandissant pour cette technique révèle un rapport sensible à la matière ouvrée et à travers elle, aux arbres et aux forêts. Que faut-il pour équarrir le bois ? Bien évidemment il faut retrouver les diverses haches, mais ce qui est affirmé unanimement par les praticiens interrogés c'est la nécessité de faire avec un *bois vert*. L'expression de *bois vert* désigne un bois fraichement coupé, un bois dont le taux d'humidité est élevé (supérieur à 30% d'après les normes ISO) et même trop élevé pour les usages normés en charpente. Entre la volonté d'équarrir efficacement et le besoin, pour ce faire, d'un bois vert, ce qui s'impose à ces artisans c'est une proximité directe aux forêts et aux arbres, qu'ils vont même jusqu'à choisir sur pied. En allant en forêt et en instaurant un dialogue avec l'amont de la filière, ces charpentiers apprennent à faire avec les arbres présents, accessibles et qui correspondent à leurs besoins singuliers. Ainsi se transforme le regard des forestiers rencontrés et peut-être à travers eux le devenir de certaines forêts.

Objectifs

Alors que le projet de reconstruction à l'identique de la charpente de Notre-Dame met en lumière à une échelle inédite ces techniques et tout particulièrement cette matière *bois vert* et tandis que toutes les attentions se portent sur les forêts de demain, mon projet de recherche vise à mettre en avant les relations sensibles qu'établissent d'ores et déjà des humains entre eux, avec les bois, les arbres, les forêts et à analyser les transformations réciproques entre les savoir-faire/usage du bois et les forêts, à différentes échelles.

Références

Bahuchet S. (2017) Les jardiniers de la nature. Éditions Odile Jacob, Paris, 450 p.

Bergès L., Dupouey J.L. (2017) Écologie historique et ancienneté de l'état boisé : concepts, avancées et perspectives de la recherche. Revue fores ere francaise, 69(4):297-318.

Brihiez J. (2021) Une forêt pour charpente : Enquête avec le bois vert pour étudier les liens entre des charpentiers et des forêts, Mémoire de master 2 Anthropologie sociale et ethnologie, Paris, dir. S. Roturier et L. Mariani (https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03644123),

Descola P. (2005). Par-delà nature et culture. Gallimard, Paris, 640 p.

Descola P. (2016) L'écologie des autres. L'anthropologie et la question de la nature. Quae, Versailles, 110 p.

Friedberg C. (1997). Diversité, ordre et unité du vivant dans les savoirs populaires. Natures Sciences Sociétés, 5(1):5-17.

Georges-Leroy M. et al. (2009). Le massif forestier, objet pertinent pour la recherche archéologique. L'exemple du massif forestier de Haye (Meurthe-et- Moselle). Revue Géographique de l'Est [En ligne], 49(2-3).

Koerner W. et al. (1997). Influence of past land use on the vegetation and soils of present day forest in the Vosges mountains, France. Journal of Ecology, 85(3):351-358.

Roué M. (2006). Introduction : entre cultures et natures. Revue internationale des sciences sociales, 1(187):11-18.

Numerical multi-scale homogenization of hygro-mechanical properties of *Pinus pinaster* (Ait.) lamellae constituting glued laminated timber

CHEVALIER Romain[1] CATAPANO Anita[2], POMMIER Régis[3], MONTEMURRO Marco[1]

[1] Arts et Métiers Institute of Technology, Université de Bordeaux, CNRS, INRA, Bordeaux INP, HESAM Université, I2M UMR 5295, F-33400 Talence, France
[2] Bordeaux INP, Université de Bordeaux, Arts et Métiers Institute of Technology, CNRS, INRA, HESAM Université, I2M UMR 5295, F-33400 Talence, France
[3] Université de Bordeaux, Arts et Métiers Institute of Technology, Bordeaux INP, CNRS, INRA, HESAM Université, I2M UMR 5295, F-33400 Talence, France,
romain.chevalier@ensam.eu, marco.montemurro@ensam.eu,
anita.catapano@bordeaux-inp.fr, regis.pommier@u-bordeaux.fr

Keywords: Numerical Homogenization; Multi-scale analysis; Pinus Pinaster (Ait.); Glulam; Composite Materials

Context and objective

Wood is a natural material whose importance has risen exponentially over the last few years. Indeed, this renewable material perfectly fit several “Sustainable Development Goals” set by the United Nations and is highly recommended by the IPCC’s “Global Warming of 1.5°C” report (IPCC 2018) as a solution to reduce carbon footprints in building and civil-engineering. In the South West of France, the current wood industry is particularly related to Pinus Pinaster (Ait.), a softwood specie indigenous of the South West of Europe, because of its vast presence across the whole area (between 75% to 84% of total forest area in two departments according to Vidal (2016)).

Glued laminated timber (glulam) is a wood product manufactured by gluing and finger-jointing several wood lamellae allowing flexibility of dimensions and shape. Furthermore, wood distortions issued from thermo-hygric variations can be considerably reduced in glulam by assembling a disparity of lamellae properties (Ormarsson et al. 2000). This advantage is noticeably reduced when using Pinus Pinaster Ait. timber. Several studies proposed by Lasserre (2000) and Clouet (2014) tried to estimate the shape stability of multiple configurations of glulam. However, the vast majority of studies are focused on others softwood species or use classical softwood properties issued from Guitard (1987). Moreover, the variability of wood properties is also neglected.

Hence, the main purpose of this work is to propose a multi-scale numerical model of glulam able to take into account the physical properties and related variability of *Pinus Pinaster* Ait.

Modelling approach

Multi-scale definition

Wood is a natural composite highly heterogeneous and anisotropic whose structure can be defined at several working scales:

- Growth ring composed by the accumulation of wood cells (90% of longitudinal tracheids) at the microscopic scale.
- Elementary volume emerging from the alternation of a few spring and summer wood growth rings at the millimetre scale considered as lamellar composite.

- Wood lamellae formed by the combination of elementary volumes.
- Glued laminated timber manufactured by finger-jointing and gluing of several lamellae at the macroscopic scale.

Modelling of Pinus Pinaster

A local orthotropic coordinate system is used to describe wood properties defined by three preferred directions according to Fig.1: longitudinal direction L, radial direction R corresponding to the diametrical growth direction, and tangential T which is tangential to the annual growth rings. Three planes can be identified in this system: the transverse plane RT, the radial longitudinal plane LR and the tangential longitudinal plane LT.

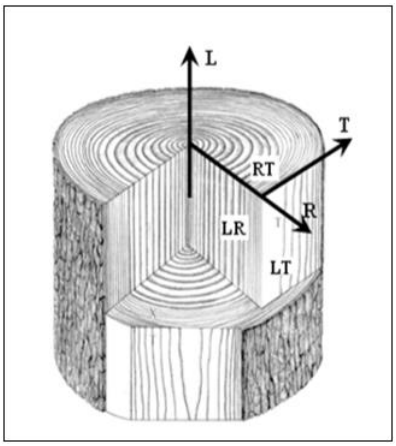


Fig. 1: Local reference system (Grazide 2014).

The proposed model takes into consideration the difference between initial and final wood and the difference between juvenile and adult wood for growth rings from pith to bark. Heartwood formation, presence of knots, and reaction wood are neglected. Tree trunks are considered straight, with concentric growth rings, centred pith, and a circular shape of the transversal section (plane RT) across the whole L direction.

As for the physical properties, ring widths, densities of early and late wood, and summer wood percentages are considered. Globally, their variation is considered as function of the distance from the pith R. Their dependency to the height H is neglected. Grain angle is considered null. Variability of such properties is considered at every growth ring.

Finally, hygrical shrinkage and mechanical properties are expressed according to the orthotropic directions. Shrinkage and mechanical properties linear relationships with density are established in the case of *Pinus Pinaster* Ait. for softwoods issued from several bibliographic data following the same linear pattern presented in Guitard (1987).

Modelling of lamellae behaviour

The multi-scale modelling strategy is illustrated in Fig. 2.

At the microscopic scale, the bibliographic data and the several hypotheses done on the properties of *Pinus Pinaster* Ait. allow to propose two different material models scale for both spring and summer wood taking into consideration their variability into the stem.

At the millimetre scale, elementary cubes acting as lamellar composite are modelled by an alternation of growth rings composed by both initial and final wood of varying width. A “3D Strain Energy Homogenization Technique” is then employed in Barbero (2007) to compute the hygro-thermo-mechanical properties of said elementary cubes. This technique is used with

periodic boundary conditions, which would not be applicable directly for most of the lamellae because of growth ring patterns. Hence, lamellae are separated into several elementary cubes of relatively small dimensions to consider growth rings as parallelepipeds and to apply the homogenization technique.

In fine, interpolation methods resting on the utilization of B-spline surfaces will be used to compute the properties at the mesoscopic scale of lamellae from the properties of elementary cubes composing them.

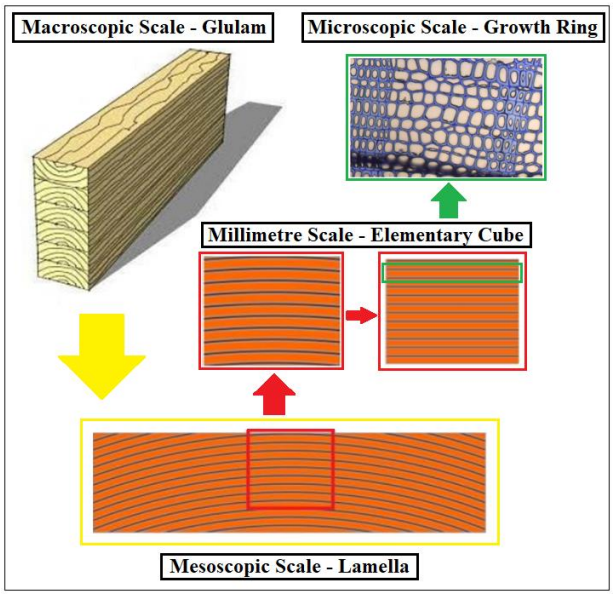


Fig. 2 : Multi-scale modelling of Pinus Pinaster Ait. Glulam.
Microscopic scale image adapted from Vieira (2015)

Results and discussion

Classical composite homogenization techniques have been used in the case of lamellae in Pinus Pinaster decomposed in elementary cubes separated between spring and summer wood. The modelling took into account the several sources of heterogeneities influencing the properties of Pinus Pinaster.

The “Strain Homogenization Technique” has been used on elementary cubes. The lamellae properties are then computed thanks to an interpolation method. This work focuses on computing homogenised properties to be use for Pinus Pinaster Ait. instead of the classical softwood properties classically chosen. The next step is to model the impact of grain angle, finger-jointing and gluing to compute the properties of glued laminated timber manufactured in *Pinus Pinaster* Ait.

References

Barbero, E. J. (2007). Finite Element Analysis of Composite Materials. CRC Press

Clouet, B. (2014). Comportement hydromécanique d’assemblages bois collés à l’état vert : Approches expérimentale et numérique [Thèse de doctorat, Bordeaux]. https://www.theses.fr/2014BORD0036

Grazide, C. (2014). Une modélisation de la résistance en flexion du pin maritime utilisé en construction [PhD Thesis, Université de Bordeaux]. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01176734

Guitard, D. (1987). Mécanique du matériau bois et composites / Préface de Polge H.. Cépaduès-Editions.

IPCC (2018): Global Warming of 1.5°C.An IPCC Special Report on the impacts of global warming of 1.5°C above pre-industrial levels and related global greenhouse gas emission pathways, in the context of strengthening the global response to the threat of climate change, sustainable development, and efforts to eradicate poverty [Masson-Delmotte, V., P. Zhai, H.-O. Pörtner, D. Roberts, J. Skea, P.R. Shukla, A. Pirani, W. Moufouma-Okia, C. Péan, R. Pidcock, S. Connors, J.B.R. Matthews, Y. Chen, X. Zhou, M.I. Gomis, E. Lonnoy, T. Maycock, M. Tignor, and T. Waterfield (eds.)]. In Press

Lasserre, B. (2000). Modélisation thermo-hygro-mécanique du comportement différé de poutres de structure en bois [These de doctorat, Bordeaux 1]. http://www.theses.fr/2000BOR10561

Ormarsson, S & Dahlblom, O. & Petersson, H. (2000). A numerical study of the shape stability of sawn timber subjected to moisture variation. Wood Science and Technology. 34. 207-219. 10.1007/s002260000042.

Vidal, M. (2016). Optimisation des stratégies d'amélioration génétique du pin maritime grâce à l'utilisation de marqueurs moléculaires [Phdthesis, Université de Bordeaux]. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01359191

Vieira, J., Campelo, F., Rossi, S., Carvalho, A., Freitas, H., Nabais, C. (2015). Adjustment Capacity of Maritime Pine Cambial Activity in Drought-Prone Environments. PLOS ONE, 10(5), e0126223. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0126223

Reduction of wood thermal conductivity by delignification

CHIN Yi Hien[1,2], BIWOLE Pascal[1,3], MOUTOU PITTI Rostand[1,4], GRIL Joseph[1,5], VIAL Christophe[1], OULDBOUKHITINE Salah-Eddine[1], GURCEL Benjamin[2]

[1]Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont, Institut Pascal, France.
[2]Dagard Company, Boussac, France.
[3]MINES Paris Tech, PSL Research University, PERSEE - Center for Processes, Renewable Energies and Energy Systems, France.
[4]CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, Gabon.
[5]Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, F-63000 Clermont Ferrand, France.
yi_hien.chin@uca.fr

Keywords: cellulose nanofibrils; thermal conductivity; delignification; wood nanotechnology

Context and objectives

Wood is a material commonly used in construction. The carbon dioxide absorbed during its life cycle is stored in the material as carbon. The thermal insulation industry has been using petroleum-based materials like polystyrene and polyurethane foams as efficient thermal insulants, but not eco-friendly. Wood as a bio-sourced material has a lower thermal conductivity than conventional building materials like concrete and metal. It can potentially undergo modifications through nanotechnology to further reduce its thermal conductivity. The objective of the work is to use wood as a bio-sourced alternative thermal insulation material.

In this work, various French species of wood were delignified chemically with the methods cited in the literature, i.e. the alkaline kraft method and the hydrogen peroxide (H_2O_2) bleaching method. After delignification, nanopores are created in addition to the macropores initially available. The mesoporous structure increases the total porosity of the wood, which reduces its density as well as its thermal conductivity across the grain. Delignified wood presents great interest as future insulation material, with the benefit of superior mechanical strength when compared to traditional insulating materials. France is the top producer and exporter of poplar in Europe, so poplar exhibits the highest potential to be transformed into a thermal insulant by delignification because of its fast growth rate, low density and low thermal conductivity.

Materials and methods

Delignification of wood

The wood specimens of solid woods and wood veneers were acquired from Institut Pascal and LaBoMaP research centers. The solid wood were sawn into dimensions of 100 mm x 100 mm with a thickness of 10mm, while the wood veneers of thickness range from 1 mm to 3 mm were cut into dimensions of 100 mm x 100 mm. The wood specimens include both hardwoods (oak, beech, poplar) and softwoods (silver fir, douglas fir). The alkaline kraft treatment was carried out with sodium hydroxide (NaOH) and sodium sulfite (Na_2SO_3) supplied by Sigma Aldrich. 35% Hydrogen peroxide (H_2O_2) used in bleaching was also supplied by Sigma Aldrich.

The woods were soaked in a mixture of 2.5M sodium hydroxide (NaOH) and 0.4M sodium sulfite (Na_2SO_3) at boiling temperature for 8 hours, followed by 8 hours of immersion in boiling hydrogen peroxide (H_2O_2) diluted to 7.5%. The woods were then washed with deionized water and air-dried for one day before freeze-drying or oven-drying at 70°C (Zhu *et al*., 2016).

Degree of delignification

The delignification efficiency was measured through dry mass loss ratio and color evaluation. The wood specimens were weighed before and after treatment. Their water content was also determined with the oven-dry method.

CIELAB color space measurement

The values of color space *L*a*b** were measured with a colorimeter PCE-XXM 30. To quantify the whitening effect of delignification, the values were compared with white color (*L** = 100; *a** = 0; *b** = 0). The color difference ΔE is calculated using Eq.1. A smaller *ΔE* implies that the colors are close to white.

$$\Delta E = \sqrt{(L^* - 100)^2 + (a^* - 0)^2 + (b^* - 0)^2} \quad \text{(Eq.1)}$$

Dimensional variation of wood

The dimensions of the wood were measured with a digital caliper before and after treatment to determine the variation of volume and density.

Thermal conductivity measurement

Thermal conductivity was determined using a FP2C conductivity meter hot wire device, based on the semi-infinite domain hypothesis and assumption of radial heat transfer. By placing the hot wire probe between two wood samples, constant heat flux is generated by the hot wire that locally heats the material. The temperature evolution is recorded by the thermocouple welded in the middle of the wire. The thermal conductivity *k* is then determined from the linear part of the time-temperature curve. This hot wire probe can measure thermal conductivities from 0.02 to 5 W/m.K, with an accuracy of 5%. By orientating the hot wire across or along the fiber direction, longitudinal and transversal thermal conductivity can be obtained, as shown in Fig. 1 and Fig. 2 (Jannot *et al*., 2011). Three measurements were taken for each case after conditioning in a climate chamber at 25°C and relative humidity of 20% for 24 hours.

Fig. 1 : Probe orientation to measure the transversal thermal conductivity

Fig. 2 : Probe orientation to measure the longitudinal thermal conductivity

Results and discussion

Delignification efficiency

Alkaline kraft method using sodium hydroxide (NaOH) and sodium sulfite (Na_2SO_3) firstly swelled the fibers with its high pH, then dissolved the wood extractives and broke the intermolecular ester bonds crosslinking hemicellulose and lignin, causing the wood color to darken, due to the formation of new chromophore structures, as shown in Fig.3(b). The sulphonation enhanced the dissolution of lignin as well (Sun and Cheng, 2002; Li *et al*., 2012). The hydrogen peroxide (H_2O_2) was used to bleach the wood through lignin-degrading oxidation and to remove unreacted chemicals. The degradation of lignin, hemicellulose and extractives was represented by the mass loss ratio at anhydrous condition. For the same duration of delignification treatment, the thinner wood veneers showed a higher mass loss ratio than the thicker solid woods, due to the more efficient chemical reaction.

After drying, shrinkage in the transverse direction of wood fibers was observed in all cases, especially wood veneers, as shown in Fig. 3(d), while the longitudinal lengths of wood fibers remained unchanged. During the evaporation of the liquid present in the pores, capillary pressure was generated and caused lumen collapse, due to the drying tension, as shown in Fig. 3(f). The lumen closures increase the density and limit the reduction of thermal conductivity.

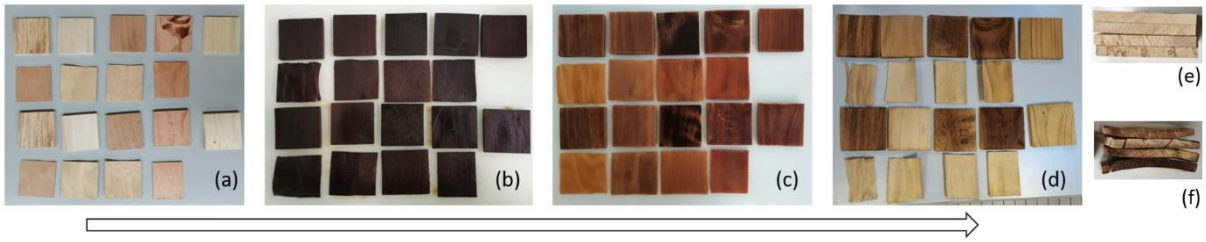


Fig. 3: Color and dimensional variations of woods at different stages of delignification. Wood species from 1st column to 5th column: beech, poplar, douglas fir, oak, fir. 1st and 3rd row: solid woods. 2nd and 4th row: wood veneers. a) Before treatment. b) After 8h bath in a boiling mixture of NaOH and Na_2SO_3. c) After 8h bleaching in H_2O_2. d) After one-day air drying e) Side view of solid woods before delignification. f) Side view of deformed delignified solid woods due to collapse when drying.

Factors affecting the thermal conductivity

After delignification, both transversal and longitudinal thermal conductivities decrease, except for silver fir, which is believed to gain lignin or extractives from other wood species. The samples of silver fir were not only darkened due to contamination but also exhibited the lowest dry mass loss ratio. The wood species with a higher dry mass loss ratio, indicating more efficient removal of lignin, hemicellulose and extractives, showed a higher reduction of thermal conductivity in both directions (Fig. 4). Among the samples, poplar is the wood species with the lowest density and also the lowest thermal conductivity both before and after delignification. Poplar is commonly known as a fast-growing species with low-density wood cells, compared to other species.

Wood exhibits brownish color due to the phenolic character and the chromophore groups of lignin with strong light-absorbing capability (Shi *et al.*, 2018). Lignin is dark brown, while cellulose is white, so the color indicates the amount of lignin present in the wood (Wachter *et al.*, 2019). The removal of lignin was confirmed by the mass loss ratio, but the whitening effect of wood did not turn out as expected. After delignification, all wood species became darker in color due to the creation of new chromophore groups after the chemical reaction and/or contamination by the extracted matrix. Nevertheless, the wood species with a whiter surface, i.e. poplar, has lower thermal conductivity in all cases (Fig.5). It is believed that the thermal conductivity can be further reduced if the wood becomes completely white when a total delignification is achieved.

Conclusion and perspectives

The removal of lignin from wood reduces its mass but the collapse associated to drying shrinkage may increase its density. Thus, the porosity may not be entirely conserved. The reduction of thermal conductivity is observed despite the presence of collapse and darkening in the color of delignified wood. It is believed that the thermal conductivity can be further reduced if the collapse does not occur and the treatment exhibits a higher delignification efficiency. More samples and trials are required to determine the lowest thermal conductivity that a delignified wood can achieve. To prevent collapse, there are solutions such as the replacement of water with liquid of low surface tension, or drying below the collapse threshold temperature. Reconditioning of deformed delignified wood by steaming or rewetting is possible only if the

lignin is not strongly depleted (Segmehl, 2017). To reach a higher delignification degree, a more intensive whitening effect can be achieved by using a higher concentration of H_2O_2 or by replacing the darken H_2O_2 bleaching solution throughout the treatment. Fabrication of delignified wood to be used as a bio-sourced thermal insulant requires a thermal conductivity below 0.042 W/m.K. Among the locally available wood species, poplar can potentially achieve the lowest transversal thermal conductivity after effective delignification.

Fig. 4 : Reduction of transversal thermal conductivity in various wood species

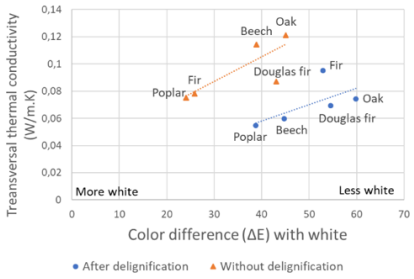


Fig. 5 : Transversal thermal conductivity in various wood species

Acknowledgements

This work is supported by the French National Research Agency (ANR) and the company Dagard, under « France Relance » plan.

References

Jannot Y., Degiovanni A., Félix V., Bal H. (2011) Measurement of the thermal conductivity of thin insulating anisotropic material with a stationary hot strip method. Measurement Sci. and Technol., 22(3), 035705. https://doi.org/10.1088/0957-0233/22/3/035705

Li Q., Gao Y., Wang H., Li B., Liu, C., Yu, G., & Mu, X. (2012). Comparison of different alkali-based pretreatments of corn stover for improving enzymatic saccharification. Bioresource Technol., 125, 193–199. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.08.095

Segmehl, J. S. (2017). Wood and wood-derived cellulose scaffolds for the preparation of multi-functional materials (190 p.) [ETH Zurich; Application/pdf]. https://doi.org/10.3929/ETHZ-B-000230544

Shi, J., Lu, Y., Zhang, Y., Cai, L., & Shi, S. Q. (2018). Effect of thermal treatment with water, H2SO4 and NaOH aqueous solution on color, cell wall and chemical structure of poplar wood. Scientific Reports, 8(1), 17735. https://doi.org/10.1038/s41598-018-36086-9

Sun, Y., & Cheng, J. (2002). Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: A review. Bioresource Technol., 83(1), 1-11. https://doi.org/10.1016/S0960-8524(01)00212-7

Wachter, I., Tomas, S., & Rolinec, M. (2019). Optimization of Two-Step Alkali Process of Lignin Removal from Basswood. Research Papers Faculty of Materials Science and Technology Slovak University of Technology, 27, 153–161. https://doi.org/10.2478/rput-2019-0016

Zhu, M., Song, J., Li, T., Gong, A., Wang, Y., Dai, J., Yao, Y., Luo, W., Henderson, D., & Hu, L. (2016). Highly Anisotropic, Highly Transparent Wood Composites. Advanced Materials, 28(26), 5181–5187. https://doi.org/10.1002/adma.201600427

An artificial intelligence approach to classify archaeological wood charcoals: introduction of a case study with southern African Prehistoric charcoals

PUECH Elysandre[1,2], COLI Vanna Lisa[1], CORNELI Marco[1,3], LE ROUX[1] Quentin, THERY-PARISOT Isabelle[1]

[1]Université Côte D'Azur, CNRS, CEPAM, UMR 7264, Nice, France
[2]Evolutionary Studies Institute, University of the Witwatersrand, Johannesburg, 2050, South Africa
[3]INRIA, Maasai, CNRS, LJAD UMR 7351, Nice, France
elysandre.puech@cepam.cnrs.fr

Key words: Archaeological Wood Charcoal, Artificial Intelligence, 2D images, Deep Neural Networks, Southern Africa

Context and objectives

Wood anatomy of species-rich biomes

The study of archaeological wood charcoal remains allows documenting past vegetation, as well as fuelwood management of past societies (*e.g.* Asouti and Austin 2005). The structure of the wood, characteristic of the taxa, is preserved after carbonization and the methods of identification of charcoal fragments are based on descriptions of wood anatomy observed with microscope instruments. The taxonomic identification of charcoal is an inherent step in any anthracological analysis, but it can be challenging in some parts of the world with rich woody species, as tropical or subtropical areas. A combination of several anatomical criteria, or features, is necessary to describe a charcoal specimen (Wheeler *et al.* 1989). Regions with rich woody species are characterised by a high level of similar morphological characteristics that often limit wood identification at the family level, especially when archaeological charcoals are not well preserved, or very fragmented (*e.g.* Höhn and Neumann 2018).

Example of southern African wood charcoals

Charcoal remains are remarquably preserved and abundant in the archaeological site of Bushman Rock Shelter (BRS) located in the Limpopo basin in South Africa (Porraz *et al.*, 2015). Their analyses in the Later Stone Age layers allow, in particular, documenting human behaviour and adaptation regarding wood use as a fuel during the critical climatic period of the Late Pleistocene / early Holocene transition *ca.* 11 700 yrs. cal. BP (Fig. 1, Puech *et al.* 2021).

In the southern African interior plateau in central Limpopo, the richness of the native woody plants is estimated to include more than 950 ligneous species for the area (Thuiller *et al.* 2006, Schmidt *et al.* 2007). The diverse climatic regimes and landforms that characterize the region also contribute to the high *inter*- and *intra*-specific variability in wood anatomy, intrinsically linked to the physiological conditions of tree growth. Therefore, the accuracy of identification and reliability of reconstruction of past woody vegetation depend on the degree of knowledge of the anatomy of the taxa and the ecology of the current vegetation. However, there is currently no comprehensive atlas or identification key for the study area that takes into account both the wide diversity of woody species and their anatomical variability. Following standard protocol, new specimens of actual wood branches were collected to complete the existing comparison charcoal collection for the study area (Puech 2022). For each specimen sampled, systematic

anatomical descriptions and micrographs were processed with optical reflected light microscope as well as scanning electron microscope (SEM).

Fig. 1: Location, landscape and stratigraphic sequence of BRS site

(adapted from Porraz *et al.*, 2015, Puech *et al.*, 2021)

Exploring an artificial intelligence approach

Both measurement techniques and observation instruments continuously improve, allowing researchers to better characterise artefacts and bioarcheaological remains. In particular, new methods of artificial intelligence (AI), machine learning (ML) and computer graphics in general, recently contributed to raise the interpretative potential of historical and archaeological data. In this regard, the recent research project *Arch-AI-Story* (dir. I. Théry-Parisot, CEPAM) aims, among others, to automate the identification of diverse remains by deploying shape recognition and classification algorithms in the context of supervised learning.

In very general terms, AI can perform a wide class of tasks, such as classification or object detection, through the analysis of digital images (2D, 3D, SEM, Tomography, *etc.*) from different domains: rock art and wall painting, manuscripts, archaeological archives of biological (wood, seeds, bones) and geological (flint, ceramics) origin, among others. In each of these contexts, new heterogeneous, incomplete, discontinuous and even possibly biased datasets are useful for the AI community that exploits them for its own developments (see the Pl@ntNet project for an example, Joly *et al.* 2016). Thus, the research activity emerging from the interdisciplinary project *Arch-AI-Story* represents a conceptual and practical advance for both archaeological, historical and textual sciences, on the first hand, and mathematical modelling and AI, on the other hand.

As part of the launch of the *Arch-AI-Story* project, datasets of charcoal micrographs and descriptions from the reference collection acquired around the BRS site were made available to test the potential of AI use for the taxonomic classification of archaeological charcoals in the area. If the purpose is not to replace the skill of the wood anatomists, it could be a useful tool to overcome the lack of reference collections and descriptions for rich woody area as well as to discriminate selected similar taxa with ecological interest. The framework of this first approach on southern African wood is structured as follows:

- Task 1: Mapping of data sets / Definition of corpus standardization methods / Creation of specific data banks;
- Task 2: Adaptation and development of machine learning/modelling/simulation algorithms;
- Task 3: Return on the corpus and reinterpretation of historical and archaeological datasets.

Here we present Task 1 and the progress on Task 2.

Material and methods

Dataset of 2D charcoal micrographs from southern African woods

The modern wood charcoal specimens currently include 83 specimens (20 families, 57 genius and 73 species) and are examined according to the three natural wood sections (*i.e.* transverse, radial, and tangential), for standard observation with:

- a reflected light microscope (100x, 200x, and 500x magnification) performed at the CEPAM, University Côte d'Azur (Fig. 2 left) ;
- a scanning electron microscope (SEM) allowing higher magnification and resolution (up to 5000x for some anatomical characters), performed on the CCMA EM Core Facility, University Côte d'Azur (Fig. 2 right).

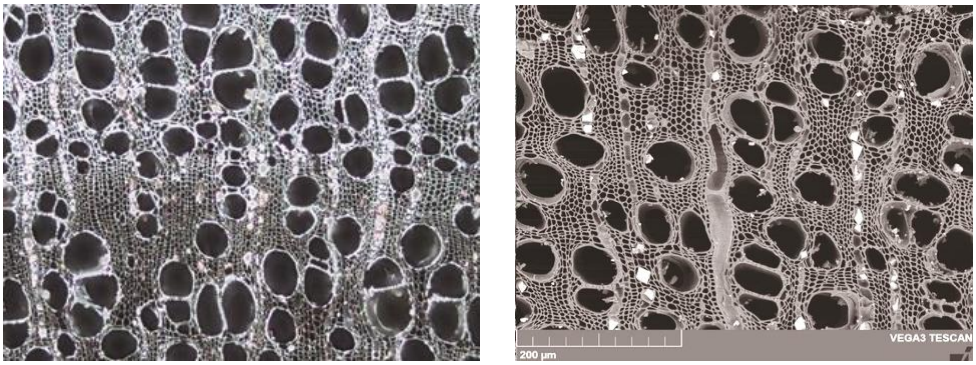


Fig. 2: Micrographs of modern wood charcoal from the reference collection (*Searsia rigida* var. *margaretae*) with an optical microscope (left) and a SEM (right)

All the images from the reference collection generated for the anthracological analysis of BRS have been uploaded to the online database ***Anatom-IA***, representing 1567 micrographs acquired by reflected light and SEM. Some members of the GDR 3544 Sciences du bois have initiated this image bank of wood anatomy within the framework of the Working Group "Imaging". It is a collaborative an interoperable tool dedicated to research and training in wood anatomy on the one hand and exploitable for anatomical identification based on AI and used for the *Arch-AI-Story* project (Fig. 3). To feed this image bank, it is necessary to fill in the metadata for each image, among which the geographical origin, taxonomy, anatomical section, magnification, microscope used, *etc.*, that is, more than 30 fields to fill per image.

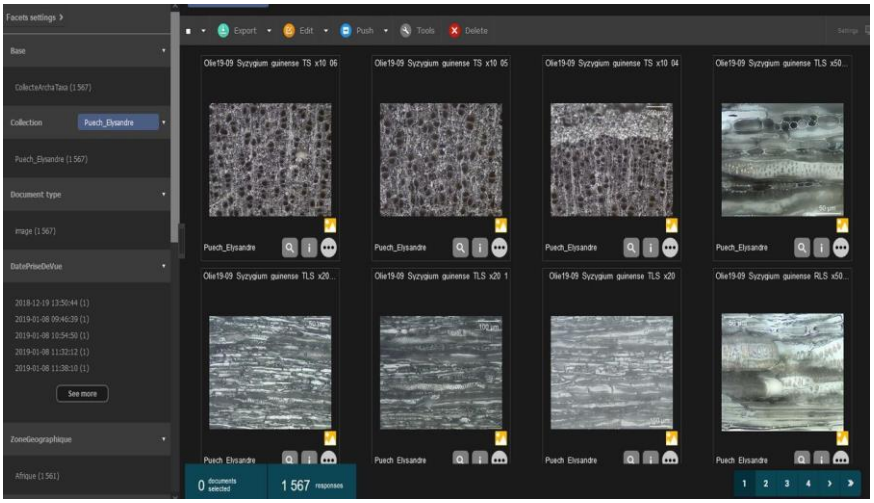


Fig. 3: Screen shot of the online image database Anatom-IA (https://mediasrv.cepam.cnrs.fr/prod/)

Dataset of anatomical features from southern African woods

The need to compile in a single database the various wood anatomical descriptions extracted from miscellaneous sources (field collection, bibliography and wood library) for the study area naturally arose in order to allow rigorous taxonomic identification while facilitating the work of bibliographic research. These descriptions, which include more than a hundred anatomical characters per specimen, are regularly updated and adjusted according to the International Association of Wood Anatomists (IAWA) (Wheeler *et al.*, 1989). They currently include the descriptions of 83 specimens from fieldwork sampling, as well as from the *ca.* 1800 southern African wood specimen extracted from the InsideWood online database (InsideWood 2004-onwards; Wheeler 2011).

Supervised learning: setup

First, we only focus on the transverse sections (TS) of the charcoal images, as done in similar works (*e.g.* Maruyama *et al.*, 2018, Menon *et al.*, 2019). On the reference collection, our aim is to train a classifier (i.e. a mathematical function whose parameters are learned) that can associate a specimen to its family based on the TS images available for that specimen. Due to the incredible performances of convolutional neural networks (CNNs) in 2D images classification, we decided to test some popular architectures such as ResNet, VGG or INCEpTION as classifiers to reinforce our identification process. Since the number of specimens/observations (83) is not much higher than the number of classes/families (20), data augmentation is required. In addition, a consequent pre-processing step is required first. For instance, all the SEM images need to be cropped in order to remove the metadata bar and only keep the raw microscope image (Fig. 4). Finally, several views exist for the same specimen at different magnifications, for which the model might not converge to an optimal solution, such as with an overfit model. Therefore, we need to inform the classifier that two images refer to the same specimen.

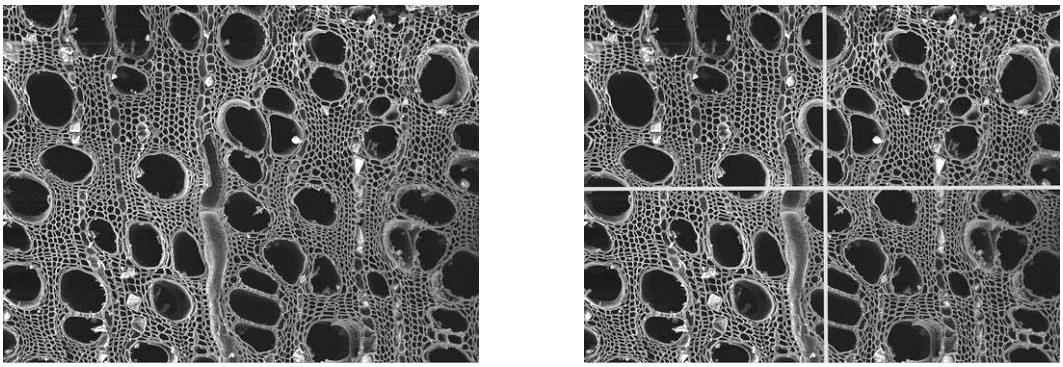


Fig. 4: Cropped version of the image in Fig. 2 (left) and data augmentation strategy by splitting (right).

The principle is to adapt the above-mentioned architectures in such a way to make them work in multi-view classification contexts. A simpler alternative is to consider a fixed magnification (*e.g.* 500x) for each specimen. In this way, data augmentation can be easily obtained by splitting an image into four sub-images for instance (Fig. 4). Although a higher number of sub-images could be extracted, a finer partitioning is not suitable as a global view of the anatomical features would be lost, such as the vessels density and distribution. However, due to imbalanced class number, some transfer learning techniques are nevertheless required by either fine-tuning the layers of the pre-trained CNN, or by using the CNN as a visual (anatomical) features extractor.

Expected results, comments and perspectives

Based on the results obtained by other authors on their modern collections of wood micrographs, we expect our models to yield high classification accuracies. At a latter point, longitudinal anatomical sections (radial and tangential) should be included with the development of the data augmentation process to strengthen the overall identification process. In this first project stage, we evidenced the importance of understanding how to pre-process (or not) both the optical and the SEM images to allow a classifier to deal with both dataset without introducing bias based on the acquisition method. Furthermore, it is worth mentioning that the taphonomy of archaeological charcoals (biotic and abiotic alterations before and after wood combustion) may limit the performance of the classifier in the first exploratory tests with archaeological charcoal images (see *e.g.* Rosa da Silva *et al.* 2022). This issue will be addressed at the later stage of the project, once the important taxa (family or tribe/genus) have been identified as those to focus on, while reflecting the data available to train the algorithm.

Acknowledgements

The authors greatly acknowledge the CCMA (Centre Commun de Microscopie Appliquée Université Côte d'Azur, Microscopy and Imaging platform Côte d'Azur, MICA) and in particular François Orange, who carried out the settings for the acquisition of the SEM images**.** Anne Lavalette and Anna Dupleix (Alt R&D) as well as Antoine Pasqualini **(**CEPAM, Université Côte d'Azur) are hereby thanked for supervising the editing of the southern African charcoals images in the Anatom-IA database**.** Least but not last, the authors acknowledge all the past students who worked on the data set, including Elias Bughsn, Martiros Yeghiazaryana and Evariste Njomgue in the framework of their master project at the University Côte d'Azur**.**

References

Asouti E., Austin P. (2005). Reconstructing woodland vegetation and its exploitation by past societies, based on the analysis and interpretation of archaeological wood charcoal macro-remains. Environmental Archaeology, 10(1), 1-18.

Höhn A., Neumann K. (2018) Charcoal identification in a species-rich environment: The example of Dibamba, Cameroon. IAWA Journal 39, 87-S47.

IAWA Committee, Wheeler E.A., Baas P., Gasson P.E. (1989) IAWA list of microscopic features for hardwood identification: with an appendix on non-anatomical information. IAWA Bull. n.s. 10, 219–332.

InsideWood (2004-onwards) Published on the Internet. http://insidewood.lib.ncsu.edu/search [10.10.2022].

Joly A., Bonnet P., Goëau H., Barbe J., Selmi S., et al. (2016). A look in- side the Pl@ntNet experience. Multimedia Systems, Springer Verlag, 22 (6), pp.751-766.

Maruyama T.M., Oliveira L.S., Britto Jr A.S., Nisgoski S. (2018). Automatic classification of native wood charcoal. Ecological Informatics, 46, 1-7.

Menon L.T., Laurensi I.A., Penna M.C., Oliveira L.E., Britto A.S. (2019, June). Data augmentation and transfer learning applied to charcoal image classification. In 2019 International Conference on Systems, Signals and Image Processing (IWSSIP) (pp. 69-74). IEEE.

Porraz G., Val A., Dayet L., De La Peña P., Douze K., Miller C.E., Murungi M.L., Tribolo C., Schmid V.C., Sievers C. (2015) Bushman Rock Shelter (Limpopo, South Africa): A perspective from the edge of the highveld. The South African Archaeological Bulletin 70, 166–179.

Puech E., Bamford M., Porraz G., Val A., Théry-Parisot I. (2021) Evaluating sampling methods in charcoal-rich layers and high diversity environment: A case study from the Later Stone Age of Bushman Rock Shelter, South Africa. Quaternary International, Anthracology: Charcoal Science in Archaeology and Palaeoecology 593–594, 36–49.

Puech E. (2021) Analyse des charbons de bois archéologiques de la séquence Later Stone Age du site préhistorique de Bushman Rock Shelter, Limpopo, South Africa : du terrain au travail de laboratoire. *Récit de terrain*. *Antipodes, Annales de la Fondation Martine Aublet*.

Rosa da Silva N., Deklerck V., Baetens, J.M. et al. (2022) Improved wood species identification based on multi-view imagery of the three anatomical planes. Plant Methods 18, 79

Schmidt E., Lotter M., McCleland W. (2007) Trees and Shrubs of Mpumalanga and Kruger National Park. Second edition. Jacana Media.

Thuiller W., Midgley G.F., Rougeti M., Cowling R.M. (2006) Predicting patterns of plant species richness in megadiverse South Africa. Ecography 29, 733–744.

Wheeler E.A. (2011) InsideWood - a web resource for hardwood anatomy. IAWA Journal 32 (2): 199-211.

Expérimentation test d'un outil numérique d'aide à l'apprentissage de l'identification des essences de bois

DA COSTA Daniele Cristina[1], HADDOUCH Naoufal[1], LAQUAY Florian[1], MICHAUD Franck[1]

[1]LIMBHA, Ecole Supérieure du Bois, Rue Christian Pauc, F-44306 Nantes, France
franck.michaud@esb-campus.fr

Mots clefs : Essences de bois ; réseaux bayésiens ; incertitude ; identification ; transfert de connaissances

Contexte et objectifs

L'identification taxonomique du matériau bois est fondamentale pour assurer une application correcte du matériau, le contrôle des activités commerciales (espèces protégées notamment). Il existe à la fois de nombreuses essences et aussi plusieurs acteurs avec des niveaux de compétences différents (de l'apprenant au sachant) et des besoins variés (construire une réponse, faire une vérification, assurer une traçabilité, confirmer une expertise, former un nouveau public). Il existe un certain nombre d'approches parmi lesquels les chiens renifleurs, la macroscopie, les réactifs chimiques, la spectroscopie proche infrarouge, l'ADN, la machine vision, la spectrométrie de masse, analyse isotope qui apportent des solutions. Toutefois cela ne va pas sans certains inconvénients comme l'absence d'apprentissage, des coûts élevés, le besoin de personnel qualifié, l'aspect boite noire, la non transférabilité en entreprise, la non interprétabilité de résultats, le caractère destructif ou encore les limites cognitives. La nécessité d'une approche pratique, in situ, est renforcée par la variabilité et le risque d'erreur liés à l'observation du vivant ainsi qu'au fait que la pièce de bois a pu être modifiée par rapport à son origine ou tout simplement présente un état de surface altéré (ou impropre à l'analyse d'image).

Notre but est de poursuivre la mise en place d'une approche pragmatique d'apprentissage de la reconnaissance et de l'identification d'essences de bois (Bodineau et Michaud, 2020). Un outil numérique basé sur les réseaux Bayésiens a été conçu pour accompagner la démarche de formation pratiquée et donner à l'utilisateur une certaine autonomie (Baudrit et al, 2022). La démarche étant centrée sur l'utilisateur, une première expérimentation a été réalisée afin d'ajuster le système.

L'objectif est de tester l'expérience de l'utilisateur et ainsi l'ergonomie et la performance de cette approche structurée comme une enquête. Le déroulé du travail se résume à : « Quels sont les paramètres qui influencent le plus la réponse ? ». Ce premier test permettra d'identifier les actions à mener et les évolutions à apporter pour finaliser et obtenir un outil pleinement fonctionnel.

Matériel et méthode

Un plan d'expérience basé sur la méthode Tagushi, de type L8 (16), a été défini avec 4 facteurs à deux niveaux (Tab. 1). Pour le facteur 1 (F1), deux groupes ont été constitués : le premier (niveau 1 : faible) se compose de personnes extérieures aux sciences du bois alors que le second correspond a des élèves ingénieurs ayant une formation académique minimale à l'anatomie du bois et la reconnaissance des essences. Chaque groupe est constitué de 3 individus. Un minimum de 2 échantillons de chacune des 4 variantes suivantes a été considéré par test : brut/mauvais ; raboté/bon ; brut/bon ; raboté/mauvais.

Tab. 1 : Plan d'expérience – facteurs et niveaux

Facteur/Niveau	Connaissance préalable de l'utilisateur (F1)	Nombre de répétition (F2)	Etat de surface – finition (F3)	Qualité de l'échantillon (F4)
1	faible	1	brut	mauvais
2	moyenne	2	raboté/poncé	bon

Un panel d'essences variées a été choisi parmi la base de données complète de 60 essences qui est associé à l'outil numérique. Les 10 essences tests sont le Douglas et Pin d'Oregon (*Pseudotsuga menziesii*), le Sapin (*Abies alba*), l'Epicéa (*Picéa abies*), le Peuplier (*Populus spp.*), le Hêtre (*Fagus sylvatica*), le Frêne (*Fraxinus excelsior*), le Chêne (*Quercus robur*), l'Ipé (*Handroanthus spp.*), le Sipo (*Entandrophragma utile*) et le Cèdre de l'Atlas (*Cedrus atlantica*).

Le choix s'est fait à la fois sur des essences avec des caractéristiques proches (Epicéa versus Sapin) et d'autres très éloignés (Ipé versus Peuplier). Par ailleurs pour le facteur F4 Qualité certains échantillons dégradés ont été volontairement introduits dans le panel.

Tab. 2 : Extrait des 60 essences de bois de la base de données simplifiée (construite avec des experts du domaine) associée à l'outil numérique (réseau Bayésien).

	Nom commun	Nom scientifique	Origine géographique	Feuillus/Resineux	Feuillus ZIP/semi/diffu	Rayons ligneux visible	Transition brutale ou	COULEUR2	TOUCHER 1
QUESTION	Quel est le nom commun?	Quel est le nom botanique (latin)?	Y-a-t-il la présence de cernes d'accroissement annuel?	Y-a-t-il la présence de vaisseaux (pores abondants)?	Parmi les trois(ou plus) propositions laquelle se rapporche le plus de ce que vous pouvez observer?	Y-a-t-il des rayons ligneux (parenchymes radiaux) visibles à l'œil en bois de bout et sur les faces?	Si vous avez observez la transtion entre deux parties du cerne : est-ell abrupte ou plutôt progressive	Quelle coloration distinctive pouvez vous observez?	Testons le poids la densité: cet echantillon vous le qualifieriez de lourd ou léger?
réponse			OUI; NON; JE SAIS PAS	OUI; NON; JE SAIS PAS	schema ZIP; SCHEMA semi poreux; schema diffus; je ne sais pas	OUI; NON; JE SAIS PAS	OUI; NON; JE SAIS PAS	blanc creme; jaune clair; jaune foncé; brun clair; brun foncé;	JE SAIS PAS; LOURD (ne flotte pas >1); MI-LOURD(entre 0,7 et1) MOYEN (entre 0,5 et 0 ,7); LEGER (entre 0,5 et 0,3); TRES LEGER (<0,3)Balsa)
ordre préférentiel			10	11	12	13		2	
Fiabilité de la réponse			100	100	100	100		10	
N°	correspondance 100%	correspondance 100% avec Colonne B			F		E;F;G		
1	Pin Maritime	*Pinus pinaster*	OUI	NON	NON	NON	OUI cernes bien marqu	jaune veiné de brun ro	moyen
2	Pin sylvestre	*Pinus sylvestris*	OUI	NON	NON	NON	OUI cernes bien marqu	jaune brun rosatre	moyen
3	Epicea	*Picea abies*	OUI	NON	NON	NON	PROGRESSIF	blanc creme	leger
4	Sapin	*Abies alba*	OUI	NON	NON	NON	OUI cernes bien marqu	blanc creme	leger
5	Douglas	*Pseudotsuga menziesi*	OUI	NON	NON	NON	OUI cernes bien marqu	brun rosatre	moyen
6	Chêne	*Quercus robur, petrea*	OUI	OUI	ZIP	OUI	oui	brun clair	mi-lourd
7	Chataigner	*Castanea sativa*	OUI	OUI	ZIP	NON	oui	jaune à brun jaunatre	moyen
8	Frene	*Fraxinus excelsior*	OUI	OUI	ZIP	NON	oui	blanc creme qui jaunit	moyen
9	Robinier	*Robinia pseudoacacia*	OUI	OUI	ZIP	NON	oui	brun jaune	mi-lourd
10	Orme	*Ulmus*	OUI	OUI	ZIP	NON	oui	brun rosatre	moyen
11	Noyer	*Juglans regia*	OUI	OUI	SEMI	NON	non	brun	moyen
12	Merisier	*Cesarus ou Prunus avi*	OUI	OUI	SEMI	NON	oui	jaune oranger - rougea	moyen
13	Hetre	*Fagus sylvatica*	OUI	OUI	DIFFUS	OUI	oui	brun clair (oranger)	mi-lourd
14	Peuplier	*Populus*	OUI	OUI	DIFFUS	NON	non	blan creme	leger
15	Erable sycomore	*Acer pseudoplatanus*	OUI	OUI	DIFFUS	NON	non (sauf si poncé fin)	blan creme	moyen
16	Charme	*Carpinus betulus*	OUI	OUI	DIFFUS	NON	non (sauf si poncé fin)	blan creme	mi-lourd
17	Iroko	*Milicia excelsa ou regi*	NON	OUI	DIFFUS	non	non	brun jaune à foncé	moyen
18	Moabi	*Bailonella toxisperma*	NON	OUI	DIFFUS	non	non	brun rouge	mi-lourd
19	Movingui	*Distemonanthus Bentl*	NON	OUI	DIFFUS	non	non	jaune à brun jaune	mi-lourd
20	Sapelli	*Enthodrophragma cili*	NON	OUI	DIFFUS	non	non	brun rouge (rosatre à	moyen
21	Teck Amérique	*Tectona grandis*	NON	OUI	ZIP	non	oui	brun jaune	moyen
22	Teck Asie	*Tectona grandis*			ZIP	non	oui		
23	Eucalyptus	*Eucalyptus grandis*	NON	OUI	DIFFUS	non	non	rose pale à brun rouge	moyen
24	Palmier	*Arecacea*	NON	OUI	DIFFUS	non	non		tléger
25	Ipe	*Tabebuia*	NON	OUI	DIFFUS	non	non	brun (jaunatre à olive)	lourd

La base de données, extrait en Tab 2., établit un n-uplet spécifique à chacune des essences qui correspond à une réponse simple (parmi un choix limité) pour chacune des questions (de type QCM). Les 14 questions s'inscrivent dans la logique de l'enquête « identification d'une essence » et sont présentées à la Fig 1.

Lors de l'expérimentation, aucune interaction n'a été faite avec l'utilisateur et les échantillons ont été transmis un à un. Une exception a été faite avec la présence de deux pièces de bois complémentaires, identiques en forme mais de densités très différentes (légère 0,45 et lourde 1,04) pour faciliter l'estimation de ce critère. Le modèle mathématique initial pour l'analyse est

le suivant, avec une réponse Y (l'interaction explicite F1F2 a pour objet de mesurer l'efficacité d'apprentissage via la répétition) :

$$Y=l+F_1+F_2+F_3+F_4+F_1F_2$$

Résultats et discussion

L'analyse du plan d'expérience a permis :

- de façon significative de discriminer la qualité de réponse en fonction de F1 qui est le facteur associé à un niveau préalable de connaissance en anatomie de l'utilisateur.
- La confirmation de la possibilité d'atteindre un résultat positif tout en ayant une connaissance lacunaire : couplage de la possibilité de répondre « je ne sais pas » et du croisement des réponses qui peuvent permettre une réponse unique ou plus ou moins probable.

Pour les autres facteurs l'analyse statistique n'est pas suffisamment probante ou du moins significative pour notamment les raisons suivantes :

- Certaines questions comme la couleur (ligne 2, Fig 1.) sont à la fois faciles à répondre, discriminantes et potentiellement peu fiables.
- La proéminence du facteur 1 « cache » l'influence des autres paramètres.
- Les utilisateurs ont pu notifier leur besoin d'aide sur un certain nombre de questions ce qui traduit leur difficulté (colonne aide de la Fig 1.)

	Questionaire	Aide?	Réponse 1	Réponse 2	Réponse 3	Réponse 4	Réponse 5	Réponse 6
1	**Situation de l'échantillon**		**brut/bonne**	**raboté/mauvaise**	**brut/mauvaise**	**brut/mauvaise**	**raboté/bonne**	**raboté/bonne**
2 (6)	Globalement, quelle couler distinctive pouvez-vous observer?	☐	Blanc/Creme	Brun/Clair	Brun/Rose	Jaune/Brun	Brun/Foncé	Brun/Foncé
3	Selon la pièce de bois dont vous disposez pouvez-vous distinguer une seule couleur clair MONOCLAIR ou alors soit une couleur foncé ou deux colorations (qui traduiraient un aubier et duramen distincts) ?	☑	MonoClair	Bicolore	Je ne sais Pas	Bicolore	Je ne sais Pas	Je ne sais Pas
4	Etes-vous en mesure d'observer un motif sur une des faces (maille en transversal ou veinage en vertical) ?	☑	Oui Clair	Oui Fonce	Je ne sais pas	Oui Clair	Oui Fonce	Oui Fonce
5 (1)	Y-a-t-il la présence de cernes d'accroissement annuel (Bois tempéré ou Bois Tropical)?	☐	Oui	Oui	Oui	Oui	Non	Je ne sais pas
6 (2)	Pouvez-vous observer des vaisseaux ou pores abondants (distinction feullus ou résineux) ?	☐	Non	Oui	Je ne sais pas	Non	Oui	Non
7 (4)	Dans la cas de la présence d'un cerne d'accroissement, comment qualifieriez-vous la transition entre les deux zone: est-elle abrupte ou plutôt progressive (ou absente=Non) ?	☑	Non	Oui	Je ne sais pas	Progressif	Non	Je ne sais pas
8 (3)	Si vous avez observez des vaisseaux sont-ils réparties selon une Zone Initiale Poreuse, une progressivité de type zone semi-poreuse ou complétement aléatoirement : Porosité Diffuse ? En l'absence de vaisseaux répondre Non	☐	Non	Zip	Je ne sais pas	Non	Diffus	Je ne sais pas
9 (5)	Y-a-t-il des rayons ligneux visibles (lignes continue allant du cœur à l'écorce ou traversant toute la pièce) à l'œil nu en bois de bout et/ou leur projections sur les faces (traits réguliers) ?	☐	Non	Oui	Non	Non	Non	Je ne sais pas
10	Testons la dureté: ce bois est-il tendre ou dur (avec votre ongle pouvez-vous facilement le marquer)?	☐	Tendre	Dur	Dur	Tendre	Dur	Dur
11 (7)	Testons la masse, la densité : comment qualifieriez vous votre bois Lourd (ne flotte pas), Mi-lourd (entre 0.7 et 1), Moyen(entre 0.5 et 0.7), Léger (entre 0.5 et 0.3) ?	☐	Moyen	Mi-lourd	Mi-lourd	Moyen	Lourd	Moyen
12	Etes-vous en mesure de distinguer un élément approchant les propositions suivantes?	☑	etc	etc	Je ne sais pas	etc	etc	etc
13	Après avoir gratté légèrement la surface, êtes-vous en mesure de distinguer une odeur particulière?	☐	Neutre	Neutre	Légère	Neutre	Neutre	Neutre
14	En passant votre main sur la surface (hors motifs ou coupe grossiere): quelle sensation prédomine lisse, rugueux, soyeux?) gras? Froid/chaud	☑	Rugueux	Lisse	Rugueux	Rugueux	Lisse	Lisse
15	Avez-vous une information sur l'origine d'approvisionnement de votre matériau bois ?	☐	Non	Non	Non	Non	Non	Non
	Echantillon fourni		29- Epicea	35- Chene	34 - Hetre	Douglas	25- Ipe	21- Sipo
	Résultat du logiciel		100% Epicea	100% Chene	33,33% Douglas 33,33% Orme	100% Douglas	100% Ipé	100% Douglas
	Conclusion		Correct	Correct	Incorrect	Correct	Correct	Incorrect

Fig. 1 : Exemple du test d'un individu du groupe avec connaissance préalable (F1, moyenne) – questions, réponses et résultat final obtenu par l'outil basé sur les réseaux Bayésiens.

Conclusion et perspectives

La démarche basée sur un outil numérique d'aide à l'identification des essences montre un potentiel d'accompagnement à l'apprentissage intéressant. Le déploiement de

l'expérimentation a été limité en nombre d'utilisateurs, en nombre d'essences et sur une version simplifiée de l'outil car l'utilisateur n'avait accès qu'au questionnaire et pas à l'outil directement. Ceci ne permet pas ni une approche itérative, ni interactive avec l'utilisateur. En effet à chaque réponse l'outil produit une probabilité d'occurrence pour l'ensemble des essences disponibles dans la base. Par ailleurs, aussi simplifié soient-elle les questions et surtout les réponses possibles ne sont pas nécessairement explicites pour tous les utilisateurs.

Certaines évolutions ont été imaginées à la conception de la démarche et ce travail préliminaire permet de valider les points suivants :

- Chaque question doit pouvoir proposer une aide à la compréhension du concept abordé, de même que les réponses doivent faire l'objet d'une « illustration concrète ou applicable à l'observable » (par exemple pour la couleur, l'accès à une palette limitée rendrait moins subjective l'association de la couleur observée avec les mots employés).
- L'introduction de l'observation itérative de la réponse probabiliste couplé à la possibilité d'interagir permettra d'introduire une auto-vérification et une plus grande jouabilité et ergonomie, facteurs propices à l'amélioration du temps de pratique, à la qualité de la réponse et donc des apprentissages. Par exemple, l'accès à l'ensemble des critères (n-uplets) correspond aux essences ayant obtenues les probabilités les plus élevées permet de contrôler la réponse par reconnaissance.
- Une expérimentation étendue (nombre d'individus) sur une version mise à jour selon les points précédents doit être mise en œuvre pour traiter la question des facteurs F2, F3 et F4. En particulier les facteurs liés à l'état de surface ou la dégradation de l'observable sont cruciales. En effet, cette approche se base sur « les capteurs humains » et la contextualisation qui pourraient permettre de s'affranchir pour partie de la problématique d'une source de donnée « unique », suffisante et fiable (comme cela peut être le cas pour l'imagerie, ou une mesure physique).
- Enfin, à plus long terme, une fois l'outil numérique éprouvé, une approche par *Machine learning* permettra d'explorer la possibilité de règles de reconnaissances ou identifications associant clés dichotomiques classiques et indices ou caractéristiques pratiques.

Remerciements

Ce travail, réalisé par des élèves ingénieurs dans le cadre du projet de recherche de leur formation, s'appuie sur un développement informatique réalisé grâce à C. Baudrit et C. Fernandez (INRAE, I2M Bordeaux) avec l'aide des experts de la xylothèque de l'ESB.

Références

Baudrit C., Michaud F., Fernandez C., Munch M. (2022) Identifier et reconnaitre des essences de bois à l'aide d'un réseau Bayésien basé sur des indicateurs macroscopiques, Actes journées PFIA, Conférence Ingénierie des Connaissances, Mines de Saint-Etienne juin 2002, France.

Bodineau M. et Michaud F. (2020) L'apprentissage de la reconnaissance et de l'identification des essences de bois par une approche pratique et pragmatique : Du recueil à la représentation des connaissances, Actes Conférence: 9ème journées du GDR Sciences du Bois, Grenoble, 18-20 Novembre 2020.

Valorisation d'une solution réactive dégradée sous forme de résine pour la fabrication de panneaux de particules

DAMAY Jérémie[1, 2, 3], Emmanuel FREDON[3], GUYOT Alban[1,2], CANDELIER Kévin[1,2], PIGNOLET Luc[1,2], BRANCHERIAU Loïc[1,2], GERARDIN Philippe[3]

[1] CIRAD, UPR BioWooEB, F-34398 Montpellier, France.
[2] BioWooEB, Univ. Montpellier, CIRAD, Montpellier, France.
[3] Université de Lorraine, Inrae, LERMAB, F-54000 Nancy, France.
jeremie.damay@cirad.fr

Mots clefs : bois ; sapin ; panneaux de particules ; alcool furfurylique ; résine ; recyclage ; valorisation ; caractérisation

Contexte

La fabrication de composites bois massif – polymère constitue une alternative permettant de limiter l'emploi de molécules biocides et d'agents de stabilisation du bois. Pour cela, l'imprégnation d'une solution de traitement réactive, comme par exemple une solution d'alcool furfurylique, est réalisée dans un autoclave (Sejati et al. 2017). Lors de ce type de procédé, un grand volume de solution est nécessaire afin de remplir l'autoclave (espace entre les planches), mais une grande partie de celle-ci n'est pas imprégnée dans le bois, et constitue un déchet chimique à la fin du traitement. Cette solution est récupérée à l'issue de l'imprégnation, et peut être réutilisée dans certaines configurations. Cependant, dans le cas d'une solution à base d'alcool furfurylique, d'acide tartrique et d'eau, la solution n'est pas stable, et dès le lendemain de la première utilisation, la solution s'épaissit, et ne peut plus être réutilisée faute de garantir une homogénéité dans le traitement du bois. Cette solution dégradée est habituellement considérée comme un déchet chimique du procédé de modification chimique du bois. L'objectif de ce travail est donc d'évaluer le potentiel de valorisation de cette solution dégradée en tant que résine pour la conception de panneaux à base de bois. En effet, la solution dégradée à base d'alcool furfurylique a été combinée à de la sciure de bois de résineux pour la fabrication de panneaux de type panneaux de particules. Les alcools furfurylique et polyfurfurylique ont d'ailleurs déjà été utilisés pour la fabrication de panneaux, notamment par Trosa et Pizzi (1998), et Dao et Zavarin (1996).

Matériels et méthodes

La solution initialement utilisée pour la modification chimique du bois est composée d'alcool furfurylique (85%), d'eau (10%) et d'acide tartrique (5%). Cette solution a été employée pour la fabrication des panneaux environ un mois après sa première utilisation (modification chimique de bois massif) ; de ce fait, la polymérisation des réactifs a commencé entrainant ainsi une augmentation de la viscosité de la formulation. Ce produit, appelé « solution réactive dégradée », est utilisé en tant que résine dans la fabrication de panneaux de particules.

Pour la fabrication des panneaux, sciure de sapin des Vosges (*Abies alba*) à une humidité de 7,1% et solution dégradée ont été mélangées manuellement à la spatule jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène se présentant sous la forme de sciure imprégnée. Les deux formulations [sciures : résine (m/m)] utilisées pour la conception de panneaux sont présentées dans le Tab. 1.

Tab. 1 : Composition des mélanges utilisés pour la fabrication des panneaux

Formules	Sciure de sapin	Solution dégradée (= résine)
1	100 g	50 g
2	100 g	100 g

La sciure imprégnée a ensuite été disposée sous forme de mat entre deux feuilles de papier sulfurisé dans une presse chauffante. L'épaisseur finale des panneaux a été réglée précisément à l'aide de cales en acier. Deux épaisseurs de panneaux ont été testées, 5 et 10 mm, ce qui correspond à un taux de compression d'environ 6 et 3 par rapport au mat initial, respectivement. Après fermeture de la presse, la température des plateaux a été augmentée jusqu'à 150°C (15±2 minutes de montée en température), maintenue pendant une heure, puis la chauffe a été stoppée afin de permettre le refroidissement du panneau. Enfin, les panneaux ont été placés 24 h à l'étuve à 103±2°C pour stabilisation de leur masse. Les différentes étapes de la fabrication des panneaux sont récapitulées en images sur la Fig. 1.

Fig. 1 : Etapes de fabrication des panneaux. 1 : sciure et résine, 2 : sciure imprégnée de résine, 3 : préparation du mat, 4 : panneau après pressage, 5 : panneau après stabilisation

Premiers résultats et perspectives

Les panneaux fabriqués présentent un bel aspect et leurs propriétés sont en cours de caractérisations (physique, mécanique et durabilité). Les panneaux contenant davantage de résine (formule 2) présentent une couleur plus foncée. Les panneaux comprimés à 5 mm semblent être plus résistants que ceux comprimés à 10 mm.

Les masses volumiques moyennes des panneaux fabriqués sont présentées sur la Fig. 2, et comparées à celle d'un panneau de particules commercial (panneau aggloméré hydrofuge de 10 mm d'épaisseur). Tout d'abord, les panneaux comprimés à 10 mm sont nettement moins denses que la référence commerciale. En revanche, les panneaux comprimés à 5 mm présentent une densité de 10 à 30% supérieure à celle du panneau aggloméré de référence. La compression à 5 mm conduit à des densités nettement supérieures par rapport à la compression à 10 mm. En effet, les densités ont été multipliées par 2,3 et 1,9 pour les formules 1 et 2, respectivement. De même, l'augmentation de la quantité de résine induit une augmentation de la masse volumique de 40% pour la compression à 10 mm et de 17% à 5 mm. Finalement, l'augmentation du taux de compression impacte davantage la masse volumique des panneaux que l'augmentation de la quantité de résine.

Différents essais de caractérisation des panneaux sont actuellement en cours de réalisation, notamment des mesures physiques : absorption d'eau et gonflement de l'épaisseur lié à l'absorption d'eau (EN 317), des tests mécaniques : détermination du module d'élasticité et de la résistance en flexion (EN 310), cohésion interne (traction perpendiculaire au plan du panneau, EN 319), dureté Brinell, ainsi que l'évaluation de la résistance à la biodégradation : attaque fongique et termites (XP ENV 12038 ; EN 117).

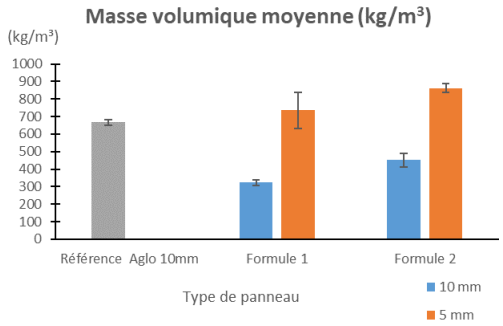


Fig. 2 : Masse volumique moyenne des panneaux en fonction de la charge en résine et du niveau de compression (après conditionnement à 20°C, 65% d'humidité relative)

Selon les résultats obtenus lors de la caractérisation des panneaux, il pourrait être intéressant de réduire la quantité de résine employée ou de faire varier l'épaisseur, c'est-à-dire le taux de compression. Enfin, des modifications dans la méthode de cuisson pourraient également être envisagées, tels que des changements de température, de durée du pressage, de période de stabilisation à l'étuve, tout ceci afin de limiter la consommation d'énergie, d'augmenter la capacité de production, tout en permettant d'obtenir des panneaux performants.

Références

Comité européen de normalisation (CEN) (1993) EN 317 Panneaux de particules et panneaux de fibres - Détermination du gonflement en épaisseur après immersion dans l'eau, 8 pages.

Comité européen de normalisation (CEN) (1993) EN 310 Panneaux à base de bois - Détermination du module d'élasticité en flexion et de la résistance à la flexion, 10 pages.

Comité européen de normalisation (CEN) (1993) EN 319 Panneaux de particules et panneaux de fibres - Détermination de la résistance à la traction perpendiculaire aux faces du panneau, 9 pages.

Comité européen de normalisation (CEN) (2003) XP ENV 12038 Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Panneaux à base de bois - Méthode d'essai pour déterminer la résistance aux champignons basidiomycètes lignivores, 25 pages.

Comité européen de normalisation (CEN) (2013) EN 117 Produit de préservation du bois - Détermination du seuil d'efficacité contre les termites européens du genre Reticulitermes (Méthode de laboratoire), 23 pages.

Dao L.T., Zavarin E. (1996) Chemically activated furfuryl alcohol-based wood adhesives - I. The role of furfuryl alcohol, Holzforschung, 50, 470-476.

Sejati P.S., Imbert A., Gérardin-Charbonnier C., Dumarçay S., Fredon E., et al. (2017) Tartaric acid catalyzed furfurylation of beech wood, Wood Science and Technology, 51 (2), 379-394.

Trosa A., Pizzi A. (1998) Industrial hardboard and other panels binder from tannin/furfuryl alcohol in absence of formaldehyde, Holz als Roh und Werkstoff, 56, 213-214.

Hétérogénéité et variabilité du bois homogène et sans défaut : cartographie de l'orientation des fibres dans le plan

DEMOULIN Leyne[1], POT Guillaume[1], DENAUD Louis[1], GIRARDON Stéphane[1], ROUX Benjamin[1], COTTIN Fabrice[1]

[1]Arts et Métiers Sciences et technologies, LABOMAP, Université Bourgogne Franche-Comté, HESAM Université, F-71250 Cluny, France
leyne.demoulin@ensam.eu

Mots clefs : bois, placage ; orientation des fibres ; peuplier ; hêtre ; caractérisation mécanique ; effet trachéide

Contexte et objectifs

L'utilisation de matériaux biosourcés est un enjeu d'avenir pour la transition écologique et solidaire, en particulier pour atteindre les objectifs de rénovation et modernisation énergétique dans le bâtiment (Fédération française du bâtiment 2015) et pour contribuer à la diminution des émissions de CO_2 des industries du transport. Dans le domaine du bois, une des méthodes connues et utilisées depuis plusieurs décennies pour mieux maîtriser les propriétés mécaniques des bois de structure est de recourir à des matériaux reconstitués comme le LVL (Laminated Veneer Lumber, (Hakkarainen et al. 2019) avec lequel il est possible de fabriquer des panneaux ainsi que des poutres structurelles. Grâce à un tri (ou classement) préalable des placages, les constituants et les matériaux reconstitués présentent une meilleure homogénéité et, par conséquent, des performances mécaniques améliorées comparativement au bois massif, en maîtrisant la variabilité de ces propriétés, en augmentant la stabilité dimensionnelle et en produisant des éléments de grandes dimensions.

Dans ce contexte, ce projet a pour objectif d'optimiser et d'homogénéiser des matériaux hétérogènes et variables (masse volumique, orientation des fibres) à base de bois par stratification pour des applications structurelles dans le transport.

Un premier paramètre à maitriser est celui de l'orientation des fibres dont l'impact est du premier ordre sur la rigidité et la résistance du placage. Est-ce que cette apparence de bois « sans défauts » ou appelé bois « sain » (sans nœud) n'est pas trompeuse ? Le but de cette étude est de quantifier la variabilité en termes d'orientation de fibres qui est susceptible d'exister au sein d'un même placage et entre des essences que l'on pense être homogènes et « sans défaut ».

La première étape est la caractérisation mécanique du placage (avant son assemblage). Pour cela, des essais en traction sont menés. Le choix de faire des essais de traction se justifie par la géométrie du placage (épaisseur relativement faible) ne permettant pas de reprendre de la compression (flambement). De plus, la présence de fissures et de déformées résiduelles (après séchage) rendent des essais en flexion non pertinents (section non constante et courbure variable).

Matériel et méthodes

110 éprouvettes de hêtre, provenant de placages issus du déroulage de plusieurs billons d'un même arbre et 15 éprouvettes de peuplier provenant d'un seul billon, ont été fabriquées via une machine de découpe laser (vitesse de découpe de 0.9 mm/s et puissance de 100 W) dans le sens des fibres selon les dimensions suivantes : 350 mm (longueur), 20 mm (largeur) et 2 mm (épaisseur). L'épaisseur est définie lors du procédé de déroulage. Environ 10 éprouvettes ont

été usinées à partir d'un même placage. Seules les éprouvettes visuellement « sans défauts » ont été retenues. Elles ont été scannées avec un système de mesure optique de l'orientation des fibres à haute résolution développé au LaBoMaP (JORUK). Le principe de cette machine de mesure est basé sur l'effet trachéide (Simonaho et al. 2002), qui repose sur la différence de propagation de la lumière entre la direction des fibres (haute diffusion) et toutes autres directions transverses à celle des fibre (faible diffusion). Ainsi, un faisceau laser parfaitement circulaire, dirigé perpendiculairement à la surface du bois, prend une forme allongée quasi-elliptique dont l'axe principal coïncide avec la direction locale des fibres. Cette méthode permet d'obtenir une information en surface de cette orientation, l'information contenue au sein de l'épaisseur restant, à ce jour, encore inconnue mais fait l'objet des travaux de thèse de Juliette Boivin (Boivin et al. 2021, thèse en cours).

L'éprouvette est maintenue par des mors durant l'essai de traction. La rupture se situant entre les deux points d'accroche, il n'est donc pas nécessaire de cartographier finement l'orientation des fibres sur toute l'éprouvette mais uniquement dans la zone d'intérêt. Ainsi, la réalisation des cartographies d'orientation des fibres se fait en divisant l'éprouvette en trois parties, les deux extrémités et la zone centrale possédant des résolutions différentes (Fig. 1) : les deux zones extrêmes de l'éprouvette sont scannées avec une résolution de 2*2 mm^2 et la zone centrale avec une résolution de 1*1 mm^2. Une résolution plus fine pour la zone centrale est faite pour comparer les valeurs d'angles avec les résultats obtenu avec des essais de traction en cours de réalisation. Une cartographie des deux faces est alors produite.

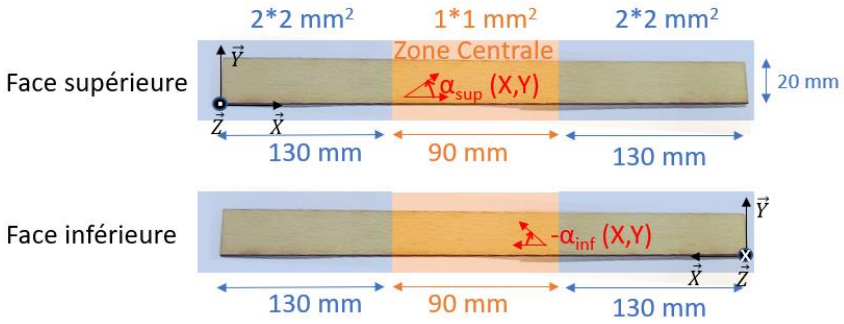


Fig. 1 : Résolution des mesures laser pour la face supérieure et inférieure

Les données de mesure de l'orientation des fibres sont traitées de la manière suivante. La valeur moyenne d'angle de la zone centrale est calculée pour les deux faces afin de pouvoir recaler les distributions d'angle à la valeur moyenne des deux faces. En effet, l'épaisseur des éprouvettes étant faible, les distributions des angles sont supposées identiques sur les deux faces de l'éprouvette. Les données sur les deux faces sont recalées (ajout d'une même constante à toutes les données d'une face) afin que la moyenne de chacune soit égale à la moyenne des deux distributions. Les valeurs pour la face supérieure sont ajustées selon l'Eq. 1 et pour la face inférieure selon l'Eq. 2. Ce recalage est fait pour contrer le biais inerrant au système de mesure (de l'ordre de 2.7°). Les éprouvettes choisies doivent avoir une orientation moyenne des fibres dans leur zone centrale comprise entre -5 et 5° afin d'être considérées « sans défaut ».

$$\alpha_{sup}(X,Y) = \alpha_{sup,brut}(X,Y) - \frac{\overline{\alpha_{sup,brut}} - \overline{\alpha_{inf,brut}}}{2} \quad (1)$$

$$\alpha_{inf}(X,Y) = \alpha_{inf,brut}(X,Y) + \frac{\overline{\alpha_{sup,brut}} - \overline{\alpha_{inf,brut}}}{2} \quad (2)$$

$\alpha_{sup}(X,Y)$ désigne la valeur des angles de la face supérieure après recalage tandis que $\alpha_{sup,brut}(X,Y)$ représente la valeur des angles sur la face supérieure brute, c'est-à-dire la valeur

d'angle mesuré par le système laser. Enfin, $\overline{\alpha_{sup,brut}}$ est la valeur moyenne d'angle sur la zone centrale supérieure. Les mêmes notations sont reprises pour la face inférieure.

Résultats et discussion

L'histogramme (Fig. 2) représente la répartition des écart-types de la zone centrale des éprouvettes sur la face supérieure pour le hêtre et le peuplier. La différence d'écart-type (donc de variation d'angle entre ces deux essences) est frappante (écart-type moyen de 1.97° pour le hêtre et 0.70° pour le peuplier). La ligne bleue correspond à un éprouvette de hêtre avec un écart-type relativement faible (0.97°) et celle en rouge une éprouvette de hêtre avec écart-type relativement important (2.6°)

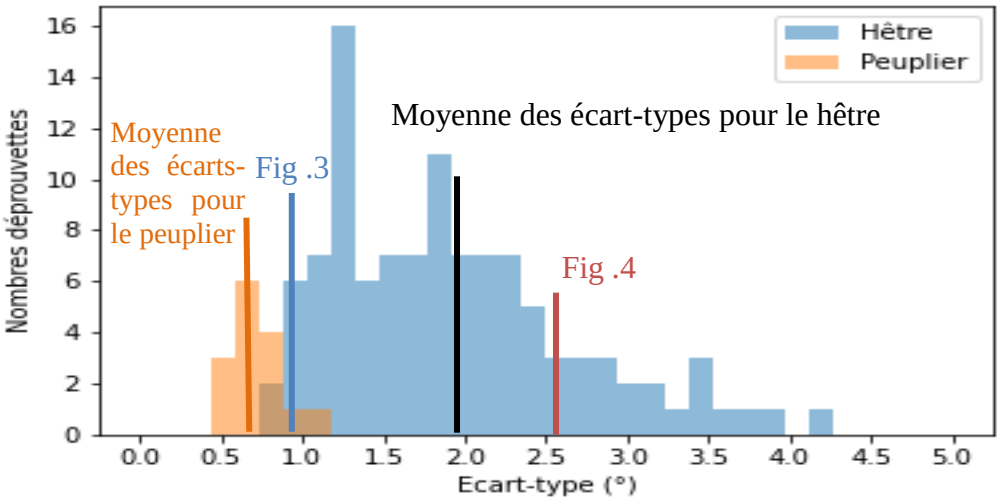


Fig. 2 : Histogramme de la répartition des écart-types d'angle pour la face supérieure,

Afin d'observer la répartition spatiale de l'orientation de fibres, des cartographies (représentant un cas avec un écart-type relativement faible ainsi qu'un écart-type relativement important) sont présentées Fig. 3a et Fig. 4a. Alors que l'amplitude d'échelle de couleur est la même, la cartographie d'angle (Fig. 4a) parait plus homogène, moins contrastée que la Fig. 4a. Au regard des Fig. 3 et Fig. 4, l'écart-type donne une indication sur la variation de l'orientation des fibres. Un bois qui apparait « sans défaut » a néanmoins une variation de l'orientation des fibres très faible. La répartition des angles est encore plus flagrante sur les diagrammes en violon (Fig. 3b, Fig. 4b). Pour le cas où l'écart-type est moindre (Fig. 3b), la répartition ressemble à une gaussienne. Dans le cas contraire (Fig. 4b), le diagramme en violon est plus large et montre deux pics ce qui montre bien la disparité et la variabilité au sein de cette éprouvette.

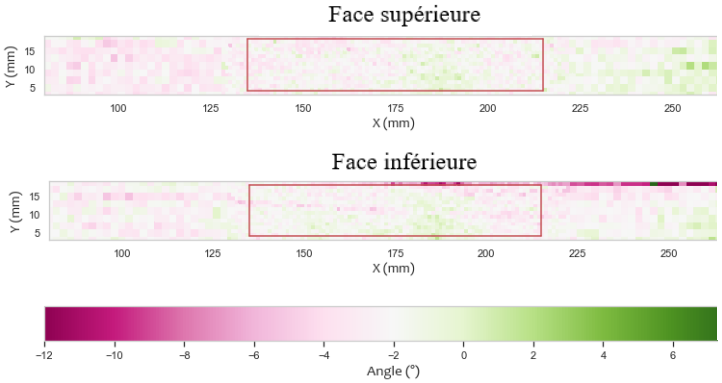


Fig. 3 (a) : Cartographie avec peu d'écart-type

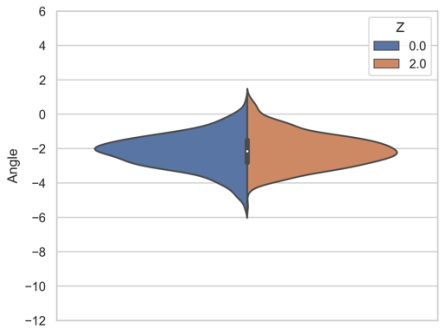


Fig. 3 (b) : Diagramme en violon (Z=2, face supérieure, Z=0, face inférieure)

Les diagrammes en violon ainsi que les cartographies d'angle montrent des répartitions légèrement différentes pour la face supérieure et inférieure. Ainsi, on observe également une légère variation de l'orientation des fibres dans la direction Z, ce malgré la faible épaisseur de 2 mm des éprouvettes.

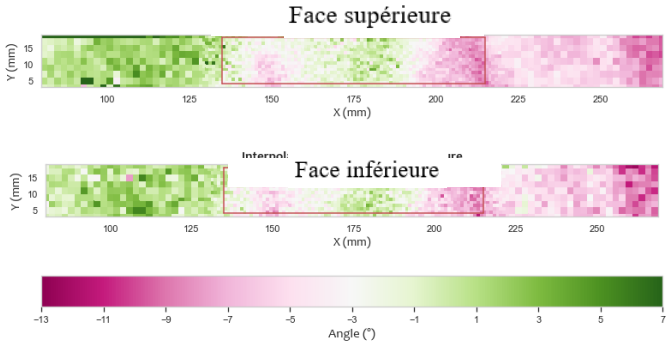


Fig. 4 (a) : Cartographie avec un écart-type important

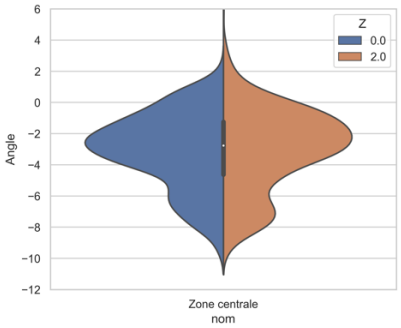


Fig. 4 (b) : Diagramme en violon

Conclusion et perspectives

Des variations d'orientation des fibres surfaciques significatives sont mesurées sur le hêtre alors même qu'elles ne sont pas visibles à l'œil nu. Néanmoins, la machine de mesure (par effet trachéide) permet d'observer ces variations sur du bois que l'on nomme comme visuellement « sans défaut ». Elle s'exprime par des écart-types de variation d'angle non négligeables et avec une distribution pouvant être différente d'une gaussienne. Une légère différence est aussi visible entre les deux faces de l'échantillon, c'est-à-dire dans l'épaisseur. Cependant, elle reste faible et tend à laisser penser, en première approche, qu'on peut supposer des orientations de fibres identiques entre face supérieure et inférieure. Un autre résultat de cette étude montre la différence de variabilité de l'orientation des fibres entre le peuplier et le hêtre, le peuplier paraissant beaucoup plus homogène en angle. L'étude du peuplier reste encore peu représentative (éprouvettes provenant d'un même placage) et sera enrichie prochainement avec de nombreuses éprouvettes provenant de différents arbres pour appuyer les premières observations. Enfin, il est prévu de mettre en parallèle ces résultats d'orientation des fibres surfaciques avec des propriétés mécaniques telles que le module d'Young et la résistance longitudinale obtenue en traction. Ces propriétés mécaniques seront déterminées par des essais de traction suivis par mesure de champs de déformation via un système de mesure par stéréo-corrélation d'images.

Remerciements

Ce travail est soutenu par le programme « Investissement d'Avenir », projet ISITE-BFC (contrat ANR-15-IDEX-003).

Références

Boivin J., Girardon S., Denaud L., Roux B., Teyssieux D., Froehly L. (2021) Détermination des propriétés du bois par interaction lumineuse. In Actes des 10e journées scientifiques du GDR 3544 Sciences du Bois. Vol. 10. Montpellier, France.

Fédération française du bâtiment (2015) Guide matériaux biosourcés.

Hakkarainen J., Linkosalmi L., Huovinen A., Vares S., Häkkinen T., Veikkola M. (2019) LVL Handbook Europe. Federation of the Finnish Woodworking Industries.

Simonaho S, Palviainen J, Tolonen Y, Silvennoinen R. (2002) Determination of wood grain direction from laser light scattering pattern. Optics and Lasers in Engineering 41 (1): 95-103.

Jumeau Numérique pour l'Enseignement Immersif et Interactif : JUmeau numérique du DEroulage

DENAUD Louis[1], PLOUZEAU Jeremy[2], VIGUIER Joffrey[1], GIRARDON Stéphane[1], YAICH Mariem[1], MARCON Bertrand[1], ROUX Benjamin[1]

[1] Arts et Metiers Institute of Technology, LABOMAP, HESAM Université, F-71250 Cluny, France,
[2] Arts et Metiers Institute of Technology, LISPEN, HESAM Université, F-71100, Chalon-sur-Saône, France
louis.denaud@ensam.eu

Mots clefs : Déroulage ; Jumeaux numériques ; placages ; formation

Introduction

L'objectif de l'appel à manifestations d'intérêt, « Démonstrateurs Numériques dans l'Enseignement Supérieur » (DemoES), lancé par l'Etat dans le cadre du PIA4 est d'identifier et d'accompagner des établissements d'enseignement supérieur prêts à devenir des démonstrateurs de toutes les dimensions de la transformation numérique (pédagogie, équipement, usages, etc.). 17 projets ont été sélectionnés en 2021, parmi lesquels figure JENII (Jumeau d'Enseignement Numérique, Immersif et Interactif pour 15M€ dont 9,5 de soutien), initiative portée par un consortium de quatre membres : Arts et Métiers, le CEA Tech, le Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM) et le Centre des études supérieures industrielles (CESI).

L'intérêt des jumeaux numériques et des technologies immersives RA/RV/RX (Réalités Augmentée, Virtuelle et Étendue) pour l'éducation et la formation est de créer de nouvelles formes d'environnements d'apprentissage au plus près des réalités professionnelles.

Parmi les JN des procédés portés par l'ENSAM, un concerne la transformation du Bois : JUDE pour Jumeau Numérique du Déroulage : un outil pour la compréhension, la formation et l'innovation à partir d'une ressource de bois locale

Pourquoi un JN ?

La plupart des fabricants (Raute, Cremona, …) dotent leurs lignes de nombreux capteurs sensés aider l'opérateur dans cette adaptation permanente mais aucun ne permet à l'opérateur d'observer et de comprendre les conséquences de ses choix. La complexité et la diversité des phénomènes physiques mis en jeux lors de l'usinage (approches dynamiques de la coupe, matériau hyper élastique, anisotrope, hétérogène, fortement variable) rendent très difficile leur modélisation. Un JN du procédé pourrait donc permettre :

- d'identifier les paramètres clefs du procédé qui diffèrent singulièrement en fonction de l'application visée (domaines alimentaire, de la construction ou de l'agencement)
- de donner accès à la compréhension des phénomènes physiques en cours et donc aux réponses à adopter pour corriger le procédé
- de simuler le procédé pour orienter des stratégies de valorisation de ressource pour des applications ciblées

Cet outil de formation pourra proposer aux élèves ingénieurs, aux ingénieurs, aux designers, aux techniciens en formation initiale ou continue de comprendre les grands principes de ce

procédé, ses atouts et ses limites dans la conception et la réalisation de produits techniques à partir de placages bois. La démarche de traitement spécifique de la variabilité d'une ressource récoltée (et donc non maitrisable) est au cœur des scénarios pédagogiques. Cette approche qui mets en œuvre une grande variabilité des propriétés d'une même ressource constitue une réelle nouveauté pour des élève ingénieurs.

Matériel et Méthode

Quel JN pour le déroulage du bois et la fabrication de placages ?

Le LaBoMaP a construit un plateforme technique instrumentée dédiée au déroulage unique au niveau international (figure 1). Elle se distingue par son échelle industrielle, par la richesse et la diversité des données qui sont tirées du procédé en temps réels (efforts de coupe, température couteau, épaisseur des placages, profil local des placages, données automate dérouleuse et massicot, cartographie de l'orientation locale des placages comprenant angle des fibres et humidité) et intégrées dans un seul logiciel évolutif développé par le LaBoMaP, Xylomat©, dans le cadre de l'Equipex Xyloforest.

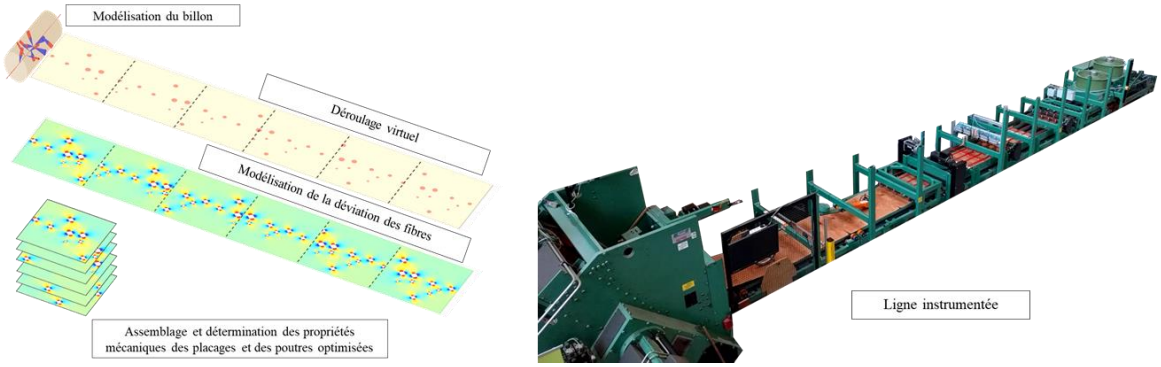


Fig. 1 : Modèle numérique simplifié de placages déroulés (à gauche) et ligne de déroulage Equipex du LaBoMaP (à droite)

Etant donné la complexité des phénomènes physiques mis en jeu, c'est sur la base de ces données (via des modèles phénoménologiques ou par apprentissage, associés à des modèles physiques simples lorsque ce sera possible) que le JN pourra être construit. Il devra permettre de reproduire les phénomènes de base observés lors du déroulage et propres aux machines tournantes en produisant un rendu réaliste des placages intégrant la texture du bois par des méthodes et outils de l'immersion virtuelle (réalité virtuelle et/ou augmentée). En particulier, le jumeau pourra simuler les différents phénomènes intervenant lors du déroulage et leurs manifestations (efforts, vibrations, épaisseur du placage, bourrelets locaux, flexion du billon) permettant la caractérisation de la maitrise du procédé, la compréhension des phénomènes physiques en cours et la simulation des propriétés des placages fabriqués.

Le JN pourra être utilisé en distanciel ou en autonomie afin de simuler des cas simples ou plus particuliers (intégrants ressource et application) tout en touchant un plus large public d'apprenants (lycée, BTS ou M2). Des méthodes et outils de l'interaction avec le jumeau numérique par des technologies de réalité virtuelle et réalité augmentée seront également mis en œuvre pour permettre une appréhension optimale des phénomènes physiques intervenant dans le procédé. Des métaphores de représentation et d'interaction pourront également être étudiées afin d'adapter les niveaux de détails de la complexité des phénomènes au niveau d'expertise de l'apprenant.

Méthodologie du projet

Le projet est piloté selon 4 Work Packages. Le WP1 « Développement ou amélioration de parcours pédagogiques hybrides et multimodaux individualisés » doit permettre de concevoir un modèle de formation de référence, s'appuyant sur les enseignements de l'analyse critique d'un ensemble d'environnements d'apprentissages existants, de leurs effets sur les apprentissages, et sur l'exploitation des savoirs scientifiques issus de la recherche sur « apprendre avec les technologies ». Il est piloté par le CESI. Le WP2, cœur du projet, est piloté par le CEA. Il doit permettre de développer des services et outils facilitant la création des jumeaux numériques, de développer les jumeaux et de développer la plateforme collaborative commune de déploiement des jumeaux. Le WP3, animé par le CNAM est en charge de l'expérimentation, de l'amélioration continue et de l'évaluation des démonstrateurs. Enfin le WP4 sou la responsabilité de l'ENAM doit permettre la diffusion et la pérennité des outils.

Résultats

L'environnement de développement retenu est Unity et une plateforme dédiée pour accueillir les JN est en cours de montage. La modélisation CAO de la dérouleuse et les premiers travaux ont permis de proposer une première version du jumeau avec une interface PC qui sera présentée.

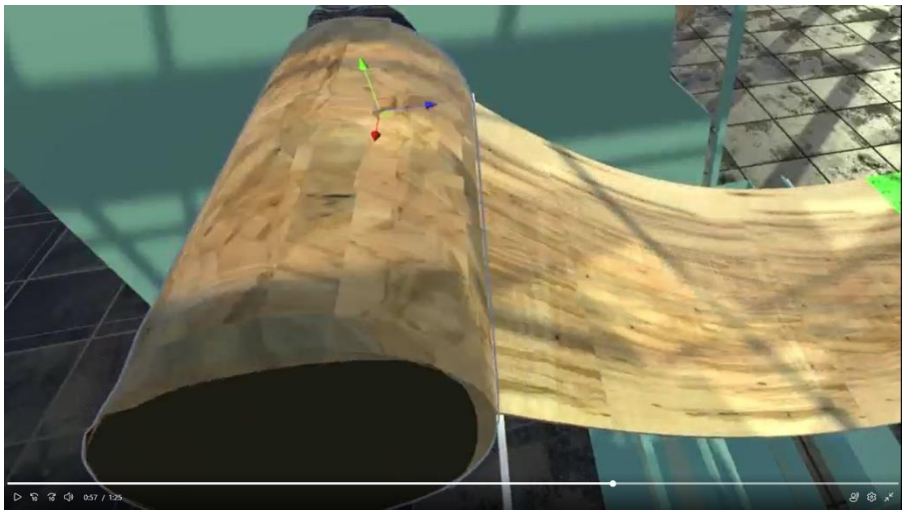


Fig. 1: Illustration du JUmeau numérique du DEroulage

Trois scénarios pédagogiques sont en cours de montage (débutant, intermédiaire, expert) adapté sur la forme et le contenu au public et aux acquis d'apprentissage visés.

Remerciements

Le projet JENII est soutenu par l'Agence Nationale de la Recherche (JENII – ANR-21-DMES-0006).

Optimisation et étude de vieillissement de teintures végétales pour le bois

DIAZ Léa[1], LEROYER Léo[1], FERNANI Valérie[2], CHARRIER Bertrand[1]

[1]Université de Pau et des Pays de l'Adour, E2S UPPA, CNRS, IPREM, Mont de Marsan
2API'UP 108 Avenue Jean Lartigau, 40130 Capbreton
lea.diaz@etud.univ-pau.fr

Mots clefs : Teinture naturelle, colorant végétal, upcycling, bois, couleur

Contexte et objectifs

La société Api'Up, spécialisée en « upcycling industriel », développe des activités durables autour de l'économie circulaire par le biais d'un atelier intitulé « du déchet au design », qui produit en série des objets neufs à partir de déchets de bois collectés en Nouvelle Aquitaine. L'entreprise propose ainsi une gamme de mobiliers qui s'appuie d'une sur la valorisation éco-responsable et d'autre part sur un procédé de standardisation des déchets de bois.

Depuis 2018, la société Api'Up a lancé un programme d'innovation matières et design produit éco-responsable, intitulé Materia, afin d'intégrer de nouvelles matières (cuir et textile) dans le processus d'upcycling. Pour cela, elle collabore avec le plateau technique Xylomat – IPREM de Mont de Marsan qui apporte son expertise autour de la mise au point de nouveaux matériaux à partir de matière premières biosourcées et/ou recyclées. Un des objectifs était de proposer une offre sur le long terme afin de mettre en place une production industrialisée là où certaines initiatives restent au stade de la pièce unique. Ceci, afin de proposer des matériaux durables et garantir un mobilier conçu en France à partir d'au moins 99% de matériaux recyclés et dont l'objectif de recyclabilité viserait lui aussi 100%. Actuellement, les applications commerciales sont essentiellement menées sur le domaine de l'ameublement et de l'objet mais d'autres applications sont déjà à l'étude. Cela a conduit à la création de la nouvelle marque « OSPHER » il y a un an par Api'Up.

Pour apporter une valeur ajoutée supplémentaire à ce bois « upcyclé », le travail de développement d'une teinture végétale est en cours de réalisation afin de pouvoir apporter une coloration au mobilier en bois tout en respectant la notion d'éco-responsabilité.

Matériels et méthodes

Matières premières

Les extraits végétaux ont été fournis en poudre et proviennent de l'entreprise « Couleurs de Plantes » (CDP), située en Nouvelle Aquitaine ou de Green'ing (GI) pour un extrait de garance. Les végétaux sont extraits à l'eau chaude ou l'éthanol, et les extraits sont stérilisés pour garantir leur pérennité. Il a été choisi de n'utiliser que des colorants issus de plantes cultivées et extraites en France, à l'exception du polygonum (Inde, Indonésie, Afrique ou Amérique centrale), afin de rester dans une démarche d'économie circulaire et d'éco-conception.

Les colorants utilisés ont été les suivants : solidage *(Solidago canadensis)*, réséda *(Reseda luteola)*, genêt des teinturiers *(Genista tinctoria)*, coréopsis *(Coreopsis)*, bourdaine *(Frangula alnus)*, chêne *(Quercus)*, garance standard *(Rubia tinctorum)*, sorgho des teinturiers *(Sorghum bicolor)*, raisin d'Amérique *(Phytolacca decandra)*, polygonum *(Chlorophyllines cuivriques)*.

Les teintures ont été appliquées sur des échantillons de pin maritime provenant de l'entreprise Gascogne Bois.

Préparation des teintures

Les poudres commerciales ont été extraites par décoction, tandis que le raisin d'Amérique a été extrait par pression à froid, et le liquide obtenu a été filtré à 45µm. Certaines décoctions de garance ont été modifiées par ajout de « mordants » (oxyde ou carbonates).

Il a été choisi de réaliser les extractions dans 30 mL d'eau, selon 4 concentrations différentes. La composition détaillée de la formulation reste confidentielle.

Application

La solution obtenue a été appliquée au pinceau sur les échantillons de bois. Une fois la première couche sèche, une seconde couche a été appliquée sur la moitié de la surface de l'échantillon. Une application a également été faite sur une feuille de papier Canson avec un grammage de 180g/m^2, effectué en un seul passage. Deux types d'application sur papier ont été réalisés : une avec la solution décantée en ne prélevant que le surnageant et une autre avec la solution réhomogénéisée par agitation mécanique afin de pouvoir les comparer entre-elles.

Analyse colorimétrique

Les mesures de couleurs ont été réalisées avec un spectrocolorimètre portable X-Rite Pantone Ci62. L'appareil a été utilisé avec le réglage du luminant D65/2 SPIN. Les illuminants D « daylight » constituent la classe d'illuminants modélisant la lumière du jour de manière plus précise. L'illuminant D65 correspond à une lumière du jour à midi.

L'espace chromatique L*a*b* CIE, généralement nommé CIELAB, est un espace colorimétrique particulièrement utilisé pour la caractérisation des couleurs de surface. Trois grandeurs caractérisent les couleurs : la clarté L* dérive de la luminance de la surface ; les deux paramètres a* et b* expriment l'écart de la couleur par rapport à celle d'une surface grise de même clarté. L'axe a* correspond à l'axe « vert / rouge » et l'axe b* à celui des « bleu / jaune ».

Cet espace chromatique CIELAB est défini à partir de l'espace CIE XYZ. Il présente l'avantage d'une répartition des couleurs plus conforme à la perception des écarts de couleur par le système visuel humain. Les mesures sont effectuées en valeurs L*a*b* données par l'appareil, puis a* et b* sont converties en chromaticité nommée C* pour présenter les résultats.

Les échantillons ont été conservés à l'abri de la lumière dans un premier temps, pendant 220 jours, pour observer si la couleur appliquée au matériau bois pouvait être altérée. Puis dans un second temps les échantillons ont été exposés à la lumière du jour indirectement, en intérieur pendant 205 jours.

5 mesures de colorimétrie ont été faites sur la partie présentant 2 couches afin d'obtenir une valeur moyenne suivant chaque axe chromatique et en évaluer l'écart type. Pour une meilleure représentation des résultats, le paramètre de la luminosité (L*) qui a été sélectionné, afin de caractériser la luminance des surfaces testées, sur une échelle de 0 à 100 (zéro étant le plus sombre).

Résultats et discussion

Mesures de couleurs

Quelle que soit la concentration, les extraits ne sont pas totalement solubles et un dépôt plus ou moins important a été observé. Après décantation, le surnageant est resté bien coloré et l'intensité de la coloration est proportionnelle à la concentration en extraits. L'application sur papier a permis d'observer un premier résultat qui montre que les solutions décantées ont une

coloration proche de la solution après agitation. Cette dernière est très légèrement plus foncée, comme l'indique les résultats après mesures colorimétriques.

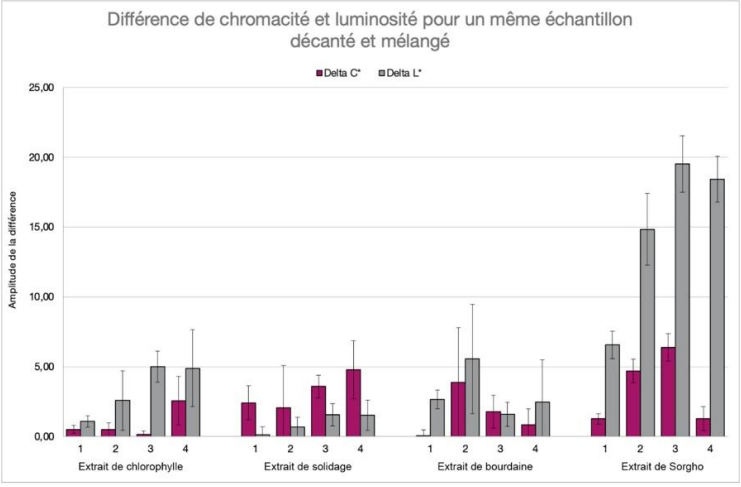


Fig. 1 : Graphique de comparaison de la coloration des solutions avant et après agitation.

Sur les 4 extraits présentés (Fig. 1), seul le sorgho a présenté une différence de couleur significative avant et après agitation. De toute évidence il sera préférable d'agiter les solutions avant utilisation même si la partie soluble dans l'eau des extraits apporte une coloration a priori suffisante. Le dépôt semblant donc peu responsable de la teinte, il pourra être retiré si nécessaire par filtration ou décantation lors de la phase d'industrialisation.

L'observation visuelle des échantillons a mis en évidence une différence de teinte entre les veines tendres (bois de printemps) et les veines dures (bois d'été) du bois. Le calcul des écarts types des mesures de couleur a permis de confirmer cette disparité chromatique. C'est pour cette raison qu'ils ne sont pas présentés sur le graphique de la Fig. 2 pour une meilleure lisibilité. Les 4 concentrations ayant des résultats similaires, seule la concentration la plus élevée est présentée ici.

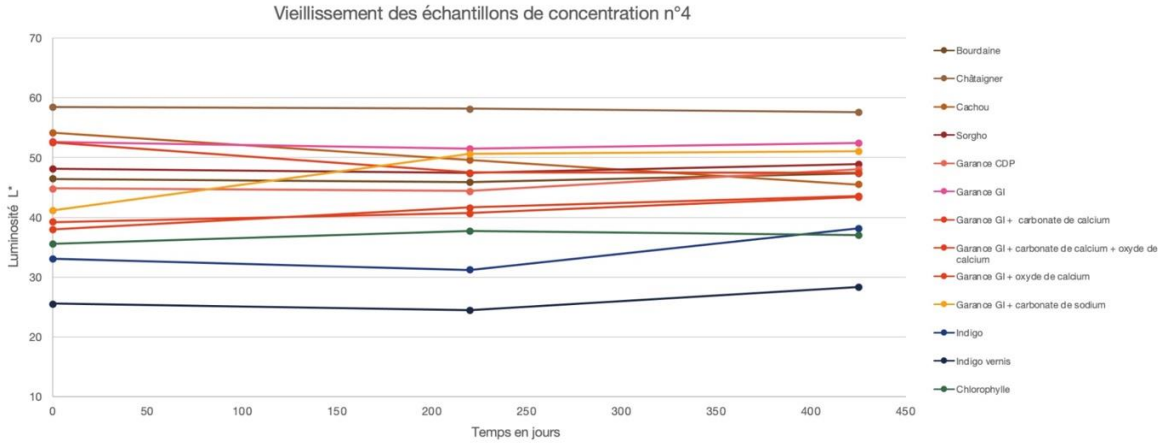


Fig. 2 : évolution du L* des échantillons de bois teintés au cours de 425 jours.

Globalement, les couleurs de l'ensemble des échantillons sont restées stables après 425 jours, même si 3 échantillons se démarquent : La garance Gi Ph+ s'est nettement éclaircie durant la première période puis elle s'est stabilisée, tandis que les deux échantillons d'indigo se sont légèrement éclaircis durant la deuxième période, au contraire de l'extrait de cachou lui est devenu plus foncé au fil du temps.

Les prélèvements ont permis d'observer l'état de conservation des échantillons de bois teinté au cours du temps (Fig 2). Ces premiers résultats ont été satisfaisants mais d'autres mesures seront faites sur un temps d'exposition plus long. Pour la commercialisation, les mobiliers seront protégés par une finition de type vernis naturel qui aura également pour but d'agir sur la préservation des teintures.

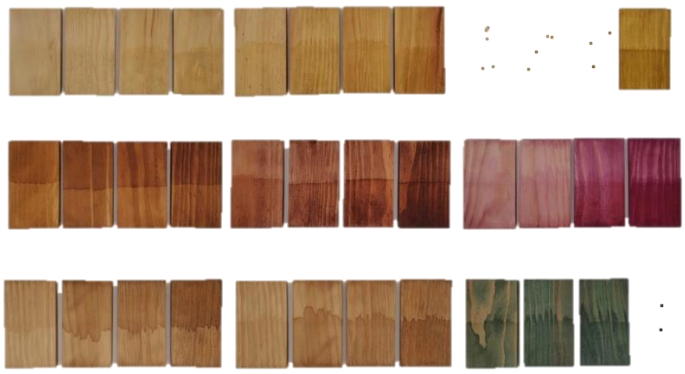


Fig. 3 : Échantillon d'une partie de la deuxième palette obtenue en utilisant certains des colorants cités.

Conclusion et perspectives

Ce projet montre la faisabilité de l'élaboration d'une teinture naturelle végétale pour valoriser différemment les déchets de bois upcyclés. Le procédé de la décoction fonctionne bien avec les extraits végétaux mais la quantité d'insolubles reste importante. Cependant, les résultats présentés ci-dessus montrent que la solution reste bien colorée même après décantation. Cette phase de recherche exploratoire n'est pas terminée mais a permis une première optimisation du procédé, et une première palette de couleurs. Les premiers essais réalisés ont permis d'obtenir des résultats satisfaisants pour l'entreprise et sont prometteurs pour la phase d'industrialisation.

Il serait également intéressant d'identifier les molécules à l'origine des couleurs obtenues, ceci afin de mieux comprendre la relation entre leur structure chimique et leur aptitude à la coloration d'un support tel que le bois.

Références

Aloui F., Ahajiy A., Irmouli Y., George B., Charrier B., Merlin A., (2006), Photostabilisation of the "wood-clearcoatings" systems with UV absorbers: correlation with their effect on the glass transition temperature, Journal of physics: conference series, 15 ; 118-123

Charrier B., Charrier F., Badel E., Perre P., Houssement C., Janin G., (2002), Study of industrial boiling process on walnut colour: Experimental study under industrial conditions. Holz als Roh und Werkstoff, 60. 259-264.

Coué M., (2016) La colorimétrie : comprendre la couleur et sa mesure, Ellipses éditions.

Rose N.M., Khanna S., Sing J.S.S., (2007), Dyeing with natural colouring material- Geranium bark, Textile Trends, 49(10). 31-33.

Sève R. (2009) Sciences de la couleur : aspect physiques et perceptifs, Chalagam édition.

Taghizadehborujenia R., Akbarib A., Gharehbaiib A., Yunessnialehi A., (2021), Extraction and preparation of dye powders from Reseda luteola L. using membrane processes and its dyeing properties. Environmental Technology & Innovation 21, 10124.

Nouvelles mousses furaniques biosourcées à base de tanin de Châtaignier (*Castanea sativa*)

DORINI FALAVINHA João Vitor, GERARDIN Philippe, OBOUNOU AKONG Firmin, GERARDIN-CHARBONNIER Christine

LERMAB, UR 4370 - Université de Lorraine, USC - INRAE 1445, Faculté des Sciences et Technologies, 54506 Vandoeuvre-les-Nancy, France
christine.gerardin@univ-lorraine.fr

Mots clefs : Economie circulaire; Mousse furanique; Tanins hydrolysables; alcool furfurylique; matériaux biosourcés.

Contexte et objectifs

Le développement des mousses phénoliques (PF) a connu un essor considérable au cours des dernières décennies en raison de leur stabilité sur une large plage de températures et de leur excellente résistance au feu, en particulier par rapport aux autres mousses polyuréthannes commerciales. Cependant, les matières premières utilisées pour produire les mousses phénoliques sont coûteuses et issues de ressources non renouvelables, puisque d'origine pétrochimique (Wu et al. 2020).

Depuis ces dernières années, de nombreux travaux ont été développés pour concevoir des mousses phénoliques à partir des tanins. Ces mousses à base de tanins végétaux et d'alcool furfurylique ont pour principal avantage leur composition d'environ 95% de composants renouvelables (Pizzi 2019). En effet, les tanins sont des composés extractibles présents en grande quantité dans les co-produits de l'industrie du bois (principalement écorce, sciure, …) et l'alcool furfurylique peut être obtenu par réduction du furfural lui-même issu des pentoses présents dans la biomasse ligno-cellulosique.

Si ces mousses ont une friabilité élevée et une faible hydrophobicité, elles présentent cependant des propriétés physiques tout à fait comparables, et des densités relatives similaires à celles des mousses phénoliques commerciales. La résistance au feu exceptionnelle des mousses à base de tanin est même supérieure à celle des autres mousses phénoliques pétro-sourcées (Szczurek et al. 2014). Quoi qu'il en soit, ces biomousses n'ont été décrites dans la littérature qu'à partir de tanins condensés, principalement de quebracho (*Schinopsis sp.*) et de mimosa (*Acacia sp.*).

Afin d'élargir le panel de matières premières de ces mousses phénoliques à base de tanins, nous avons étudié l'obtention et la caractérisation des propriétés de nouvelles mousses à partir de tanin hydrolysable de châtaignier (*Castanea sativa*). La conception de ces nouvelles mousses ouvre la possibilité d'obtenir des propriétés différentes par rapport aux mousses de tanins condensés extraits principalement d'essences résineuses et d'utiliser des co-produits de l'industrie du bois de feuillus pour obtenir et valoriser ces polyphénols végétaux.

Matériels et méthodes

Pour le développement des nouvelles mousses à base de tanin de châtaigner, deux protocoles existants pour la fabrication de mousses furaniques par réaction chimique exothermique à base de tanin condensé ont été utilisés comme base. Ces protocoles de base ont été développés par Basso et al, 2013.

Les mousses standards correspondent à (i) une formulation de mousse de tanin condensé utilisant du formaldéhyde et un agent gonflant à faible point d'ébullition (STD); (ii) une mousse sans aucun formaldéhyde mais contenant toujours un solvant à faible point d'ébullition comme agent gonflant (MSF).

Ces protocoles ont servi de base à la création de nouvelles mousses furaniques à partir de tanin hydrolysable. Pour cela, plusieurs essais ont été réalisés, dans lesquels le matériau de base, le tanin condensé, a été remplacé par du tanin hydrolysable.

En plus de la modification de la matière première de base, ces mousses ont également été modifiées de deux autres manières:

1) Avec des proportions différentes de chaque substance présente dans chaque type de mousse. Dans laquelle la quantité de masse de chaque composant utilisé a été doublée dans chaque essai, sans jamais doubler la masse de deux ou plusieurs composants en même temps.

2) Avec l'ajout d'une source de chaleur externe (étuve de séchage) à 80 °C après addition du catalyseur acide (début de la réaction). Cette température a été choisie parce qu'elle est proche de la température de la réaction exothermique qui se produit lors de la formation des mousses de tanin condensé.

Premiers résultats

Il a été possible de développer deux types de mousses de tanin avec et sans utilisation de formaldéhyde (Fig. 1).

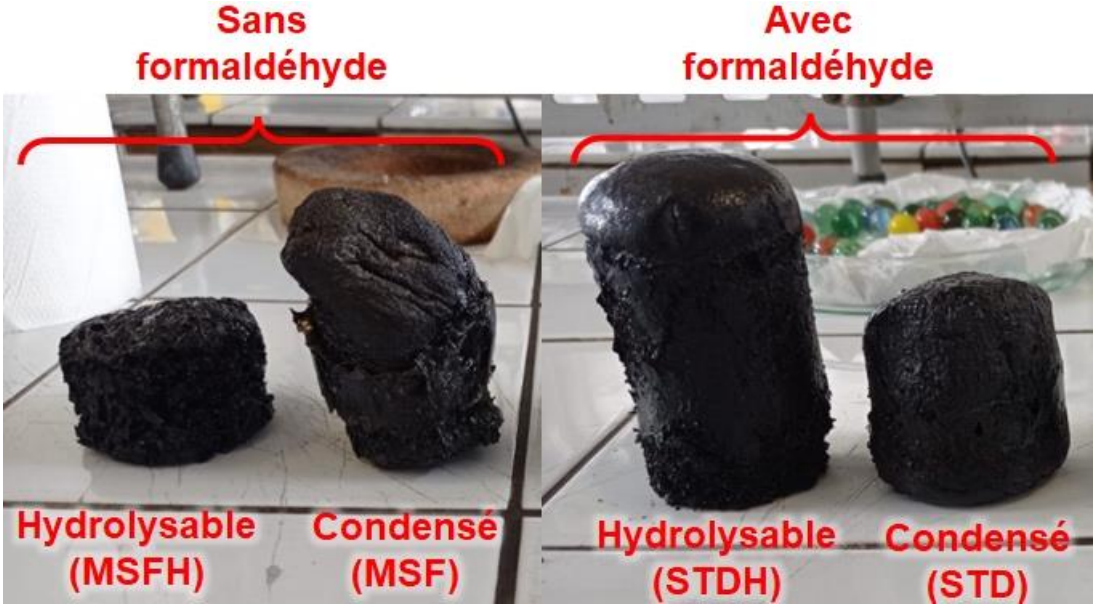


Fig. 2 Comparaison entre les mousses de tanin condensé et hydrolysable avec et sans formaldéhyde

Comme les mousses de tanin de mimosa, les nouvelles mousses de tanin de châtaignier ont une friabilité élevée et une faible hydrophobicité.

La mousse STDH, à base de tanin hydrolysable a la même composition que la mousse STD obtenue à partir de tanins condensés, la seule différence étant l'utilisation d'une source de chaleur externe à 80°C pendant sa formation. Il a été observé que sans cette source de chaleur le mousse STDH se rétracte toujours à son volume initial après quelques minutes après avoir terminé sa phase d'expansion alors que ce chauffage n'est pas nécessaire dans le cas des tanins

condensés. Cette source de chaleur a permis une expansion plus importante pour cette mousse STDH par rapport la mousse STD.

Pour la mousse MSFH, la présence d'une source de chaleur n'a pas influencé sa formation. Cependant, il a fallu doubler la quantité d'eau utilisée dans cette mousse par rapport à la mousse MSF. Cela peut s'expliquer par le fait, que dans ce cas, le tanin de châtaignier n'était pas suffisamment solubilisé.

Conclusion et perspectives

L'ajout d'une source de chaleur externe dans la formation de la mousse STDH a été jugé nécessaire. La possibilité de produire des mousses sans formaldéhyde et avec du tanin hydrolysable a également été observée, afin d'ouvrir la possibilité de produire des mousses non nocives à l'être humain, tant dans leur fabrication que dans leur utilisation finale.

D'autres caractérisations importantes de ces nouvelles mousses sont en cours d'obtention, comme par exemple, la densité, la stabilité thermique, la conductivité thermique, la porosité, la composition chimique, la morphologie et la caractérisation mécanique.

Afin de réduire la friabilité élevée et d'augmenter la faible hydrophobicité de ces mousses, un greffage d'acides gras sera réalisé sur le tanin de châtaignier, puis ce tanin modifié sera utilisé comme matière première pour ces nouvelles biomousses.

Remerciements :

Les auteurs remercient "Lorraine Université d'Excellence" pour le "Master Grant LUE". Nous remercions également la société Kingstree.

Le LERMaB bénéficie d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence n° ANR-11-LABX-0002-01 (Laboratoire d'Excellence ARBRE).

Références

Basso M. C., Pizzi A., Celzard A. (2013) Influence of formulation on the dynamics of preparation of tannin-based foams, Industrial Crops and Products,51, 396-400.

Pizzi, A. (2019) Tannins: Prospectives and Actual Industrial Applications, Biomolecules, 9, 344.

Szczurek, A., Fierro, V., Pizzi A., Stauber M., Celzard A. (2014) A new method for preparing tannin-based foams, Industrial Crops and Products, 54, 40-53.

Wu, X. (2020) Thermal, morphological, and mechanical characteristics of sustainable tannin bio-based foams reinforced with wood cellulosic fibers, Industrial Crops & Products, 158, 113029.

Synthèse d'une résine biosourcée pour la protection du bois

DURET Elsa[1], HERRERA René[2, 3], ROBLES Eduardo[1],
CHARRIER-EL BOUHTOURY Fatima[1]

[1] Université de Pau et des Pays de l'Adour, E2S UPPA, CNRS, Institut des Sciences Analytiques et de Physico-Chimie pour l'Environnement et les Matériaux (IPREM-UMR 5254), 403 Rue de Saint Pierre, 40004, Mont de Marsan, France
[2] Department of Chemical and Environmental Engineering, University of the Basque Country (UPV/EHU), Plaza Europa, 1, 20018 Donostia-San Sebastian, Spain
[3]InnoRenew CoE, Livade 6, 6310 Izola, Slovenia
elsa.duret@univ-pau.fr

Mots clefs : résines, protection bois, lignine modifiée

Contexte et objectifs

Dans la situation mondiale actuelle, l'utilisation de ressources naturelles et renouvelables en remplacement des ressources fossiles est un enjeu majeur. De ce fait, le bois devient un matériau intéressant à utiliser dans le domaine de la construction grâce non seulement à son caractère renouvelable mais également à ses propriétés mécaniques et structurelles. Cependant, le bois peut présenter une vulnérabilité à différents agents tels que l'eau, les microorganismes, les UV ou encore le feu. L'objectif des travaux est par conséquent de développer une résine biosourcée pour protéger le bois contre ces agents. Afin de se s'inscrire dans une démarche d'économie circulaire, la résine est synthétisée à partir de composés majoritairement issus de la filière bois-papier du Sud-Ouest de la France. Ainsi, la résine est développée à base de composés issus du Pin Maritime.

Matériels et méthodes

Matériels

Les deux principaux composés utilisés sont une lignine Kraft et un résidu industriel contenant des polyphénols. Dans le but non seulement d'améliorer la réactivité de ces deux composants envers d'autres composés mais également de conférer un caractère hydrophobe à la résine, la lignine ainsi que le résidu ont été chimiquement modifiés. Le suivi des modifications a été effectuée au moyen de spectrométrie infrarouge.

Enfin, les derniers réactifs utilisés sont des additifs inorganiques qui vont permettre d'apporter une résistance au feu à la résine (De Hoyos-Martínez et al. 2021). Deux additifs ont été utilisés afin de comparer leur efficacité : un composé industriel et un composé biosourcé.

Formulations des résines

La première étape dans la synthèse des formulations est la mise en solution de la lignine et du résidu dans un mélange de solvant éthanol/eau (70/30). Le mélange a été mis sous agitation à température ambiante. Au bout d'une heure, l'additif inorganique a été ajouté (5% en poids par rapport à la somme de la quantité de lignine et de résidu). Le mélange a été laissé sous agitation 15 min. de plus.

Différentes formulations ont été synthétisées en faisant varier les paramètres afin de voir l'influence de chacun. Par exemple, des résines ont été synthétisées en utilisant la lignine et le résidu modifié, d'autres en ne modifiant qu'un seul des deux composés et enfin en n'en

modifiant aucun. Le ratio entre ces deux composés a aussi été varié ainsi que le type d'additif inorganique utilisé.

Les différentes formulations synthétisées sont reportées dans le Tab. 1.

Tab. 1 : Formulations synthétisées

Formulations	Lignine	Résidu	Lignine modifiée	Résidu modifié	Additif commercial	Additif biosourcé	Ratio lignine/résidu
1			X	X	X		50/50
2		X	X		X		50/50
3			X	X		X	50/50
4			X	X	X		70/30
5			X	X	X		30/70
6		X	X				50/50
7	X	X			X		50/50
8	X	X				X	50/50

Application des résines

L'application sur les morceaux de bois s'est faite par dip-coating. Les échantillons ont été plongés dans la résine à trois reprises. Le temps d'immersion a été de 10 min. à chaque fois espacé de 3 min. de séchage à température ambiante entre chaque. Ce système d'application permet une imprégnation en surface homogène sur tout l'échantillon mais également une quantité comparable de résine entre les différents échantillons.

L'application des résines s'est effectuée sur des échantillons de pin maritime et de hêtre (125 x 13 x 3 mm) dans le but de pouvoir comparer les caractéristiques des résines sur un résineux et sur un feuillu.

Caractérisation des échantillons imprégnés de résine

Afin de connaître l'influence des résines pour la protection du bois, deux tests ont été réalisés : test de résistance au feu et test d'hydrophobicité de la surface.

Les tests de résistance au feu ont été réalisés à l'aide d'un testeur d'inflammabilité horizontal/vertical respectant la norme UL94 dans l'air à température ambiante.

Les tests d'hydrophobicité de la surface des échantillons ont été évalués par la mesure de l'angle de contact statique à l'aide d'un tensiomètre optique (Theta Flow, Biolin Scientific) équipé d'une caméra. La méthode « sessile drop » dans l'air, à température ambiante, a été suivie avec des gouttes de 5µL d'eau distillée. Au moins trois mesures ont été réalisées pour chaque échantillons.

Résultats et discussion

Tests de résistance au feu

Les résultats de tests de résistance au feu sont répertoriés dans la Fig. 1. Seules les formulations permettant de comparer le type d'additif inorganique utilisés sont mentionnées.

Les tests au feu (Fig. 1) ont permis de mettre en évidence l'utilité de l'additif inorganique ; en effet, les échantillons ayant la longueur brûlée et la vitesse de combustion les plus grandes sont la formulation 6 (sans additif) et le groupe contrôle (bois brut). Les formulations 3 et 8 pour le bois de hêtre ont respectivement de meilleures propriétés antifeu que les formulations 1 et 7. Il en est de même pour la formulation 3 du pin maritime par rapport à la formulation 1. Ces observations indiquent une meilleure efficacité de l'additif commercial comparé à l'additif biosourcée. Les valeurs mesurées sont similaires entre les deux espèces de bois, excepté des

valeurs plus importantes pour le hêtre pour la formulation 6 et pour l'échantillon contrôle. Ce résultat paraît anormal puisque le pin maritime, en tant que résineux contient une plus grande quantité de lignine et résine, augmentant ainsi sa sensibilité au feu (De Hoyos-Martínez et al., 2021).

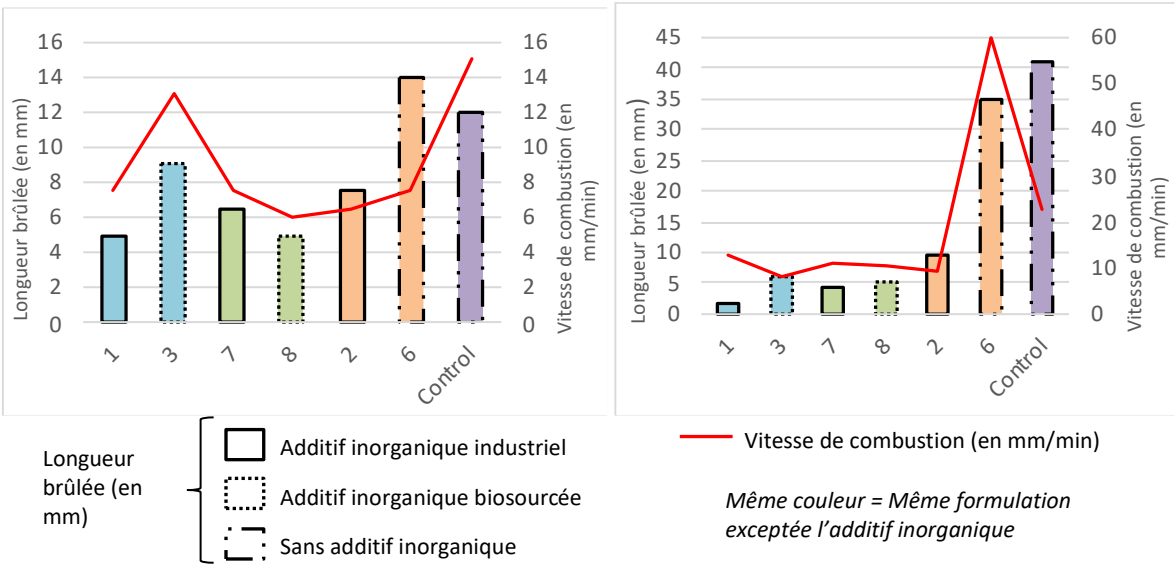


Fig. 1 : Test de résistance au feu (a) pin maritime ; (b) hêtre

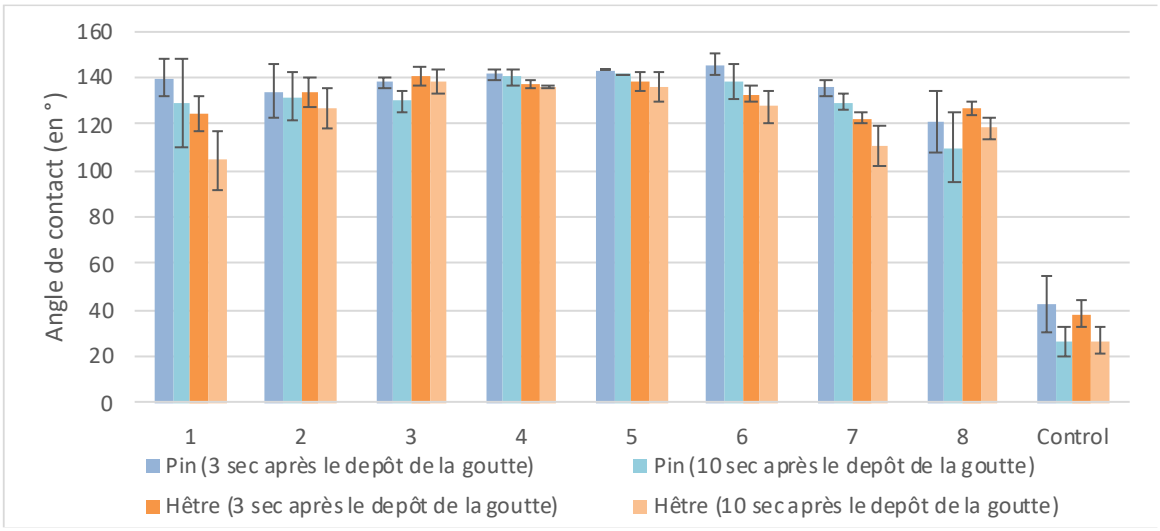


Fig. 2 : Résultats des angles de contact

Angle de contact

La Fig. 2 permet de montrer très clairement l'efficacité de la résine sur l'hydrophobicité de la surface. L'angle de contact est en moyenne quatre fois supérieur lorsque l'échantillon de bois est imprégné de résine. Même si les angles de contact ne varient pas beaucoup entre les différentes résines, il est tout de même possible d'observer que les formulations avec la double modification (lignine + résidu) présentent globalement de meilleurs résultats (formulations 1, 3, 4 et 5). Des valeurs d'angle de contact légèrement inférieurs ont été observées pour les résines contenant un seul composé modifié. Enfin, les résines 7 et 8 n'ayant pas subi de modification affichent un angle de contact encore plus bas. De plus, ces dernières formulations synthétisées présentent une diminution de l'angle de contact dans le temps. Cette diminution, aussi observable à l'œil nu, a pu également être observé pour la formulation 1 sur quelques mesures

d'où un écart-type important pour cette résine. Le problème vient peut-être d'un défaut sur l'échantillon de bois.

Conclusion et perspectives

Ce travail a permis de montrer la faisabilité de l'élaboration d'une résine biosourcée pour la protection du bois. La modification apportée à la lignine et/ou au résidu montrent de bons résultats concernant l'hydrophobicité de la surface puisqu'une plus grande présence de l'agent modifiant amène à une augmentation de la propriété hydrophobe. D'autre part, les valeurs mesurées lors des tests de résistance au feu prouvent l'utilité d'ajouter des additifs inorganiques à la formulation. Cette propriété antifeu reste à être améliorer en utilisant l'additif biosourcé. De plus, d'autres tests sont à effectuer afin de toutes les performances cette résine (antifongique, anti UV…) et les propriétés qu'elle peut conférer au bois.

Remerciements

Les auteurs remercient le soutien financier du Conseil départemental des Landes (CD40) ainsi que la WIRE COST (CA20127) pour le financement d'une STSM de deux semaines à InnoRenew CoE, Slovénie.

Référence

De Hoyos-Martínez, P. L., Issaoui, H., Herrera, R., Labidi, J., & Charrier-El Bouhtoury, F. (2021). Wood Fireproofing Coatings Based on Biobased Phenolic Resins. ACS Sustainable Chemistry and Engineering, 9(4), 1729–1740. https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c07505

Wood Preservation in Iran

EFHAMISISI Davood

Prof. Department of Wood and Paper Sciences and Technology, Faculty of Natural Resources, University of Tehran
efhami@ut.ac.ir

Key words: wood preservation; wood impregnation; forestry; Persian royal palaces

The history of using wood in Iran

Around 4200 years B.C. and before the migration of Aryans to Iran, the native people used wood for manufacturing beams, girders, pillars, frames of doors and windows and covering the ceilings (Davoodi and Davoodi 2013). During the Achaemenid (330-550 B.C.) and Sasanian (224-651 A.D.) eras, wood was used in the construction of royal palaces. Persepolis, one of the oldest and largest palaces is remained from the Iranian Achaemenid that was built in 450 B.C. (Ravandi 1989). The Hall of the Hundred Columns (Achaemenid period, built in 470 B.C.) is another Persian palace, which is located on the eastern side of the Apadana Hall of Persepolis (Mase and Grosse 1960). In these historical buildings, the roofs were paneled with cedar and walnut wood and the posts were of cedar, oak and walnut that was imported by Darrius from Lebanon (Nilufari and Cockcroft 1984). In the Sassanid period, cypress timber was used in the palaces and palace-like structures (Qal'a-ye Dokhtar, Palace of Ardashir and Palace of Sarvestan) (Djamali et al 2017).

During the Safavid dynasty (506-1730 A.D.) many palaces were built. For instance, Ali-Ghapou (1594 A.D.) and Chehel-Soton (1647 A.D.) were built in Isfahan with roof paneled with planed walnut wood (Nilufari and Cockcroft 1984).

The progress of Forestry organization in Iran

The first organization of forestry in Iran was formed in 1920 by the Ministry of Agriculture and Trade. Finally, after many changes (Tab. 1), in 2021, the title of this organization was changed to the Natural Resources and Watershed Management Organization of the country. The forest Protection Bill, which places a 10-year ban on exploiting the Iranian forests went into the effect in 2020 (Yosefi et. al., 2017). Therefore, industries faced serious problems in supplying forest raw material. Today, wood-related industries provide their primary resources in three ways: (1) agricultural waste, (2) importing wood mostly from Russia, Turkey and Georgia, and (3) plantation using fast growing trees such as poplar, paulownia and eucalyptus.

Wood preservation in Iran

In ancient Iran (Pre-Islamic) period, natural oils were used to protect the wood from biotic degrading agent. Also, a thick layer of clay was used on the surface of wooden structural elements to protect them against fire (Moradchelleh 2011).

Modern wood preservation treatments started in Iran in 1932, when the first pressure creosoting plant was established at Shirgah in the Caspian region to produce treated railway sleepers (Fig. 1). An experimental plant was installed at the forest products laboratory of the Tehran University at Karaj (in 1954). Also at Qazvin, the largest plant in the Middle East was built in 1962. After that an impregnation plant started to be used at Farim in the Caspian region in 1975.

It has been also reported that in 1979 there were two impregnation plants that used copper/chrome/arsenic (CCA) preservatives for the treatment of constructional timber.

Tab. 1: Forestry organization in Iran

Date AD	Progress
Before 1920	No important report on modern forestry technique available
1920-1929	33,000 tons of charcoal were imported into Iran and 130,000 tons of charcoal used
1934	Austrian forester Hans Sheriker employed as head of Forest Bureau
1937	First exploitation of boxwood (*Buxus sempervirens*) forest by Greek company
1937	Caspian forest guard employed for the first time to take care of the forests
1938	Timber extracted for the making of sleepers for the Trans-Iranian Railway
1940	A total of 40 trained forester employed in the forest service
1951	Establishment of a forestry office for the forest service by the late prof. Karim Saii
1960	Utilization of the first management plan began for correct exploitation of timber
1965	Nationalization of Iranian forestry
1969	Establishment of Ministry of Natural Resources
1971	Establishment of a national Iranian forest service

Fig. 1: Preparing railway sleeper in Shirgah plant (1932)

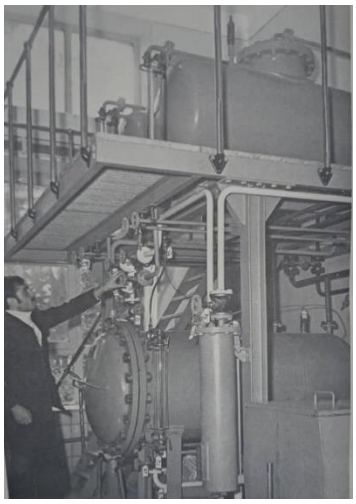


Fig. 2: The first laboratory wood impregnation plant at university of Tehran

Recently, many factories have been built based on wood modification technologies, which were either based on local knowledge or imported technologies. Mazand Choob Aria (MCA) Co. is the largest producer of thermally treated wood in Iran (based on the Thermowood® process) that was established in 2017 (Fig. 3). Arsenic-containing preservatives are no longer used in Iran, and small private factories have been built to impregnate wood with more environmentally friendly materials (Fig. 4).

Education of wood science in Iran

With the expansion of the wood industry in the country, university courses related to it were also launched. The first Iranian wood specialists completed their higher education in European countries such as France, Austria and Germany. In Iran, there are two types of universities: public and private (Tab. 2). The oldest Faculty of Forestry and Wood science was established in 1962 at University of Tehran, in which one, students may choose six different fields

including: furniture design, wood based composites, wood preservation and modification, wood biology and anatomy, pulp and paper, economy and market in wood industry.

Fig. 3: Thermal modification plant in Mazand Choob Aria Co. based on Thermowood technology

Fig. 4: Wooden Bench produced with oil heat treated cypress wood made by a small-scale private company

Tab. 2: Public and private universities with department of wood and paper science

University type	Name	Establishment year of University	Establishment year of wood science department
Public (state)	University of Tehran	1851	1962
	Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources	1957	1989
	Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University	1974	1999
	Semnan University	1974	2012
	University of Mohaghegh Ardabili	1978	2014
	Zabol university	1978	1999
	Khatam University of Technology	1997	2013
	Gonbad Kavous University	1983	2011
	Torbat-e- Jam Faculty of Agriculture and Animal Husbandry	2010	2012
Private (Azad)	Islamic Azad University Karaj Branch	1984	-
	Islamic Azad University Science and Research Branch	1985	-
	Islamic Azad University, Astara Branch	1987	---
Recently some other private institutes established some majors related to wood and paper science			

Conclusion

In recent years, although the economic sanctions and the lack of financial connection with the outside caused many problems for Iranians, but many small industries were formed using indigenous knowledge. For example, until 2015, heat-treated wood, which is very popular in Iran, was all imported from European countries. But currently, not only all the domestic needs are produced in the country, but the products are even exported to the countries in border of Persian Gulf. Although many advances have been made, but wood industry in Iran is struggling with many problems. Part of these problems is related to the supply of suitable raw materials and the other part is related to the import of technology and industrial machinery.

References

Davoodi A., Davoodi A. (2013) Considering the Role of Wood and Timber Roof in Persepolis Architecture, InAdvanced Materials Research, Trans Tech Publications Ltd., 778, 11-18.

Djamali M., Chaverdi A.A., Balatti S., Guibal F., Santelli C. (2017) On the chronology and use of timber in the palaces and palace-like structures of the Sasanian Empire in “Persis”(SW Iran), Journal of Archaeological Science, 1(12),134-141.

Yosefi S., Mosavi Mirkal S.R., Hosseinzadeh O., Banj Shafiei A. (2017) Investigating the exploitation ban of Hyrcanian forests in Iran using BOCR. The first national conference of Iranian forests, research and development, July 27-28, Uromieh, Iran.

Mase H., Grosse R. (1960) Introduction History of Iranian Civilization, Gutenberg Publications.

Moradchelleh A. (2011). Construction design zoning of the territory of Iran and climatic modeling of civil buildings space. Journal of King Saud University-Science, 23(4), 355-369.

Nilufari P., Cockcroft R. (1984) Wood preservation in Iran, Styrelsen för teknisk utveckling.

Ravandi M. (1989) Social History of Iran: artistic and industrial landscape of Iranian’s post-Islamic social life, Tehran.

Synthèse de composés amphiphiles xylo-sourcés originaux par hémisynthèse chimique et enzymatique pour des applications cosmétiques et/ou pharmaceutique

EID Georges[1, 2], CHEBIL Latifa[2], CHEVALOT Isabelle[2], VIROT-HUMEAU Catherine[2], GERARDIN-CHARBONNIER Christine[1]

[1] Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMAB), EA 4370 – USC INRA, Université de Lorraine, Faculté des Sciences et Technologies, BP 70239 Vandœuvre-lès-Nancy cedex, France
[2] Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP), CNRS UMR 7274, Université de Lorraine, ENSAIA, BP 20163, 54505 Vandœuvre-lès-Nancy cedex, France
georges.eid@univ-lorraine.fr

Mots clefs : Polyphénols ; extractibles du bois ; bioressources ; acylation ; auto-assemblages ; antioxydant ; antiprolifératif

Contexte et objectifs

La diminution des ressources pétrochimiques, facilement accessibles, suscite, depuis ces dix dernières années, un intérêt croissant pour l'utilisation de matières premières d'origine renouvelable. La chimie bio-sourcée s'est tout d'abord fortement développée autour des agro-ressources annuelles ; elle se tourne également de plus en plus vers l'utilisation de la biomasse ligno-cellulosique issue du bois car celle-ci constitue une source de carbone renouvelable particulièrement abondante sur terre et dont l'utilisation n'entre pas en compétition avec les ressources alimentaires. L'industrie de première transformation du bois génère chaque année des volumes importants de déchets qui sont à l'heure actuelle, soit recyclés vers d'autres filières comme la papeterie ou l'industrie des panneaux, soit utilisés comme source d'énergie, et donc vers des marchés de faible valeur ajoutée. Le projet se situe dans ce contexte de développement durable et de valorisation des co-produits de l'industrie du bois par l'exploitation des métabolites secondaires présents dans le bois, comme les composés phénoliques, et plus précisément les flavonoïdes (Wijayanto et al. 2015) qui présentent en effet un intérêt en raison de leurs activités biologiques (Li et al. 2019).

L'objectif de l'étude présentée ici est de fonctionnaliser des composés accessibles et abondants afin d'obtenir des composés polyfonctionnels associant les propriétés originelles des composés et d'autres propriétés apportées *via* la fonctionnalisation et pouvoir ainsi, par exemple, améliorer la biodisponibilité par la modulation de leur balance hydrophile / hydrophobe (HLB), ou exacerber les propriétés initiales ou encore simplifier les formulations cosmétiques en leur apportant des propriétés d'auto-assemblage par le biais de l'utilisation de composés 2 en 1.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons réalisé cette étude sur la base de flavonoïdes modèles tels que la catéchine, la rutine et la naringine, d'une part en raison de leur accessibilité et d'autre part en raison de leur structure aromatique permettant de penser que ces molécules ont une forte propension à l'auto-assemblage.

Par la suite nous avons envisagé la fonctionnalisation par deux voies : l'hémisynthèse chimique et la catalyse enzymatique pour obtenir des composés bi-modulaires ainsi que des composés tri-modulaires.

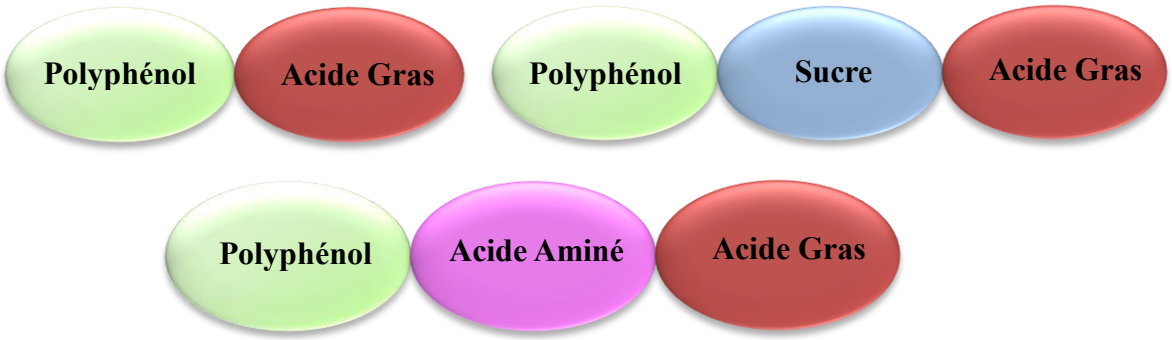


Fig. 1 : Structure des composés bi- et tri-modulaires

Matériel et méthode

Hemisynthèse chimique

Les modifications chimiques ont été réalisées sur la catéchine choisie comme polyphénol modèle. La synthèse des composés bi-modulaires et tri-modulaires a été réalisée par des méthodes classiques de synthèse organique mettant en jeu les principes de la synthèse modulaire. Les composés trimodulaires ont été obtenus via l'association de la catéchine tétrabenzylée, d'un acide aminé, et d'un acide gras de longueur variable par différentes étapes d'acylation selon des procédés utilisés en synthèse peptidique. La catéchine est protégée par benzylation pour cibler l'hydroxyle aliphatique. Une hydrogénation catalytique a lieu ensuite afin d'éliminer les motifs protecteurs.

La purification des produits se fait par chromatographie sur gel de silice et leur caractérisation est réalisée par spectroscopies RMN ^{1}H, ^{13}C et Infra Rouge.

Biocatalyse

Une réaction d'acylation a été réalisée entre un flavonoïde glycosylé, la rutine ou la naringine, et des acides gras de différentes longueurs des chaînes avec un ratio molaire 1 :5, flavonoïde : acide gras dans le 2-methyle-2-buyanole. L'enzyme utilisé est la CAL-B, séchée préalablement. La réaction se fait à 100° en présence de tamis moléculaires. Une étude cinétique est réalisée par HPLC. La purification des produits se fait par chromatographie semi-préparative en colonne inverse et la caractérisation se fait par RMN et Infra Rouge.

Propriétés physicochimiques et biologiques

L'activité anti oxydante des composés synthétisés a été évaluée par deux méthodes : par spectroscopie UV-visible en évaluant la disparition du radical DPPH, ainsi que par la méthode de caractérisation de l'inhibition de l'oxydation du linoléate de méthyle. L'activité antiproliférative de ces composés a été testée également par test MTT sur des cellules Caco2. Enfin, leurs propriétés d'auto-assemblage ont été évaluées également, en particulier en déterminant leur activité de surface.

Résultats et discussion

Hemisynthèse chimique

Par hémisynthèse chimique nous avons ainsi pu accéder à des composés bi-modulaires, par estérification classique entre un acide gras et les groupements hydroxyles de la catéchine. Nous avons synthétisé deux séries de composés :

- Les composés bi-modulaires de type I où des acides gras de différentes longueurs de chaines sont greffées sur les OH phénoliques

- Les composés bi-modulaires de type II où des acides gras de différentes longueurs de chaines sont greffes sur le OH aliphatique

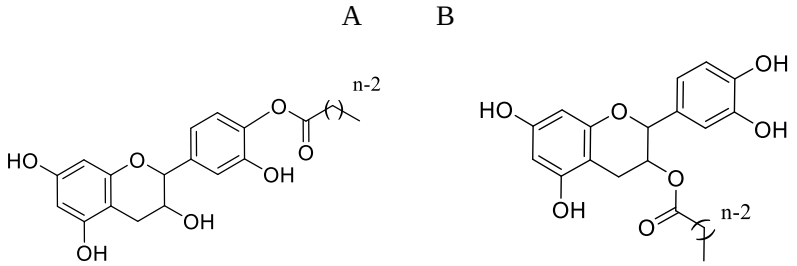


Fig. 2 : **A**. Composé bi-modulaire de type **I** ; **B**. Composé bi-modulaire de type **II**

La synthèse des composés bi-modulaires de type **I** se fait en une seule étape permettant d'obtenir un régioisomère de mono-ester en 4' et 3' avec des rendements élevés et des petites traces de di-ester (Sahmim *et al.* 2022). En revanche la synthèse des composés bi-modulaires de type II nécessite des étapes de protection et déprotection afin de cibler le OH aliphatique en position 3 nous permettant d'obtenir des composés lipophiles avec des rendements élevés également.

Plusieurs voies de synthèse ont été envisagées pour obtenir les composés tri-modulaires. Trois acides aminés ont été utilisés : l'alanine, l'acide glutamique et la lysine afin d'obtenir 3 séries de molécules différentes. Avec l'alanine nous avons obtenu des composés monocaténaires avec une seule tête polaire et une seule queue hydrophobe. Nous avons obtenu des composés gemini grâce à la présence de deux acides carboxyliques de l'acide glutamique. Enfin, nous avons obtenu des composés trimodulaires bicaténaires grâce aux deux fonctions amines de la lysine.

Biocatalyse

L'acylation de la naringine et de la rutine avec les acides gras suivants : C8 – C12 – C14 – C16 – C18 et C18 :1 en présence de CAL-B a permis d'obtenir des esters de flavonoïde avec des taux de conversion élevés. Ce taux de conversion augmente avec l'augmentation de la longueur des chaînes pour atteindre un maximum avec l'acide myristique (C14). Au-delà de cette longueur ce rendement diminue.

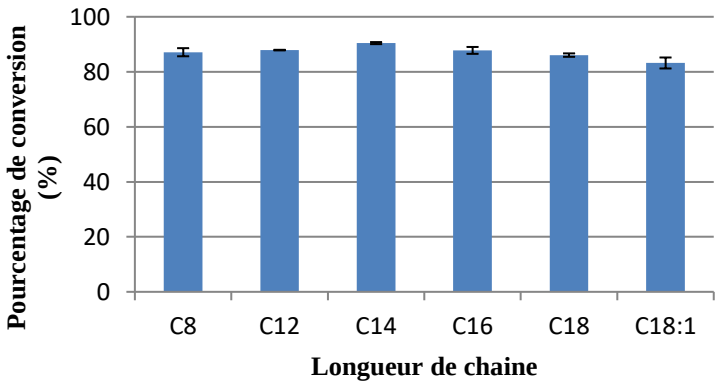


Fig 3. Variation du taux de conversion de l'acylation de la naringine en fonction de la longueur de la chaîne carbonnée.

Propriétés physicochimiques et biologiques

Tous les composés synthétisés présentent une activité anti-oxydante ; cette activité est légèrement inférieure à celle des molécules parentes, la catéchine, la rutine et la naringine. Ces

composés sont plus antiprolifératifs que les molécules parentes. Le composé catéchine-lysine-C_{14} est le plus antiprolifératif.

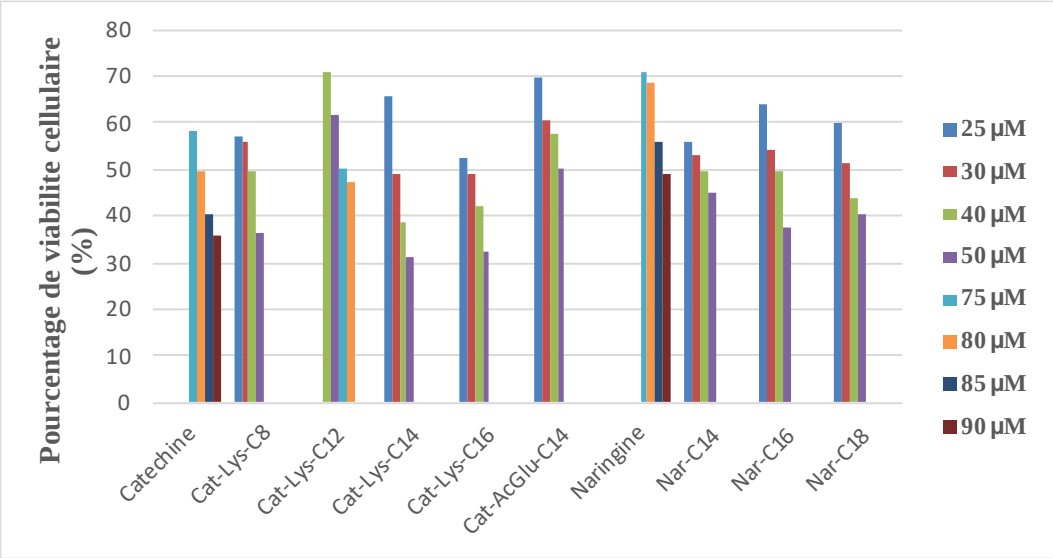


Fig 4. Pourcentage de viabilité des cellules CaCo2 en présence de la catéchine, de la naringine ainsi que de leurs esters (composés tri-modulaires à base d'acide aminé et de sucre) à 10, 25, 30, 40, 50, 75, 80, 85 et 90 µM

Par ailleurs, ces composés synthétisés présentent des différences de solubilité dans l'eau et des propriétés tensioactives différentes entre les dérivés à base de glucides ou à base d'amino-acides. Les composés tri-modulaires à base de lysine sont les composés qui présentent une activité de surface la plus importante.

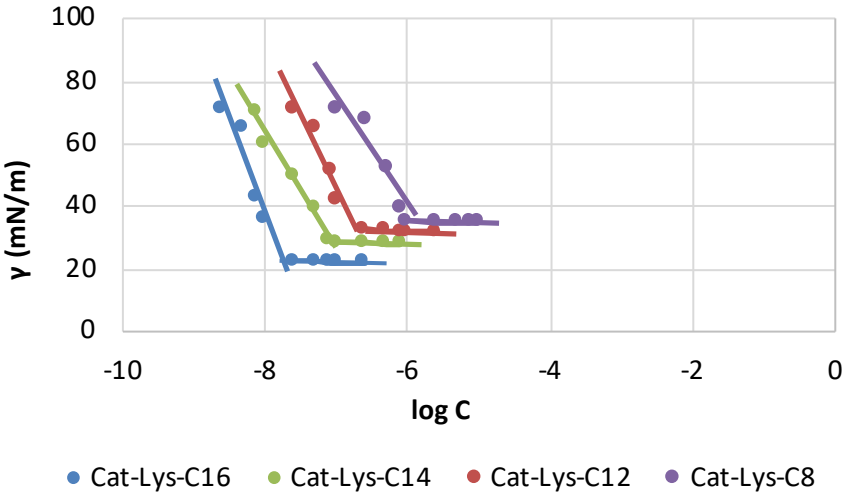


Fig 6. Tension superficielle des composés tri-modulaires à base de lysine en solution aqueuse à 25°C

Conclusion et perspectives

La voie chimique nous a permis d'accéder à deux types de composés bi-modulaires obtenus par estérification classique entre un acide gras et un groupement hydroxyle aliphatique ou un groupement phénolique de la catéchine. Par ailleurs, des composés tri-modulaires ont été produits par hémisynthèse chimique en associant différents acides aminés, ainsi que des acides gras de longueur de chaîne variable à la catéchine. Trois structures tri-modulaires ont ainsi été synthétisées, afin d'obtenir différents types de composés amphiphiles, monocaténaires,

bicaténaires et gémini. Par voie enzymatique, nous avons synthétisé des composés tri-modulaires associant une entité phénolique, une entité glycosidique et une chaîne grasse, en menant des réactions d'acylation de la rutine et de la naringine en présence de la lipase B de *Candida antarctica.* Une étude comparative des propriétés physico-chimiques et biologiques a été menée sur les composés synthétisés et les flavonoïdes parents afin de déterminer si l'acylation permet d'apporter de nouvelles propriétés.

Concernant l'hémisynthèse chimique, il serait intéressant de synthétiser des composés bi- et tri-modulaires en utilisant des technologies comme la synthèse assistée par micro-ondes afin d'améliorer les rendements comparativement aux modes de synthèse chimique classiques. La fonctionnalisation d'autres flavonoïdes aglycones comme la quercétine, la naringénine et le mesquitol constitue une autre piste d'investigation à étudier. Les composés tri-modulaires synthétisés, notamment ceux à base de lysine, possèdent des propriétés tensioactives ; celles-ci pourraient être mises à profit pour former des structures telles que les liposomes. En ce qui concerne la production de dérivés de flavonoïdes par biocatalyse, l'acylation en milieu fondu semble prometteuse pour l'obtention de produits présentant des niveaux variables d'acylation et donc une balance hydrophile/hydrophobe variable, selon la durée de la réaction appliquée.

Remerciements

Les auteurs remercient le soutien du LERMaB par le projet « Impact Biomolecules » de « Lorraine Université d'Excellence » (Investissement d'avenir – ANR 15-004).

Le LERMaB bénéficie d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence n° ANR-11-LABX-0002-01 (Laboratoire d'Excellence ARBRE).

Références

Li M., Fokkink R., Ni Y., Mieke Kleijn J. M. (2019) Bovine beta-casein micelles as delivery systems for hydrophobic flavonoids, Food Hydrocolloids, 96, 653-662.

Wijayanto A., Dumarçay S., Gérardin-Charbonnier C., Sari R. K., Syafii W., Gérardin P. (2015) Phenolic and lipophilic extractives in *Pinus merkusii* Jungh. et de Vries knots and stemwood, Industrial Crops and Products, 69, 466-471.

W. Sahmim, G. Eid, F. Dellarose Boer, H. Chapuis, P. Gérardin, and C. Gérardin-Charbonnier, (2022) One Step Regioselective Acylation of Polyphenolic Wood Extractive and Its Application for Wood Treatment, J. Renew. Mater., 10, 6, 1491–1503.

Comparaison du comportement en flexion du tronc de deux clones d'Hévéa

ENGONGA EDZANG Arnauld[1,2], GRIL Joseph[1,2], MOUTOU PITTI Rostand[2,3]
BADEL Eric[1]

[1]Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, F-63000 Clermont–Ferrand, France
[2]Clermont Auvergne Université, CNRS, Clermont Auvergne INP, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France
[3]CENAREST, IRT, Libreville, Gabon
arnauld.engonga-edzang@inrae.fr

Mots clefs : *Hevea brasiliensis* ; vent ; rupture ; moment fléchissant ; rigidité de flexion, biomécanique

Contexte et objectifs

L'hévéa (Hevea brasiliensis) est la principale source de production de caoutchouc naturel avec plus de 13 millions de tonnes par an (statistiques IRSG 2020). Cette production est basée sur des plantations industrielles et villageoises dans les régions tropicales humides. Pour récolter le latex, on effectue une entaille sur l'écorce pour sectionner les cellules laticifères et permettre l'écoulement du latex. Malheureusement, au cours de leur vie économique dans la plantation (entre 35 et 40 ans), les hévéas sont sensibles aux dommages causés par le vent, notamment à la rupture du tronc. On estime que sur 30 ans, les pertes dues à la casse au vent des arbres s'élèvent à près de 40% (Clément-Demange et al. 1995). Les plantations industrielles d'hévéas sont organisées en parcelles monoclonales, ce qui a permis de mettre en évidence (à travers des observations) une différence interclonale de sensibilité à la casse (Nicolas 1990). Les plants de culture sont sélectionnés pour leur productivité, leur résistance aux maladies, etc. ; mais difficilement pour leur comportement mécanique ou leur sensibilité à la casse, du fait du manque d'outils adapté pour l'évaluation de ces critères par les sélectionneurs. Les études sur le sujet se sont principalement concentrées sur l'architecture des arbres ou encore sur la présence de bois de tension pour tenter d'évaluer la sensibilité à la casse de certains clones par rapport à d'autres (Combe et Du Plessix 1974, Ramos et al. 2016). Dans le cadre du présent travail, on s'intéresse au comportement mécanique de tige de deux clones d'hévéa dont l'un est réputé très sensible et l'autre résistant à la casse. On s'intéresse plus précisément aux paramètres biomécaniques que sont la rigidité de flexion des arbres et la résistance à la rupture des tiges, afin de comprendre la différence de sensibilité à la casse de ces clones. Pour évaluer ces paramètres, nous avons effectué des essais de flexion sur pied dans des champs clonaux à grande échelle (« CCGE ») au sein de plantations basées en Côte d'Ivoire. Dans la suite du présent travail, nous présenterons d'abord une brève description de la morphologie de ces deux clones ; puis nous exposerons les résultats expérimentaux sur la comparaison interclonale de la rigidité de flexion. Enfin nous ferons une comparaison de la résistance à la rupture des deux clones.

Matériel et méthode

L'étude a été menée sur des champs de clone de la SOGB (Société des Caoutchoucs de Grand-Béréby) au Sud-Ouest de la Cote d'Ivoire (4°40'41.4''N, 7°5'28.7''O). Des essais de flexion sur pied ont été effectués jusqu'à la rupture du tronc, sur 32 arbres dont 16 arbres CS (Clone Sensible) et 16 arbres CR (Clone Résistant). La circonférence mesurée était 56,9±0,01 cm pour les arbres CS et 56,1±0,02 cm pour les arbres CR ; la hauteur moyenne des arbres était quant à

elle de 17,6±0,96 m et 16,5±0,69 m respectivement pour les clones CS et CR. Pour l'analyse des essais de flexion, nous nous sommes appuyés sur un modèle adapté aux différentes données de mesure à notre disposition (Engonga Edzang et al 2022). Ces différentes données sont présentées sur la Fig. 1, qui représente une schématisation de l'essai de flexion sur pied.

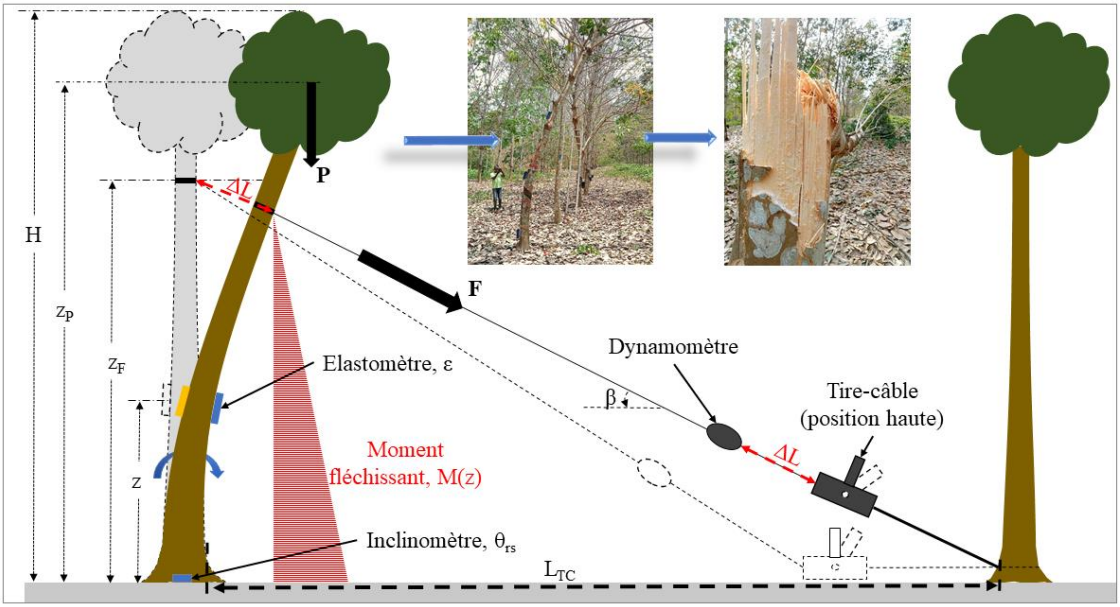


Fig. 1 : Schéma d'un essai de flexion d'arbre sur pied : H, hauteur totale de l'arbre ; z_F, hauteur au point de fixation du câble sur l'arbre ; β, angle du câble avec l'horizontale ; L_{hw}, distance de l'arbre au point d'ancrage du tire-fort à la base de l'arbre voisin ; ε, déformation mesurée par l'élastomètre ; θ_{rs}, inclinaison du système racine-sol mesurée par l'inclinomètre ; **F**, force appliquée par le tire-fort ; P, poids de la couronne ; ΔL, raccourcissement du câble.

Ce modèle d'analyse des essais est caractérisé par les deux équations suivantes :

$$M_z = F.\cos\beta.[z_F - z] + F.\sin\beta.[v_F - v(z)] + P.[v(z_G) - v(z)] \quad (1)$$

$$\sigma = \frac{M_z.D_{//}}{2.I} \quad (2)$$

où v(z), v_F et $v(z_G)$ sont respectivement les déplacements de la section z, de la section z_F (où la force est appliquée) et du centre de gravité du houppier, déterminés à partir de mesures sur le terrain (Engonga Edzang et al, 2022). $I = \pi.D_{//}^3.D_{\perp}/64$ est le moment d'inertie de cette section, avec $D_{//}$ et $D_{\perp}$ les diamètres suivant les directions parallèle et perpendiculaire à la direction de traction.

Résultats et discussion

Les arbres des deux clones avaient des diamètres de houppier similaires (7 m en moyenne) mais différaient en terme de hauteur totale, de hauteur de première branche verte et d'élancement (Tab. 1). En effet, les arbres CS avaient un houppier qui commence très bas, la première branche verte étant en moyenne à 3 m du sol ; la différence entre la hauteur des arbres et la hauteur de la première branche y était donc plus élevée et égale à 14,8 m. A l'inverse de ces derniers, les arbres CR avaient un début de houppier beaucoup plus haut à 4 m en moyenne. La différence entre la hauteur des arbres et la hauteur de la première branche était donc moins élevée, 12,5 m pour les arbres CR. Cette différence de hauteur du houppier entre les deux clones est statistiquement significative ($p < 2{,}78\times10^{-7}$). Elle traduit le fait que les arbres CS avaient un houppier plus allongé et donc une plus grande prise au vent, comparativement aux arbres CR.

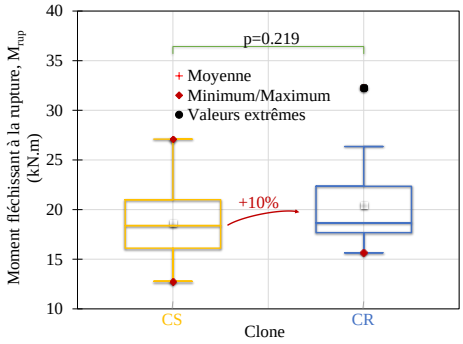
Le Tab. 1 montre également que les arbres CS avaient un élancement plus important que les arbres CR (différence significative avec p = 1,65×10^{-3}) ; leur facteur d'élancement étant respectivement égal à 31,7 et 29,3. La vitesse du vent étant croissante avec la hauteur, l'élancement important des arbres CS signifie qu'ils subissent des vitesses de vent plus importantes comparativement aux arbres CR.

Tab. 1 : Valeurs des principaux paramètres morphologiques des arbres CS et CR avc test de Student pour comparer les deux clones

Clone	Hauteur 1ere branche (m)	Hauteur du houppier (m)	Diamètre du houppier (m)	Facteur d'élancement
CS	3,0 ± 0,5	14,8 ± 1,1	7,0 ± 0,9	31,7 ± 2,1
CR	4,0 ± 1,1	12,5 ± 1,2	7,0 ± 0,8	29,3 ± 1,8
Niveau de signification au seuil de 5%	p < 7,04×10^{-5} S	p < 2,78×10^{-7} S	p = 7,6×10^{-1} NS	p = 1,65×10^{-3} S

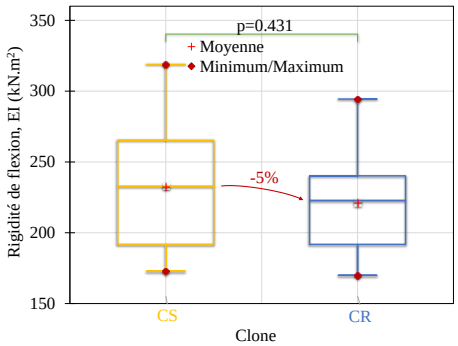
m ± sd : moyenne et écart-type. p : plus-value du test-T de Student ;
S : différence significative ; NS : différence non-significative.

Toujours à l'échelle de l'arbre, nous avons effectué une comparaison interclonale du moment fléchissant à la rupture M_{rup} et de la rigidité de flexion EI, mesurés à 1,5 m (Fig.2 et Fig.3). L'analyse des données expérimentales montre que les arbres CS ont un M_{rup} moyen (Fig. 2) de 18,6±3,8 kN.m alors qu'il est plus élevé de 10% chez les arbres CR avec 20,5±4,3 kN.m. A l'inverse, les arbres CR avaient un EI moyen (Fig. 3) moins élevé de -5% comparativement aux arbres CS ; respectivement de 232,9±46,9 kN.m^2 et 221,3±34,7 kN.m^2. Cette variation de EI entre les deux clones s'explique en partie par le fait que les arbres CS avaient une circonférence moyenne plus élevée que les arbres CR. Toutefois, le test-T de comparaison effectué montre que les différences de M_{rup} et EI observées entre les deux clones ne sont pas significatives (p=0,219 et 0,431 respectivement).



Erreur ! Source du renvoi introuvable.

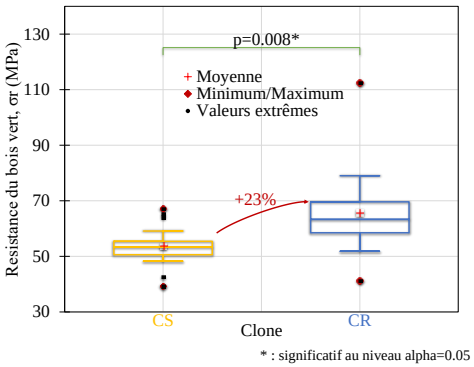
Fig. 2 : Moment fléchissant à la rupture des arbres CS et CR



Erreur ! Source du renvoi introuvable.

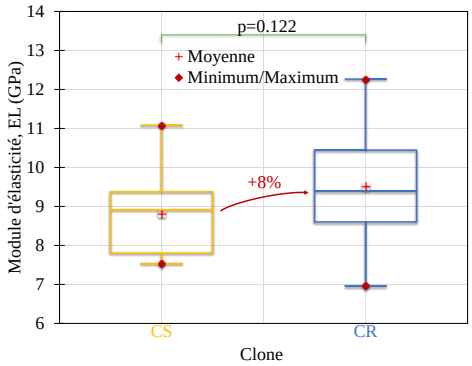
Fig. 3 : Rigidité de flexion des arbres CS et CR

A l'échelle du bois, l'analyse des tests de rupture montre une différence significative (p=0,008) de la résistance du bois vert σ_r entre les deux clones (Fig. 4). En effet, la valeur moyenne de contrainte à la rupture σ_r du bois CR (σ_r=65,9±15,3 GPa) est 23% plus élevée que celle du bois CS (σ_r=53,8±7,5 GPa). On note également que la valeur moyenne du module d'élasticité E_L du bois CR (9,5±1,4 GPa) est 8% plus élevée que celle du bois CS (E_L=8,8±1,1 GPa), comme le montre la Fig. 5. Cependant le test de comparaison statistique des modules d'élasticité E_L indique que cette dernière différence n'est pas significative (p=0,122).



Erreur ! Source du renvoi introuvable.

Fig. 4 : Contrainte de rupture du bois vert des arbres CS et CR



Erreur ! Source du renvoi introuvable.

Fig. 5 : Module d'élasticité du bois vert des arbres CS et CR

Conclusion

Globalement, les clones CS et CR ont des comportements mécaniques assez proches à l'échelle de la tige. On note toutefois une différence significative entre les deux clones au niveau de la résistance de leur bois, CS ayant une résistance plus faible que CR. Ainsi, le couplage d'une résistance du bois plus faible des arbres CS et une charge de vent plus importante (due à un houppier plus grand) sur ces derniers, peut expliquer leur grande sensibilité à la casse en comparaison avec les arbres CR.

Remerciements

Ces travaux font partie du projet « Vent Debout » financé par l'IFC (Institut Français du Caoutchouc) et les sociétés membres Michelin, SIPH et Socfin.

Références

Clément-Demange A., Nicolas D., Legnaté H., Rivano F., Le Guen V., Gnagne M.Y., Chapuset T. (1995) Hévéa: stratégies de sélection. Plantations, recherche, développement 2, 5–19.

Combe, J.-Cl., Du Plessix, C.-J., (1974). Étude du développement morphologique de la couronne d'Hévéa brasiliensis (Müll. Arg. Euphorbiacées-Crotonoïdées). Ann. Sci. forest. 31, 207–228. https://doi.org/10.1051/forest/19740402.

Engonga Edzang A.C., Niez B., Heim L., Fourcaud T., Gril J., Moulia B., Badel E. (2022) Wind safety of rubber trees in plantation: methodological analysis of bending experiments on inclined standing trees, *à paraître dans* Bois & Forêts des Tropiques.

Nicolas, D., (1990). L'hévéa: sa sélection: les effets destructifs du vent sur cet arbre, in: Architecture, Structure, Mécanique de l'arbre. Deuxième séminaire interne, Université de Montpellier 2 février 1990, pp. 69–79.

Ramos L., Latorraca J.V., Neto T., Martins L., Severo D. (2016) Anatomical characterization of tension wood in Hevea brasiliensis (Willd. ex a. Juss.) mull. arg.1. Revista Árvore 40, 1109–1117. https://doi.org/10.1590/0100-67622016000600016

Conduites de torréfaction du bois sur mesure pour répondre aux attentes des utilisateurs

FLOREZ Daniela[1], STEPHAN Antoine[1], PERRÉ Patrick[2], RÉMOND Romain[1]

[1] LERMAB, Université de Lorraine, ENSTIB, 88051 Epinal, France
[2] LGPM, Centrale Supélec, Centre Européen de Biotechnologie et de Bioéconomie (CEBB), Université Paris-Saclay, Pomacle, France
daniela-carolina.florez-parra@univ-lorraine.fr

Mots clefs : *Fagus sylvatica*, torréfaction, exothermie, hétérogénéité, modélisation, conduite optimale

Contexte et objectifs

La modification thermique du bois est un traitement intéressant pour améliorer certaines des propriétés du bois telles que la durabilité et la stabilité dimensionnelle (Bourgois et al., 1991; Stamm et al., 1946; Viitaniemi, 1997). Le traitement thermique est une pyrolyse douce à des niveaux de température allant de 200 à 280 °C en absence d'oxygène. Ceci provoque l'altération thermique des constituants de la paroi cellulaire, à savoir les hémicelluloses, la cellulose et la lignine, via une série de réactions chimiques activées thermiquement et couplées à des phénomènes de transfert de chaleur et de masse (Lv et al., 2015; Qu et al., 2011; Rousset et al., 2009; Shen et al., 2010; Shen and Gu, 2009; Wu et al., 2009; Yang et al., 2007).

Divers auteurs ont signalé qu'une surchauffe peut se produire à l'intérieur des planches de bois ou des particules, induite par des réactions exothermiques pendant la pyrolyse (Branca et al., 2016; Di Blasi et al., 2017; Turner et al., 2010). Ce comportement peut résonner au niveau de l'empilement des planches ou du lit de particules via un transfert de chaleur entre les particules et l'écoulement d'air traversant le lit qui peut donner lieu à l'emballement thermique (Perré et al., 2013). Cette surchauffe conduit évidemment à obtenir un traitement hétérogène au sein des planches et entre les planches, d'où des conséquences indésirables sur la perte de masse et la qualité des produits.

A ce jour, les conduites de traitement thermique reposent sur des connaissances empiriques. La motivation de ce travail est née de la difficulté à trouver des conduites optimales prenant compte les caractéristiques des particules (essence, dimensions, humidité, etc.) et des attentes des utilisateurs. Dans ce contexte, l'objectif ici a été de développer un programme proposant des conditions de torréfaction sur mesure en considérant les attentes de l'utilisateur à la fois en termes de perte de masse globale du produit, de durée et d'homogénéité du traitement. L'approche de ce travail comporte deux parties complémentaires :

- Tout d'abord, des planches de hêtre ont été torréfiées en utilisant un programme habituel en 3 étapes (séchage-traitement thermique-refroidissement) dans différentes conditions d'épaisseur et de teneur en humidité initiale, dont seulement une condition est présentée dans ce résumé.
- Les données expérimentales de température interne et de perte en masse ont été comparées aux simulations du modèle de torréfaction utilisant le code numérique *TransPore* (Perré and Turner, 1999; Rémond et al., 2010; Rousset, 2004; Turner et al., 2010) pour valider ses prédictions. Ensuite, ce modèle a été intégré dans un algorithme d'optimisation pour proposer des conduites optimisées. Enfin, une des conduites proposées par le modèle a été testée pour valider expérimentalement cette démarche.

Matériaux et méthodes

Torréfaction des planches de hêtre

Les échantillons de hêtre (*Fagus sylvatica*) utilisés sont deux planches sciées sur quartier avec des dimensions de 300 mm de longueur (L), 150 mm de largeur (R) et 40 mm d'épaisseur (T). Les planches ont été instrumentées avec des thermocouples au cœur et sous la surface, et ses extrémités obstruées pour les transferts massiques (configuration 2-D pour les transferts de masse, plan radial-tangentiel), comme illustré dans la Fig. 1. Le dispositif expérimental utilisé pour la torréfaction (Fig. 1) se compose d'un four électrique avec un ventilateur, d'un analyseur d'oxygène et d'un débitmètre massique d'azote (Colin, 2011). La progression de la torréfaction a été monitorée en suivant la perte de masse globale, la température du four et les températures du cœur et sous la surface de la planche. Les deux planches ont été pré-séchées à moins de 2 % d'humidité initiale, et l'une d'entre elles a été traitée par une conduite de torréfaction habituelle en 3 étapes : (i) séchage à 110 °C pendant 1 h, (ii) chauffage à 230 °C pendant 3 heures et (iii) refroidissement. La deuxième planche a été torréfiée avec la conduite optimisée présentée plus loin dans ce document.

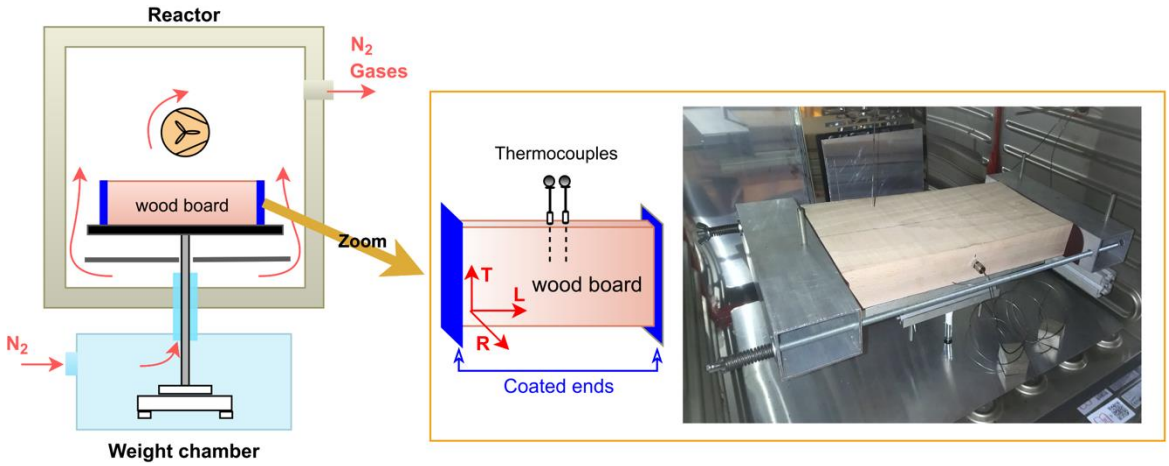


Fig. 1 : Four de torréfaction et photo d'une planche instrumentée.

Optimisation des conditions de torréfaction

Le programme d'optimisation développé permet de déterminer des conditions de torréfaction sur mesure afin de répondre aux attentes des utilisateurs. La perte de masse globale (ML%) due à la thermodégradation du bois est un indicateur de l'intensité du traitement et détermine certaines propriétés telles que l'hygroscopicité, la broyabilité, le contenu énergétique, etc. Ici, elle est utilisée comme indicateur cible pour affiner les paramètres de torréfaction (niveaux température-durée) afin de répondre aux applications de l'utilisateur final.

La méthodologie mise en œuvre pour le développement du programme se compose de trois parties complémentaires, comme illustré par la Fig. 2.

Résultats et discussion

La Fig. 3a présente les résultats expérimentaux de l'évolution temporelle de la température au cœur et proche de la surface de la planche, ainsi que ML, pour une planche de 40 mm d'épaisseur et 0.7% d'humidité initiale. Cette planche a été torréfiée avec la conduite en 3 étapes. On constate qu'à la fin du plateau de séchage, la température au cœur (Δ) et sous la

surface (□) de la planche atteignent la température sèche du four (--+), et que l'humidité est presque entièrement éliminée, comme le montre la ML inchangée (●). Par la suite, lors du plateau de traitement à 230 °C, le gradient de température peut s'inverser, avec une température au cœur qui dépasse celle proche de la surface, et toutes les deux peuvent dépasser la température du four (--+) (pic de température à 3.5h, Fig.3a).

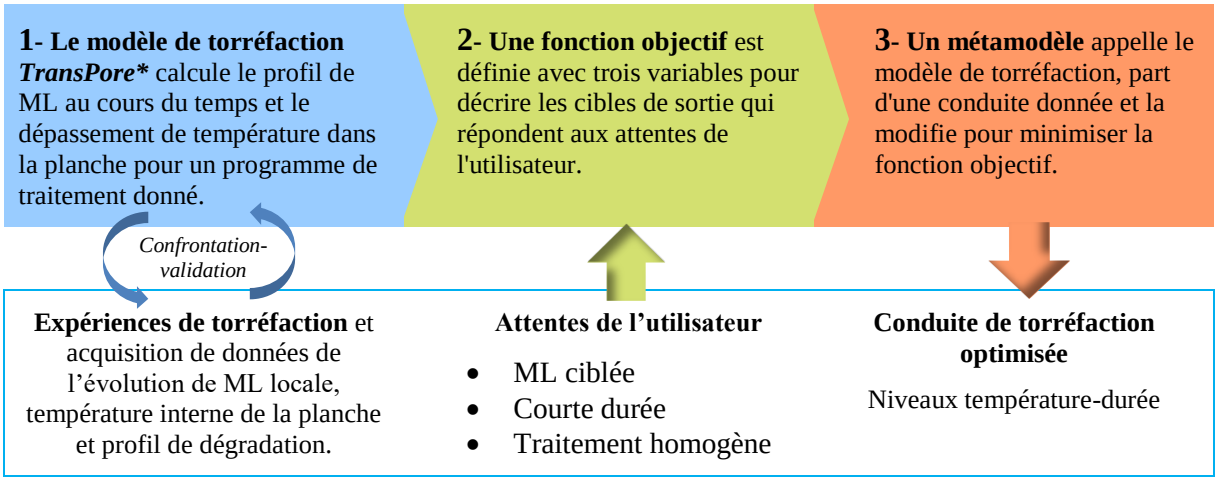


Fig. 2 : Schéma de la méthodologie utilisée dans ce travail pour trouver des conduites de torréfaction sur mesure répondant aux attentes utilisateurs.

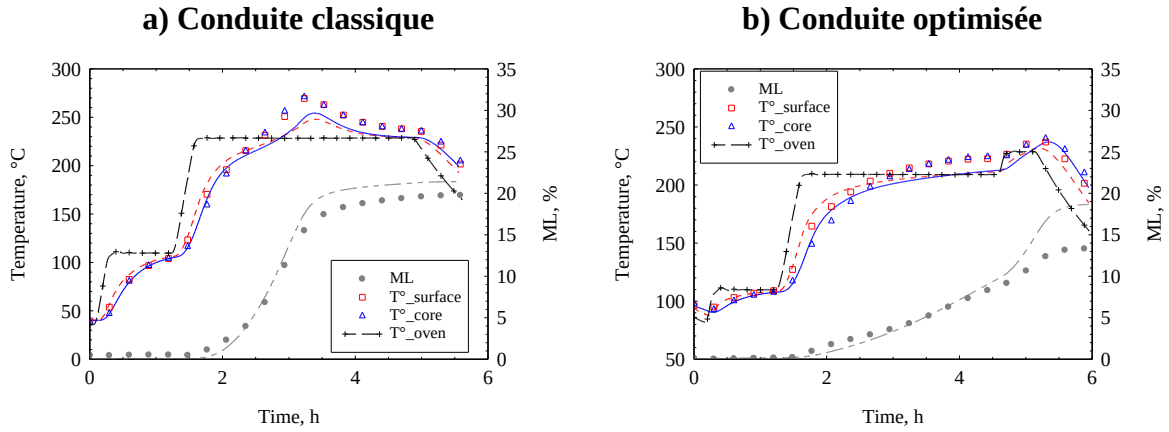


Fig. 3 : Evolution temporelle de ML (● et — - -), de la température au cœur (□ et —) et sous la surface (Δ et --) d'une planche de 40 mm d'épaisseur pré-séchée. Température du four (--+). Les prédictions du modèle sont représentées par les courbes et les données expérimentales par les marqueurs.

Ce phénomène, bien connu en traitement thermique, est attribué à l'exothermie des réactions chimiques et à la résistance à la conduction de chaleur dans le produit entre le cœur et sa surface, celle-ci étant alors refroidie par convection par l'écoulement d'air externe. En ce qui concerne la perte en masse de matière ligneuse, celle-ci est proche de 19%.

Les prédictions du modèle (courbes) sont comparées aux données expérimentales. Comme on peut le voir sur la Fig. 3a, le modèle réussit à prédire avec une bonne précision les températures internes de la planche (cœur et sous-surface) ainsi que la progression de ML. L'apparition du pic exothermique est bien capturée par le modèle, mais son intensité est sous-estimée.

Réduire le pic exothermique en gardant une durée d'essai identique est une tâche difficile si l'on procède par empirisme. L'encapsulation du code TransPore et du modèle de pyrolyse dans un algorithme d'optimisation nous permet de trouver une conduite optimisée pour satisfaire les contraintes fixées dans cet exemple sur le ML% (15%), la durée du traitement (4h) et la réduction du pic exothermique. La conduite proposée par le modèle est représentée sur la Fig. 3b, où un plateau de température intermédiaire à 210°C a été introduit pour satisfaire les contraintes cibles.

Pour valider l'approche, le programme proposé a été réalisé expérimentalement sur une planche jumelle à la première, 40mm d'épaisseur et pré-séchée à 1.7% de teneur en humidité. La comparaison du déroulement expérimental de la torréfaction avec les prédictions du modèle est également présentée dans la Fig. 3b. Le dépassement de température au cœur est désormais de 8 °C sur ce schéma optimisé, contre 41 °C pour la planche jumelle sur le premier schéma (Fig. 3a) pour une durée de traitement identique (4 h). Le ML global atteint expérimentalement est de 11.8 %, ce qui est légèrement inférieur à l'objectif fixé de 15 %.

De ce qui précède, le processus d'optimisation présenté a prouvé sa capacité à proposer des conduites optimisées capables de remplir les critères souhaités.

Conclusion et perspectives

Un programme d'optimisation proposant des programmes de torréfaction sur mesure (niveaux de température-durée) a été élaboré pour contrôler le processus de torréfaction des planches ou de particules de bois. Ceci ouvre la possibilité de contrôler les qualités finales du produit en fonction des attentes de l'utilisateur. A cet égard, les principaux résultats de ce travail peuvent être résumés comme suit :

- Un dispositif de torréfaction a été développé pour traiter thermiquement des planches de bois instrumentées,
- Le modèle numérique TransPore couplé avec le modèle de pyrolyse (Turner et al., 2010) a été utilisé pour simuler avec succès ces expériences,
- L'encapsulation de ce modèle numérique dans une procédure d'optimisation permet d'adapter le programme de traitement pour satisfaire les exigences de l'utilisateur en termes de ML%, durée, hétérogénéité du traitement,
- L'approche d'optimisation proposée a été validé expérimentalement.

Références

Bourgois, J., Guyonnet, R., Janin, G., 1991. La Mesure de Couleur: Une Méthode d'Etude et d'Optimisation des Transformations Chimiques du Bois Thermolysé. Holzforschung 45, 377–382. https://doi.org/10.1515/hfsg.1991.45.5.377

Branca, C., Di Blasi, C., Galgano, A., 2016. Chemical characterization of volatile products of biomass pyrolysis under significant reaction-induced overheating. J. Anal. Appl. Pyrolysis 119, 8–17. https://doi.org/10.1016/j.jaap.2016.04.004

Colin, J., 2011. Séchage en continu du bois énergie comme moyen de préconditionnement en vue de sa conservation thermochimique : approches expérimentale et numérique (Theses). AgroParisTech.

Di Blasi, C., Branca, C., Galgano, A., 2017. On the experimental evidence of exothermicity in wood and biomass pyrolysis. Energy Technol. 5, 19–29. https://doi.org/10.1002/ente.201600091

Lv, P., Almeida, G., Perré, P., 2015. TGA-FTIR Analysis of torrefaction of lignocellulosic components (cellulose, xylan, lignin) in isothermal conditions over a wide range of time durations. BioResources 10, 4239–4251.

Perré, P., Rémond, R., Turner, I., 2013. A comprehensive dual-scale wood torrefaction model: Application to the analysis of thermal run-away in industrial heat treatment processes. Int. J. Heat Mass Transf. 64, 838–849. https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2013.03.066

Perré, P., Turner, I.W., 1999. A 3-D version of TransPore: a comprehensive heat and mass transfer computational model for simulating the drying of porous media. Int. J. Heat Mass Transf. 42, 4501–4521. https://doi.org/10.1016/S0017-9310(99)00098-8

Qu, T., Guo, W., Shen, L., Xiao, J., Zhao, K., 2011. Experimental study of biomass pyrolysis based on three major components: hemicellulose, cellulose, and lignin. Ind. Eng. Chem. Res. 50, 10424–10433. https://doi.org/10.1021/ie1025453

Rémond, R., Turner, I., Perré, P., 2010. Modeling the drying and heat treatment of lignocellulosic biomass: 2D effects due to the product anisotropy. Dry. Technol. 28, 1013–1022. https://doi.org/10.1080/07373937.2010.497093

Rousset, P., 2004. Choix et validation expérimentale d'un modèle de pyrolyse pour le bois traité par haute température : de la micro-particule au bois massif (Theses). Paris, ENGREF.

Rousset, P., Lapierre, C., Pollet, B., Quirino, W., Perre, P., 2009. Effect of severe thermal treatment on spruce and beech wood lignins. Ann. For. Sci. 66, 110–110. https://doi.org/10.1051/forest/2008078

Shen, D.K., Gu, S., 2009. The mechanism for thermal decomposition of cellulose and its main products. Bioresour. Technol. 100, 6496–6504. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.06.095

Shen, D.K., Gu, S., Luo, K.H., Wang, S.R., Fang, M.X., 2010. The pyrolytic degradation of wood-derived lignin from pulping process. Bioresour. Technol. 101, 6136–6146. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.02.078

Stamm, A.J., Burr, H.K., Kline, A.A., 1946. Staybwood—Heat-stabilized wood. Ind. Eng. Chem. 38, 630–634. https://doi.org/10.1021/ie50438a027

Turner, I., Rousset, P., Rémond, R., Perré, P., 2010. An experimental and theoretical investigation of the thermal treatment of wood (Fagus sylvatica L.) in the range 200–260°C. Int. J. Heat Mass Transf. 53, 715–725. https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2009.10.020

Viitaniemi, P., 1997. Decay-resistant wood created in a heating process - a heat-treatment process of wood development by VTT building Technology yields timber products with enhanced properties. Ind. Horiz. 22–23.

Wu, Y., Zhao, Z., Li, H., He, F., 2009. Low temperature pyrolysis characteristics of major components of biomass. J. Fuel Chem. Technol. 37, 427–432. https://doi.org/10.1016/S1872-5813(10)60002-3.

Yang, H., Yan, R., Chen, H., Lee, D.H., Zheng, C., 2007. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. Fuel 86, 1781–1788. https://doi.org/10.1016/j.fuel.2006.12.013

S-MA-C-H, entreprise SAS EESS de promotion des études mécaniques pour le patrimoine culturel

GAUVIN Cécilia[1], SAUVAGE Leila[1,2], TOURNILLON Gilles[1,3]

[1]S-MA-C-H (Times centré 12 pts sans espacement de paragraphe)
[2]Maitre de conférence et conservatrice-restauratrice, University of Amsterdam
[3]Conservateur-Restaurateur Atelier Tournillon, 825 Chemin des Roards, 84830 Serignan du Comtat
cecilia.gauvin@s-ma-c-h.com

Mots clefs : start-up JEI ; science du patrimoine ; caractérisation mécanique ; interdisciplinarité ; IoT ; formation ; collaboration université/entreprise ; plateforme expérimentale

Missions

S-MA-C-H est une jeune entreprise innovante qui a pour but d'introduire l'ingénierie mécanique dans des études de conservation-restauration et autour du patrimoine culturel. Basée en France, notre équipe travaille partout en Europe.

La raison d'être de la société vient du besoin de mise en œuvre de nouveaux protocoles de conservation et de restauration des œuvres d'art, en prenant en considération l'impact des procédés d'altération mécanique des matériaux du patrimoine.

Les objectifs de S-MA-C-H sont multiples :
- L'introduction et promotion des études mécaniques pour l'étude holistique des matériaux du patrimoine ;
- La mise en place d'études scientifiques ;
- La formation ;
- L'aide au diagnostic grâce à des outils et techniques innovantes ;
- Mettre en place un centre d'expertise et de collaboration pluridisciplinaire.

S-MA-C-H accomplira ses missions avec une approche d'utilité sociale qui permettra de participer activement à la sauvegarde du patrimoine culturel ancien. Par son action, elle permettra d'anticiper l'apparition des altérations sur des œuvres du patrimoine souvent classées au patrimoine de l'humanité, elle fera la promotion de ses actions dans un but de transmission de ses savoirs.

Avec une approche expérimentale, S-MA-C-H contribue au progrès a l'interface entre art et ingénierie. Le comportement mécanique de matériaux complexes et âgés est testé a plusieurs échelles, avec des techniques innovantes et non invasives.

L'équipe S-MA-C-H

Les membres de l'équipe se sont rencontrés sur des missions scientifiques exceptionnelles, telle que la visite annuelle de la « Joconde » du Louvre ou encore le projet de l'étude de la « Sainte-Trinité couronnant la vierge » du musée Fabre. Une autre partie de l'équipe a formé des liens à l'international, au Rijksmuseum d'Amsterdam (Pays-Bas) autour de la prévention des endommagements d'œuvre d'art fragile. S-MA-C-H a été créé comme structure indépendante pour pouvoir offrir des solutions R&D autour de problématiques de conservation concrètes.

L’offre S-MA-C-H

S-MA-C-H offre actuellement des services de recherche et de développement sur des sujets interdisciplinaires entre laboratoires scientifiques et institutions du monde muséal. Le groupement effectue actuellement des suivis mécaniques d’œuvres d’art. Nous mettons en place des projets clé en main de suivi à distance des efforts et déformations d’œuvres *in-situ* soumis à divers chargements (température/humidité, fluage etc.). Nos partenaires nous ont fait confiance pour apporter nos outils d’aide à la décision sur la Tapisserie de Bayeux, ou sur des sculptures en bois massif de l’orgue d’Isnard de l’église de la Madeleine à Aix-en-Provence.

Nous menons déjà des projets de recherche grâce au soutien de la BPI (Banque Publique d'Investissement) sur le développement d’appareils de collecte de données IoT (Internet des Objets) couplé à de la science des données.

Nous intervenons dans les centres de formation de conservateur-restaurateur du patrimoine en France et aux Pays-Bas (Institut National du Patrimoine, Université d’Amsterdam), en dispensant des cours autour de la caractérisation mécanique des matériaux.

Nous souhaitons développer notre activité en aménageant une plateforme indépendante de recherche expérimentale. Ce laboratoire sera un lieu hybride entre un lieu de collaboration de recherche universitaire, de formation pour les indépendants, et d’espace de travail pour faire de la caractérisation physico-chimique et mécanique (quasi-statique et dynamique) des matériaux, tel que le bois ancien. Idéalement situé, il sera au plus près d’un atelier de conservation-restauration du mobilier et support bois, où l’interaction et les échanges entre scientifiques et conservateur-restaurateurs seront l’identité même de notre travail.

Vers de nouveaux ingrédients à haute valeur ajoutée issus des connexes de l'industrie du bois pour des applications cosmétiques

GERARDIN Pauline[1], Floriane Mangin[1], Coralie Audoin[2], Sandrine Milesi[2], Chantal Pichon[3], Jean-Marc Seigneuret[4], Valérie Serrano[4], Christian Lubrano[4], Philippe Gérardin[1], Christine Gérardin-Charbonnier[1]

[1] Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMAB), Université de Lorraine, INRAE, 54506, Vandoeuvre-lès-Nancy
pauline.gerardin@univ-lorraine.fr
[2] Laboratoires Clarins, 5 rue Ampère, 95300 Pontoise
[3] Centre de Biophysique Moléculaire, rue Charles Sadron, 45100 Orléans
[4] Alban Muller, 9 rue Jean Monnet, 28630 Fontenay-sur-Eure

Mots clefs : économie circulaire ; bois ; connexe ; polyphénols ; nœud ; cosmétique ; anti-oxydants ; valorisation.

Contexte et objectifs

Cette étude se situe dans le cadre du projet structurant pour la compétitivité (PSPC) nommé « ResiNoeud » (Fig. 1), qui a pour objectif de valoriser les co-produits de l'industrie du bois pour la production d'ingrédients et de cosmétiques naturels anti-âge et anti-pollution. Ce projet s'inscrit dans un contexte de développement durable et d'économie circulaire.

En effet, l'industrie de première transformation du bois génère chaque année une quantité importante de déchets qui peuvent être recyclés vers d'autres filières (papeterie ou panneaux), ou encore utilisés comme source d'énergie. Cependant, ces marchés sont de faible valeur ajoutée.

Les nœuds de résineux ne sont pas adaptés dans la fabrication de pâte à papier du fait de leurs plus courtes fibres et de leur grande quantité d'extractibles qui interagissent avec les produits chimiques utilisés dans le processus de fabrication de cette pâte. De plus, les nœuds sont plus durs que le bois de tronc ou de branche, et nécessitent donc une forte énergie pour être broyer. Ils sont donc généralement retirés avant la mise en pâte. Les nœuds sont également considérés comme gênant lors de l'usinage du bois, du fait de leur forte densité, et influencent négativement les propriétés mécaniques d'une pièce de bois puisque la direction des fibres varie dans le nœud par rapport aux fibres du bois.

Pour des raisons de compétitivité, l'industrie du bois doit réexaminer toute sa chaîne de valeur, se transformer, pour permettre l'émergence de nouvelles filières pour de nouveaux marchés à plus haute valeur ajoutée.

Il est maintenant bien connu dans la littérature que le bois de nœuds contient une grande quantité d'extractibles, qui sont des molécules de faible masse moléculaire, présentant une grande diversité de structures chimiques et de propriétés biologiques. L'utilisation de ces extractibles pourrait permettre de valoriser des bois de moindre qualité qui sont aujourd'hui destinés à l'emballage ou au coffrage.

Le nœud est défini comme la partie de la branche progressivement incorporée dans le tronc. Il se forme par le prolongement des cernes du tronc dans les cernes de la branche. Les nœuds ont un rôle de support mécanique (Eder et al. 2009), mais aussi de conduction de l'eau et des nutriments vers les feuilles, ainsi qu'un rôle de stockage des réserves carbonées (Al-Haddad et

al. 2013). Ils jouent également un rôle de protection et de défense contre l'entrée de pathogènes dans le tronc grâce à leur forte concentration en extractibles.

La teneur élevée et variée en extractibles des nœuds permet d'envisager une valorisation grâce aux diverses activités biologiques dont sont dotés ces composés extractibles, comme des activités antioxydantes /anti-radicalaires (Pietarinen et al. 2006) ou antibactériennes.

Ainsi, les extraits de nœuds pourraient être de bons candidats pour être inclus dans des cosmétiques à la fois pour leurs propriétés antioxydantes mais également pour leurs propriétés antibactériennes.

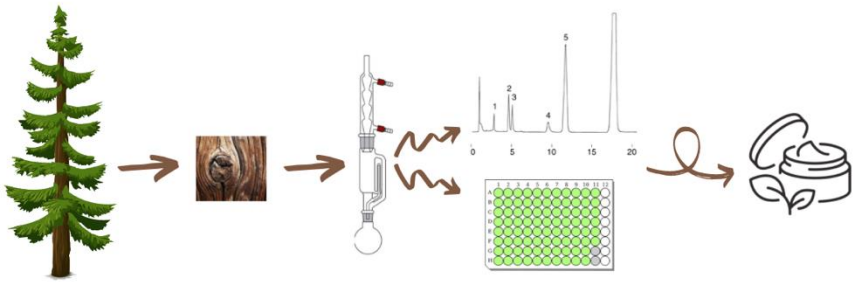


Fig. 1 : chaîne de valeur d'une partie du projet RésiNoeud

Matériel et Méthodes

Matériel biologique

Les matériaux biologiques utilisés dans cette étude sont les nœuds de sapin (*Abies alba*).

Analyses des extraits

La sciure de nœud est extraite avec différentes méthodes, notamment l'extraction par Soxhlet avec des solvants le plus vert possible. L'analyse a été réalisée par chromatographie liquide haute performance (chaine Nexera Shimadzu) couplée à un spectromètre de masse triple quadripôles (LCMS-8030) et un détecteur UV-visible à barrettes de diodes. L'analyse est réalisée en phase inverse pendant 20 minutes. L'éluant pour la chromatographie est composé d'un mélange de deux solvants : de l'eau ultra-pure acidifiée à 0,1% avec de l'acide formique et de l'acétonitrile également acidifié à 0,1% avec de l'acide formique.

Activité antiradicalaire et antibactérienne

L'activité antioxydante des extraits a été mesurée par spectroscopie UV-visible, en utilisant la méthode du DPPH (2,2-diphényl 1-picryldhydrazyle), qui mesure la capacité antioxydante d'un extrait à réduire le radical du DPPH de couleur violette en DPPH-H de couleur jaune.

L'activité antibactérienne a été mesurée par un test de réduction de la résazurine, de couleur bleue, qui devient rose fluorescent lorsqu'il est métabolisé par les cellules des chaines respiratoires des bactéries. L'activité antibactérienne se traduit donc par l'absence de fluorescence.

Résultats

Analyses par chromatographie liquide

L'analyse par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse nous a permis d'observer que les nœuds d'*Abies alba* contiennent principalement des composés phénoliques de type lignanes et flavonoïdes, ainsi que des acides résiniques (Fig. 2).

Les extraits aqueux et hydro-éthanoliques sont globalement composés des mêmes extractibles que les extraits éthanoliques, seules les proportions de certains composés varient.

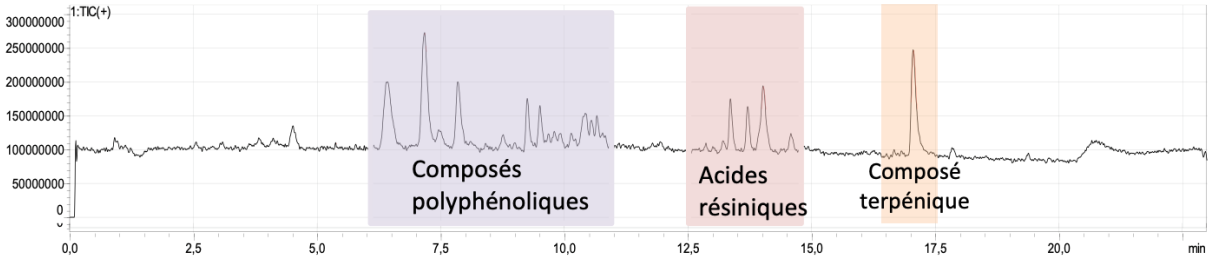


Fig. 2 : TIC+ d'un extrait éthanolique de nœuds de sapin obtenu par HPLC-MS

Activité antiradicalaire

La Fig. 3 montre que, quel que soit le solvant d'extraction, l'activité antiradicalaire des extraits est plus faible que celle des standards d'acide gallique et de catéchine. Toutefois, l'activité est satisfaisante puisqu'elle est supérieure à 50% d'inhibition du DPPH à une concentration de 0,05% (m/v).

Fig. 3 : Pourcentages d'inhibition obtenus pour les extraits de sapin au Soxhlet avec différents solvants, concentrés à 0,05% (m/v) et de deux standards antioxydants (STD Ac : acide gallique ; STD : catéchine)

Activité antibactérienne

Lorsqu'il y a croissance de la bactérie, une forte fluorescence est observée (courbe « témoin »). Il est observé dans la Fig. 4, qu'en présence des différentes extraits ou d'éthoxyéthanol, la fluorescence est moindre, ce qui traduit une inhibition de la croissance bactérienne.

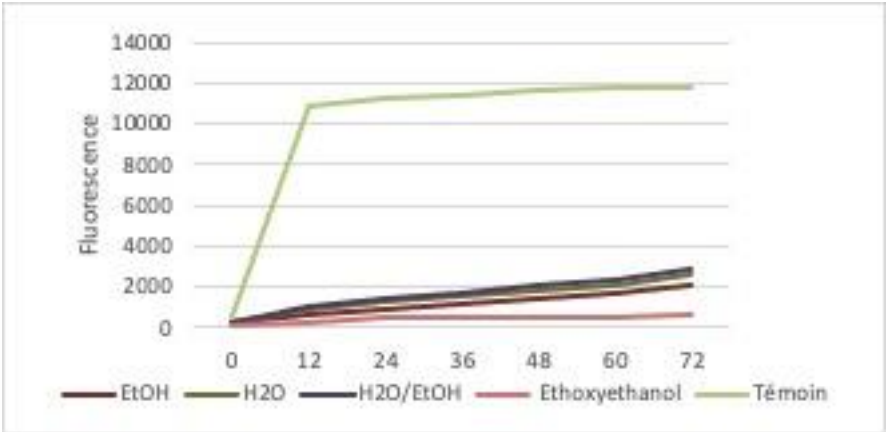


Fig. 4 : Fluorescence de la résofurine en fonction du temps traduisant la croissance bactérienne en fonction du temps

Les extraits de nœuds de sapin ont donc la capacité d'inhiber la croissance d'*E. coli*, quel que soit le solvant d'extraction utilisé.

Conclusion et perspectives

De par leurs activités antiradicalaire et antibactérienne, les extraits de nœuds de sapin semblent être de bons candidats pour être intégrés dans une formulation cosmétique. D'autres tests sont en cours sur la caractérisation de ces extraits de nœuds de sapin, ainsi que sur d'autres essences résineuses et sur des composés purs.

Remerciements

Les auteurs remercient la BPI et la Région Grand Est.

Le LERMaB bénéficie d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence n° ANR-11-LABX-0002-01 (Laboratoire d'Excellence ARBRE).

Références

Al-Haddad J.M., Kang K.Y., Mansfield S.D., Telewski F.W. (2013) Chemical responses to modified lignin composition in tension wood of hybrid poplar (Populus tremula× Populus alba). Tree Physiology, 33(4), 365-373.

Eder M., Jungnikl K., Burgert I. (2009) A close-up view of wood structure and properties across a growth ring of Norway spruce (*Picea abies* [L] Karst.). Trees, 23(1), 79-84

Pietarinen S.P., Willför S.M., Ahotupa M.O., Hemming J.E., Holmbom B.R. (2006) Knotwood and bark extracts: strong antioxidants from waste materials. Journal of wood science, 52(5), 436-444.

Wood and composites modification: Industrial and modern methods

GHORBANI Maryam

Department of Wood & Cellulosic Products Engineering, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University, Iran
ghorbani_mary@yahoo.com

Keywords: Chemical modification, Thermal modification, mechanical modification, surface modification, Wood polymer composites

Introduction

Wood is a reliable material for construction and used in a very broad range of applications all over the world. It is potentially degraded by the biological agents, dimensionally instable due to climatic changes, and some of its chemical components degrade due to UV light (Ghorbani Kookandeh et al., 2014). Wood and composites modifications are effective methods for improving properties and increasing the service life of wooden products.

Wood modification

Modification of wood can involve active modifications (changes of the chemical nature of the material), or passive modifications (properties improvement without changes of the material's chemistry) (Sandberg et al., 2017). Often, several wood-treatment interaction mechanisms occur at the same time. For example, in thermal modification, changes of the cell-wall polymers containing: cross-link formation, OH-groups reduction, and undesired cleavage of the polymer chains, are created simultaneously. At this paper, a brief summary of the modern and industrial methods of wood and composite modification will be present.

Chemical modification

Chemical modification of wood occurs *via* a chemical reaction between an agent and the polymeric constituents of wood (lignin, hemicelluloses, or cellulose), resulted in the formation of a stable covalent bond between the reagent and the cell-wall polymers. The chemical methods for wood modification are explained as follows:

Anhydrides. From the reaction of wood with anhydrides, esters are formed (Fig. 1).

Aldehydes. Glutaraldehyde (GA, pentane-1, 5-dial) is a dialdehyde which can react with hydroxyl groups of the cell wall polymers and use as a crosslinking agent for wood modification. Each aldehyde groups reacts with one hydroxyl group to form a hemiacetal (Fig. 2a) and subsequently with a second to form an acetal (Fig. 2b). The former group is susceptible to hydrolysis, but the latter is stable exposed to the neutral and acid conditions (Esmaeeli et al., 2016).

Epoxides. The reaction of wood with epoxides is the etherification reaction. Glycidyl methacrylate (GMA), as a bifunctional monomer consisting of a terminal C=C and an epoxy group, reacts with wood hydroxyl groups. This modifier reacts from the end group of epoxy with the hydroxyl groups of wood, and a bond formation between the epoxy group and the hydroxyl groups of wood increases the dimensional stability of the modified product (Ghorbani et al., 2019a) (Fig. 3). Also, the polymerization from the C=C terminal group creates the cracks in the cell wall at high weight gain percentages.

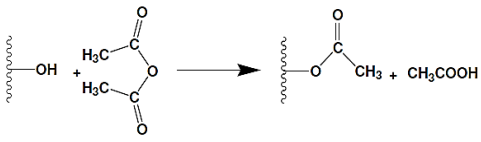


Fig. 1 : Wood esterification with alkyl anhydride (Acetic anhydride) (Ghorbani Kookandeh et al., 2008)

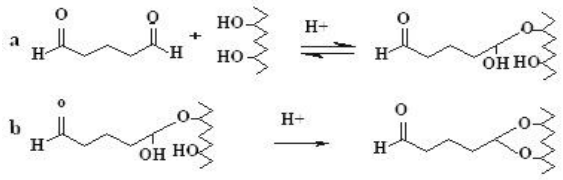


Fig. 2 : Reaction scheme of glutaraldehyde with one hydroxyl group forming a hemiacetal (a) and subsequently with another hydroxyl group forming a full acetal (b) (Esmaeeli et al., 2016)

Silylation. Organosilanes with unique compatibility due to covalent bond formation between organic and inorganic components, as well as the strength and flexibility of siloxane bonds (Si-O-Si), can have many advantages in various treatments. 3-[trimethoxysilyl] propyl methacrylate (TMPS), as a modifier agent, reacts with hydroxyl groups of wood components through hydrolysis to silanol groups, and forms covalent bond which it reduces bound water and dimensional changes (Fig. 4).

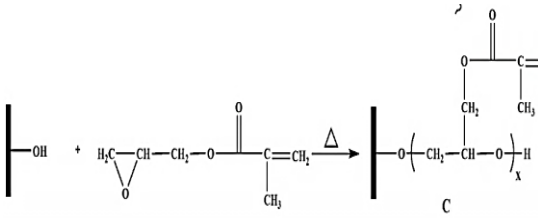


Fig. 3 : Scheme of the expected reaction mechanism of wood cell wall modification with Glycidyl methacrylate (Ghorbani et al., 2019a)

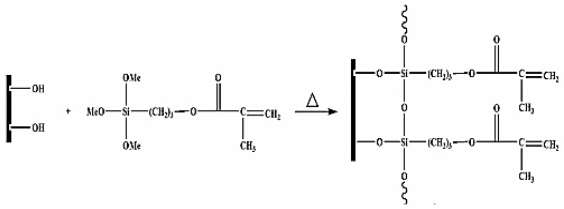


Fig. 4: Scheme of the expected reaction mechanism of wood cell wall modification with an alkoxysilanes (3-[trimethoxysilyl] propyl methacrylate:TMPS) (Ghorbani et al., 2019a)

Oligoesterification. Reaction of wood with anhydride and epoxide at high temperature results in additional esterification reaction, which it forms the oligoesterified wood. Polymerizable oligoester chains can be introduced into wood by oligoesterification reactions of wood with anhydrides and epoxides (Heydari et al., 2016) (Fig. 5).

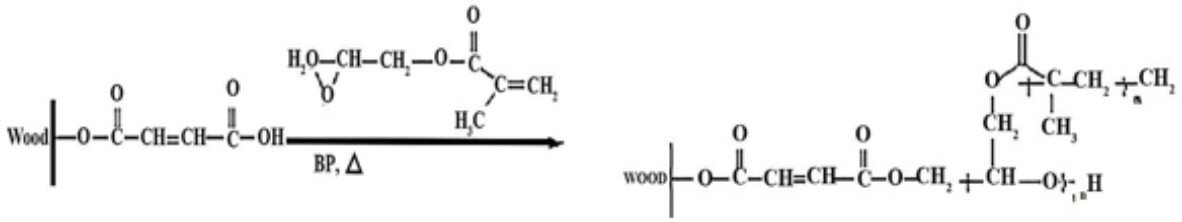


Fig. 5: Epoxidation of maleic anhydride modified wood (Heydari et al., 2016)

Thermal modification

Thermal modification is by far the most commercially advanced method to modify some components of wood under a controlled atmosphere. Several techniques of thermal modification under various mediums such as nitrogen, steam and hot oil were introduced. Although it has negative effects on the mechanical properties of wood, there are some techniques for mitigating these effects (Awoyemi, 2007). The naturally low thermal conductivity of wood made researchers use different mediums and techniques to improve the heat transfer to the inner parts of wood in an effort to achieve suitable heat treatment both in the internal and superficial parts of the specimens (Boonstra et al., 2007). Accordingly, common heat-transfer fluids with small amounts of metallic nanoparticles such as silver and zinc-oxide

can facilitate the heat transfer to the deepest part of the specimens, and increase biological resistance toward wood-deteriorating fungi and insects simultaneously (Kartal et al., 2009). Metal nanoparticles increased heat transfer from the surface to the inner part of wood (Ghorbani et al., 2012). The same heat treatment on the surface and depth of the samples decreased the loss of mechanical resistance of wood (Ghorbani Kookandeh et al., 2014, Moradi Malek et al., 2013). Silver nanoparticles showed an intensifying effect on the heat-treatment efficiency (Moradi Malek et al., 2013) (Fig. 6).

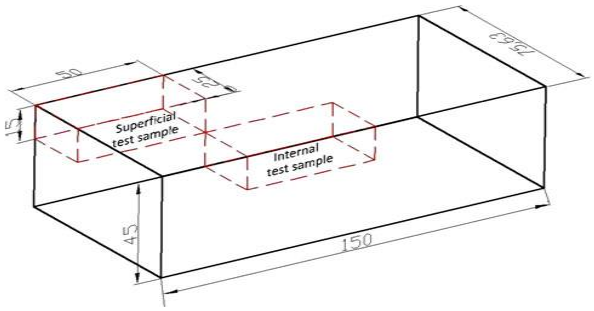


Fig. 6: Location of the superficial and internal samples in the blocks (Moradi Malek et al., 2013)

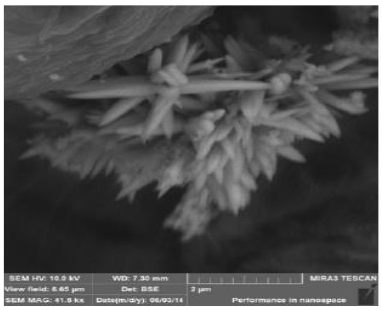


Fig. 7: In situ synthesis of ZnO nanoparticles in wood (Hatam Zadehet al., 2015, in Persian)

In situ synthesis of nanoparticles within the wood structure significantly reduced the accessibility of water to the hydroxyl groups of the wood and the dimensional changes of heat-treated wood (Hatam Zadeh et al., 2015) (Fig. 7).

Mechanical modification

In the mechanical modification, using a combination of mechanical pressure and heat, the light wood is compressed and its chemical structure is subsequently changed. The shape change of wood is as compression and the modified wood is termed densified wood. Set recovery is a main disadvantage of densified wood. Approaches of reducing the set recovery are explained in the following.

Thermo-mechanical. Combining heat treatment and densification, effectively decreases set recovery. Compared to gas atmosphere, hot vegetable oils provide more improvement in wood properties. Various oils with high thermal stability such as linseed, olive, coconut, rapeseed, sunflower and soybean oil use for the modification of wood. Functionalization not only improves oil stability, but also forms chemical bonds with cell wall polymeric chains. The combination of compression with functionalized oil heat treatment reduces the set recovery of compressed wood and loss of mechanical properties.

Many studies were also conducted on the use of lignin as a natural adhesive for the manufacturing of particle and fiber boards. An approach for facilitating the heat transfer into the wood, can help the lignin to form crosslinks, which they probably improve the dimensional stability of the compressed product. The metal nanoparticles such as silver, copper and zinc with heat conduction to the inner parts of wood, reduce the thermal gradient between the outer and inner segments of the sample during heat treatment. Anisheh (2020) reported that zinc oxide nanoparticles in oil heat treatment reduced structural defects of densification due to increasing heat transfer and subsequently, facilitating the flow of lignin.

Chemo-mechanical. The combination of chemical and mechanical modification methods improve the dimensional stability of the compressed product by decrease in hydrophilicity and crosslink formation between wood components.

Delignification-mechanical. The partial removal of lignin/hemicellulose from the intercellular space causes the fiber slippage during compression, which leads to stress release. Moreover, lignin degradation resulted in formation of new hydrogen bonds between carbohydrate components in the compressed state, enhancing the mechanical properties compared to steel and alloys (Yahyaee et al., 2021).

Hydrophobation-mechanical. The modification for reducing the cell wall hydrophilicity decreases the set recovery of compressed wood. Ghorbani et al. (2020) reported that modification with glutaraldehyde, by wood hydrophobization and crosslink formation in the press, reduced the set recovery and improved the mechanical properties of the compressed product.

Resin-mechanical (Compreg). One of the methods to overcome the set recovery is wood impregnation with phenol-formaldehyde resin. The toxicity of formaldehyde made the adhesives containing formaldehyde as one of the environmental problems. Lignin, due to its structural similarity to phenol, can be used as a substitute for the toxic phenol-formaldehyde resin. For wood modification in a short period of time, the low reactivity of lignin is a disadvantage. It is possible to improve the reactivity of lignin as an adhesive by modification. Common methods of lignin modification include: methylolation, epoxidation and glyoxalation (El Mansouri et al., 2011). Research on the efficiency of modified lignin on the functional properties of densified wood is under investigation by the author.

Plasticization-mechanical. One of the most important stages of wood compression is softening the wood structure, which is called plasticization. The effect of eutectic solvents on softening the wood structure and reducing the set recovery of the compressed product is under investigation by the author.

Surface modification

Wood surface modification is applying a chemical, physical or biological agent on the wood surface for improving some properties of wood, such as fixation of ultra violet absorbers, reducing the free energy of surface, or compatibility with coatings and adhesives. The combination of surface modification with functionalized nanoparticles, increased the resistance to liquids and created a superhydrophobic surface. Rosin, as a natural compound obtained from pine trees, is similar to wax. But the wood treatment using rosin is just physical incorporation. Maleic rosin (MAR), obtained from rosin modification with maleic anhydride, was applied to enhance the chemical activity of rosin (Jarzadeh et al., 2021). Unlike rosin and wax, MAR could easily react with hydroxyl groups of wood surfaces due to the introduction of maleic anhydride, and form ester linkages.

Wood polymer composites

WPCs are often produced through in situ polymerization of unsaturated monomers including methyl methacrylate, acrylonitrile, styrene and vinyl acetate (VA) within the wood's porous structure via a catalyst or heat treatment (Ghorbani et al., 2017). Most of these monomers with only one functional group and low polarity do not penetrate deeply into the cell wall, and mainly polymerize in the cell lumens, which leads to a mixture of the two materials rather than a real composite. The formation of chemical bonds between the impregnated monomers and wood cell walls would enhance the WPC properties (Ghorbani et al., 2019 a,b) (Fig. 8).

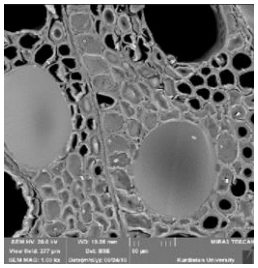


Fig. 8 FESEM micrographs of WPCGMA/VA modified wood (Ghorbani et al. 2019b).

References

Anisheh S.M. (2020) Effect of thermal modification with plant oil and metalic nanopaticles on practical properties of densified wood, M.SC. thesis.

Awoyemi L. (2007) Determination of optimum borate concentration for alleviating strength loss during heat treatment of wood. Wood Science and Technology, 42: 39–45.

Boonstra M.J., Van Acker J., Tjeerdsma B.F., Kegel E.V. (2007) Strength properties of thermally modified softwoods and its relation to polymeric structural wood constituents. Annals of forest science, 64, 679-690

El Mansouri N.E., Yuan Q., Huang F. (2011) Synthesis and characterization of kraft lignin-based epoxy resins. BioResources, 6 (3): 2492-2503.

Esmaeeli N., Ghorbani M., Biparva P. (2016) Determination the optimal conditions of chemical modification on Poplar wood with Glutaraldehyde and physical properties of products. Iranian Journal of Wood and Paper Science Research, 31(2): 211-223. *In Persian with English abstract.*

Ghorbani Kookandeh M., Doosthoseini K., Karimi A.N., Mohebby B. (2008). Investigation on the effect of wood particles acetylation on heat transfer during press and mechanical properties of particleboard. Journal of the Iranian Natural Resources, 61(1): 163-174. *In Persian with English abstract.*

Ghorbani M., Akhtari M., Taghiyari H.R., Kalantari A. (2012). Effects of silver and zinc-oxide nanoparticles on gas and liquid permeability of heat-treated Paulownia wood. Australian Journal of Forest Science, 129(1): 106–123.

Ghorbani Kookandeh M., Taghiyari H.R., Siahposht H. (2014). Effects of heat treatment and impregnation with zincoxide nanoparticles on physical, mechanical, and biological properties of beech wood. Wood Science and Technology, 48: 727–736.

Ghorbani, M., Nikkhah Shahmirzadi A., Amininasab S.M. (2017). Physical and Morphological Properties of Combined Treated Wood Polymer Composites by Maleic Anhydride and Methyl Methacrylate. Journal of Wood Chemistry and Technology, 37: 443–450.

Ghorbani M., Asghari Aghmashadi Z., Amininasab S.M., Abedini R. (2019a). Effect of different coupling agents on chemical structure and physical properties of vinyl acetate/wood polymer composites, Journal of Applied polymer Science, 136(19), 47467, pp 6.

Ghorbani M., Asghari Aghmashadi Z., Amininasab S.M., Abedini R., (2019b). Effect of different coupling agents on thermal, mechanical and biological behavior of vinyl acetate-wood polymer composite, Holzforschung, 73(10), 967-973

Ghorbani M., Nikkhah Shahmirzadi A., Toopa A. (2020). Effect of densification on the practical properties of chemical and thermal modified poplar wood. Iranian Journal of Wood and Paper Industries, 11 (2): 185-197. *In Persian with English abstract.*

Hatam Zadeh Arabi E., Ghorbani M., Biparva P. (2015). Effect of zinc oxide nanoparticles synthesis precursor in hydrothermal method on structure and physical properties of poplar wood, Iranian Journal of Wood and Paper Science Research: 30 (3): 466-474. *In Persian with English abstract.*

Heydari F., Ghorbani M., Zabihzadeh S.M. (2016). Effect of Maleic anhydride and Glycidyl methacrylate on morphological and physical properties of Styrene wood polymer composite. Journal of Forest and Wood Products, 69 (2): 361-374. *In Persian with English abstract.*

Jarzadeh B., Ghorbani M., Dastoorian F., Amininasab S.M. (2021). Determination the optimal condition for surface modification of spruce wood with Rosin Maleic. Iranian Journal of Wood and Paper Industries, 11 (4): 657-668. *In Persian with English abstract.*

Kartal S.N., Green F., Clausen C.A. (2009). Do the unique properties of nanometals affect leachability or efficacy against fungi and termites? International Biodeterioration and Biodegradation, 63: 490–495.

Moradi Malek B., Ghorbani Kookande M., Taghiyari H.R., Mirshokraie S.A. (2013). Effects of silver nanoparticles and fungal degradation on density and chemical composition of heat-treated poplar wood (*Populus euroamerica*). European Journal of Wood and wood products, 71: 491–495.

Sandberg,D., Kutnar A., Mantanis G., (2017) Wood modification technologies - a review. iForest, 10: 895-908.

Yahyaee S.M.H., Dastoorian F., Ghorbani M., Zabihzadeh S.M. (2021) Combined effect of organosolv delignification/polymerization on the set recovery of densified poplar wood. European Journal of Wood and Wood Products, 80, 367-375.

LITAMINA : La LIgnine de la TAille MIcro à NAnométrique

GIRARD Victor[1], ZIEGLER-DEVIN Isabelle[1], CHAPUIS Hubert[1], CANILHO Nadia[2], MARCHAL-HEUSSLER Laurent[3], BROSSE Nicolas[1]

[1]LERMAB, Université de Lorraine, INRAE, GP4W, Nancy, France
[2]L2CM, Université de Lorraine, CNRS, Nancy, France
[3]ENSIC, Université de Lorraine, Nancy, France
victor.girard@univ-lorraine.fr

Mots clefs : Bioraffinerie ; Bioéconomie ; Biomasse Lignocellulosique ; Lignine ; Explosion vapeur ; Organosolv ; Nano-lignines

Contexte et objectifs

La valorisation de la lignine est un thème particulièrement stratégique et prometteur pour la bioéconomie dans le cadre de la bioraffinerie lignocellulosique du futur. Une bioraffinerie est une installation industrielle qui a pour objectif de transformer de la biomasse végétale en biocarburants, matériaux biosourcés, molécules plateformes à haute valeur ajoutée et polymères, en alimentation animale ou humaine et en énergie ; ceci en valorisant au maximum chaque fraction de biomasse utilisée.

A ce jour, le biopolymère de lignine est encore celui qui est le plus mal valorisé dans le concept de bioraffinerie avec une production mondiale comprise entre 50 et 70 millions de tonnes/an pour une utilisation à 98-99% comme source d'énergie (Luo et al. 2017 ; Mandlekar et al. 2018 ; Demuner et al. 2019 ; alors que, du fait de sa composition chimique riche en unités phénoliques, il est une source de dérivés à haute valeur ajoutée. De plus, seule 40% de la lignine produite sont nécessaires pour couvrir les besoins internes de la demande énergétique d'une bioraffinerie selon Beisl et al. (2017). Ainsi, 60 % de la lignine restent valorisable auquel s'ajoute la valorisation des fractions polysaccharidiques issues de la cellulose et des hémicelluloses.

La lignine apparaît donc comme une ressource renouvelable, abondante, peu chère, biodégradable à moyen terme (échelle décennie) à valoriser ; ce qui s'inscrit dans une thématique très récente et fortement novatrice : la production de nanoparticules. De manière générale, l'intérêt des nanoparticules réside dans leur très petite taille leur conférant des propriétés physico-chimiques inédites du fait d'une forte variation de leur rapport surface sur volume.

L'objectif du projet LIMINA est d'extraire et de produire des nano-lignines à partir de déchets forestiers et agricoles locaux par des procédés respectueux de l'environnement (explosion de vapeur, procédé Organosolv et précipitation par anti-solvant) ; puis de les valoriser dans des applications à fort potentiel : nanomatériaux, propriétés pour les plastiques biosourcés (renfort, anti-UV), émulsions de pickering ou substitution de nanoparticules non biosourcées et non-biodégradables comme le TiO2 (dioxyde de titane) dans les domaines médicaux, cosmétiques et solaires.

Matériels et méthodes

Extraction de la macro-lignine :

Le projet s'inscrivant dans une démarche de procédé industriel vert et innovant, une étude approfondie est menée sur l' extraction de la lignine de l'épicéa et du hêtre. Celle-ci s'articule

autour de l'optimisation des paramètres des différentes étapes de production de la lignine dans une optique de rendement matière (broyage, fractionnement de la biomasse avec l'explosion à la vapeur puis extraction avec le procédé Organosolv).

Premièrement, la biomasse lignocellulosique est broyée en particules de diamètres 8 mm à l'aide d'un broyeur à couteaux ; des essais ayant montré qu'une granulométrie inférieure ne permet pas d'augmenter les rendements de production de lignine. La biomasse est ensuite prétraitée avec le pilote d'explosion vapeur qui permet un traitement à la fois thermique, chimique et mécanique de la biomasse (Simangunsong et al. 2020). D'un point de vue technique, le pilote d'explosion à la vapeur développé par le LERMAB est composé d'un générateur de vapeur qui alimente un réacteur soumis à une dépressurisation soudaine. Lors de la dépressurisation, l'eau qui s'est condensée dans la structure de la biomasse sous l'effet de la pression, se revaporise entraînant la déstructuration du matériau lignocellulosique. Le procédé d'explosion à la vapeur permet de fractionner les fibres lignocellulosiques de sorte à valoriser les différentes fractions polymériques constitutives de la biomasse ; ce procédé « propre » présente l'avantage d'utiliser uniquement l'eau comme solvant et de récupérer une pâte enrichie en cellulose et lignine. Cette pâte enrichie fait ensuite l'objet d'un traitement de délignification par procédé Organosolv. Celui-ci utilise des phases liquides organiques ou aqueuses/organiques afin d'extraire la lignine ainsi que les hémicelluloses résiduelles en phase liquide (liqueur noire) et de récupérer une pâte riche en cellulose. La liqueur noire récupérée est précipitée à partir de trois volumes d'eau pour isoler la lignine après filtration sur Büchner. A ce stade, les trois différents constituants de la biomasse lignocellulosique sont séparés et valorisables dans un contexte de bioraffinerie (la lignine pour la valorisation nano-lignines ainsi que la pâte de cellulose et les hémicelluloses pour une production de bioéthanol ou de nano-composites).

Caractérisation de la macro-lignine :

Une fois la lignine extraite, celle-ci est caractérisée :

- Composition chimique et structure (Klason par comparaison avec la biomasse native, RMN 2D pour quantifier les dégradations des liaisons inter-unités de la lignine et spectroscopie proche et moyen infrarouge afin d'évaluer les groupements fonctionnels).
- Etat de surface par microscopie électronique à balayage (MEB).
- Granulométrie par diffraction laser couplée à la méthode de diffusion dynamique de la lumière (DLS).
- Masses molaires par chromatographie d'exclusion stérique (SEC).

Production des nano-lignines :

La production des nano-lignines est assurée par précipitation anti-solvant. La lignine est solubilisée dans un mélange eau/éthanol (20/80 ; v/v), puis elle est précipitée sous la forme de suspension de nano-lignines par précipitation anti-solvant (eau/éthanol – 100/0 ; 75/25 ; 50/50 ; v/v). L'objectif de cette partie est de déterminer les paramètres permettant de contrôler la taille des nanoparticules produites (débit d'addition, concentration de la solution de lignine, composition de l'anti-solvant, type de lignine, apport de forces mécaniques…).

Caractérisation des nano-lignines :

Les suspensions de nano-lignines sont caractérisées par DLS pour mesure la distribution des tailles des nano particules, du potentiel zêta et du caractère polydisperse des suspensions. L'utilisation de la microscopie électronique en transmission (TEM) [analyses en cours] permet de compléter de manière visuelle les résultats obtenus par DLS.

Résultats et discussion

Les résultats de la partie extraction de la lignine présentés dans le Tab. 1 montrent que les rendements d'extraction de lignine sont globalement meilleurs avec le hêtre qu'avec l'épicéa, où les facteurs importants sont respectivement la température pour le hêtre et la catalyse acide pour l'épicéa. Enfin, l'impact du couplage explosion vapeur – Organosolv est plus intéressant pour le hêtre que pour l'épicéa. En effet, presque 70% de la lignine initialement présente dans la biomasse de hêtre est extractible sans acide en couplant les deux procédés avec une lignine pure à 94%.

Tab. 1 : Rendements de production de lignine en fonction des conditions d'extraction

Lignin purity and production yields for 100kg of biomass											
			Steam explosion			Organosolv					
	Lignin (%)	Samples		Sulfuric Acid %	Yields (wt%)	T°C	Sulfuric Acid %	Yields (wt%)	Lignin purity (%)	Lignin extraction Yields (wtc%)	Lignin yields for 100kg of biomass (kg)
Spruce	27.86 ± 0.33	**E2**	No			180	0.9	56.63	93.66	40.14	11.18
		E4	No			200	0.9	34.10	94.19	48.57	13.53
		E5	No			180	0	80.83	90.58	18.71	5.21
		E6	No			200	0	69.38	96.14	32.73	9.12
		E7	Yes	0	86.02	200	0	78.06	94.27	32.56	7.80
		E8	Yes	0.9	77.64	200	0.9	38.97	97.01	49.87	10.79
Beech	23.70 ± 0.25	**H2**	No			180	0.9	55.66	86.39	60.23	13.88
		H4	No			200	0.9	46.65	93.61	67.52	15.56
		H5	No			180	0	67.71	85.15	45.16	10.40
		H6	No			200	0	51.25	91.31	59.09	13.61
		H7	Yes	0	85.19	200	0	58.58	92.96	68.83	13.51
		H8	Yes	0.9	72.98	200	0.9	22.45	95.86	90.46	15.21

La masse molaire des macro-lignines est déterminée par SEC. La Fig. 1 montre la distribution des masses molaires des macro-lignines de hêtre avec une tendance à l'augmentation relative de la MW en fonction de la diminution de sévérité du traitement. L'évolution des masses molaires s'explique par la modification des pré-traitements qui entraînent une dégradation plus ou moins importante de la structure macromoléculaire de la lignine.

Enfin les nano-lignines produites sont caractérisées par DLS comme le montre la Fig. 2 avec des tailles dans le cas du hêtre variant de d'environ 60 à 150 nm en fonction de la proportion de l'anti-solvant. Les suspensions obtenues sont par ailleurs très stables dans le temps, ce qui est en accord avec les mesures de potentiel zêta réalisées (-20mv).

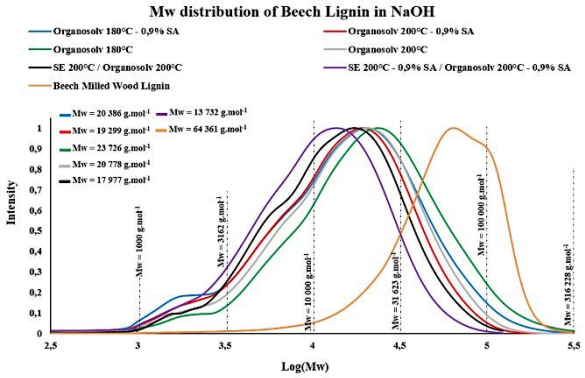


Fig. 3 : Distribution des masses molaires moyennes pour les macro-lignines de hêtre en analyse SEC

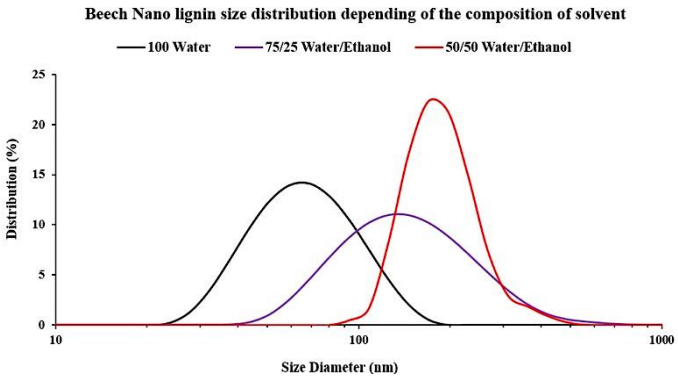


Fig. 4 : Distribution des nanoparticules de lignine de hêtre en fonction de la composition du solvant

Conclusion et perspectives

Les résultats préliminaires de ce projet sont nombreux et encourageants : production de nanoparticules de lignine de différentes tailles en fonction de facteurs paramétrables (compositions solvants, concentration, débit…) de manière simple et verte (extraction par procédés respectueux de l'environnement et production uniquement par précipitation avec mélange eau/éthanol). La suite du projet s'articule autour de l'optimisation des paramètres de production des nano-lignines, la caractérisation microscopique de celles-ci et le leur valorisation.

Remerciements

Ce travail est financé par la Région Grand-Est et le MESRI ainsi que le projet LabEx (ARBRE ; grant ANR-11-LABX-0002-01). Des remerciements particuliers vont à la Plateforme PhotoNS du laboratoire L2CM, Université de Lorraine.

Références

Beisl S., Miltner A., Friedl A. (2017) Lignin from Micro- to Nanosize: Production Methods, International Journal of Molecular Sciences, vol 18.

Demuner I., Colodette J., Demuner A., Jardim C. (2019) Biorefinery review: Wide-reaching products through kraft lignin, BioRes, vol. 14, no 3, p. 7543-7581.

Luo H., Abu-Omar M. M. (2017) Chemicals From Lignin, Encyclopedia of Sustainable Technologies, Elsevier, p. 573-585.

Mandlekar N., Cayla A., Rault F., Giraud S., Salaün F., Malucelli G., Guan J. (2018) An Overview on the Use of Lignin and Its Derivatives in Fire Retardant Polymer Systems, Lignin - Trends and Applications, Chapter 9 p. 208-231.

Simangunsong E., Ziegler-Devin I., Chrusciel L., Girods P., Wistara N., Brosse N. (2020) Steam Explosion of Beech Wood: Effect of the Particle Size on the Xylans Recovery, Waste and Biomass Valorization, p. 625-633.

Vers de nouveaux ingrédients polyfonctionnels xylo-sourcés pour la cosmétique

Floriane Mangin[1], Pauline Gérardin[1], Coralie Audoin [2], Sandrine Milesi [2], Chantal Pichon [3], Jean-Marc Seigneuret [4], Valérie Serrano [4], Christian Lubrano [4], Philippe Gérardin [1], Christine Gérardin-Charbonnier[1]

[1]Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMAB), Université de Lorraine, INRAE, 54506, Vandoeuvre-lès-Nancy
[2]Laboratoires Clarins, 5 rue Ampère, 95300 Pontoise
[3]Centre de Biophysique Moléculaire, rue Charles Sadron, 45100 Orléans
[4]Alban Muller, 9 rue Jean Monnet, 28630 Fontenay-sur-Eure
floriane.mangin@univ-lorraine.fr

Mots clefs : économie circulaire ; bois ; nœud ; polyphénols ; fonctionnalisation ; cosmétique ; anti-oxydants ; valorisation.

Contexte et objectifs

Cette étude concerne le deuxième aspect du projet « ResiNoeud » et plus précisément l'hémisynthèse de dérivés multifonctionnels sur la base des composés poly-phénoliques, identifiés dans les extraits de nœuds de certaines essences résineuses.

Dans un contexte de développement durable et d'économie circulaire, le projet "ResiNoeud" a pour objectif la valorisation de co-produits de l'industrie du bois, pour la production de nouveaux ingrédients polyfonctionnels intégrables dans des cosmétiques naturels anti-âge et anti-pollution.

En effet, l'industrie de première transformation du bois génère chaque année un volume important de co-produits qui, aujourd'hui, sont encore majoritairement recyclés vers des marchés à faible valeur ajoutée comme la papeterie, la fabrication de panneaux ou comme source d'énergie. Pourtant, de nombreuses études ont montré que le bois, et plus particulièrement celui des nœuds, contient une grande quantité d'extractibles. Ces composés de faible masse moléculaire, et de structure chimique très variée, présentent de nombreuses propriétés biologiques, qui en font des cibles de choix pour une valorisation dans des marchés à haute valeur ajoutée telle que la cosmétique.

L'utilisation d'antioxydants dans des formulations cosmétiques a plusieurs intérêts : d'une part, ils permettent d'éviter la dégradation par oxydation des acides gras insaturés présents, et d'autre part, ils apportent une action sur le vieillissement prématuré de la peau, causé par l'attaque de radicaux libres sur les cellules de l'épiderme.

Les polyphénols extraits du bois présentent, certes, des propriétés antioxydantes et antibactériennes, mais ont souvent des inconvénients majeurs pour leur utilisation, tels que leur faible solubilité dans les milieux hydrophobes ainsi que leur faible bio-disponibilité.

D'autre part, les formulations cosmétiques sont souvent bien complexes et contiennent un assemblage de dizaines de composés différents, apportant chacun une propriété particulière : gras, texture, activité biologique… Dans un souci de simplification de ces formulations, l'utilisation de composés polyfonctionnels apporterait un avantage indéniable.

Il apparaît donc intéressant de modifier chimiquement les polyphénols présents dans les extraits afin de leur apporter non seulement des fonctionnalités supplémentaires mais également de

modifier leur lipophilie ou leur balance hydrophile/lipophile afin de leur conférer des propriétés d'auto-assemblages permettant ainsi de les utiliser en tant qu'ingrédients fonctionnels, tout en conservant leurs activités biologiques initiales. Ces dernières sont principalement apportées par les groupements hydroxyles phénoliques, il est donc nécessaire de conserver ces groupements libres et de réaliser les modifications structurales sur d'autres positions réactives de ces molécules (Hong *et al.* 2016).

Matériel et méthodes

Il existe très peu d'exemples de modifications chimiques de polyphénols dans la littérature (Cruz *et al.* 2014, Moraux *et al.* 2017, Appendino *et al.* 2002). Nous avons donc envisagé différentes pistes de modifications impliquant de greffer des molécules fonctionnelles de type amino-acides ou petits peptides ou encore des acides gras sur la structure polyphénolique à différents niveaux.

Les molécules fonctionnelles, que nous souhaitons associer aux polyphénols, sont également biosourcées et proviennent de co-produits de l'industrie des agro-ressources, ce qui correspond tout à fait également au principe d'économie circulaire. Elles devraient permettre de moduler la balance hydrophile/lipophile afin de conférer à la molécule finale des propriétés tensioactives ou gélifiantes.

Résultats attendus

Les composés cibles sont schématisés dans la Fig. 1. Le greffage des molécules cibles sera réalisé sur des polyphénols extraits et purifiés, et en quantité suffisante au niveau de la ressource bois, via des modifications chimiques mettant en œuvre des méthodes respectueuses de l'environnement et par l'utilisation de techniques et solvants respectant les principes de la chimie verte. Leurs propriétés physicochimiques (tensioactivité, propriétés gélifiantes, antioxydants…) et biologiques (antibactériennes…) seront caractérisées (Fig. 1).

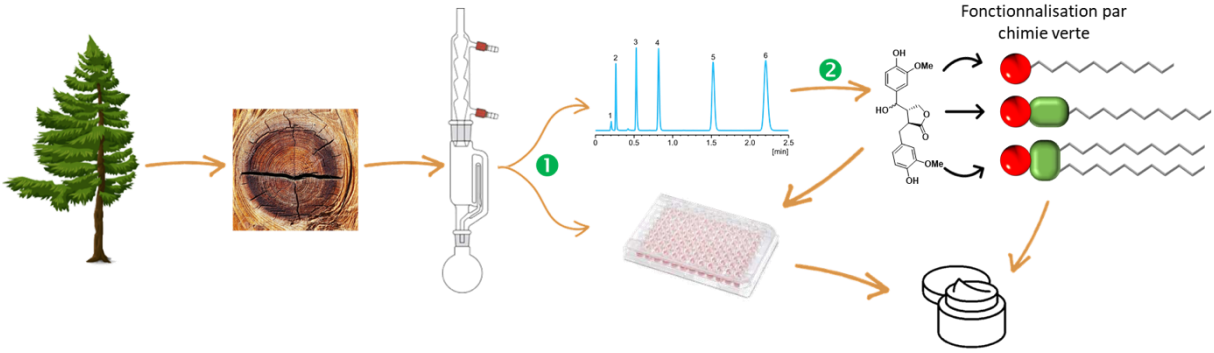


Fig. 1 : Chaîne de valeur et composés cibles

Remerciements

Les auteurs remercient l'ANR pour le financement de cette phase du projet ResiNoeud via le programme France Relance ainsi que BPI France et la Région Lorraine.

Le LERMaB bénéficie d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence n°ANR-11-LABX-0002-01 (Laboratoire d'Excellence ARBRE).

Références

Appendino G., Minassi A., Daddario N., Bianchi F., Tron,G. C. (2002) Chemoselective Esterification of Phenolic Acids and Alcohols, Organic Letters, 4, 3839-3841.

Cruz L., Fernandes V.C., Araújo P., Mateus N., de Freitas V. (2015) Synthesis, characterisation and antioxidant features of procyanidin B4 and malvidin-3-glucoside stearic acid derivatives, Food Chemistry, 174, 480-486.

Hong S., Liu S. (2016) Targeted acylation for all the hydroxyls of (+)-catechin and evaluation of their individual contribution to radical scavenging activity, Food Chemistry, 197, 415-421.

Moraux T., Dumarçay S., Gérardin P., Gérardin-Charbonnier C. (2017) Derivatives of the Lignan 7′-Hydroxymatairesinol with Antioxidant Properties and Enhanced Lipophilicity, Journal of Natural Products, 80, 1783-1790.

Evaluation de l'évolution des propriétés mécaniques du bois lamellé collé en extérieur et suivi des paramètres de vieillissement

GREFFIER Guilhem[1*], ESPINOSA Luis[1], PERRIN Marianne[1], EYMA Florent[1]

[1] Institut Clément Ader (ICA), CNRS UMR 5312, Université de Toulouse, IUT de Tarbes, UPS, France
*guilhem.greffier@iut-tarbes.fr

Mots clefs : CND, Bois Lamellé Collé, Humidité, Mesures électriques, Capteurs intégrés, Durabilité, Ouvrages d'arts

Introduction

Dans le contexte actuel, l'utilisation du bois et particulièrement du lamellé collé (LC) comme alternative aux matériaux de constructions dits « traditionnels » que sont le béton et l'acier permet de diminuer l'impact environnemental de la construction d'ouvrages d'arts. Le bois LC est constitué de lamelles de bois aboutées et collées entre elles, permettant de créer des portées et des sections adaptées à la plupart des ouvrages d'arts de petites longueurs (inférieures à 50m) (Franke et al. 2018, Le Roy 2013).

Cependant, le comportement à long terme du bois LC n'est pas suffisamment documenté. En plus des problématiques courantes du bois vis-à-vis de l'humidité telles que les attaques fongiques et d'insectes, le bois LC, de par sa constitution, est particulièrement sensible aux cycles d'humidification/séchage (H/S). En effet les mécanismes de retrait-gonflement liés à ces cycles (H/S) génèrent des contraintes au niveau des interfaces entre les lamelles. Ce phénomène entraine des délaminations et des fissurations qui endommagent les sections et dégradent leurs propriétés mécaniques (Ramanakoto 2017).

Dans ce contexte, depuis plusieurs années, une instrumentation spécifique du lamellé collé est développée à l'Institut Clément Ader (Uwizeyimana et al. 2020, Li 2017). Elle permet de cartographier en temps réel l'humidité dans une poutre par l'intermédiaire de capteurs résistifs intégrés dans l'épaisseur du joint de colle.

Cette instrumentation est actuellement utilisée dans le cadre d'essais réalisés sur le site de l'IUT de Tarbes en conditions climatiques réelles avec des éprouvettes en bois LC, chargées et non chargées, exposées en extérieur. L'objectif de ce travail est d'identifier l'impact des cycles H/S liés aux conditions météorologiques combiné aux effets du chargement à long terme sur l'évolution des propriétés mécaniques du bois LC.

Matériel et méthodes

Une campagne d'essais en extérieur a été initiée en août 2020 pour une durée de 5 ans. 198 éprouvettes en bois LC constituées de trois lamelles de Douglas collées avec de la colle polyuréthane ont été fabriquées. Le Douglas et la colle polyuréthane ont été choisis car ses matériaux, utilisés dans l'industrie du lamellé collé, sont adaptés pour une utilisation extérieure.

Les éprouvettes mesurent 480mm de long pour une section de 30x30mm. Ces sections ont été définies selon la norme EN408 (AFNOR 2012). L'utilisation de petites éprouvettes nous permet d'avoir une grande sensibilité aux variations d'humidité afin d'avoir des effets de vieillissement observables sur la durée de la campagne d'essais.

Trois scénarios de vieillissement distincts sont étudiés, 66 éprouvettes sont exposées en conditions extérieures avec une charge en flexion 4 points, 66 éprouvettes sont exposées à l'extérieur sans chargement et 66 éprouvettes sont conservées dans une pièce à température et humidité régulée comme référence. Six éprouvettes de chaque série sont équipées du système d'instrumentation développé dans notre laboratoire permettant d'avoir un suivi de l'humidité et des déformations dans le bois LC. L'humidité et la température ambiante sont mesurées sur site et la pluviométrie est suivie depuis la station météorologique de Tarbes-Ossun-Lourdes (Infoclimat 2022).

L'instrumentation des éprouvettes (Fig. 1) consiste en 3 mesures d'humidité par l'intermédiaire de capteurs résistifs de types patchs et de deux jauges de déformation disposées de part et d'autre du joint de colle permettant de mesurer les déplacements différentiels entre deux lamelles. L'épaisseur des jauges ne permet pas de les coller sur le même plan transversal de part et d'autre du joint de colle sans risquer de fragiliser l'éprouvette. Elles sont donc positionnées à la même distance du bord de chaque côté des éprouvettes. Les données récoltées sont transmises par radio pour être exploitées depuis un PC à distance grâce à une interface dédiée.

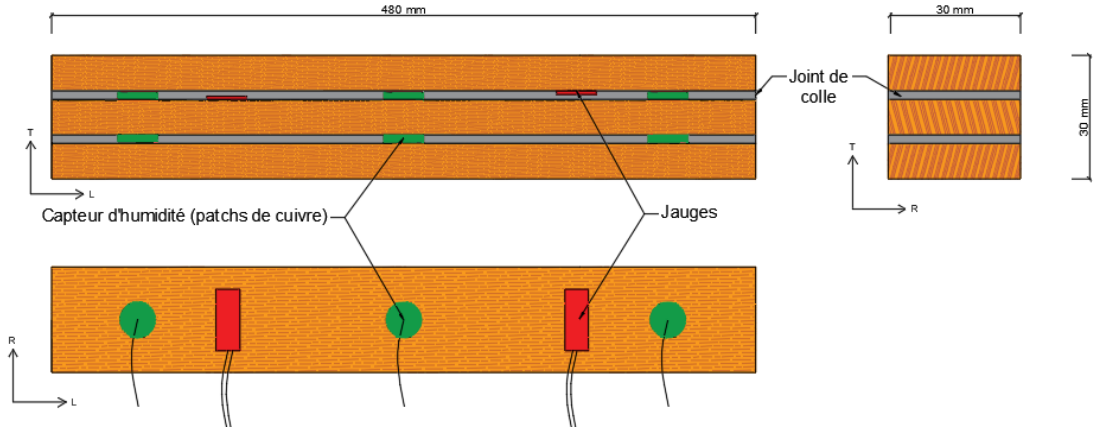


Fig. 1 : Systèmes intégré de suivi des paramètres de vieillissement du bois lamellé collé

Les éprouvettes sont ensuite testées en flexion 4 points à intervalle de temps régulier de manière à avoir un suivi de l'évolution des propriétés mécaniques en fonction des conditions de vieillissement. Les éprouvettes sont analysées visuellement avant essais pour mesurer le taux de délamination du joint de colle.

Premiers résultats

Suivi de l'humidité : Les données récoltées pendant les premiers mois d'exposition en extérieur mettent en évidence trois niveaux d'effet des cycles H/S. les échantillons étant relativement petits, nous détectons une première variation d'humidité relative (HR) entre le jour et la nuit de l'ordre de 1.5 à 3 % HR. Ensuite, sur des durées allant de quelques heures à plusieurs jours les conditions météorologiques entrainent des variations, d'une amplitude pouvant atteindre 10% HR. Enfin, à plus long terme, le système de mesure met en évidence des cycles d'humidifications séchage liés aux variations saisonnières (Fig. 2) avec des valeurs d'humidité variant entre 10 et 25 % entre l'été et l'hiver.

Les cycles H/S mesurés génèrent des contraintes internes dans le bois LC qui se traduisent par des pertes de propriétés quantifiables observables lors des essais mécaniques de flexion.

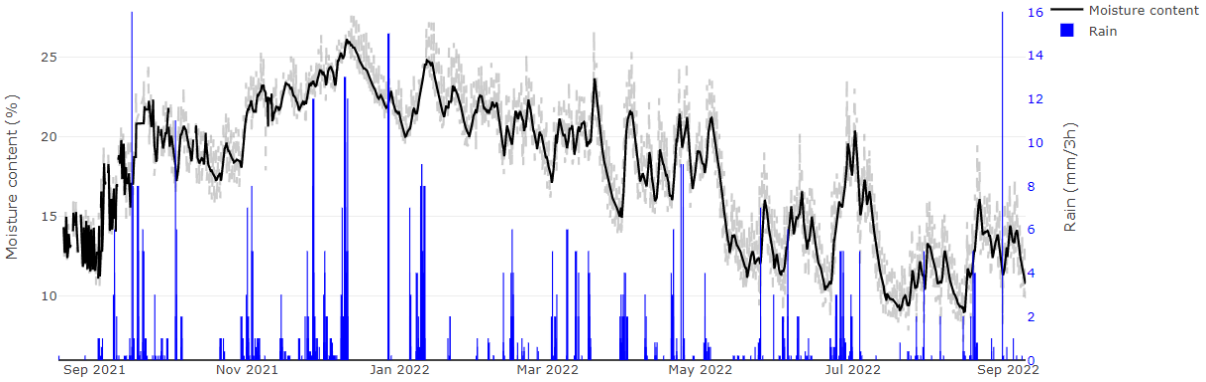


Fig. 2 : Extrait de l'évolution de l'humidité moyenne dans une éprouvette en bois LC

Essais de flexion : Les résultats de résistance mécanique en flexion 4 points après 6 mois de vieillissement (Fig. 3) montrent une perte de propriété significative de l'ordre de 10% pour les éprouvettes extérieures chargées par rapport aux éprouvettes témoins, testées non chargée et non vieillies. Les éprouvettes extérieures non chargées n'ont pas une résistance significativement différente des éprouvettes témoins (perte de seulement 3.9%). Les éprouvettes stockées 6 mois en environnement contrôlé en intérieur n'ont-elles pas perdu de propriétés mécaniques.

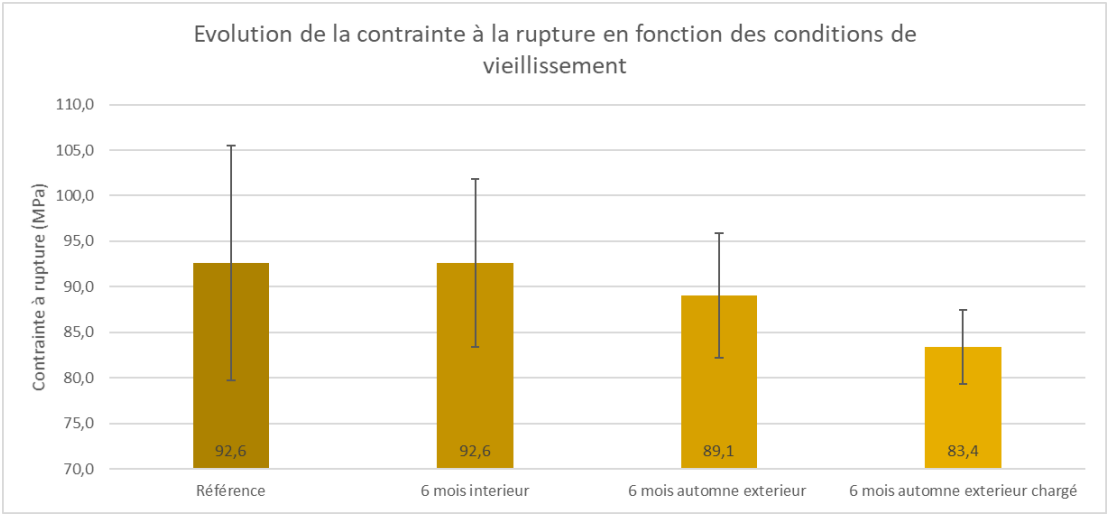


Fig. 3 : Evolution de la contrainte maximale à la rupture
en fonction des conditions de vieillissement

Compte tenu de l'effet de la densité sur les propriétés mécaniques (Trouy et Triboulot, 2012), de la dispersion de densité obtenue lors de nos essais (Fig. 3) et du faible nombre d'échantillons testés, il est possible que pour le lot d'éprouvettes extérieures non chargées, la différence de propriétés mécaniques par rapports aux éprouvettes témoins soit en partie compensée par de meilleures propriétés mécaniques initiales. En effet, les éprouvettes extérieures non chargées que nous avons testées avaient une densité moyenne plus élevée (577 kg/m^3) que les éprouvettes intérieures et extérieures chargées (respectivement 547 et 550 kg/m^3).

Conclusion

Les premiers mois d'essais en conditions réelles ont confirmé la performance de notre système intégré pour le suivi en temps réel de l'humidité. Les variations observées sont cohérentes avec les humidités mesurées dans des ouvrages existants (Müller et al. 2017). Les pertes de propriétés

mécaniques mesurées à ce stade restent faibles mais au vu des endommagements observés sur les éprouvettes liés aux périodes de séchage de ce printemps et de cet été nous attendons des pertes de propriétés significatives pour nos prochaines campagnes d'essais. Les pertes de propriétés observées après un seul cycle accéléré (Uwizeyimana 2021), sans chargement, avaient été de l'ordre de 10% alors que nous ne remarquons pas d'impact significatif après 6 mois en extérieur sans chargement. Il semblerait donc que le cycle H/S accéléré soit très sévère par rapport à ce que l'on peut obtenir en conditions réelles. Les données recueillies actuellement seront donc utilisées à l'avenir pour créer un modèle de prédiction de l'évolution des propriétés mécaniques des structures en bois LC basé sur les mesures d'humidité recueillies sur échantillons ou poutres. Ce nouvel outil permettra d'avoir une cartographie en temps réel de l'humidité dans la structure, et pourra ainsi permettre aux gestionnaires d'ouvrage d'anticiper les opérations de maintenance et de connaitre la durée de vie résiduelle des éléments porteurs.

Remerciements

Les auteurs souhaitent remercier l'agglomération de Tarbes Lourdes Pyrénées, L'IUT de Tarbes et la Région Occitanie pour leur support financier, ainsi qu'Emmanuel LAUGT pour son soutien technique et ses précieux conseils dans le cadre du développement de notre système de suivi.

Références

AFNOR (2012) NF EN 408+A1, Structures en bois - Bois de structure et bois lamellé-collé - Détermination de certaines propriétés physiques et mécaniques.

Franke B, Schiere M, Franke S. (2018) Stress developments in large timber cross sections in relation to geometry and encountered climate. In: World Conference on Timber Engineering, August 20-23 in Seoul

Infoclimat (2022) Infoclimat - la météo en temps réel : observations météo en direct, prévisions, archives climatologiques, photos et vidéos..., https://www.infoclimat.fr/ (consulté le 30 juin 2022).

Le Roy R. (2013) Ouvrages d'art en bois - Perspectives de développement en France. Présentation aux 2èmes Journées Scientifiques du GDR 3544 Sciences du bois, Paris.

Li H. (2017) Utilisation de matériaux bois intelligents pour la gestion durable des infrastructures. Thèse de Doctorat, Université de Toulouse.

Müller A., Franke B., Schiere M, Franke S. (2017) « Advantages of moisture content monitoring in timber bridges », in Proceedings of 3rd International Conference on Timber Bridges, 27-29 Juin, Skellefteå, Sweden, p. 60-69.

Ramanakoto M.F. (2017). Optimisation et qualification des surfaces usinées : application au matériau bois (phd). Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.

Trouy M.-C., Triboulot P. (2012) Matériau bois - Structure et caractéristiques. Techniques de l'ingénieur, C 925v2,

Uwizeyimana P. (2021) Suivi de la santé structurale des infrastructures en bois par intégration de capteurs, phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.

Uwizeyimana P. Perrin M., et. Eyma F. (2020) Moisture monitoring in glulam timber structures with embedded resistive sensors: study of influence parameters, Wood Sci Technol, vol. 54, no 6, p. 1463-1478.

Caractérisation mécanique de produits issus du déroulage de peupliers agroforestiers

Lucie Heim[1], Rémy Marchal[1], Joffrey Viguier[1], Bertrand Marcon[1], Roger Letourneau[1], Kevin Candelier[2,3], Eric Badel[4], Louis Denaud[1]

[1]Arts et Metiers Institute of Technology, LABOMAP, HESAM Université, F-71250 Cluny, France,
[2] CIRAD, UPR BiowooEB, F-34398, Montpellier, France
[3] BioWooEB, Univ. Montpellier, CIRAD, Montpellier, France
[4] Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, 63000 Clermont–Ferrand, France
lucie.heim@ensam.eu

Mots clefs : Agroforesterie, peuplier, Koster, LVL, propriétés mécaniques, MOE, MOR

Introduction

La ressource en peuplier française a largement diminué depuis les années 90, passant de 2,3 millions d'arbres plantés par an à 800 000 plants/an en 2017 (CODIFAB 2016, mis à jour en 2019). Cette diminution s'explique notamment par une absence de reboisement importante dont les causes sont multiples, un tiers des surfaces exploitées n'étant pas reboisé. Les tensions de réapprovisionnement dans la filière Peuplier française, dont la récolte relativement stable représentait 26,5% de la récolte feuillue en France en 2017, laissent ainsi craindre une pénurie dans les prochaines années à venir si le rythme de replantation ne se renforce pas. En France, les industries consommatrices de bois de peuplier sont les industries du déroulage (69%) et du sciage (31%) (CODIFAB 2016).

Dans ce contexte, l'agroforesterie, qui associe sur une même parcelle agricole une composante arborée à des cultures et/ou à du bétail, est une alternative de plus en plus crédible pour participer à assurer la pérennité voire l'accroissement de la ressource en bois de peuplier.

Il existe cependant peu d'informations concernant l'acclimatation et le développement du peuplier en milieu agroforestier, les conditions de croissance dans ce type de système s'éloignant de celles des peuplements conventionnels (densité de plantation plus faible, interactions avec les cultures et le bétail, accès à la lumière et aux ressources, interventions humaines pour l'entretien des arbres et des parcelles, etc). L'objectif de ce travail consiste donc à déterminer l'influence de ces conditions de croissance sur la qualité technologique des bois de peuplier à travers l'évaluation des propriétés mécaniques et physiques (résistance à la rupture, module d'élasticité et masse volumique) de panneaux de LVL issus de peupliers agroforestiers et de peupliers de plantation conventionnelle.

Matériel et Méthode

Parcelles et échantillonnage des peupliers

L'étude a été menée sur deux parcelles, l'une agroforestière (AF) et l'autre forestière servant de témoin (FC), situées à Lent (Ain, France ; 46°05'04.7"N 5°10'24.6"E) et gérées par un agriculteur indépendant. Le cultivar majoritairement présent sur ces deux parcelles, le Koster, est un cultivar hybride (peuplier deltoïde du Michigan X peuplier noir « Vereecken ») sélectionné en 1966 (Paillassa 2002) et pouvant être cultivé sur l'ensemble de la France. C'est un cultivar peu sensible au vent dont la facilité d'élagage, ses faibles besoins en eau et sa bonne adaptation

aux stations hors vallée (Paillassa 2002; CRPF 2016) en font un bon candidat pour la production en système agroforestier.

Les arbres de la parcelle FC ont été plantés entre 2003 et 2004 tandis que ceux de la parcelle AF l'ont été entre 2008 et 2009. Les densités de plantation sont d'environ 200 arbres/ha pour la parcelle FC et 50 arbres/ha pour la parcelle AF. Dans cette dernière on retrouve entre chaque ligne d'arbre une prairie fauchée annuellement destinée à l'alimentation animale. Six arbres par parcelle ont été abattus en avril 2022 (représentés en rouge sur la Fig. 1) et un billon a été prélevé à la base de chaque arbre.

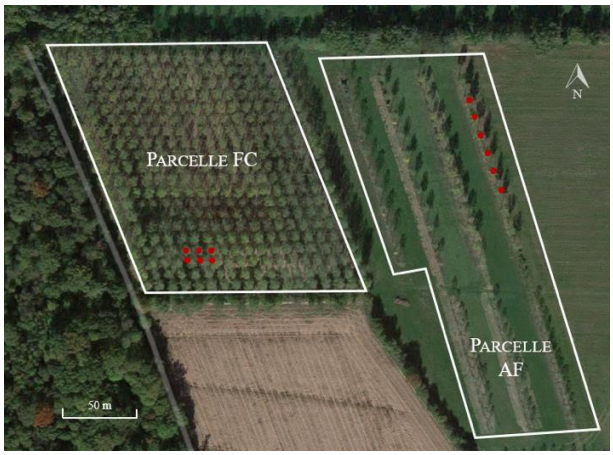


Fig. 1 : Parcelles forestière (FC) et agroforestière (AF) du dispositif expérimental – Les arbres échantillonnés sont représentés en rouge

Déroulage et préparation des panneaux de LVL

Les 12 billons échantillonnés ont été déroulés en mai 2022 sur la ligne de déroulage instrumentée du LABOMAP (Arts et Métiers de Cluny, France). Les billons ont été centrés sur la moelle et les placages obtenus avaient pour dimensions 650 (L)x 550 x 3 mm.

Pour chaque billon, deux panneaux de LVL ont été obtenus en prenant pour l'un les cinq placages les plus extérieurs du billon, que l'on appellera LVL Extérieur (correspondant à des positions radiales éloignées du cœur), et pour l'autre les cinq placages les plus au centre (les plus proches de la moelle) que l'on appellera LVL Intérieur.

Cinq éprouvettes de dimensions 15 x 20 x 600 mm ont été prélevées dans chaque panneau puis stabilisées pendant 15 jours dans une enceinte climatique Binder à 20°C et 65% d'humidité relative afin d'atteindre un taux d'humidité du bois d'environ 12%. Le module d'élasticité (MOE) et le module de rupture (MOR) ont été calculés via des essais de flexion 4 point sur chant en accord avec la norme EN 408 (EN 408 2012). Ces essais ont été réalisés en utilisant une machine d'essais universelle – Zwick-Roell 250 kN couplé à un capteur de distance Baumer (OM30-L0550.HV.YUN).

Résultats et discussion

Les peupliers agroforestiers présentent des MOE, des MOR et des masses volumiques significativement supérieurs à ceux des peupliers forestiers témoins. En moyenne, leurs MOE, MOR, et masse volumique, tout panneaux confondus, sont respectivement de 8332 MPA, 61,32 MPa et 461 kg/m^3 contre 7367 MPa, 53,4 MPa et 427 kg/m^3 pour les peupliers forestiers (voir Tab. 1). Ces valeurs sont en adéquation avec celles obtenues dans l'étude de Paillassa *et al.* traitant de la qualité du bois de nouveaux cultivars de peuplier, qui attribue un MOE de 8496 MPa et un MOR de 54,0 MPa aux LVL de Koster (Paillassa et al. 2013).

Tab. 1 : Module d'élasticité (MOE), résistance à la rupture (MOR) et masse volumique des LVL de peupliers agroforestiers et forestiers, en fonction de la position des placages dans le billon

	AF			FC		
Position du LVL dans le billon	MOE (Mpa)	MOR (Mpa)	Masse volumique (kg/m^3)	MOE (Mpa)	MOR (Mpa)	Masse Volumique (kg/m^3)
Extérieur	8855	66,6	481	8353	60,9	432
Intérieur	7642	58,4	441	6073	49,3	423
Moyenne	8332	61,32	461	7367	53,4	427

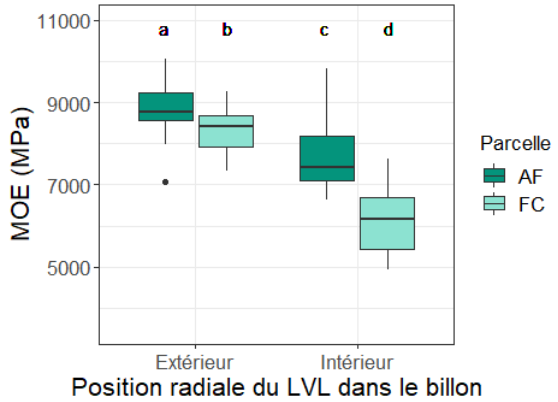


Fig. 2 : Module d'élasticité (MOE) des LVL de peupliers agroforestiers et forestiers, en fonction de la position des placages dans le billon

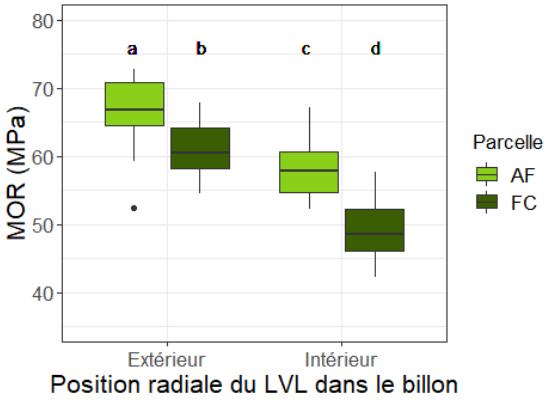


Fig. 3 : Résistance à la rupture (MOR) des LVL de peupliers agroforestiers et forestiers, en fonction de la position des placages dans le billon

Les LVL Extérieurs possèdent pour les deux modalités de traitement un module d'élasticité, une résistance à la rupture et une masse volumique plus importants que ceux des LVL Intérieurs (Fig 2 & 3 ; Tab 1). Ces résultats sont cohérents puisque les LVL Intérieurs sont composés des placages proches de la moelle et pouvant contenir du bois juvénile dont la présence peut impacter négativement les propriétés mécaniques du bois, le bois juvénile ayant des MOE et MOR plus faibles que le bois mature (Panshin et De Zeeuw 1964).

De plus, en comparant nos résultats à ceux obtenus par Rahayu et al. (2015) dans leur étude menée sur des LVL de Koster composés de bois juvénile ou de bois mature, on constate que les valeurs obtenues de MOR pour les LVL Intérieurs et Extérieurs des peupliers forestiers sont similaires à celles de leur étude (49 MPa pour les LVL composés de bois juvénile contre 58 MPa pour les LVL composés de bois mature).). Les valeurs de MOR obtenues dans notre étude pour les LVL agroforestiers sont également plus importantes que celles des LVL forestiers de leur étude.

De la même manière que nos résultats indiquent des modules d'élasticité supérieurs pour les LVL Extérieurs que pour les LVL Intérieurs, Rahayu et al observent des MOE plus importants pour les LVL de bois mature que pour les LVL de bois juvénile, 9,260 MPa et 7,832 MPa respectivement (Rahayu et al. 2015).

Conclusion et Perspectives

Bien que les peupliers agroforestiers soient plus jeunes que leurs témoins forestiers, ils présentent de meilleures propriétés mécaniques, avec des MOE et des MOR statistiquement plus élevés.

Ces résultats seront ensuite mis en relation avec l'étude d'autres propriétés physiques et mécaniques des arbres échantillonnés telles que leurs masses volumiques, leurs modules spécifiques, la présence de bois de tension ou de bois juvénile ainsi que l'influence du faux-cœur, présent en plus grande proportion chez les peupliers forestiers.

Ainsi, ce travail prometteur pour la ressource agroforestière pourrait participer à réduire la pénurie en bois de peuplier qui menace l'industrie française. Il devra être complété par la suite par l'étude du comportement et de la croissance d'autres cultivars en milieux agroforestiers afin de guider les agriculteurs et les industriels vers des choix plus adaptés aux conditions de croissance offertes par ces systèmes, dont la réapparition dans le paysage agricole depuis quelques années en Europe s'ancre dans la lutte contre les changements climatiques.

Remerciements

Les auteurs remercient M. VINCENT, propriétaire du dispositif d'étude pour l'accès à ses parcelles et aux peupliers étudiés dans le cadre de ce travail ; ainsi que M. TROMPILLE pour son aide précieuse lors du transport des arbres abattus.

Ce travail est financé par la Fondation de France dans le cadre de son appel à projets 2019 « Recherches sur les agroforesteries ».

Références

CODIFAB (2016) Sécurisation des approvisionnements en Peuplier (mis à jour 2019) https://www.codifab.fr/actions-collectives/securisation-des-approvisionnements-en-peuplier-1636.

CRPF (2016) Le peuplier - un feuillu performant cultivé en Rhône-Alpes. Centre Régional de la Propriété Forestière Rhône-Alpes. https://pefcaura.com/sites/default/files/prgm-accompagnement/exe_fiche_essence_peuplier_09_2016_v2_1-1.pdf.

EN 408 (2012) Timber structures – Structural timber and glued laminated timber – Determination of some physical and mechanical properties.

Paillassa E. (2002) Fiche technique cultivar de peuplier : Koster. Forêt-entreprise, no 146 (juin). https://www.peupliersdefrance.org/uploads/uploads-FR/fiches-cultivars/cultivarsREP_koster_1.pdf.

Paillassa E., Berthelot A., Reuling D., Robert A., Lanvin J., Legrand J., Moreau J., Denaud L. (2013) Etude des qualités du bois des nouveaux cultivars de peuplier. Rapport technique final.

Panshin A. J., De Zeeuw C. (1964) Textbook of wood technology.

Rahayu I., Denaud L., Marchal R., Darmawan W. (2015) Ten New Poplar Cultivars Provide Laminated Veneer Lumber for Structural Application. Annals of Forest Science 72 (6): 705-15. https://doi.org/10.1007/s13595-014-0422-0.

Experimental study and modeling on determining the predictors of creep behavior on small clear wood

HSIEH Tai-Yun[1], MONTERO Cédric[1], ALMÉRAS Tancrède, BARDET Sandrine[1]

[1]Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC), Université de Montpellier, CNRS, Montpellier, France
tai-yun.hsieh@umontpellier.fr

Keywords: Experimental studies; Delayed behavior; Longevity; Rheology; Numerical modeling; Wood

Context and objectives

Wood has been used as a structural material since ancient times, so we have always had to face the challenges of time and climate on wood and wood–based materials. In those situations, it expresses the creep behavior, a mechanical phenomenon in which the deformation increases with time at a constant load level. The additional deformation would affect the feeling of use, and serviceability for users, and sometimes the security of the structure. When deformation reaches the mechanical limits of the material, it can lead to failure. The creep behavior of wood has been mentioned in the study of Youngs (1957) and even earlier. Compared with the inorganic materials, wood is a much complex composite with different levels of interactions and large variability. Matar (2003) presents the creep test results for different specific densities. Even with similar moisture content level and temperature, wood can express variability in creep deformation according to microstructural organization of the material and its specific density (Fig. 1).

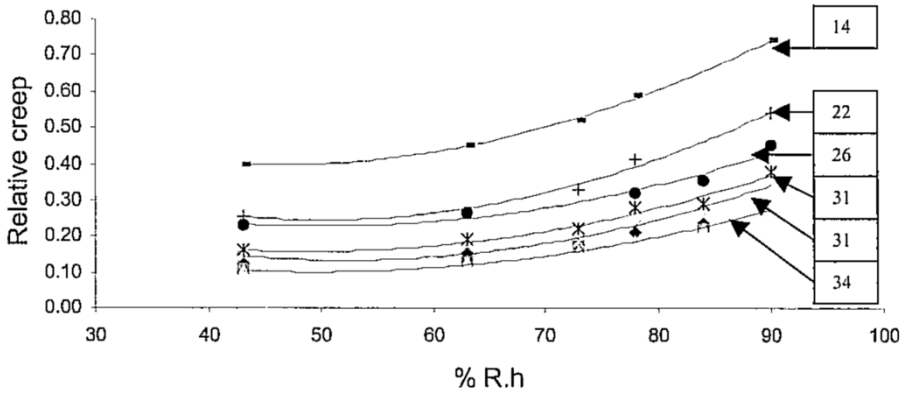


Fig. 1: Evolution of relative creep after 1 week at various relative humidity levels and for different values of specific modulus (GPa) indicated on each curve (Matar 2003)

Additionally, the microstructure affects the creep behavior. Fig. 2 shows the longitudinal tensile creep test results with a load of 14.2 MPa on Sugi with different microfibril angle (Kojima and Yamamoto 2004). These two examples show the diversity and complexity of creep behavior on wood materials. Considering the research objectives, we focused on the relationship between material properties and creep behavior under a constant hygrothermal environment.

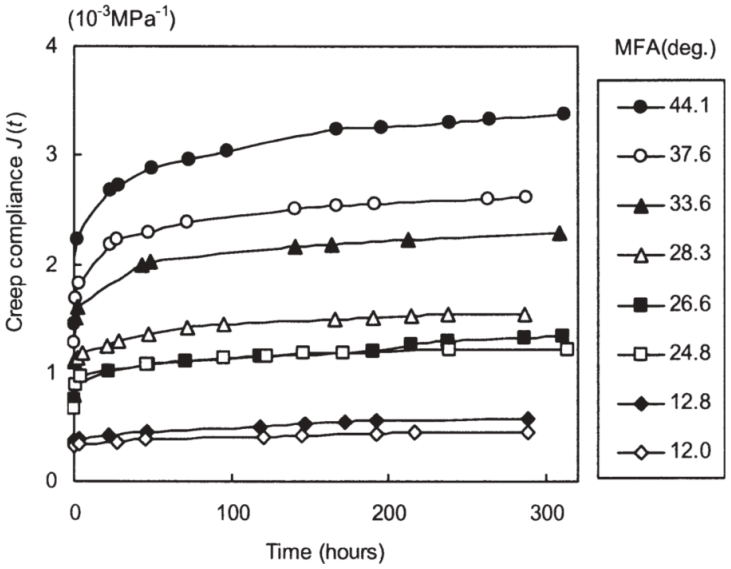


Fig. 2: The longitudinal tensile creep test of Sugi earlywood specimens with different microfibril angle (MFA) (Kojima and Yamamoto 2004)

Materials and methods

In this study, a series of 4–point bending creep tests were conducted on 4 kinds of small clear wood specimens (Tab. 1). To simplify the influencing factors during the experiments and to focus more on the relationship between the properties of the wood and the creep behavior, small clear wood specimens were used in this study. Wood materials were cut into the small specimens with the size of 150 mm (L) × 12 mm (b) × 2 mm (h) and stabilized in room condition for scanning and measure the average grain angle ($Grain_{avg}$) (Tab. 1). Fig. 3 (c) shows the measuring method of grain angle. The central line of the specimen along the length was taken as the reference line to measure the angle between the fiber and the reference line. Each sample was measured three times and the average value was taken. Then, the specimens were put inside the climatic chamber at 20 °C and relative humidity (RH) at 85% stabilized for 3 weeks and conducted the vibration test. Specimens' information including density (ρ), specific modulus (Es) was collected and calculated by the vibration tests results (Tab. 1). The 4–point bending text was performed in a climatic chamber at the same environmental condition. The length between the two supports was 110 mm and the distance between the two loading points was 60 mm (Fig. 3 b). The average stress given on the specimens in this study is 10.52 (±3.05) MPa. The strain was measured with the gauges of KYOWA KFGS-5-120-C1-11 and glued to the center of both sides of the specimen with cyanoacrylate glue. The strain gauge wires are connected to the TDS-120 data logger. The strain values for each channel are collected by the machine approximately every 5 seconds. The data logger is connected to a PC with a surface LabVIEW to collect the data and save it as a text file. In this text file, the time of the data logger, the time of the PC and the strain gauges values for each channel are recorded. The creep test duration was set to 7 days to achieve the relevant creep deformation and allow many tests.

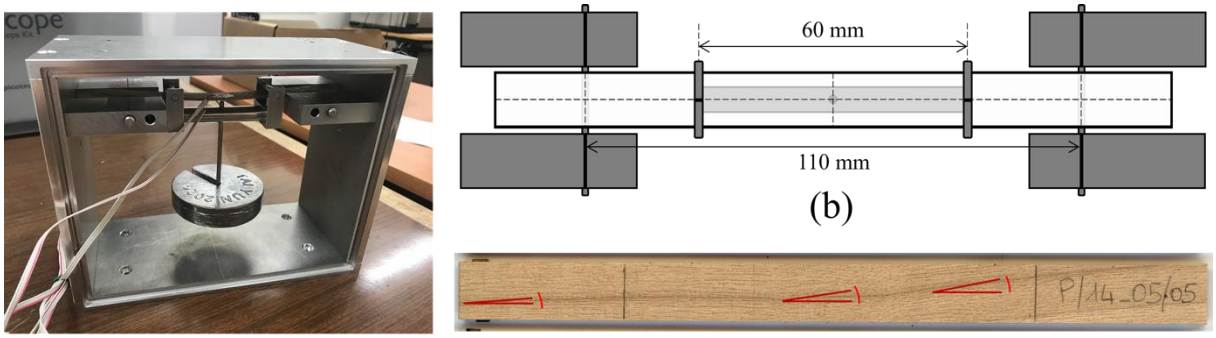


Fig 3: (a) 4–point bending test system for small clear wood. (b) Dimension of the loading system. (c) Measuring method of grain angle.

Tab. 1 : The average of the physical and mechanical properties of the specimens

	Number	ρ (g/cm^3)*	E_s (MPa)*	$Grain_{avg}$ (°)
Douglas fir (*Pseudotsuga menziesii*)	119	0.54 (±0.03)	19.73 (±4.15)	2.1 (±0.9)
Poplar (*Populus spp.*)	105	0.45 (±0.02)	19.56 (±1.61)	3.5 (±2.7)
European Beech (*Fagus sylvatica*)	109	0.73 (±0.02)	17.82 (±2.21)	2.1 (±0.8)
European Oak (*Quercus petraea*)	49	0.63 (±0.02)	13.61 (±2.18)	2.7 (±1.2)

* measured at 20 °C and RH = 85%

Results and discussion

After 7–day creep test, the results of 108 creep curves were used for modeling, including 29 Douglas fir samples, 34 Poplar samples, 33 Beech samples, and 12 Oak samples. In this study, we assumed that there are two possibilities for causing creep at the cellular level. The first one is the increased deformation of the cell wall. This means that creep behavior occurs at the microfibril scale or smaller. It could be a reorganization of microfibrils and/or a deformation of the amorphous regions of the cellulose or the amorphous matrix of hemicellulose and lignin. The second one is the creep deformation due to the sliding between the cells. In this case, the deformation of the specimen is caused by the movement between cells (Fig. 4). Based on this assumption, three models have been developed.

Linear model

The demarcation between primary and secondary creep is defined by previous studies (Matar, 2003) as when the loading for one day. By the results of linear regression between ρ, E_s, and delayed compliance (J_{1d}–J_0 for primary creep and J_{7d}–J_{1d} for secondary creep), the creep factors can be defined as $1/(\rho \times (E_s)^{1.5}$ for primary creep and $1/(\rho \times (E_s)^3)$ for secondary creep. Fig. 5 and Fig. 6 show good linear correlation between the creep factors and delayed compliance.

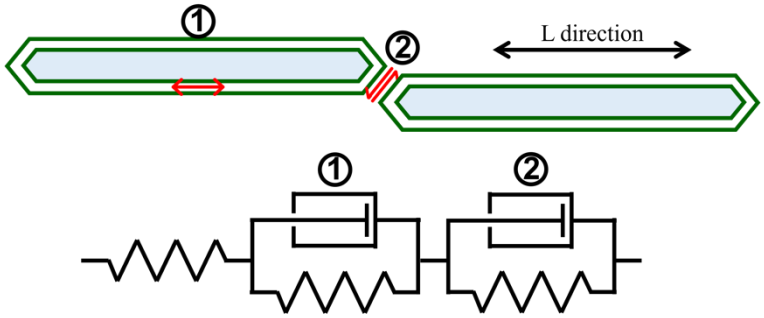


Fig. 4 : Assumptions of creep behavior in the cell scale: deformation of the cell wall (1) and sliding between cells (2), proposition of a model to represent both phenomena

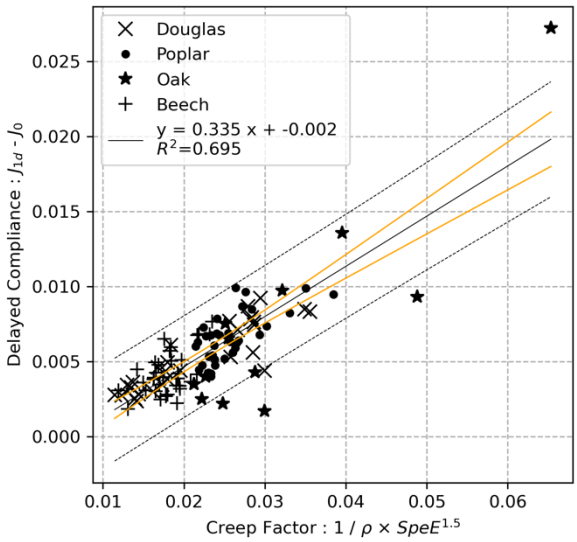


Fig. 5: Linear model for primary creep behavior

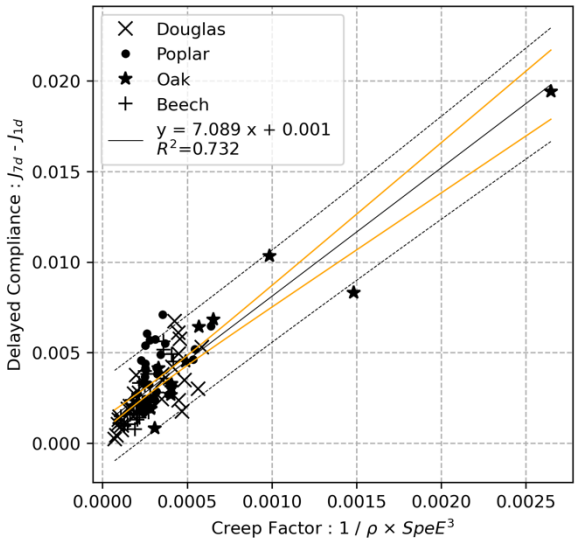


Fig. 6: Linear model for secondary creep behavior

Discrete compliance model

Considering the relationship between ρ, E_s, and delayed compliance changes with time, discrete compliance model was design to have the J^*n value at different characteristic time (τ) as shown on the Fig. 7 and equation (1). n from 1 to 5, indicating the 1st to the 5th Kelvin body in Fig. 7. The log τ_n is from 2 to 6, i.e., the characteristic time values are 100, 1000, 10000, 100000 and 1000000 seconds. Each experimental curve is fitted by the cumulative values of the 5 Kelvin bodies for these 5 characteristic times. The J^*n values are the results of the fitting.

$$J(t) = J_0 + \sum_{n=1}^{5} J^*n(t) = J_0 + \sum_{n=1}^{5} J^*n(1 - e^{-(t/\tau)}) \quad (1)$$

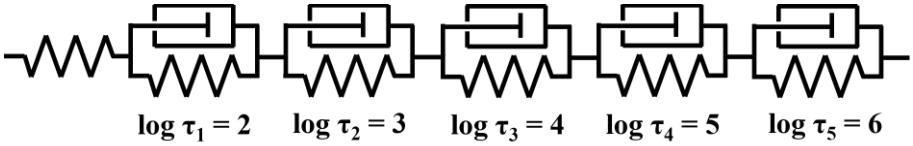


Fig. 7: Discrete compliance model

Fig. 8 and Fig. 9 show the slope of linear regression between the J^*n and ρ, E_s. As the absolute value of slope between ρ and J^*n decrease, the absolute value of slope between E_s and J^*n tends

to increase. It shows that creeping behavior starts from the cell wall and then shifts to intercellular sliding.

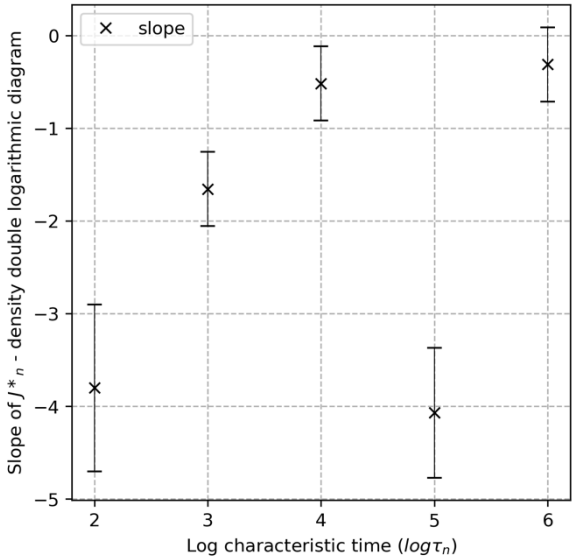


Fig. 8: Correlation between the characteristic time (τ) and the slope of regression result of J*n and ρ at different τ

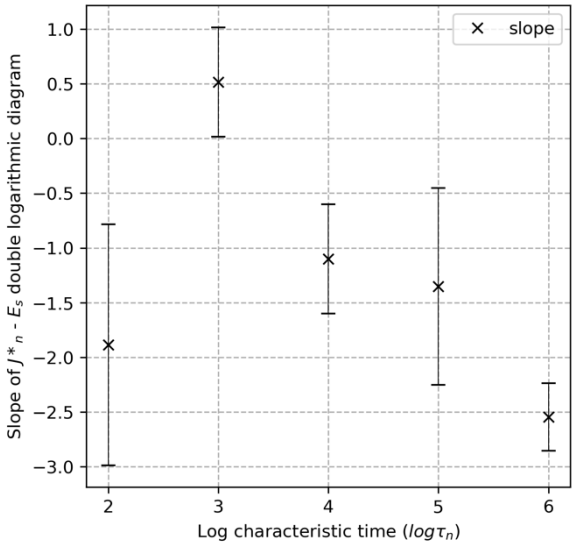


Fig. 9: Correlation between the characteristic time (τ) and the slope of regression result of J*n and Es at different τ

Multiple regression model

From the trends in Fig. 8 and Fig. 9, the relationship between τ and regression slope is not linear. We propose that the relationship between τ and regression slope can be present as polynomial as equation (4) to (6), which is the parameter to calculate J*i (Eq.3). The 10 parameters in equation (4) to (6) was calculated from the 108 creep curves in this study.

$$J(t,\rho,E_s) = J_0 + \sum J^*i(t,\rho,E_s) \times (1 - e^{-(t/\tau)}) \quad (2)$$

$$J^*i(t,\rho,E_s) = a(\log\tau_i) \times (\frac{\rho}{\rho_0})^{b(\log\tau_i)} \times (\frac{E_s}{E_{s0}})^{c(\log\tau_i)} \quad (3)$$

$$a(\log\tau_i) = i_a + s_a \times \log\tau_i + q_a \times (\log\tau_i)^2 + c_a \times (\log\tau_i)^3 \quad (4)$$

$$b(\log\tau_i) = i_b + s_b \times \log\tau_i + q_b \times (\log\tau_i)^2 \quad (5)$$

$$c(\log\tau_i) = i_c + s_c \times \log\tau_i + q_c \times (\log\tau_i)^2 \quad (6)$$

The curve of b(log τ_i) and c(log τ_i) (Fig. 10) which represent the relationship between ρ and Es show clearer trend than discrete compliance model. The effect of ρ decrease and Es increase. This result shows again that wood creep behavior is a dynamic process that it stars from the deformation of cell wall, then transfer to intercellular sliding. Fig. 11 shows one of the fitting results within 108 experimental creep curves.

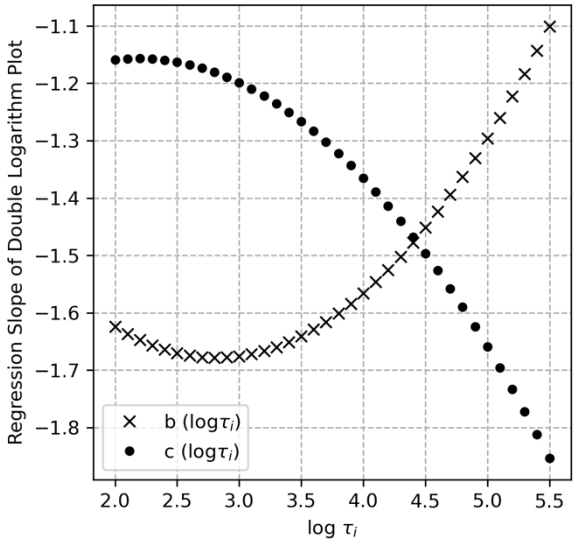


Fig. 10: Fitting result of b (logτ_i) and c (logτ_i)

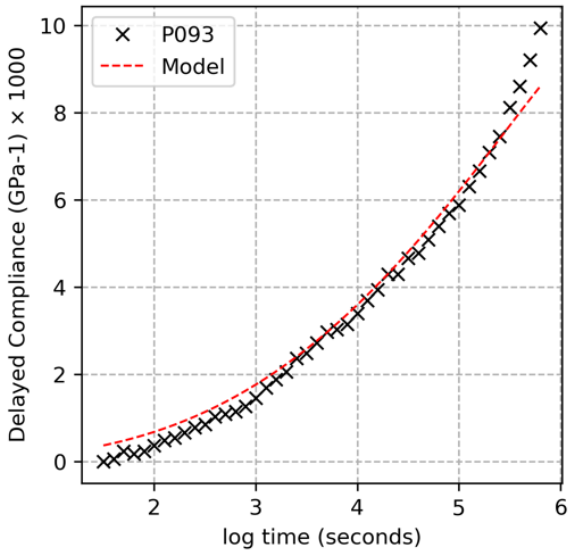


Fig. 11: Multiple regression model fitting results of specimen P093

Conclusions

In this study, the use of small clear wood was able to control the macroscopic material properties and reduce its variability. Density corresponds to material properties larger than cellular scale, and specific modulus corresponds to the property of the material that is smaller than the cellular scale, which is the microfibril angle or the grain angle. The most important assumption of the model in this study is that if delayed compliance is proportional to density, then creep behavior occurs only at the cell wall. It is proved in the linear model. However, we also observed that the magnitude of the effect of these factors on creep behaviors changed over time. Through the discrete compliance model, we found the compliance parameter values at characteristic time and the trend is not completely linear. Therefore, in the multiple regression model, we assume that the relationship between creep parameters and time is a polynomial function, which shows the degree of influence of material properties on the creep behavior change with time. The fitting results show that the effect of density decreases with time, while the effect of specific modulus increases. From this, we can infer that the creep behavior of wood starts with the deformation of the cell walls and then shifts to the intercellular space, which is related to the MFA and the grain angle and is presented by the specific modulus.

Aknowlegments

This work has been supported by French National Research Agency (ANR) during EFEUR5 project (ANR-15-CE08-0027) for the investments into experimental equipment.

Références

Kojima Y., Yamamoto H. (2004) Effect of microfibril angle on the longitudinal tensile creep behavior of wood. Journal of Wood Science, 50(4), 301–306.

Matar A. (2003) The mechanosorptive creep of softwood in bending (Unpublished doctoral dissertation). South Bank University.

Youngs R.L. (1957) The perpendicular-to-grain mechanical properties of red oak as related to temperature, moisture content, and time (Publication). Yale University.

Analyse de l'évolution du comportement vibratoire des immeubles de grande hauteur en bois

JANOT Dorian[1], VIEUX-CHAMPAGNE Florent[1], BOUDAUD Clément[2], GUEGUEN Philippe[3]

[1] Univ. Grenoble Alpes, Grenoble INP, CNRS, 3SR, F-38000 Grenoble, France
[2] Ecole Supérieure du Bois et des Matériaux Biosourcés, LIMBHA, Nantes, France
[3] ISTerre, Université Grenoble Alpes, Université Savoie Mont-Blanc, CNRS, IRD, Université Gustave Eiffel, Grenoble, France
dorian.janot@univ-grenoble-alpes.fr

Mots clefs : Comportement vibratoire ; Évolution temporelle ; Construction Bois ; Analyse expérimentale ; Immeuble de grande hauteur en bois ; Dynamiques des structures ; Analyse numérique

Contexte et objectif

Selon le Groupe d'Experts Intergouvernemental sur l'Évolution du Climat, « sans une réduction immédiate et radicale des émissions dans tous les secteurs d'activité humaine, il nous sera impossible de limiter le réchauffement planétaire à 1,5 °C » (Pörtner et al. 2022). Actuellement en France, le domaine du génie civil utilise 43 % de la consommation énergétique totale et produit 23 % des émissions de gaz à effet de serre (Ministère … 2020). La réglementation environnementale RE2020 impose de diminuer l'impact des bâtiments neufs sur le climat notamment au niveau des matériaux de construction (Ministère … 2022). Le bois se présente aujourd'hui comme un potentiel matériau de substitution aux matériaux classiques de construction (Abrahamsen et al. 2020). L'émergence des immeubles de grande hauteur en bois montre la faisabilité de ce type de construction (R+8) (Abrahamsen et al. 2020) et ainsi permet de favoriser son développement à plus grande échelle de R+4 à R+6 (ADIVBois), hauteur optimale des bâtiments d'une ville pour une optimisation énergétique (Jancovici 2019).

L'aspect structure bois offre une grande légèreté aux bâtiments impliquant de bonnes caractéristiques parasismiques en contrepartie d'une plus grande sensibilité aux excitations du vent pouvant générer de l'inconfort pour les habitants (Landel 2022). Cet inconfort peut être évalué à partir des caractéristiques dynamiques des bâtiments (fréquence, amortissement, amplitude et déformée modale). Dans les bâtiments classiques, ces paramètres sont sujets à des variations au cours du temps et en fonction de leur environnement (Mikael 2006), mais il n'existe aujourd'hui que très peu de littérature sur ces variations sur le long terme des immeubles de grande hauteur en bois et nous savons que le matériau est mécaniquement sensible à son environnement (Boudaud et al. 2016). Elles pourraient traduire d'un endommagement de la structure (Michel et al. 2007) pouvant nuire à son utilisation ou bien atteindre des seuils de perceptibilité des vibrations (Hengxi 2006) qui pourrait gêner les habitants.

L'objectif principal de la thèse est de mettre en évidence les phénomènes de variations de fréquence et d'amortissement afin de mieux comprendre les mécanismes du comportement vibratoire dans les immeubles de grande hauteur en bois.

Matériel et méthodes

En partenariat avec la société Actis, le « Haut-Bois », un bâtiment de grande hauteur à structure porteuse en bois, a été instrumenté avec 4 vélocimètres et pour une durée de 3 ans, permettant une analyse des variations des caractéristiques dynamiques sur le long terme (Gueguen et al. 2023).

Une station météo a été installée proche du bâtiment, permettant de récupérer les données (température, pourcentage d'humidité, vitesse de vent maximale, etc.) environnementales autour du Haut-Bois.

En plus de l'analyse vibratoire continue, une analyse modale a été réalisée durant la première année du cycle de vie du bâtiment pour obtenir les modes propres du bâtiment et s'en servir de référence.

Premiers résultats

Une première analyse modale effectuée juste après la fin de construction de l'immeuble nous permet d'identifier les trois premiers modes propres du bâtiment. Grâce à la méthode de la FDD (Fequency Domain Decomposition) (Hasan et al. 2018), nous sommes capables d'associer les déformées modales et les fréquences propres à chacun des premiers modes :

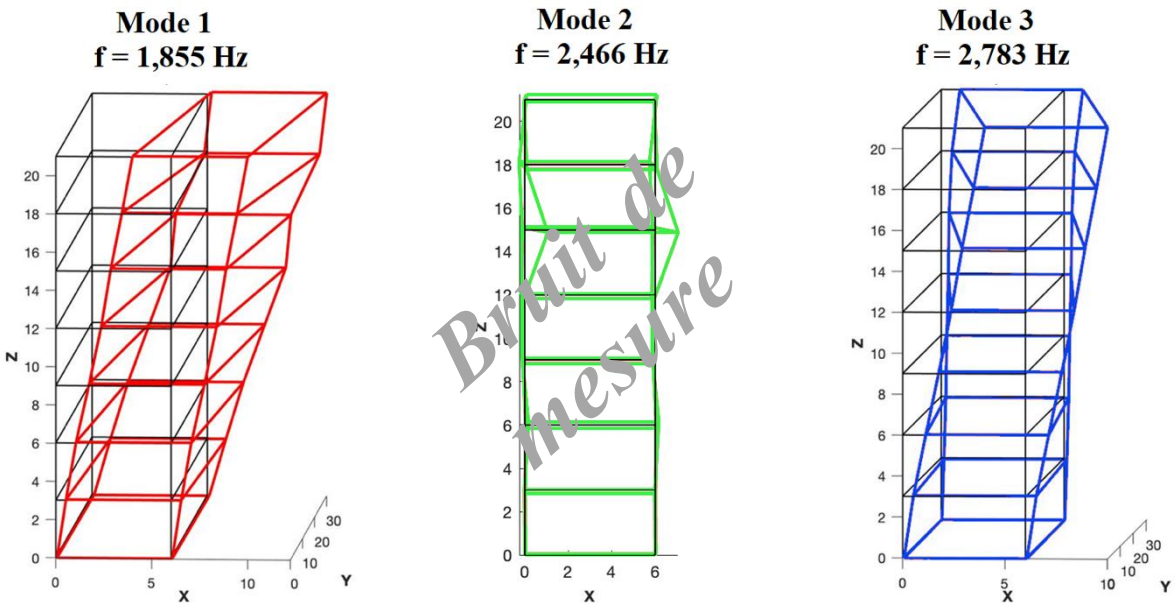


Fig. 1 : Résultat de l'analyse modale obtenu par FDD

On observe deux modes de flexion selon la direction X (mode 1) et selon la direction Y (mode 2) (la déformée du mode 2 a été obtenue avec d'autres données puisque celles de l'analyse modale étaient trop bruitées pour obtenir un résultat satisfaisant) ainsi qu'un mode de torsion selon l'axe Z. Une autre analyse modale sera réalisée dans quelques mois pour voir si ces modes évoluent.

Ensuite lors de la première année de vie du bâtiment, les fréquences propres ont été analysées. La figure 2 présente les variations de fréquences des trois premiers modes propres. On remarque que les modes de flexion (rouge et vert) ont perdu respectivement 0,104 Hz (-5,3 %) et 0,056 Hz (-2,3 %) tandis que le mode de torsion (bleu) a diminué de 0,168 Hz (-5,8 %). Cette diminution implique soit une diminution de la raideur globale du bâtiment ou alors une augmentation de masse du bâtiment, encore en travaux jusqu'en mars 2022.

La diminution de raideur pourrait être expliquée par les changements saisonniers de température et d'humidité, mais également due au séchage du bois lors des trois premières années de vie du bâtiment, avant d'atteindre un taux d'humidité stable. Il est également possible qu'il s'agisse d'une augmentation de masse suite à l'emménagement des habitants (à partir de mars 2022).

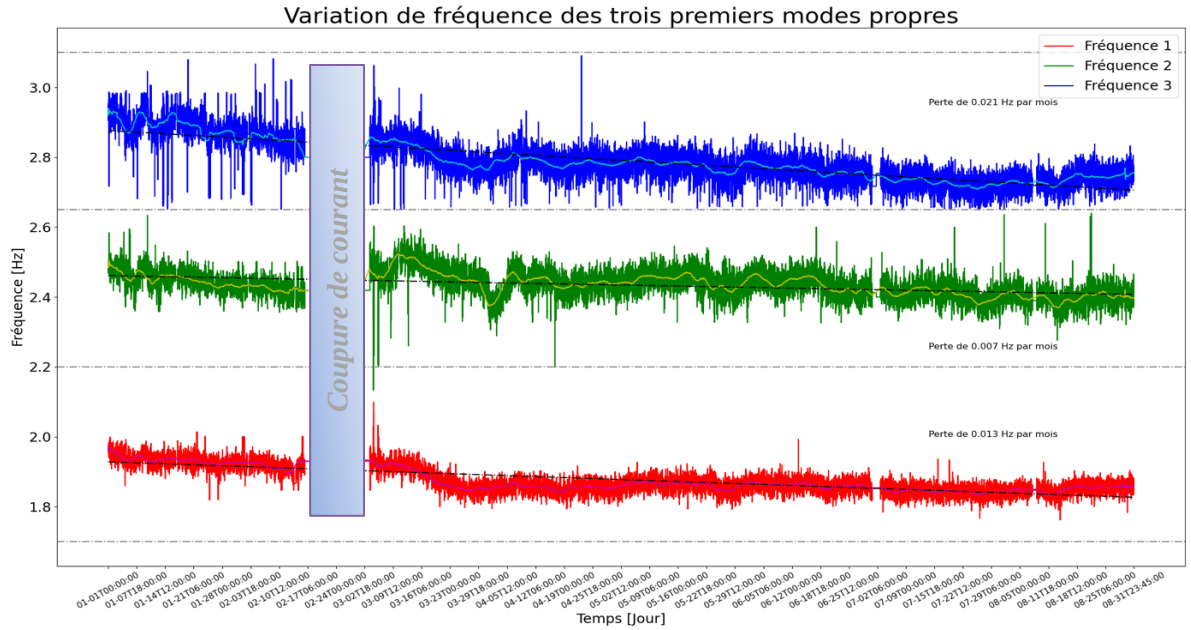


Fig. 2 : Variation des fréquences propres au cours du temps

Conclusion et perspectives

La fréquence varie donc au cours du début de vie du bâtiment. Ces variations ne sont pas négligeables puisqu'elles déterminent le comportement vibratoire des immeubles. La fréquence n'est pas le seul paramètre à prendre en compte et des méthodes sont en train d'être mises en place pour calculer également l'amortissement (méthode Random Decrement Technique RDT) (Asmussen, J. C. 1997). Ces variations seront ensuite corrélées avec les variations météorologiques mesurées par la station météo proche du bâtiment et les différents évènements pouvant impacter les caractéristiques dynamiques.

Remerciements

Remerciements à la société Actis pour avoir accepté un accord de principe pour instrumenter le bâtiment « Haut-Bois » nous permettant d'effectuer nos analyses.

Références

Asmussen J.C. (1997) Modal Analysis Based on the Random Decrement Technique: application to civil engineering structures. Department of Mechanical Engineering, Aalborg University. Fracture and Dynamics No. Paper no. 100, 20-21.

Abrahamsen R., Bjertnaes M.A., Bouillot J., Brank B., Cabaton L., Crocetti R., Flamand O., Garains F., Gavric I., Germain O., Hahusseau L., Hameury S., Johansson M., Jo-Hansson T., Ao W.K., Kurent B., Landel P., Linderholt A., Malo K., Tulebekova S. Dynamic response of tall timber buildings under service load-The Dynattb Research Program, 5.

ADIVBois (2017) Vade-Mecum des Immeubles à Vivre Bois.

Boudaud C., Sorin E., Lanata F. (2016) Behaviour Of Timber Structures Under Variable Environment Through Long-Term Monitoring. WCTE 2016, 4.

Gueguen P., Vieux Champagne F. (2023) Monitoring of the Hautbois Wooden High-Rise building in Grenoble, France (RESIF-SISMOB) [Data set]. RESIF - Réseau Sismologique et géodésique Français. https://doi.org/10.15778/RESIF.8N2021

Hasan M.D.A., Ahmad Z.A.B., Leong M.S., Hee L.M. (2018) Enhanced frequency domain decomposition algorithm: A review of a recent development for unbiased damping ratio estimates. In Journal of Vibroengineering (Vol. 20, Issue 5, pp. 1919–1936). JVE International. https://doi.org/10.21595/jve.2018.19058, 3.

Hengxi L. (2006) Corrélation entre perception au confort vibratoire et comportement dynamique de planchers bois : apport pour le dimensionnement, Thèse de doctorat, Institut Nationale des Sciences Appliquées de Lyon, Spécialité Mécanique, 24-35.

Jancovici J.M. (2019) Énergie et Climat : quelles interactions avec l'agriculture », conférence à AgroParisTech le 24 septembre 2019, https://www.youtube.com/watch?v=j48hBShnfB0

Landel P. (2022) Wind-Induced Vibrations In Tall Timber Buildings Design Standards, Experimental And Numerical Modal Analyses, Licentiate Thesis, Department of Mechanical Engineering, Linnaeus University, Växjö, 19-38.

Michel C., Guéguen P. (2007) Analyse de vulnérabilité sismique à grande échelle par utilisation des propriétés dynamiques expérimentales des bâtiments, 7ème Colloque National AFPS, https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00177648, 2-5.

Mikael A. (2006) Evaluation des paramètres physiques des bâtiments : amortissement, fréquence et modes de comportement des structures de génie civil : Approche expérimentale, Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes, Spécialité Sciences de la Terre, de l'Univers et de l'Environnement, 45-60

Ministère de la Transition écologique et de la Cohésion des territoires / Ministère de la Transition énergétique (2020), Construction et performance environnementale du bâtiment.

Ministère de la Transition écologique et de la Cohésion des territoires / Ministère de la Transition énergétique (2022), Réglementation environnementale RE2020.

Pörtner H.O., Roberts D.C., Tignor M., Poloczanska E.S., Mintenbeck K., Alegría A., Craig M., Langsdorf S., Löschke S., Möller V., Okem A., Rama B. (2022) Climate Change 2022 : Impacts, Adaptation and Vulnerability. Contribution of Working Group II to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change. Cambridge University Press. Cambridge University Press, Cambridge, UK and New York, NY, USA, 3056 pp., doi:10.1017/9781009325844, préface.

Etude de la diversification des choix de bois en lutherie guitare face à la raréfaction des espèces traditionnellement employées

KAHN Joséphine, Brémaud Iris

Univ Montpellier, CNRS, LMGC, Montpellier, France
josephine.kahn@agroparistech.fr

Mots clefs : guitare, bois, diversification, artisanat

Introduction

Alors que la mise en danger de certaines espèces d'arbres est principalement due à une exploitation industrielle, les réglementations mises en place ont des répercussions sur d'autres secteurs. En effet l'artisanat en général et celui des instruments de musique en particulier utilise de très faibles volume de bois mais le bois employé a une importance cruciale (Brémaud, 2016).

Or dans l'artisanat d'instruments de musique, les bois sont à la fois choisis pour leurs propriétés matérielles (durabilité, propriétés physico-mécaniques, esthétique) mais également pour leur statut culturel (Brémaud 2020), ce qui rend difficile leur remplacement par d'autres essences. Le secteur se retrouve donc dommage collatéral de la raréfaction et des nouvelles réglementations sur les ressources en bois. Pour pallier à ce problème, des consortiums internationaux, composés des professionnels du métier essayent de faire pression pour donner un statut d'exception à la facture instrumentale quant aux restrictions de la CITES et permettre aux luthiers de pouvoir continuer à utiliser ces bois.

Dans le même temps, pour faire face à ces bouleversements, les chercheurs et les fournisseurs spécialisés en bois de lutherie ont cherché de nouvelles essences en guise d'alternative à ces bois prestigieux (Applegate 2021). Des recherches ont par exemple été menées pour trouver des bois ayant des propriétés mécaniques s'approchant de celui du palissandre de Rio. Cependant un risque à chercher des espèces alternatives équivalentes est de déplacer le problème et d'augmenter la pression mais sur d'autres espèces (Conrad 2012).

La lutherie guitare artisanale est un cas d'étude particulièrement pertinent, d'une part car de nombreuses espèces traditionnelles pour la guitare sont désormais menacées ou vulnérables, mais aussi car ce secteur est potentiellement plus ouvert que d'autres à des démarches de diversification des bois employés. En outre, du fait des enjeux socio-culturels et écologiques, il existe actuellement un fort intérêt de recherche sur le thème des bois de lutherie guitare, mais encore très peu de publications dédiées, ni sur les aspects de ressources naturelles, ni sur ceux des propriétés physiques-mécaniques-acoustiques des bois concernés.

Analyse du marché du bois de lutherie guitare

Nous avons d'abord fait un portrait général du marché du bois de facture instrumentale spécialisé en guitare. Il existe une très grande diversité d'essences possibles tant tropicales que tempérées pour fabriquer la caisse de la guitare. Cependant on retrouve finalement assez peu d'espèces qui sont présentes chez beaucoup de fournisseurs, et qui sont disponibles en grande quantité. Et dans ce petit groupe d'espèces très convoitées, on en retrouve une partie qui sont inscrites à la CITES (Convention sur le commerce international des espèces de faune et de flore sauvages menacées d'extinction**)** et dont la disponibilité future est menacée.

Nous avons également mené une analyse qualitative des sites web des fournisseurs spécialisés en bois de lutherie. En effet ce sont les marchands de bois qui sont aux premières lignes de ces enjeux autour de la disponibilité du bois, il est donc intéressant de voir comment ces enjeux sont intégrés dans leur travail. Nous avons relevé qu'une majorité des fournisseurs ne communiquaient pas forcément sur les potentiels dangers futurs quant à la disponibilité des bois. Toutefois, quelques fournisseurs sont très sensibilisés par les enjeux autour du bois et de l'environnement, avec une réelle volonté de rendre ce marché plus durable et résilient.

Enquête auprès de luthiers artisanaux spécialisés en guitare acoustique

Méthodologie

Nous avons rencontré 6 luthiers artisanaux spécialisés en guitares acoustiques dans les régions Occitanie et Rhônes-Alpes.

L'objectif de ces entretiens était d'éclairer nos questions de départ : pourquoi les luthiers choisissent un bois plutôt qu'un autre ? Quels sont les facteurs qui déterminent ces choix ? Quelles propriétés sont-elles recherchées chez les essences de bois en question ?

Nous avons décidé de faire des entretiens qualitatifs car c'est le début de la recherche sur ce sujet, c'est donc intéressant de rester large et de balayer un ensemble de sujets de réflexion.

Résultats

Ces échanges avec ces professionnels du métier ont permis de mieux comprendre comment ils choisissent leurs bois et ainsi quels étaient les freins et les leviers à la diversification des bois. D'abord le choix du bois est contraint par sa disponibilité à la fois géographique et économique, de plus l'exigence des guitaristes peut limiter l'utilisation de certains bois s'ils ne sont pas considérés comme « traditionnels ». Toutefois, les luthiers apprécient l'utilisation d'un grand panel d'essences différentes car cela fait partie du plaisir de leur métier, de découvrir, d'innover, de faire des nouvelles combinaisons d'essences. Chaque luthier a sa propre subjectivité et peut apprécier un bois tant pour ses propriétés mécaniques que pour ses qualités esthétiques.

Diversité des propriétés de bois utilisés pour les fonds et éclisses des guitares

Matériel et méthodes

Pour cette étude nous avons recensé et commandé des échantillons d'une cinquantaine d'espèces de bois utilisés pour les fonds et éclisses des guitares. Ces échantillons proviennent de 3 grands fournisseurs spécialisés européens, Maderas Barber, Madinter et Espen.

A partir de ces échantillons, nous avons découpé des éprouvettes de taille standard afin de faire des tests de propriétés vibratoires et colorimétrique. Les éprouvettes sont découpés dans le sens longitudinal et dans le sens radial afin d'avoir des informations sur les différentes directions du bois (Fig. 1).

Le dispositif Vybris conçu au LMGC permet de mesurer des valeurs de modules d'élasticité et de coefficient d'amortissement, à la fois en flexion et en cisaillement (Fig. 2).

En outre, à l'aide d'un spectrocolorimètre nous a caractérisé la variabilité de couleurs entre nos différents bois.

Résultats

Nos espèces présentent des propriétés vibratoires et colorimétriques assez variées qui couvrent la variabilité déjà mesurée pour d'autres espèces de bois à usage plus large (Fig. 3). Toutefois, nous avons remarqué une légère tendance vers des coefficients d'amortissement assez faibles,

surtout chez les espèces tropicales. De plus les propriétés des bois que nous avons mesurées se répartissent autour de celles de bois traditionnellement employés tels que le palissandre de Rio ou le palissandre Indien.

(a) (b)

Fig. 1 : Eprouvettes de bois : (a) longitudinales ; (b) radiales.

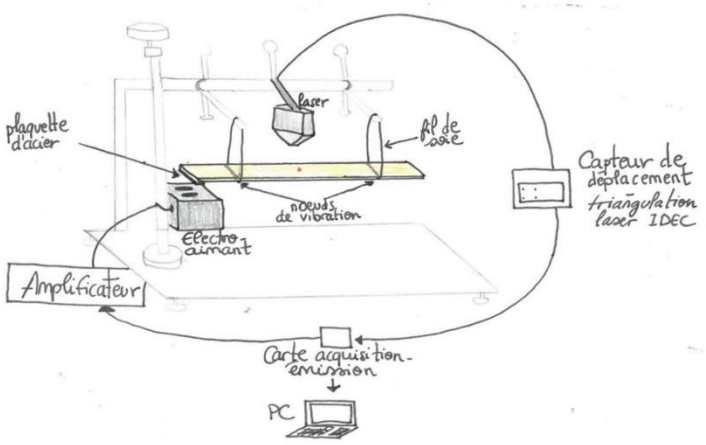


Fig. 2 : Schéma du dispositif Vybris monté pour la flexion

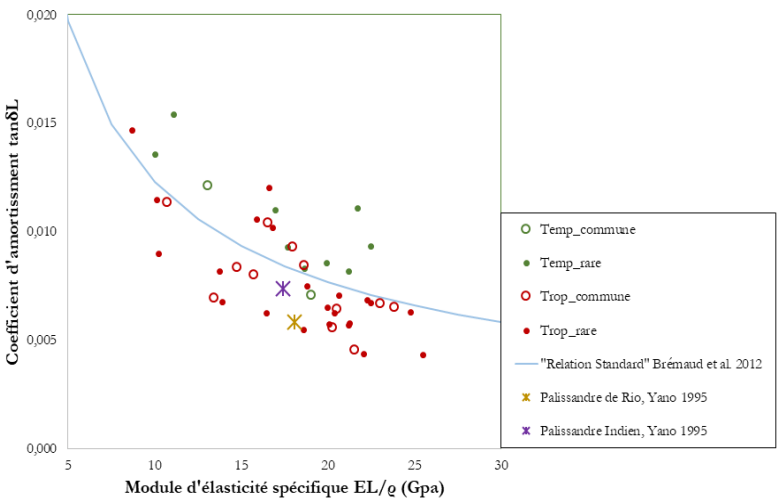


Fig. 3. Relation entre le coefficient d'amortissement et le module d'élasticité spécifique. (Brémaud et al. 2012, Yano 1995)

Discussion et perspectives

Pour notre étude nous nous sommes focalisés sur le point de vue des luthiers qui fabriquent des guitares acoustiques. Il y avait donc un biais, il serait intéressant d'interroger des luthiers plus spécialisés en guitares classiques pour peindre un portrait plus général autour du bois dans la lutherie. En outre, les problématiques que nous avons identifiées pour les guitares artisanales sont vraies également pour les guitares industrielles (Zhou et al. 2022).

En plus de la grande variabilité interspécifique au niveau des propriétés que nous avons précédemment relevée, on a aussi remarqué une grande variabilité intraspécifique. Il serait donc intéressant de connaître la contribution de l'origine botanique du bois comparée à d'autres facteurs comme le grain dans les propriétés mécaniques.

Les valeurs d'élasticité et d'amortissement en radial et cisaillement sont des mesures qui n'avaient pas été faites avant, pour un bon nombre d'espèces. Les travaux de modélisation de Romain Viala ont montré que ces propriétés pourraient avoir une influence sur la réponse acoustique des instruments (Viala 2018).

Ces nouvelles mesures pourraient donc servir dans le futur à des travaux de recherche en acoustique, qui ne relèvent pas de notre domaine d'étude.

Remerciements

Merci au laboratoire LMGC (Laboratoire de Mécanique et Génie Civil) à Montpellier. En particulier à l'équipe bois.

Références

Applegate B. (2021) The Rise and Fall of Iconic Guitar Tonewoods and Evaluation of Alternative Species, 269.

Brémaud I. (2016) Vers une vision « ethno-bio-mécanique » des bois. HDR.

Brémaud I. (2020) Ethno-bio-mécanique » des bois choisis en lutherie. Jardins de France, 2020. https://www.jardinsdefrance.org/ethno-bio-mecanique-des-bois-choisis-en-lutherie/.

Conrad K. (2012) Trade Bans: A Perfect Storm for Poaching?, Tropical Conservation Science 5 (3): 245-54. https://doi.org/10.1177/194008291200500302.

Viala R. (2018) Towards a model-based decision support tool for stringed musical instrument making.

Zhou X.X., Miyauch R., Inoue Y. (2022) Effect of wood attributes on the price persistence of acoustic guitars. Journal of Wood Science 68(1):49. https://doi.org/10.1186/s10086-022-02054-1.

Xylorix Inspector, première application mobile de vérification d'essences de bois

REULING Didier[1], PASSEDAT Nathalie[2]

[1 2] FCBA
didier.reuling@fcba.fr

Mots clefs : Essences ; bois tropicaux ; résineux ; réseaux de neurones

Contexte

Suite à l'exigence grandissante de la déclaration d'essences et de leurs origines, renforcée par l'entrée en vigueur du Règlement sur le Bois de l'Union Européenne (RBUE / FLEGT– Mars 2013) les professionnels du bois, en particulier ceux de la menuiserie ont besoin de pouvoir afficher et prouver la provenance de leurs bois, qu'ils soient français ou exotiques.

Cette reconnaissance ou identification d'essences est restée pendant très longtemps une affaire de spécialistes puisqu'elle nécessitait en parallèle la construction d'un référentiel sur la base d'une nomenclature botanique pour intégrer des essences au fur et à mesure de leur découverte. Aujourd'hui, bien que ce référentiel soit toujours en évolution, plusieurs techniques se développent autour de la reconnaissance d'essences, accessibles aux non spécialistes et transférables en entreprises (imagerie et IA, spectroscopie infra-rouge, ADN, …).

A la demande des membres de la commission bois du CODIFAB et plus particulièrement du secteur menuiserie, FCBA a recensé l'ensemble des techniques existantes de reconnaissance d'essence par une veille bibliographique à l'échelle mondiale en 2016.

A la suite de cette première étape, un projet a été monté dans le but d'évaluer deux automates de vision (Xylorix Inspector et le Xylotron) puis d'aboutir avec l'un des deux à une application commercialisable et transférable en entreprise (Fig. 1). Nous ne présenterons ici que les résultats du Xylorix Inspector).

Objectifs

- Déterminer l'efficacité du matériel de reconnaissance d'essence à la fin du développement des algorithmes d'intelligence artificielle sur neuf essences utilisées en menuiserie et en gros œuvre,
- Proposer un modèle économique pour le développement de l'utilisation professionnelle de ce matériel en France.

Description du matériel de vision Xylorix

La Société Agritix Sdn Bhd division Xylorix est une société d'analyse spécialisée dans le développement d'applications mobiles pour le suivi et la gestion des plantations de palmier à huile industriel en Malaisie. La proximité avec le milieu de la forêt et du bois leur a permis de développer une division (Xylorix) spécialisée dans le développement d'une application mobile d'aide à la reconnaissance d'essences. La division est basée à Kuala Lumpur et est dirigée par le Docteur Yong Haur TAY issu de l'Université Technologique de Kuala Lumpur.

Le système d'identification macroscopique du bois proposé par cette société malaisienne utilise la méthode de vision artificielle avec un smartphone standard et un macro-objectif adaptable (grossissement x24). Le smartphone équipé d'une caméra avec un macro-objectif et d'une

connectivité Internet permet une acquisition numérique simple d'une image macroscopique sur une coupe transversale de bois. L'image obtenue (Fig. 2) est immédiatement diffusée sur un serveur cloud via la connexion Internet pour identification. La reconnaissance prend quelques secondes, temps qui peut dépendre de la qualité de la connexion internet.

Fig. 1 : Rétrospective des faits marquants du projet

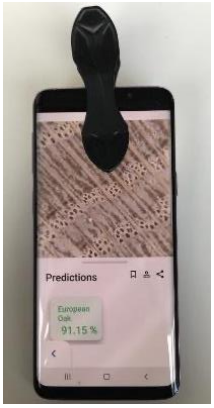


Fig. 2 : Samsung galaxy S9 avec macro objectif et application Xylorix

Le principe de fonctionnement

L'idée principale du système est un modèle d'intelligence artificielle formé à partir d'une machine à capacité d'apprentissage correspondant à la précision du niveau humain qui utilise la vitesse et la puissance de l'informatique pour constituer un réseau d'éléments statistiques (réseau de neurones) conduisant à l'identification d'une essence de bois.

L'algorithme d'apprentissage automatique par essence à identifier a été développé pour apprendre à partir d'une base de photographies d'échantillons de bois macroscopiques en coupes transversales étiquetés et vérifiés par des professionnels à reconnaitre une essence à partir de ses caractéristiques texturales. Pour pouvoir identifier l'essence sur les photos, l'algorithme doit être en mesure de voir la structure anatomique de l'essence de bois de manière précise (Fig. 3).

La méthode d'identification des essences est basée sur la classification générale des caractéristiques texturales, appelée matrice de cooccurrence des niveaux de gris (GLCM= Grey Level Cooccurrence Matrix).

La GLMC est une matrice qui indique, dans une image, le nombre d'apparitions de couples de pixels ayant des niveaux de gris (i, j) selon une direction et un déplacement donné d = (dx,dy). Des attributs calculés sur la GLMC permettent de caractériser la régularité, la répétitivité et le contraste des caractéristiques texturales.

L'échantillonnage et les photographies ayant servi à l'apprentissage

Plusieurs photographies ont été prises par échantillon collecté pour appréhender la variabilité des caractéristiques texturales des bois quel que soit l'orientation de l'image.

Ainsi nous avons pris au minimum :

- 15 à 20 échantillons par essence ; des échantillons d'essences proches anatomiquement ont également été utilisés.

- Au minimum 10 photos par zone rafraichie à la lame de rasoir, orientées aléatoirement sur le plan transversal (luminosité extérieure ou lumière led) ; un échantillon comprenant en général de 2 à 4 zones rafraichies sur chacune des deux extrémités transversales.

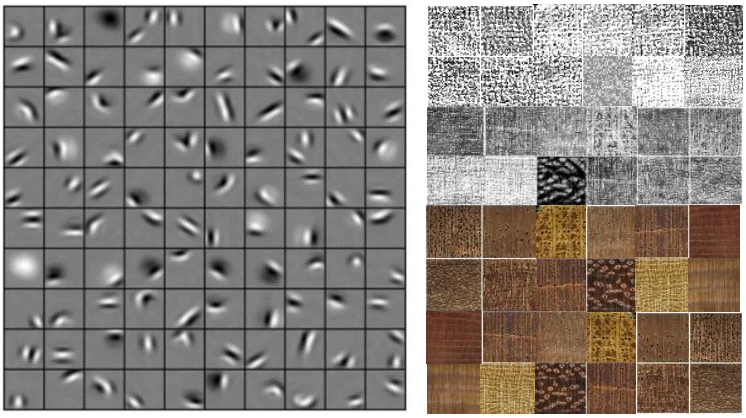


Fig. 3 : Représentation schématique des différentes images constituant le réseau neuronal convolutif (ype de réseau de neurones artificiels utilisé dans la reconnaissance et le traitement des images, et spécialement conçu pour l'analyse des pixels).

2/3 de ces photographies ont servi à l'apprentissage et 1/3 à la vérification des modèles de reconnaissance (Fig. 4).

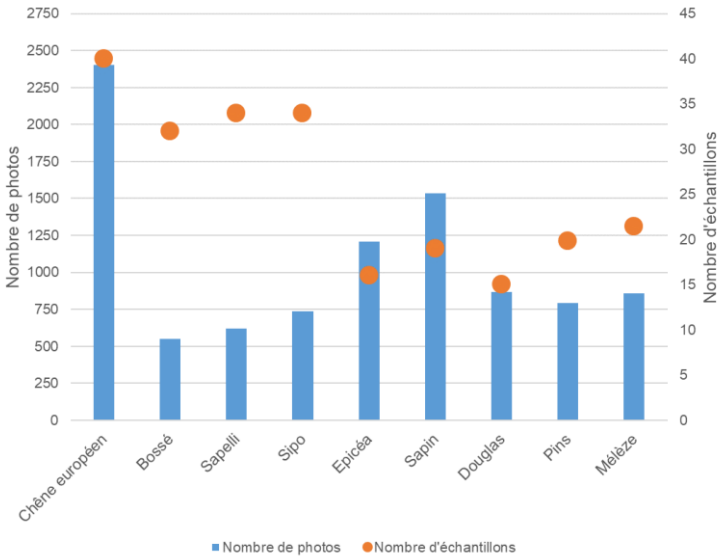


Fig. 4 : Nombre d'échantillons de bois et de photos utilisés pour la constitution des modèles

Evaluation de la reconnaissance d'essence

La performance des modèles a été évaluée sur un échantillonnage complémentaire (n'ayant pas servi à l'apprentissage) à l'aide d'outils statistiques décrits ci-dessous :

- Le score AUC-ROC : ce score représente la capacité du modèle à distinguer les images positives et négatives (Tab. 1). Les valeurs vont de 0 à 1 ; plus le score AUC-ROC est élevé, plus le modèle est performant. Il est recommandé qu'un modèle obtienne au moins une AUC-ROC de 0,8 (grade B), pour que sa performance soit considérée comme bonne.
- La précision moyenne : Cette valeur représente la précision du modèle pour prédire les images de bois correctes et ne pas considérer une image négative comme positive. Les valeurs vont de 0 à 1 ; plus la valeur de précision est élevée, plus le modèle est performant.

Il est recommandé qu'un modèle obtienne au moins une précision moyenne de 0,8 (grade B), pour que sa performance soit considérée comme bonne.

- La courbe ROC montre dans quelle mesure le modèle distingue les images positives et négatives à différents niveaux de seuil. En général, plus la zone sous le graphique est grande, meilleures sont les performances du modèle. Cette courbe est calculée avec la matrice de confusion donnée dans le Tab. 1.

Tab 1 : Matrice de confusion utilisée pour la courbe ROC

Réponses	Positif	Négatif
Positif	Vrai Positif	Faux Négatif
Négatif	Faux Positif	Vrai Négatif

Le Tab. 2 indique les niveaux de performance des différents modèles testés en fonction de leur capacité à bien prédire l'essence à vérifier et les risques de confusion avec des essences proches anatomiquement.

Tab. 2 : Evaluation des modèles d'après l'analyse statistique

Essences	**Evaluation du modèle**	**Erreur constatée**	**Risque de confusion avec (seuil supérieur à 20%)**	**Performance globale du modèle**
Bossé	Très bon	6%		Très bon
Chêne européen	Très bon	6%	Chêne rouge américain	Très bon
Douglas	Bon	17%		Satisfaisant
Epicéa commun	Très Bon	1%	Sapin	Bon
Mélèze d'Europe	Très bon	9%	Western Red Cedar	Bon
Pins	Très bon	10%		Très bon
Sapelli	Très bon	0%	Acajou et Tiama	Bon
Sapin	Moyen	23%		Satisfaisant
Sipo	Très bon	10%	Kosipo, Acajou, Tiama	Bon

Conclusion

Ces quatre années d'étude, nous ont permis de confirmer l'intérêt des systèmes d'imagerie associés à un réseau de neurones comme moyen d'aide à la vérification des essences en entreprises. Le taux de réussite des modèles d'essences feuillus développés par FCBA est de plus de 90%, celui des modèles résineux est plus modeste avec un taux de réussite de plus de 80% ce qui mériterait des tests complémentaires.

Le projet a permis non seulement de développer techniquement l'application à la vérification des essences sur les neuf essences les plus utilisées sur le marché de la menuiserie et du gros œuvre mais aussi de bâtir un business plan pour proposer cette application à la commercialisation (effective depuis mai 2022).

Cependant, l'expertise de l'automate demande un investissement en développement important puisqu'il nécessite que chaque essence soit apprise par le système avec un nombreux de photos supérieur à 500. Ce système nécessitera donc une mobilisation et une collaboration de plusieurs acteurs de la filière bois internationale si l'objectif est d'atteindre une identification de l'ensemble des essences qui sont et seront utilisées dans les produits bois. Cette démarche de mobilisation et de collaboration est activement développée par la société Agritix

Aujourd'hui, compte tenu du nombre d'essences apprises par cette application et des retours d'expériences effectuées par nos bêta-testeurs en milieu industriel, l'emploi de cette application peut être déjà envisagé dans le cadre de :

- Contrôle d'essences de bois sur chantier,
- Contrôle qualité en entreprise,
- Gestion de stock,
- Marketing,
- Litige clients sur l'essence employée.

Références :

Dou G., Chen G., Zhao P. (2015) Wood species recognition using color texture and spectral features, Tianjin Daxue Xuebao (Ziran Kexue yu Gongcheng Jishu Ban)/Journal of Tianjin University Science and Technology, 48 (2):147-154.

Wang H.J., Zhang G.Q., Qi H.N. (2013) Wood Recognition Using Image Texture Features, PLoS ONE, 8(10).

Lei Z., Yan M. (2012) Timber species recognition approach based on cell microscopic characteristics, International Journal of Advancements in Computing Technology, 4(22):19-26.

Hermanson J.C., Wiedenhoeft A.C. (2011) A brief review of machine vision in the context of automated wood identification systems, IAWA Journal, 32(2):233-250.

Wang B.-H., Wang H.-J., Qi H.-N. (2010) Wood recognition based on grey-level co-occurrence matrix, ICCASM 2010 - 2010 International Conference on Computer Application and System Modeling, Proceedings, 2010, vol. 1.

Bremananth R., Nithya B., Saipriya R. (2009) Wood species recognition using GLCM and correlation, ARTCom 2009 - International Conference on Advances in Recent Technologies in Communication and Computing, pp. 615-619.

Tou J.Y. Lau P.Y., Et Tay Y.H. (2007) Computer vision-based wood recognition system, Proceedings of International Workshop on Advanced Image Technology, 2007.

A study of end-of-life fibreboards: their characteristics and availability in Europe

IRLE Mark[1], BELLONCLE Christophe[1], Julia BUCHNER[1], Abbey HERNDON[2], Julian MARCADET[2], LEBRETON Flore[1]

[1] Laboratoire Innovation Matériau Bois HAbitat (LIMBHA)
[2] École Supérieure du Bois
flore.lebreton@esb-campus.fr

Key words: recovered wood; recycling; MDF; secondary raw material

Context and objectives

Three main types of wood-based panels exist: particleboard (wood-based panels made with wood particles), plywood (wood-based panels made with wood veneers) and fibreboard. The EN 316 norm defines a wood fibreboard as a "panel material with a nominal thickness of 1.5mm or greater, manufactured from lignocellulosic fibres with application of heat and/or pressure" (AFNOR 2009). Made through a wet- or dry process, they are commonly used in furniture, flooring, construction…

Medium Density Fibreboard (MDF) is the type of fibreboard which is the most produced. The first European MDF was manufactured in 1973 (Williams 1995). Global MDF production is now over 100 million m3 per year (Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture 2022), which leads to a large amount of waste. Currently there is no commercially viable method to recycle post-consumer MDF. They are, however, an increasingly important part of the recovered wood stream. European particleboard manufacturers incorporate an average of 44% of recovered wood in their panels (European Panel Federation 2021). Consequently, MDF waste is currently and somewhat unintentionally recycled into particleboards.

The production of MDF has grown exponentially and it is logical that the quantity of MDF waste will also increase exponentially. The rapid growth in the quantity of MDF waste implies that the proportion of MDF in the recovered wood stream will also increase. Studies have shown that particleboards made with recovered wood containing a large proportion of MDF residues have lower mechanical properties (Lee et al. 2022). Indeed, the larger is the part of end-of-life MDF in recovered wood stream, the less is the industrial interest of using this secondary raw material to create new particleboards.

This last observation is the "technology push" of EcoReFibre project. The project will demonstrate a novel technology that is capable of sorting recovered wood in to three fractions: solid wood, fibreboards, and others. The separated fibreboard, which includes MDF, will be used to demonstrate viable recycling technologies for post-consumer MDF. One of the tasks is concerned with improving a TMP refining process to obtain quality fibres which can then be used for making new products (into new fibreboards or into insulation boards).

The thesis will determine the current and predict the future availability of waste fibreboard in Europe and characterise the fibres it contains with a view to their subsequent re-use. Such information is needed to help convince stakeholders to invest in the project's technologies. The described work is concerned with understanding how much fibreboard is in the current wood waste stream.

Material and methods

A first collection of recovered wood was carried out in the region of Pays de la Loire in summer 2022. This collection focused on “class B” and “Déchets d’Eléments d’Ameublement bois” (DEA). 210 kg of wood particles were sieved with an 8 mm and a 4 mm mesh sieves. The particles retained on the 8 mm sieve were then hand separated (picked) in to 4 fractions: fibreboards, other panels (plywood, OSB and particleboard), solid wood and non-wood.

The poster will include some results of this part of the study.

References

AFNOR (2009) NF EN 316. Norme européenne. B 54-050. AFNOR.

European Panel Federation (2021) Annual Report 2020-2021.

Lee S.H., Lum W.C., Boon J.G., Lubos Kristak L., Petar Antov P., Marta Pędzik M., Tomasz Rogoziński T, Taghiyari H.R., Adly Rahandi Lubis M., Fatriasari W., Manohar Yadav S., Chotikhun A., Pizzi A. (2022) Particleboard from Agricultural Biomass and Recycled Wood Waste: A Review, Journal of Materials Research and Technology 20:4630-58. doi: 10.1016/j.jmrt.2022.08.166.

Organisation des Nations unies pour l’alimentation et l’agriculture (2022) FAOSTAT, FAOSTAT. Consulted (https://www.fao.org/faostat/en/#data/FO).

Williams W (199) The panel pioneers: an historical perspective, Wood Based Panels International, September 16, 6.

Artisanat du bois dans l'Antiquité : le cas d'Izernore

LECOMTE-SCHMITT Blandine [1], BOULEN Muriel[2], CABANIS Manon [3], FERBER Emmanuel [4]

[1]UMR5600, Environnement, Ville, Société (EVS)
[2] UMR7209, Archéozoologie, archéobotanique : sociétés, pratiques et environnements (AASPE)
[3]UMR6042, Laboratoire de Géographie Physique et Environnementale (GEOLAB)
[4]UMR5138, Archéologie et Archéométrie (ArAr)
blandine.lecomte-schmitt@inrap.fr, muriel.boulen@inrap.fr, manon.cabanis@inrap.fr, emmanuel.ferber@inrap.fr

Mots-clé : Antiquité ; artisanat ; buis ; tablettes à écrire

Contexte

Sur le site antique de la rue des Trablettes, sous la responsabilité d'Emmanuel Ferber, plusieurs puits ont été fouillés. Les puits sont de formidables conservateurs pour la matière organique, préservée à l'abri de l'air et de la lumière dans les couches profondes où le niveau d'eau n'a que peu ou pas varié depuis l'enfouissement. Ils ont ici livré une quantité et une qualité de vestiges assez exceptionnels. Bois, graines, pollen, ont été récoltés et étudiés, autorisant une véritable étude environnementale pluridisciplinaire. 503 éléments en bois, pour près de 860 fragments, ont ainsi été rassemblés, recollés, déterminés, enregistrés.

Une grande variété d'espèces

Le premier apport de cette collection vient de sa grande variété taxonomique : 26 taxons ont été identifiés, correspondant à divers milieux de collecte. Le quintuor de tête est composé du noisetier (*Corylus avellana*) représentant 20,5% des restes, du sapin (*Abies* sp.) à 19,9%, du saule (*Salix* sp.) à 12,1%, du buis (*Buxus sempervirens*) à 9,3% et de l'épicéa (*Picea abies*) à 5,2%. Les autres taxons sont attestés à moins de 4,5% des restes ligneux.

Dans l'ensemble, les données taxonomiques issues de la xylologie sont en accord avec celles de la carpologie et de la palynologie. Le buis est ainsi attesté par quelques grains de pollen et des feuilles, de même que l'épicéa, représenté également par un cône et un grain de pollen. Cela prouve qu'ils étaient travaillés sur site, mais que leur origine était un peu plus lointaine. Le noisetier semble aussi cultivé/favorisé : il est exploité pour ses tiges souples, mais aussi pour ses fruits, comme en témoignent les nombreuses coques de noisettes, certaines rongées par les mulots, découvertes dans les puits. Le tilleul, représenté par les trois disciplines et à des taux remarquables en ce qui concerne les grains de pollen et les boutons floraux (le bois de tilleul se conserve mal), atteste sa présence même sur site.

Dans sa cuvette glacio-lacustre, la « plaine d'Izernore », située aux environs de 465 m d'altitude, est une terrasse alluviale avec argiles sous-jacentes (Boes X. dans Le Saint-Quinio T. 2021). Deux cours d'eau encadrent le site : l'Oignin à l'ouest, l'Anconnans à l'Est. Ces deux rivières ont pu voir croitre sur leurs berges les arbres de ripisylve identifiés, saules, sureaux, frênes, aulnes. Les reliefs jurassiens immédiatement accessibles à l'est offrent quant à eux les conditions environnementales propices au développement de la hêtraie-sapinière montagnarde à buis, manifestement exploitée ici. Tous les éléments en bois identifiés au sein des puits semblent donc bien être de provenance locale, à l'exception du noyer et du chou. Pour ce

dernier, sa présence dans des jardins potagers est à supposer. Et bien qu'aucune semence de *Brassica* n'ait été identifiée, la palynologie mentionne quelques grains de pollen de *Brassicaceae* dans le puits 75.

Artisanat à Izernore

Concernant le travail du bois, les éléments ligneux montrent le travail *in situ* du buis, avec la présence certaine d'un atelier dédié au travail du buis. Toute les déchets de la chaîne opératoire de production d'objets finis (Fig. 1) ont été identifiés, branches refendues, fragments de billons (Fig. 2), déchets de taille, ébauches. La présence de rondelles tournées travaillées dans d'autres bois (frêne) et matière (os) implique également un atelier de tourneur. Il est possible que toutes ces productions proviennent d'un seul et même atelier. Le savoir-faire qui y était pratiqué et maîtrisé devait avoir finalement plus d'importance que la matière employée.

Fig. 1 : Rondelles tournées en buis (diam. 7,4cm). Cliché B. Lecomte-Schmitt, Inrap.

Fig. 2 : Fragment de billon en buis (diam. 7,6 x 8,5 cm). Cliché B. Lecomte-Schmitt, Inrap.

Un artisanat vannier, professionnel ou domestique, est aussi attesté par les nombreux rejets de tiges de noisetier et de saule, de même sans doute que la production sur place de tablettes à écrire en sapin ou en épicéa, dont un exceptionnel exemplaire sur lequel subsistent des lignes d'écriture manuscrite à l'encre (Fig. 3). La grande quantité de petits fragments attribuables à des tablettes, et de lattes pouvant constituer des chutes de fabrication, ainsi que la présence d'une tablette ressemblant à une ébauche, pose en effet la question de leur fabrication locale. Ces tablettes relèvent de feuillets simples ou assemblés en codex, parfois gravés au revers d'une marque ou d'un nom.

Fig. 3 : Tablette à écrire en sapin (Lxl.16,2x9,9 cm). Cliché B. Lecomte-Schmitt, Inrap.

En conclusion

Ces éléments dévoilent l'existence d'un quartier particulier de l'agglomération antique, qui a dû constituer un important lieu de passage et de transit pour les hommes et les marchandises, au croisement des voies romaines venant de Genève et de Lyon. Izernore apparait ainsi comme un site de production et de diffusion d'objets en bois (objets en buis et éventuellement tablettes), idéalement situé à proximité d'une abondante ressource en matière première ligneuse de premier choix (forêt mixte de type hêtraie-sapinière à buis), et à proximité de voies de circulation aussi bien terrestres que fluviatile, via l'Oignin rejoignant la rivière Ain plus au nord.

Valorisation des bois ronds de petit diamètre en construction en Guyane française.

LEROY Maeva[1], BOSSU Julie[1], LEHNEBACH Romain[1], CLAIR Bruno[2]

[1] UMR ECOFOG - Laboratoire des sciences du bois, Kourou, Guyane Française,
[2] LMGC – Laboratoire de Mécanique et Génie Civil, Montpellier, France métropolitaine
maeva.leroy@cnrs.fr

Mots clefs : Génie civil ; construction ; bois ronds ; propriétés mécaniques ; durabilité ; architecture ; bois tropicaux ; Guyane française.

Contexte et objectifs

La Guyane, de par son accroissement démographique le plus élevé parmi les départements français, a besoin de 4 400 à 5 200 logements par an d'ici à 2040, soit environ 120 000 logements, dont 35 % de logements sociaux (Bouvier et al, 2020), mais seuls 1500 parviennent à être construits (ADEME, 2010). Ce manque de logements entraine l'émergence d'habitations insalubres dans lesquelles vivent environ 20% de la population (INSEE, 2014 cité dans IEDOM, 2020). De plus, le territoire importe la majorité des matériaux nécessaires au secteur du BTP (ADEME, 2010). Dans ce contexte, il est urgent de trouver des solutions pour répondre à cette très forte demande en matériaux de construction pour le génie civil, notamment pour l'habitat d'urgence.

Le massif forestier Guyanais (8 millions d'Ha, soit un tiers de la forêt française) est un formidable atout du territoire. Cette ressource unique est toutefois soumise à de forts enjeux de protection et de préservation tant pour sa biodiversité que pour le stock de carbone qu'elle représente. C'est donc avec le souci d'impact minimum qu'il convient de valoriser les produits de la forêt guyanaise pour que cette ressource puisse continuer d'assurer ses fonctions écosystémiques, tout en résistant aux pressions anthropiques (urbanisation, agriculture…).

Aujourd'hui, sur les 1600 espèces d'arbres de Guyane, 90 essences sont considérées comme technologiquement utilisables et donc de valeur commerciale potentielle (Guitet et al, 2014). Parmi elles, une trentaine est exploitée par la filière industrielle, dont 3 espèces qui représentent les trois quarts du volume récolté. (Fournier et al, 2003). La production de bois d'œuvre locale est ainsi très peu diversifiée et emploie des espèces dont la capacité de renouvellement sera très faible dans un contexte de production élevée. Il est donc nécessaire d'identifier d'autres voies alternatives pour la production de bois d'œuvre en Guyane, ce qui est tout à fait envisageable au regard de l'extrême diversité d'espèces non valorisées à disposition.

Parmi elles certaines sont abondantes, ont un fort élancement avec un fût sans défaut, et sont utilisables entre 5cm et 10cm de diamètre pour de la construction en bois rond comme en attestent les traditionnelles constructions Palikurs (Ogeron et al. 2018). Ces arbres, par leurs conditions de croissance (tolérants à l'ombre) développent un bois dense aux propriétés mécaniques très intéressantes (Leroy et al. in prep).

Cette ressource, si elle était mieux caractérisée, pourrait permettre le développement de nouvelles solutions architecturales permettant d'augmenter la part de matériaux biosourcés produits en Guyane en limitant l'accroissement des surfaces forestières exploitées.

Il reste donc beaucoup à faire pour comprendre la distribution des essences de petit diamètre sur le territoire Guyanais, caractériser leurs propriétés mécaniques et de durabilité et évaluer

finalement leur potentiel comme éléments de construction sous forme de bois ronds après simple écorçage. Concrétiser l'usage du bois rond dans le bâtiment nécessitera des innovations technologiques et une validation des structures conçues sur le plan normatif (Eurocode 5 : Conception et calcul des structures en bois, 1995).

Articulation du projet de thèse

Ma thèse s'articule autour de trois axes ; le premier consiste en une évaluation multicritère de la ressource forestière en espèces de petit diamètre valorisables en bois rond. Des arbres de 8 essences les plus abondantes ayant une morphologie adaptée à des usages en construction ont été mesurés sur pied puis prélevés pour analyses en laboratoire.

Le second axe consiste à étudier, à différentes échelles, les propriétés du bois des tiges récoltées : comparaison de l'anatomie du bois, mesure de la densité, du retrait, de la fissuration, des propriétés mécaniques (flexion 4 points, BING), évaluation de la durabilité naturelle et à comparer les 8 essences sur ces critères multiples.

Enfin, le troisième axe consistera à concevoir et tester différents systèmes constructifs avec les bois ronds de petits diamètres. Des systèmes d'assemblages seront mis à l'essai quant à leur résistance à la compression, traction et cisaillement. Plusieurs solutions constructives seront modélisées pour identifier les systèmes présentant les meilleures propriétés mécaniques théoriques. Puis, sur l'espèce la plus prometteuse parmi les espèces sélectionnées, des prototypes à l'échelle 1 seront réalisés pour chaque système, afin de tester leurs propriétés mécaniques en conditions réelles. Ces structures d'étude seront instrumentées pour permettre un suivi de l'évolution des variations hygrométriques au sein des différents éléments et des déformations au niveau des assemblages, en fonction des conditions environnementales extérieures.

Matériel et méthode

Matériel végétal

Les 8 essences tropicales sélectionnées pour la thèse sont : *Oxandra askeckii*, *Goupia glabra*, *Lecythis persistens*, *Hymenopus heteromorphus*, *Pouteria bangii*, *Licania alba*, *Tachigali melinonii*, *Simarouba amara*. Au total, 80 arbres de 6 à 10cm de diamètre avec des troncs cylindriques et de grandes longueurs utiles ont été prélevés, à raison de 2 lots de 40 arbres. Un premier destiné aux essais de caractérisation des propriétés mécaniques des bois et le second destiné aux essais de durabilité naturelle.

Caractérisation des propriétés techniques

Dans un premier temps, des essais de caractérisation des essences ont été réalisés pour déterminer : leur densité (méthode de la double pesée), leur retrait longitudinal et tangentiel (méthode classique sur cubes et méthode complémentaire sur rondelles pré fendues), leur ténacité, puis leur module d'élasticité sur bois vert. (Méthode vibratoire BING et méthode de flexion 4 points, dans le domaine élastique).

Caractérisation de la durabilité naturelle

Un second lot d'arbres prélevés a été utilisé afin d'évaluer la durabilité naturelle aux champignons et aux insectes xylophages en contexte de climat tropical humide. Des essais longs (1 an et deux ans) sont en cours, et ont pour objectifs de tester les essences (i) en condition d'emploi (structure ou charpente) ou (ii) en simulant leur dépôt au sol dans un parc de rupture. (Schéma classique d'extraction de la ressource par l'ONF en Guyane). Ils seront prochainement comparés à des essais réalisés en conditions contrôlées en laboratoire (Candelier et al. 2017),

réalisés lors d'une prochaine mission au sein de l'UMR Biowooeb à Montpellier (Novembre 2022).

Premiers résultats

Propriétés technologiques

Ces premiers essais ont permis d'élaborer des hypothèses quant à la propension des essences testées à fissurer lors du séchage, critère important à prendre en compte pour l'assemblage de structures. Les essais en grandeur d'emploi (Fig. 1) ont quant à eux permis de mettre en évidence la forte rigidité du bois rond comparé au bois scié (Fig. 2) et de conforter l'hypothèse selon laquelle la rigidité d'une pièce de bois est maximisée lorsque l'intégralité des fibres et leur agencement d'origine est conservé (Maunus et al. 1999).

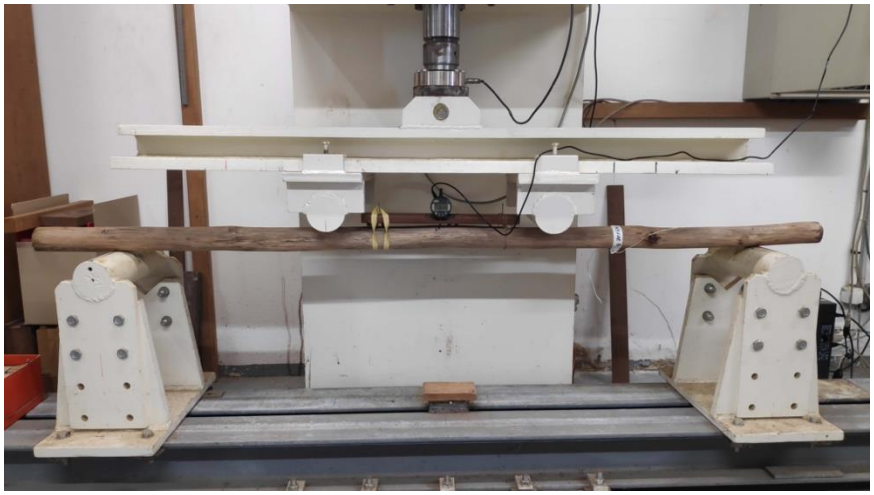


Fig. 1 : Essai de flexion quatre points sur une perche de 2,20m de long et de 8cm de diamètre.

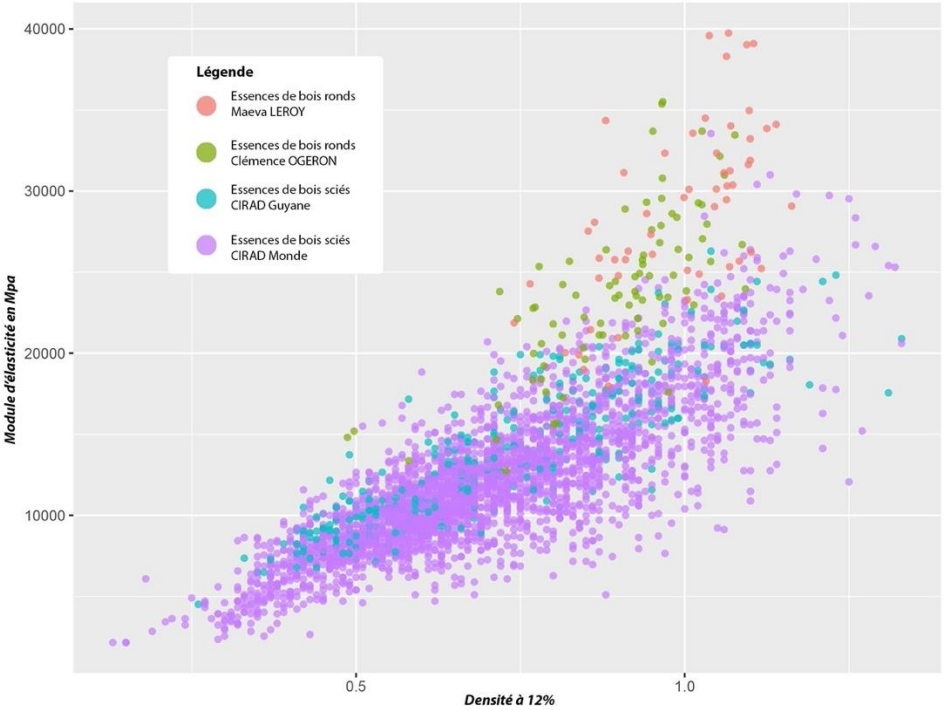


Fig. 2 Modules d'élasticité de différentes essences de bois ronds ou sciés, en fonction de la densité du bois à 12%.

Durabilité naturelle

Les essais de durabilité ont récemment été mis en place et sont en cours. De premières observations ont confirmé le bon fonctionnement des dispositifs d'essai, avec la colonisation progressive de certains réplicas par les termites.

Conclusions et perspectives

Propriétés technologiques

Le bois scié, libéré de ses contraintes, est peu sujet au risque de fissuration lors du séchage contrairement au bois rond. Par les essais réalisés, on cherche à comprendre quels sont les déterminants de la fissuration des bois ronds lors du séchage pour les ordonner suivant une classe de risque. Les essais sont encore en cours à ce jour, ne me permettant pas encore de répondre à cette question. Des hypothèses émergent cependant, l'hétérogénéité de la densité du bois de la moelle à l'écorce semble être un des facteur responsable d'une forte anisotropie de retrait, provoquant la fissuration. Mais d'autres paramètres qui peuvent être impliqués dans le risque de fissuration sont en cours d'étude, notamment la ténacité du bois, l'agencement des fibres (présence de contre-fil) et l'organisation du plan anatomique.

Durabilité naturelle

La comparaison des essais en conditions contrôlées et en grandeur d'emploi mettra peut-être en évidence une appétence accrue pour les éprouvettes de bois plus massives, ou des différences selon leur zone de prélèvement (aubier ou duramen). Elle permettra également de faire la sélection des 3 essences les plus durables en vue de la poursuite de mes recherches de systèmes constructifs. Les essences les moins durables, si elles sont par ailleurs hautement performantes mécaniquement, pourront faire l'objet de plus amples études quant à leur imprégnabilité, pour améliorer leur durabilité naturelle. Les essais réalisés au laboratoire Biowooeb viendront renforcer l'argumentaire en faveur de valorisation des bois ronds et répondre aux attentes de la filière en matière de durabilité. Une importante phase de communication sera nécessaire à l'échelle du département pour diffuser / vulgariser l'existence de ce matériau local et biosourcé à fort potentiel.

Remerciements

Je tiens à remercier mes encadrants Julie BOSSU (CNRS), Romain Lehnebach (CIRAD) et Jacques BEAUCHENE (CIRAD) ainsi que mon directeur de thèse Bruno CLAIR (CNRS) pour leur soutien et la qualité de leur encadrement. Je remercie également l'organisation du GDR pour cette opportunité enrichissante et formatrice.

Références

ADEME Guyane (2010) ECODOM +, Guide de prescriptions techniques pour la performance énergétique des bâtiments en milieu amazonien.

ADEME Guyane (2016) Performances environnementales des bâtiments - Catalogue des matériaux & équipements.

Boer F. (2021) Valorization of sugarcane bagasse via slow pyrolysis and its by-product for the protection of wood (Doctoral dissertation, Paris, AgroParisTech).

Bouvier-Gaz D., Moriame E., Fardel S., Aubert A., Lemaire A., Leonard A., Romeo L., (2020) Guyane 2019 Rapport annuel IEDOM.

Candelier K., Hannouz S., Thévenon M. F., Guibal D., Gérardin P., Pétrissans M., Collet R. (2017) Resistance of thermally modified ash (*Fraxinus excelsior* L.) wood under steam pressure against rot fungi, soil-inhabiting micro-organisms and termites. European Journal of Wood and Wood Products, 75(2), 249-262.

Fournier M., Amusant N., Beauchene J., Mouras S. (2003) Qualité des bois de Guyane. Revue forestière française, 55(sp), 340-351.

Guitet S., Brunaux O., Traissac S. (2014) Pour la Guyane, D. R. Sylviculture pour la production de bois d'œuvre des forêts du Nord de la Guyane «Etat des connaissances et recommandations».

Mouras S., Vernay M. (2009) Utilisation des bois de Guyane dans la construction. Utilisation des bois de Guyane dans la construction, 1-160.

Ogeron C., Odonne G., Cristinoi A., Engel J., Grenand P., Beauchêne J., Davy D. (2018) Palikur traditional roundwood construction in eastern French Guiana: ethnobotanical and cultural perspectives. Journal of ethnobiology and ethnomedicine, 14(1), 1-18.

Ranta-Maunus A. (1999) Round small-diameter timber for construction. Final report of project FAIR CT, 95-0091.

Salman S., Thévenon M.F., Pétrissans A., Dumarçay S., Candelier K., Gérardin P. (2017) Improvement of the durability of heat-treated wood against termites. Maderas. Ciencia y tecnología, 19(3), 317-328.

Board localization within logs using image analysis approaches for traceability and quality assessment in sawmills

LI Xiaolin[1], POT Guillaume[1], NGO Phuc[2], VIGUIER Joffrey[1], BUTAUD Jean-Claude[1], COLLET Robert[1]

[1]Arts et Métiers Sciences et Technologies, LABOMAP, Université Bourgogne Franche-Comté, HESAM Université, F-71250 Cluny, France
[2]Université de Lorraine, CNRS, LORIA, 54000 Nancy, France
xiaolin.li@ensam.eu

Key words: board recognition; template matching; scale invariant feature transform (SIFT); normalized correlation coefficient (NCC)

Context and objectives

Structural design of buildings requires the knowledge of the material that used in construction. On the opposite of concrete and steel, timber mechanical properties are highly variable because of tree growth conditions and the natural heterogeneity of wood. This is the reason why quality assessment is crucial for timber. In modern sawmills, there are scanners that control each board quality thanks to color or X-ray images. The LaBoMaP has a great experience on how to extract boards mechanical properties from scanner data. Recently, the scanner data has also been used for the traceability of boards. Board traceability data can help for quality assessment because there are correlations between boards' quality and the log they belong to, or at a larger scale the region they come from. And some works on log end image processing have been already performed in the literature (Decelle et al. 2021).

This study is part of the ANR project EffiQuAss, which aims to develop algorithms that are able to recognize wooden boards and to obtain their locations from log images taken in the sawmill. This information can be used to improve timber quality assessment.

Material and methods

The available dataset includes images and measurements at different steps of the sawing process of Douglas fir logs from the sawmill. A total of 16 logs of different diameters, about 2.8 m long, were considered. As illustrated in Fig. 1, the log-ends were photographed on the log-yard with a Canon EOS 2000D camera. The distance between the camera and the log-end (or board pile) was kept at 1.04 meters to maintain the same scale. The logs were then sawn with different sawing patterns to produce boards of same size of section either 48 mm x 135 mm or 48 mm x 156 mm with one or two stacks of boards depending on the log diameter. An example is given in Fig. 2 (a), which is a sawing pattern with two stacks of six boards each for log #2. After sawing, the boards were photographed as shown in Fig. 2 (b), with the board number handwritten on a whiteboard so that they can be rearranged. The complete dataset of 16 logs and 162 segmented board images is available at https://zenodo.org/record/7123764#.YzsOeqTP2Uk.

The purpose of this study is to “reconstruct the log” from the segmented images of the boards belonging to the considered log. That is, to place each board in the log in the position it was before sawing. The methods for image matching are used to solve this problem. Image matching methods can be classified in two categories, the templated-based and feature-based techniques (Dong 2013, Swaroop and Sharma 2016, Lowe 2003, Gollapudi 2019). The template-based

methods operate directly on the pixel values, e.g., normalized cross correlation (NCC) (Swaroop and Sharma 2016). These methods are simple and intuitive, but tend to fail when images have large rotations, large illumination levels, large scale differences, etc. Conversely, the feature-based methods are usually invariant to scale, rotation, and illumination, etc. Among them, the scale invariant feature transform (SIFT) (Lowe 2003) method is most common. However, as with other feature-based algorithms, its matching performance depends strongly on the quality of feature extraction, which is sensible to noise.

(a) (b)

Fig. 1: Images of log #02: log end image taken on the log-yard ; the corresponding manually segmented log image.

(a) (b)

Fig. 2: (a) Manual positioning of the board end image for log #02 (flip means that the board end image had to be flipped to be in the right orientation); (b) A pile of boards from log #02.

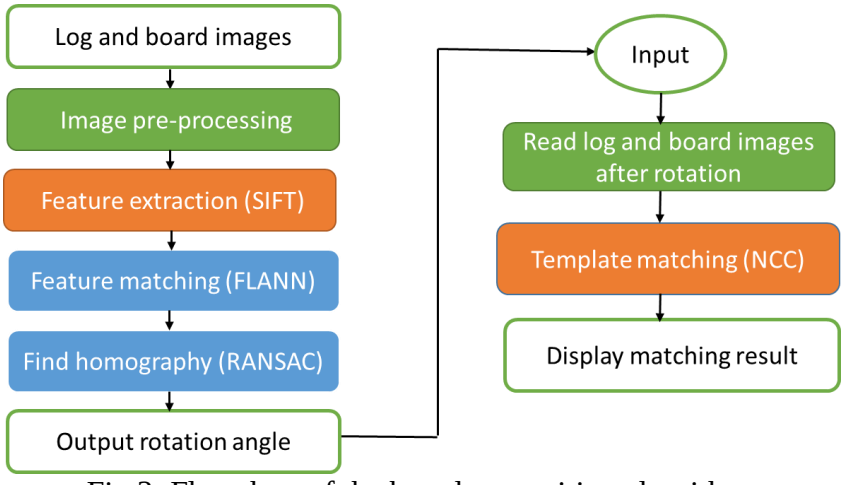


Fig.3: Flowchart of the board recognition algorithm.

To achieve our goal, SIFT and NCC are combined to improve their performance in image recognition. More specially, in the pre-processing procedure, the RGB images are converted to grayscale and then enhanced by histogram equalization method. After feature detection and extraction by SIFT, Fast Library for Approximate Nearest Neighbors (FLANN) (Muja and Lowe 2009) is applied for feature matching. Then, RANdom SAmple Consensus (RANSAC) (Yan 2022) algorithm is used to localize board images. However, not all the boards are found in each log image at this step. This may be caused by disturbances present in digital images, such as sawing marks, dirt or changes in ambient light. Nevertheless, using these determined board positions, we can easily calculate the rotation angle of the log image relative to its board images. After rotating the log image, the NCC is finally performed to determine each board position on the logs. The flowchart of our proposed algorithm is given in Fig. 3.

First results

In this section, we evaluate the feasibility and effectiveness of the proposed method on the available dataset. As displayed in Fig. 4, only three boards are recognized successfully by SIFT. From this, the rotation angle of the log can be estimated. In addition, the rotation angles obtained from SIFT for 16 logs are presented in Tab. 1.

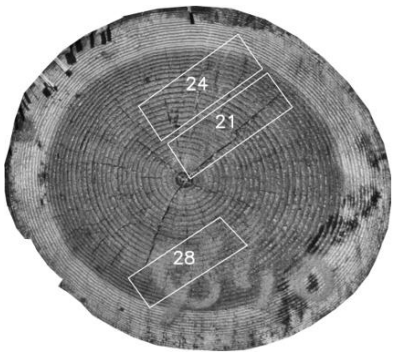


Fig. 4: Recognition results of log #2 by SIFT

Tab. 1: Rotation angles obtained by SIFT for 16 logs

Log#	01	02	03	04	05	06	07	08
Rotation angle	34.7°	35.5°	78.9°	314.6°	27.9°	72.1°	39.5°	44.3°
Log#	09	10	11	12	13	14	15	16
Rotation angle	320.7°	77.2°	288.5°	2.8°	219.1°	321.4°	101.4°	341.7°

Then, after rotating the log images to the horizontal direction according to the boards, the template matching with NCC is performed. A recognition result is shown in Fig. 5. Fig. 5 (a) is the board recognition results by the proposed method, while Fig. 5 (b) is the manual positioning results of the board end image on the end image of log #2, it can be observed that the positions of all 12 boards on log #2 were successfully identified. Moreover, the success rate of correctly placed boards for 16 logs was calculated to be over 98%. However, for the sake of brevity, the board recognition results for other 15 logs are not presented here. All the obtained results are available for download at https://zenodo.org/record/7123764#.YzsOeqTP2Uk.

(a) (b)

Fig. 5: (a) Final board recognition results on log #02; (b) Manual positioning of the board end image on the end image of log #02.

Conclusion and perspectives

The feasibility and effectiveness of the proposed method (the combination of SIFT and NCC) are visually verified from our board recognition results. In future works, instead of using visuals to evaluate the results, more convincing and accurate evaluation metrics such as Intersection over Union (IoU) and mean average precision (mAP) will be used to evaluate quantitatively the precision of our method. Further development is still needed to test the method on more different sawing patterns. Furthermore, the next step in the traceability process would consist in recognizing from which log different boards belonging to.

Acknowledgements

This research is funded by the French national research agency (EffiQuAss project ANR - 21 - CE10 - 0002 - 01). The authors are very grateful to Bongard-Bazot & Fils company and its employees for allowing us to perform the sampling and sawing.

References

Decelle R., Ngo P., Debled-Rennesson I., Mothe F, Longuetaud F. (2021) Pith Estimation on Tree Log End Images. In: Reproducible Research on Pattern Recognition (RRPR). Milan, Italy.

Dong P.T. (2013) A Review on Image Feature Extraction and Representation Techniques, International Journal of Multimedia & Ubiquitous Engineering, 8, 385-395.

Swaroop P., Sharma N. (2016) An Overview of Various Template Matching Methodologies in Image Processing, International Journal of Computer Applications, 153, 8-14.

Gollapudi S. (2019) OpenCV with Python, Learn Computer Vision Using OpenCV, 31–50.

Lowe, D. (2003) Distinctive image features from scale-invariant key points. International Journal of Computer Vision, 20, 91-110.

Muja M., Low D.G. (2009) Fast Approximate Nearest Neighbors with Automatic Algorithm Configuration. International Conference on Computer Vision Theory & Application Vissapp.

Yan K. (2022) RANSAC algorithm with example of finding homography. https://www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/30809-ransac-algorithm-with-example-of-finding-homography.

Modèle Hankinson 3D pour l'estimation des vitesses d'ondes ultrasonores dans le bois.

AFOUTOU Jérôme, DUBOIS Frédéric, SAUVAT Nicolas, TAKARLI Mokhfi

Laboratoire GC2D, UR 14477, Egletons, Université de Limoges, France
jerome.afoutou@unilim.fr

Mots clefs : vitesse de propagation ; ondes ultrasonores ; bois ; orthotrope tridimensionnel ; mesures hors plans ; équation Hankinson 3D ; optimisation.

Contexte et objectifs

Pour répondre aux enjeux environnementaux et climatiques, les concepteurs d'ouvrages intègrent de plus en plus de bois. Si ce matériau présente un lot considérable d'avantages environnementaux, son déploiement est encore aujourd'hui freiné par les problématiques de durabilité et de fissuration. Ce défi demande donc de développer des approches reposant, à la fois sur de l'inspection périodique et de la surveillance en continu. Dans ce contexte, les techniques de contrôle non destructif présentent des solutions à mettre en œuvre en évitant d'être invasives vis-à-vis du matériau. Parmi les techniques CND, les méthodes ultrasonores permettent aujourd'hui d'obtenir des données statistiques à l'échelle d'éléments structuraux. De même, les risques de fissuration peuvent être surveillés en employant de la localisation d'évènements captés par émission acoustique. Ces deux méthodes reposent sur une connaissance des vitesses de propagation d'ondes dans un milieu élastique. Du fait de l'orthotropie du matériau bois, les vitesses de propagation d'ondes dépendent de la direction de propagation de cette onde. A une échelle matériau, il est d'usage de mesurer les vitesses de propagation dans les directions principales d'orthotropie composées de la direction longitudinale $\vec{L}$, radiale $\vec{R}$ et tangentielle $\vec{T}$. Nous noterons les trois vitesses respectives V_L, V_R et V_T. En revanche, lorsque le chemin de propagation n'est pas confondu à une direction principale d'orthotropie, la vitesse de l'onde est corrélée à un système angulaire positionnant cette droite de propagation dans le repère principal d'orthotropie. Beaucoup de travaux ont mis en exergue cette dépendance angulaire (Bucur 1988, Mascarenhas et al. 2021).

Si une bonne partie des travaux se focalise sur les vitesses de propagation d'ondes, cette orthotropie impacte également le calcul de rigidités locales et de résistance. Dans ce contexte, Hankinson (1921) a été l'un des premiers scientifiques à proposer un modèle empirique afin de prédire les contraintes en compression dans les pièces de bois présentes dans les aéronefs de l'époque. Au-delà de l'utilisation de la formule de Hankisson pour déterminer des propriétés mécaniques (module d'élasticité ou résistance mécanique) (Dackermann et al. 2016, Falk et al. 1989), la formulation d'Hankisson est couramment utilisée pour estimer les vitesses de propagation d'ondes ultrasonores dans le bois ou dans des produits dérivés du bois (Beall 2002, van Wijk et al. 2019). Cependant, l'ensemble de ces modèles est appliqué pour des configurations bidimensionnelles.

Sur la base d'un modèle d'Hankinson, défini dans une configuration bidimensionnelle, nous proposons le développement d'un modèle tridimensionnel en repositionnant le chemin de propagation d'ondes dans un repère principal d'orthotropie local sur la base d'un système de coordonnées sphérique. La validation du modèle ainsi que le protocole d'optimisation de ces paramètres sont présentées.

Outils et méthodes

Modèle tridimensionnel

La proposition d'un modèle généralisé à une approche tridimensionnelle considère que le modèle doit être compatible avec un modèle bidimensionnel, et ce, dans chaque plan principal d'orthotropie. Considérons un repère local d'orthotropie matérielle avec une direction de propagation d'ondes repérée par une description sphérique (α et θ). Comme indiqué en Fig. 1, le repère principal d'orthotropie, formé des directions longitudinale, radiale et tangentielle, induit trois plans caractéristiques :

- Le plan LT balayé par les droites de propagation d'onde telles que $\theta = 0$, $\alpha \in \left[0, \frac{\pi}{2}\right]$
- Le plan LR balayé par les droites de propagation d'onde telles que $\theta = \frac{\pi}{2}$, $\alpha \in \left[0, \frac{\pi}{2}\right]$
- Le plan RT balayé par les droites de propagation d'onde telles que $\alpha = 0$, $\theta \in \left[0, \frac{\pi}{2}\right]$

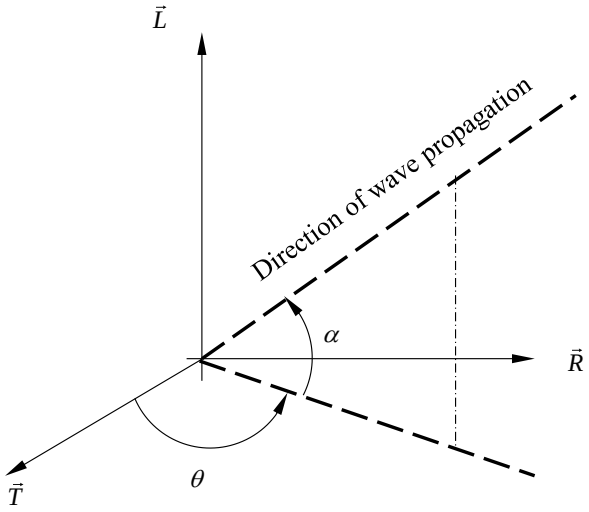


Fig.1 : Direction de propagation d'ondes positionné dans le repère principal d'orthotropie.

Par référence au modèle d'Hankinson bidimensionnel, nous proposons le modèle empirique suivant :

$$V(\alpha,\theta) = \frac{V_L \cdot V_R \cdot V_T}{V_R \cdot \cos^l(\theta) \cdot \left[V_L \cdot \cos^m(\alpha) + V_T \cdot \sin^m(\alpha)\right] + V_T \cdot \sin^l(\theta) \cdot \left[V_L \cdot \cos^n(\alpha) + V_R \cdot \sin^n(\alpha)\right]} \quad (1)$$

Par rapport au modèle 2D, l'équation (1) intègre les trois vitesses de propagation d'ondes lorsque la droite de propagation est colinéaire aux trois directions d'orthotropie, à savoir V_L, V_R et V_T. Trois exposants empiriques, l, m et n, complètent le modèle. Celui-ci respecte le formalisme bidimensionnel. En effet, en reprenant les conditions précédentes, nous obtenons :

$$V_{LR}(\alpha) = V\left(\alpha, \theta = \frac{\pi}{2}\right) = \frac{V_L \cdot V_R}{V_L \cdot \cos^n(\alpha) + V_R \cdot \sin^n(\alpha)} \quad (2)$$

$$V_{LT}(\alpha) = V(\alpha, \theta = 0) = \frac{V_L \cdot V_T}{V_L \cdot \cos^m(\alpha) + V_T \cdot \sin^m(\alpha)} \quad (3)$$

$$V_{RT}(\theta) = V(\alpha = 0, \theta) = \frac{V_R \cdot V_T}{V_R \cdot \cos^l(\theta) + V_T \cdot \sin^l(\theta)} \quad (4)$$

Matériau et protocole

Considérons un cube de Douglas massif de 130mm de côté issus d'un bastaing de section transversale 140 ×140mm². Les dimensions ont été dictées par la fréquence de résonnance des transducteurs employés (54 kHz ± 5kHz) en employant une résolution temporelle de 0,1µs. L'éprouvette a été usinée afin de privilégier la direction longitudinale parallèle à l'axe z du repère cartésien global, Fig. 2. Des échantillons supplémentaires ont été prélevés afin de mesurer l'humidité moyenne après passage à l'étuve à 103°C. Ainsi, nous avons relevé une humidité moyenne de 12,6% correspondant à une masse volumique humide de 430kg/m^3.

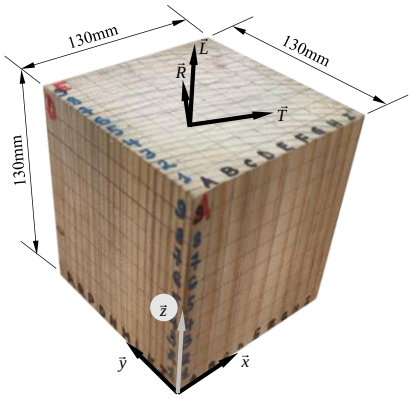


Fig. 2 : Eprouvette de Douglas avec les repères global et local d'orthotropie

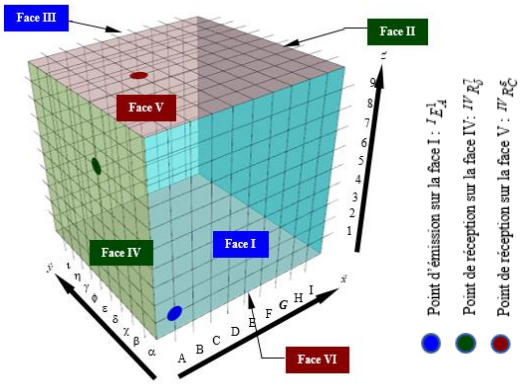


Fig. 3 : Codification de la position des points d'émission et de réception

La vitesse de propagation d'une onde ultrasonore V consiste à mesurer le temps que va mettre l'onde à passer de l'émetteur au récepteur (temps de vol ou TOF), en connaissant la distance d_{us} séparant le point d'émission du point de réception. En supposant que le chemin de propagation, générant le TOF le plus court, est le segment de droite reliant l'émetteur au récepteur, la vitesse V est définie selon l'expression suivante :

$$V = \frac{d_{us}}{TOF} \quad (5)$$

Dans le cadre de cette étude, nous employons le critère d'Akaike qui donne une bonne estimation de la vitesse pour des signaux ultrasonores en réception ayant un rapport Signal/Bruit (SNR) supérieur à 10dB (Arciniegas et al. 2015). Dans notre cas, la stabilité du temps de vol est obtenue pour un seuil de SNR égal à 26dB. Les signaux sont enregistrés avec une résolution temporelle de 0,1µs. La tension est mesurée à une précision de ± 30,52µV sur une échelle de 16 bits.

Dans un second temps, il s'agit de mesurer des vitesses de propagation d'onde en privilégiant, le plus possible, les trois plans LT, RT et LR afin de dissocier les effets complémentaires des angles α et θ. L'objectif est d'atteindre une ouverture angulaire maximale. Pour cela, nous proposons les options de tirs semi-directs (AFNOR 2005) suivants, Fig.3 :

1. Configuration ($^{I}E_A^1 \rightarrow III$) : Point d'émission sur la face I ($^{I}E_A^1$) - Points de réception sur l'ensemble des points de la face III ($^{III}R_{A\rightarrow I}^{1\rightarrow 9}$).

2. Configuration (${}^{VI}E_A^{\alpha} \rightarrow V$) : Point d'émission sur la face VI (${}^{VI}E_A^{\alpha}$) - Points de réception sur l'ensemble des points de la face V (${}^{V}R_{A\rightarrow I}^{\alpha\rightarrow \iota}$).
3. Configuration (${}^{IV}E_{\alpha}^{1} \rightarrow II$) : Point d'émission sur la face IV (${}^{IV}E_{\alpha}^{1}$) - Points de réception sur l'ensemble des points de la face II (${}^{II}R_{\alpha\rightarrow \iota}^{1\rightarrow 9}$).

Cela représente, au total, 243 lignes de propagation permettant de couvrir les plages angulaires suivantes :

$$0° \leq \alpha \leq 90° \text{ et } 20° \leq \theta \leq 90° \quad (6)$$

Calcul analytique et optimisation

En complément de ces mesures, l'implémentation du modèle analytique sur le support éléments finis intègre une boucle de 'multiplexage' afin de calculer les vitesses théoriques de propagation d'ondes selon l'ensemble des tirs.

La validation du modèle d'Hankinson tridimensionnel nécessite de calculer analytiquement les vitesses de propagation selon les différentes conditions de tir expérimentales tout en se rapprochant au mieux des conditions d'orthotropie de l'échantillon. Le matériau bois ayant une orthotropie cylindrique, pour un chemin de propagation donné, les angles α et θ, positionnant la direction de propagation d'ondes vis-à-vis du repère principal d'orthotropie, varient le long de cette direction. Pour contourner cette difficulté, nous utilisons un support aux éléments finis qui va servir de support géométrique. Dans le cadre d'une orthotropie cylindrique, nous employons le code aux éléments finis Castem qui permet de prendre en considération cette orthotropie cylindrique en positionnant la moëlle de la grume que nous supposerons colinéaire à la direction des fibres et donc de la direction $\vec{L}$.

L'algorithme d'optimisation a pour objectif de déterminer les six paramètres de la loi d'Hankinson tridimensionnel afin que l'ensemble des vitesses calculées selon les 243 combinaisons de tirs, coïncident avec les mesures expérimentales. Nous optons pour la méthode simplex développée par Nelder et Mead (1965) dont les paramètres de convergence ont été définis dans les travaux de Nguyen et al. (2017).

Résultats et discussion

En accord avec le principe d'optimisation présenté précédemment et l'ensemble des mesures expérimentale, les valeurs optimales des paramètres du modèle d'Hankinson tridimensionnel peuvent être déduites. Elles sont regroupées en Tab.1 et accompagnées de la valeur finale pour l'écart maximal $f_{\max}$ et l'écart moyen f_{moy} .

Tab. 1 : Résultats d'optimisation

$f_{\max}$ (m/s)	f_{moy} (m/s)	V_L (m/s)	V_R (m/s)	V_T (m/s)	l	m	n
388	141	5780	1980	1240	1.97	1.63	1.73

On constate que les valeurs des paramètres de Hankisson_3D s'inscrivent parfaitement dans la plage des données de la littérature (Beall 2002, Bucur 1988, Espinosa et al. 2018). L'écart moyen global pour l'ensemble des configurations de tirs (${}^{I}E_A^1 \rightarrow III$), (${}^{VI}E_A^{\alpha} \rightarrow V$) et (

${}^{IV}E_{\alpha}^{1} \rightarrow II$) est de l'ordre 8%. La figure suivante montre les résultats pour le cas de la configuration (${}^{VI}E_{A}^{\alpha} \rightarrow V$).

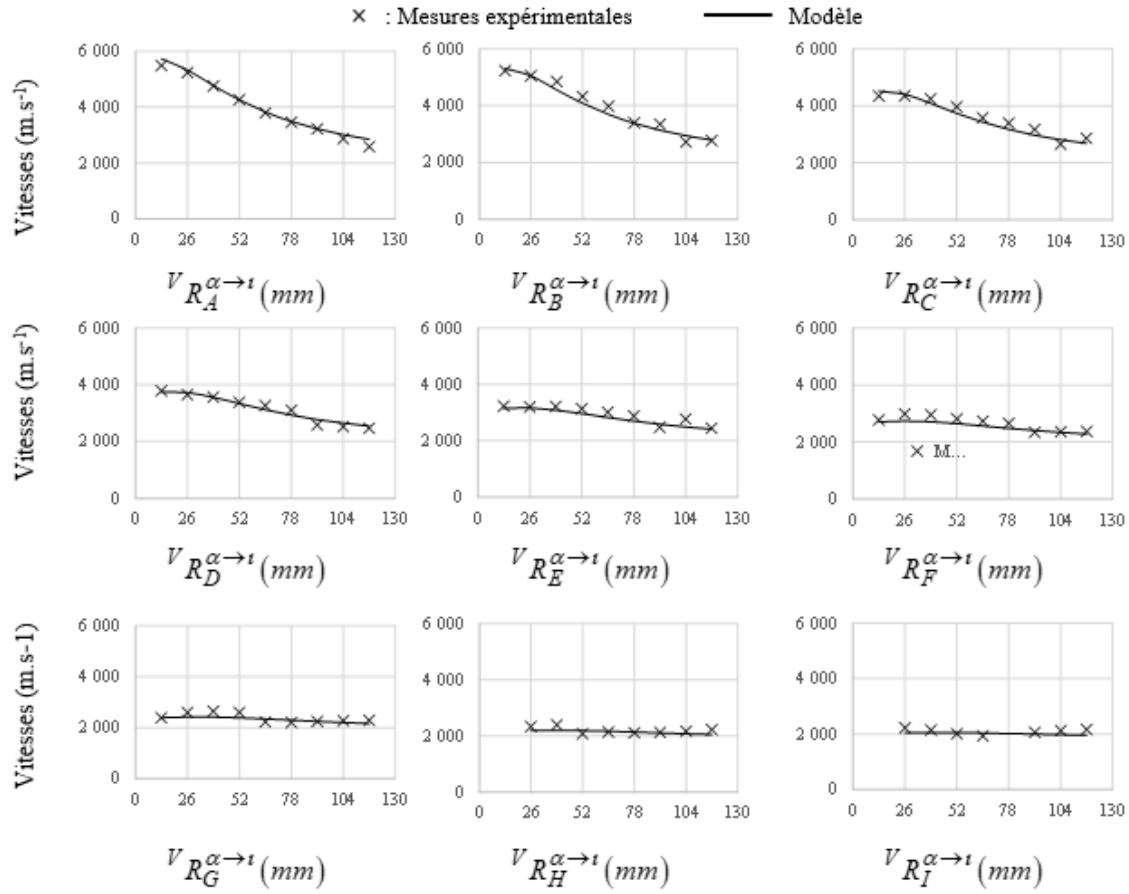


Fig. 4 : Configuration (${}^{VI}E_{A}^{\alpha} \rightarrow V$).

Conclusion

Une généralisation du modèle d'Hankinson est proposé. La construction du modèle a été pensée afin d'être compatible avec les modèles bidimensionnels orthotropes existants après projection sur les trois plans principaux d'orthotropie.

Appliqué à la propagation d'ondes ultrasonores, ce modèle d'Hankinson, implémenté dans un code aux éléments finis, permet de caractériser la dépendance angulaire des vitesses de propagation. Dans ce contexte l'ensemble d'un protocole d'essai, à travers un plan d'expérience, a permis de mettre en avant la pertinence du modèle et sa validation expérimentale. Ce protocole a permis de déterminer et d'optimiser les 6 paramètres modèle.

Remerciements

Nous remercions la région Nouvelle Aquitaine et le Ministère de l'enseignement supérieur, de la recherche et de l'innovation pour le financement de la thèse.

Références

AFNOR. (2005). NF EN 12504-4 : Essais pour béton dans les structures – Partie 4 : détermination de la vitesse de propagation des ultrasons. AFNOR.

Arciniegas A., Brancheriau L., Lasaygues P. (2015) Tomography in Standing Trees: Revisiting the Determination of Acoustic Wave Velocity. Annals of Forest Science 72 (6): 685-91.

Beall F.C. (2002) Overview of the use of ultrasonic technologies in research on wood properties. Wood Science and Technology 36 (3): 197-212.

Bucur V. (1988) Wood Structural Anisotropy Estimated by Acoustic Invariants. IAWA Journal 9 (1): 67-74.

Dackermann U., Elsener R., Li J., Crews K. (2016) A comparative study of using static and ultrasonic material testing methods to determine the anisotropic material properties of wood. Construction and Building Materials, SHATIS 2013: Research on Timber Materials and Structures, 102 (janvier): 963-76.

Espinosa L., Brancheriau L., Prieto F., Lasaygues P. (2018) Sensitivity of ultrasonic wave velocity estimation using the Christoffel equation for wood non-destructive characterization. BioResources 13 (1): 918-28.

Falk R.H., Patton-Mallory M., McDonald K.A. (1989) Structures: state-of-the-art and research needs. Non-Destructive Testing And Evaluation For Manufacturing And Construction, 137.

Hankinson R.L. (1921) Investigation of crushing strength of spruce at varying angles of grain. Air service information circular 259 (3): 130.

Mascarenhas A. R. P., de Melo R., Pimenta A.S., Stangerlin D.S., Corrêa, F.L. Sccoti M.S.V., Paula E.A. (2021) Ultrasound to estimate the physical-mechanical properties of tropical wood species grown in an agroforestry system. Holzforschung 75 (10): 879-91.

Nelder J.A., Mead R. (1965) A Simplex method for function minimization. The computer journal 7 (4): 308-13.

Nguyen T.A., Angellier N., Caré S., Ulmet L., Dubois, F. (2017) Numerical and experimental approaches to characterize the mass transfer process in wood elements. Wood Science and Technology 51 (4): 811-30.

Van Wijk K., Simpson J., Hitchman S. (2019). A modified Hankinson Equation for the wave speed of laser ultrasound in Radiata Pine. Wave Motion 89: 57-64.

Évaluations préliminaires des performances de la densitométrie non ionisante du bois par ondes TeraHertz : Projet BOOST

MARC Caroline[1], MARCON Bertrand[1], DENAUD Louis[1], GIRARDON Stéphane[1], BUTAUD Jean-Claude[1]

[1]Arts et Metiers Institute of Technology, LABOMAP, Université Bourgogne Franche-Comté, HESAM Université, F-71250 Cluny, France
Caroline.Marc@ensam.eu

Mots clefs : bois ; cartographie ; ondes térahertz ; densité locale ; placage

Contexte et objectifs de la thèse

Présentation de la thèse

Cette thèse s'inscrit dans le projet ANR BOOST ("Le BOis pOur les STructures de véhicules") porté par deux laboratoires : l'Institut Clément Ader (Toulouse et Tarbes) et le LaboMaP (Cluny). L'objectif de ce projet est de démontrer la possibilité de l'utilisation du bois, sous forme de placages, comme matériau structurel pour les véhicules. Le bois, utilisé comme matériau structurel dans l'aviation jusqu'à la Deuxième Guerre mondiale (Castanié et al. 2020) et ponctuellement dans l'automobile, a été sélectionné pour cette étude pour ses propriétés mécaniques et son faible impact écologique lorsque transformé localement ainsi que son impact social positif notamment par la création d'emploi local y compris en ruralité. Toutefois, le bois possède une variabilité intrinsèque due à son origine naturelle (croissance dépendant de son environnement). Or l'industrie du transport est très automatisée, et a besoin de produits standardisés aux performances fiables et répétables. C'est pourquoi il est nécessaire d'analyser finement les propriétés du bois afin d'estimer au mieux son comportement. L'objectif est de mettre au point un système de mesure des propriétés locales des placages : masse volumique, fissurations induites lors du procédé de déroulage et orientation des fibres. Ne sera présenté par la suite uniquement l'aspect mesure de la masse volumique.

Mesure de la masse volumique

Le bois est un matériau hétérogène. Ces variations de masse volumique sont présentes à différent niveau : cernes de croissances annuels, au sein de la hauteur de l'arbre (diminution suivant la hauteur (Kord et al. 2010), et au sein d'une même essence. Ces variations de masse volumique sont corrélées avec ses propriétés mécaniques (Guitard 1987). D'autres propriétés sont également corrélées à la masse volumique comme les variations dimensionnelles au séchage ou encore la conduction thermique.

Dans le cadre de cette thèse, la spectroscopie par rayonnement aux fréquences térahertz sera utilisée pour mesurer la masse volumique localement et sans contact permettant d'obtenir des cartographies de cette dernière sur l'ensemble des placages. Le domaine térahertz (THz) correspond aux ondes électromagnétiques dont la fréquence est comprise entre 0,1 et 10 THz, et il est adapté à la mesure du matériau bois pour plusieurs raisons. Tout d'abord, le bois est semi-transparent à ses rayons contrairement aux ondes du domaine des ultra-violets, du visible et des infrarouges. Ensuite, l'énergie des photons associés à cette gamme de fréquences est assez faible, c'est pourquoi les rayonnements THz sont non-ionisants, donc très peu -si ce n'est pas du tout- nocifs pour la santé (Vander Vorst 2006) (contrairement aux rayons X pour la même application). Enfin, cette longueur d'onde permet d'avoir une résolution spatiale de

l'ordre du millimètre, suffisant pour mesurer les variations de masse volumique. Il a cependant fallu attendre les années 80 pour que ces ondes deviennent communément étudiées puis exploitées, faute de sources et de détecteurs suffisamment performants. Aujourd'hui, l'émergence de nouvelles techniques et technologies fait des térahertz un domaine d'étude en plein essor (avec plus de 26 000 articles en 2021 contre 10 400 en 2011), et un des objectifs de cette thèse est de valider ou non sa capacité à mesurer la masse volumique.

Matériel et méthode

Echantillons mesurés

Afin d'estimer la viabilité des mesures térahertz de la masse volumique, 6 échantillons ont été étudiés : 3 en Douglas, un résineux présentant de forts contrastes de densité entre le bois initial et le bois final, et 3 en hêtre, un feuillu considéré comme homogène de ce point de vue. Ces échantillons ont été débités en coupe radiale (coupe LR), ce qui permet d'observer les variations de masse volumique entre le bois d'été et le bois de printemps. Leurs dimensions sont de 50 mm (L) × 50 mm (T), et de 3 épaisseurs différentes (R) : 1 mm, 3 mm et 5 mm. Chaque échantillon a ainsi une différente combinaison d'essence et épaisseur afin de pouvoir étudier l'influence de chaque caractéristique sur les mesures. Un échantillon en peuplier contenant deux nœuds a également pu être caractérisé, pour observer leur impact sur la mesure par térahertz. Cet échantillon mesure 50 mm (L) × 50 mm (R) × 6 mm (T), est issu d'une coupe radiale. Les échantillons ont été portés à l'équilibre et présentent un taux d'humidité moyen de 10,5% ($\pm$ 1 %).

Matériel utilisé

Pour ces essais un radar FMCW (Frequency Modulated Continuous Wave) prêté par la société Lytid a été utilisé. Le signal émis par le radar est modulé en fréquence selon une loi en dents de scie comprises entre 130 et 162 GHz, avec une durée de balayage de 65 µs. A chaque interface rencontrée, c'est-à-dire à chaque changement d'indices de réfraction (exemple : air-bois), le signal est partiellement réfléchi et transmis. La partie réfléchie est détectée par le radar, tandis que la partie transmise continue son chemin jusqu'à rencontrer un autre changement d'indice, et ainsi de suite. Au final, pour chaque point de mesure, le radar permet d'obtenir un signal complexe décomposable en amplitude et phase en fonction de la profondeur dans l'échantillon. Le fonctionnement du radar ainsi que l'explication complète du signal obtenu sont détaillés par Jankiraman (2018). Des cartographies de résolution 1 mm ×1 mm de l'amplitude du signal réfléchi sont donc obtenues à différentes profondeurs dans l'épaisseur de l'échantillon.

Résultats et discussion

Les cartographies d'amplitude de chaque échantillon à une profondeur égale à zéro, soit à la première interface rencontrée par le signal, sont présentées sur la Fig. 1, ainsi que l'image correspondante prise par une caméra (spectre visible). Pour les quatre échantillons les plus fins en épaisseur (a, b, c et d), le quart de la surface de l'échantillon avec des valeurs différentes du reste de la cartographie correspond à un réflecteur métallique qui a été placé à l'arrière des échantillons afin de réfléchir la totalité des ondes l'ayant traversé.

Les différentes parties des cernes du bois se détachent dans les figures précédentes pour les échantillons les plus hétérogènes (Douglas), avec un écart de ~5 dB d'amplitude. Il y a aussi de fortes variations autour des nœuds pour l'échantillon en peuplier, tandis que pour les échantillons en hêtre les valeurs sont globalement plus homogènes.

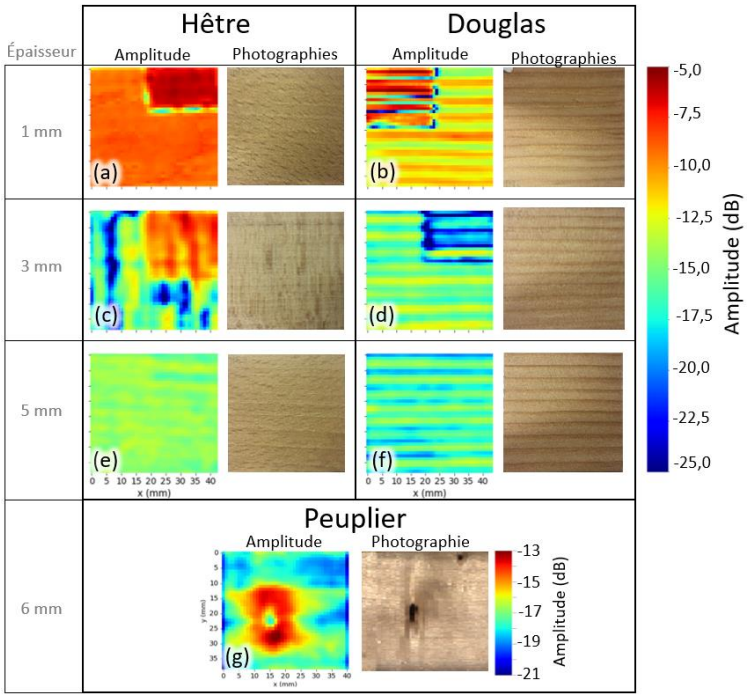


Fig. 1: Amplitude térahertz en décibels et image (spectre visible) de la première interface des échantillons

Dans l'optique de pouvoir comparer les mesures effectuées par onde térahertz à des valeurs de masse volumique des échantillons, ces derniers ont été cartographiés par un scanner rayons X (CombiScan). La figure 2 illustre cette comparaison, en affichant pour chaque point l'amplitude au niveau de la première interface en fonction de la masse volumique mesurée par rayons X. Les valeurs d'amplitude utilisées ont été prises dans les zones sans réflecteur métallique.

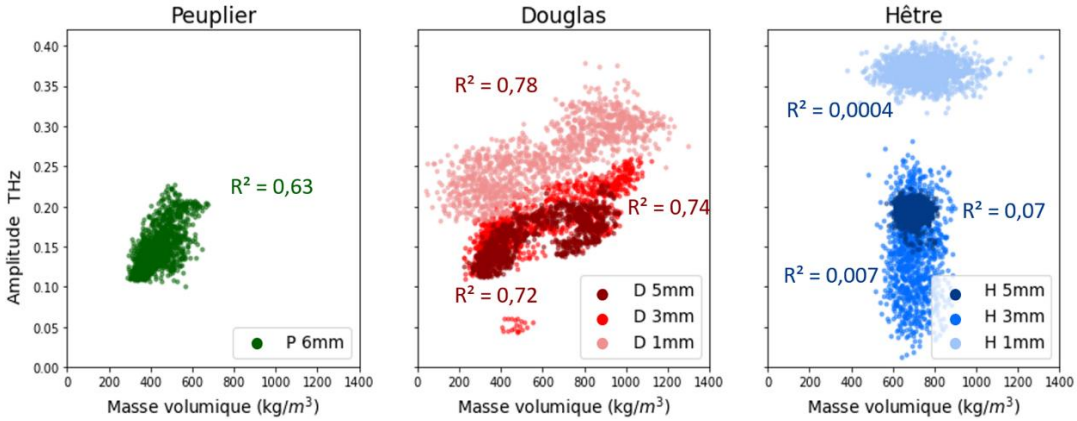


Fig. 2 : Amplitude THz à la première interface de l'échantillon en fonction de la masse volumique mesurée par rayon X, par essence et par épaisseur

Les nuages de points ont une dispersion élevée, mais une corrélation entre les deux types de mesure (THz et RX) pour les échantillons en peuplier et douglas est significative. En effet, les coefficients de détermination (R^2) calculés pour chaque échantillon entre l'amplitude térahertz expérimentale et sa valeur prédite par la régression linéaire entre les deux cartographies sont d'en moyenne 75% (± 3%) pour les Douglas, 63% pour le peuplier et seulement 3% (± 3%) pour les hêtres et les p-valeurs correspondantes sont égale à 1×10^{-213}, 1×10^{-213} et 0,6 respectivement. Ces valeurs permettent de rejeter l'hypothèse selon laquelle il n'y a pas de relation entre la masse volumique et l'amplitude THz sauf pour les échantillons en hêtre.

Il existe donc une corrélation, mais elle n'est absolument pas précise suivant l'essence de bois. Cela peut s'expliquer éventuellement par un recalage spatial potentiellement trop approximatif. Ce recalage, c'est-à-dire cette mise en correspondance des deux types d'image, a été fait manuellement, et les effets de bords rendaient délicate la tâche de déterminer les contours exacts de chaque échantillon. Cela peut aussi s'expliquer par le fait que les rayons X font une moyenne de la masse volumique sur toute l'épaisseur, or les échantillons n'étant pas toujours parfaitement radiaux (cernes inclinés, variation de la masse volumique dans l'épaisseur) et la masse volumique n'étant pas forcément la même sur toute la hauteur d'un cerne, cette masse volumique moyenne n'est pas forcément égale à celle au niveau de la première face de l'échantillon (face étudiée pour la comparaison).

Conclusion et perspectives

L'information de masse volumique n'a pas encore pu être extraite précisément des mesures par radar térahertz en comparant avec une autre méthode de mesure, les rayons X. De nombreux paramètres, comme deux modes de mesure différents (transmission vs réflexion/radar), ou des échantillons non parfaitement radiaux, rendent cette comparaison imprécise. Pour pallier ces difficultés, deux nouvelles campagnes de mesures seront effectuées. La première sera réalisée avec un système de mesure équivalent à celui utilisé précédemment, mais en prenant cette fois des échantillons parfaitement radiaux et en perçant trois trous de repère pour faciliter le recalage RX-THz (visibles sur les deux cartographies). La deuxième sera exécutée avec un système de mesure aux fréquences térahertz fonctionnant en transmission, principe identique au scanner RX, permettant ainsi une comparaison entre deux jeux de données contenant des informations analogues.

Remerciements

Cette thèse de doctorat est financée dans le cadre du projet ANR-21-CE43-0008-02. Les auteurs remercient également la plate-forme technique Xylomat du réseau scientifique Xylomat financée par l'ANR-10-EQPX-16 XYLOFOREST qui largement été utilisée pour réaliser cette étude.

Références

Castanié B., Bouvet C., Ginot M. (2020) Review of composite sandwich structure in aeronautic applications, Composites Part C: Open Access, vol. 1, p. 100004

Guitard D. (1987) Mécanique du matériau bois et composites, Cépaduès

Jankiraman M. (2018) FMCW Radar Design, Artech House, p. 430

Kord B., Kialashaki A., Kord B. (2010) The within-tree variation in wood density and shrinkage, and their relationship in *Populus euramericana*, Turkish Journal of Agriculture and Forestry, 34.2 p. 121-126.

Vander Vorst A., Rosen A., Kotsuka Y. (2006) RF/microwave interaction with biological tissues. John Wiley & Sons.

Effect of chemical and thermal modification on surface characteristics of short rotation teak wood

MARTHA Resa[1,2], GEORGE Béatrice[1], DARMAWAN Wayan[2], GÉRARDIN Philippe[1]

[1]LERMAB, INRAE, Université de Lorraine, F-54000 Nancy, France
[2]Department of Forest Products, IPB University, Bogor 16680, Indonesia
resa.martha@univ-lorraine.fr

Key words: bonding quality, chemical modification, short rotation teak wood, surface free energy, thermal modification, wettability

Context and objectives

Chemical and thermal modifications have the potential to improve some unfavorable wood characteristics. Previous studies reported that chemical and thermal modifications of wood for example by heat treatment (Martha et al. 2020), furfurylation (Martha et al. 2021a) and glycerol-maleic anhydride (GMA) treatment (Martha et al. 2021b) can improve dimensional stability and resistance against wood-destroying organisms. Wood surfaces exposed outdoors are degraded rapidly due to photodegradation of lignin. UV light leads to depolymerisation of lignin and polysaccharide, which are the main structural components of wood (Evans et al. 2002). The colour of the wood surface exposed outdoors initially becomes yellowish/brownish, indicating depolymerisation of lignin. Depolymerisation of lignin and cellulose cause a change in physical properties, chemical properties and durability of wood. The environmental factor that most contributes to the weathering of wood is light. Changes in chemical properties and physical properties lead to discoloration, roughening, and decrease in mechanical properties. In order to prevent wood photodegradation, chemical protection can be applied, such as chemical modification (Evans et al. 2002). Modified wood is generally more resistant to weathering than unmodified wood. Some studies have reported that thermal modification imparts a higher resistance to weathering due to the increase in lignin stability by condensation (Ayadi et al. 2003). In addition to wood modification, surface coating also increases the durability and service life of wood for outdoor use. An important factor that affects the performance of surface coatings is the woods surface characteristics. The parameters used to characterize the wood surface are roughness, surface free energy (SFE), and wettability (Qin et al. 2014).

Short rotation teak wood has inferior properties to teak from natural stands, especially in dimensional stability and durability (Pratiwi et al. 2019). Wood modification is therefore necessary to improve the quality of short rotation teak wood. Some studies have examined the characteristics of modified short rotation teak. Pratiwi et al. (2019) investigated the influence of heat treatment on coating performance of teak. Samples heated in an oven at 220 °C for 20h under nitrogen presents better properties than untreated samples regarding dimensional stability, durability, bonding quality, and photostability. Martha et al. (2021b) found that a combination of chemical and thermal modification is a promising method for improving dimensional stability, thermal stability, and fungi and termite durability. However, surface characteristics of modified short rotation teak wood have not been tested. The objectives of this study were to determine surface characteristics such as surface roughness, SFE, and wettability of modified short rotation teak wood and their impact on bonding quality and discoloration after accelerated weathering.

Materials and methods

The combination of chemical and thermal modification

The sample trees were short rotation teak of 15 years with 25 cm diameter. Five kinds of treatment were investigated: no treatment, furfurylation, thermal treatment at 220 °C, GMA-thermal treatment at 150 and 220 °C. The samples for furfurylation were treated through an impregnation process using 45% furfuryl alcohol (FA) and 5% of tartaric acid as catalyst followed by heating in an oven at 120 °C for 16 h in a nitrogen atmosphere. The samples for thermal treatment were heated in an oven at 220 °C for 20 h in a nitrogen atmosphere. The samples for GMA-thermal treatment were impregnated with 10% w/w aqueous solution of GMA followed by thermal treatment at 150 and 220 °C under nitrogen atmosphere.

Characteristic of modified wood

The following technological properties were studied: surface roughness (Ra value), contact angle, SFE, wettability, bonding quality, and accelerated weathering.

Results and discussions

Surface roughness and SFE

The effect of furfurylation, thermal treatment at 220 °C, GMA-thermal treatment at 150 °C, and GMA-thermal treatment at 220 °C on surface roughness (Ra) of short rotation teak wood is presented in Table 1. The Ra values decreased by 14%, 10%, and 24% after thermal treatment at 220 °C, GMA-thermal treatment at 150 °C, and GMA-thermal treatment at 220 °C, respectively. The decrease in Ra values indicates that the surface became smoother due to the thermal treatment. The Ra values of thermal at 220 °C and GMA-thermal at 220 °C were slightly lower than that of GMA-thermal at 150 °C. This result was in line with a report presented by Nuopponen et al. (2004), who found that thermal treatment with high temperatures causes the surface to become smoother due to the movement of wax and fat from axial parenchyma cells to the surface. Meanwhile, Ra value increased markedly after furfurylation treatment. The results indicate that the furfurylated wood surface was rougher than untreated wood. The high acidity of the additive solution used in the furfurylation may have caused the formation of microscopic cracks in the cell wall.

Tab. 1 : The value of surface roughness, total SFE, polar SFE, dispersive SFE for untreated and treated short rotation teak wood

Treatments	Ra (μm)	γ_s (mJ m^{-2})	γ_s^p (mJ m^{-2})	γ_s^d (mJ m^{-2})
Untreated	6.72 ± 0.40^{c}	45.70 ± 1.86^{c}	22.94 ± 3.91^{b}	22.76 ± 2.06^{ab}
Furfurylation	14.39 ± 0.89^{d}	32.38 ± 1.10^{a}	9.54 ± 5.42^{a}	22.85 ± 4.32^{ab}
Thermal at 220 °C	5.72 ± 0.89^{ab}	34.27 ± 2.04^{a}	13.59 ± 3.94^{a}	20.68 ± 1.92^{ab}
GMA-thermal at 150 °C	6.03 ± 0.46^{bc}	39.36 ± 1.26^{b}	14.58 ± 2.34^{ab}	24.78 ± 2.31^{b}
GMA-thermal at 220 °C	5.09 ± 0.52^{a}	33.21 ± 2.53^{a}	16.21 ± 6.00^{ab}	17.01 ± 4.58^{a}

Note: Ra: arithmetical mean roughness; γ_s : total SFE; γ_s^p: polar SFE; γ_s^d: dispersive SFE; a-d: values followed by the same letters do not differ significantly (α=0.05) based on the Duncan test.

The total SFE, the polar and dispersive components for the untreated, furfurylated, thermal at 220 °C, GMA-thermal at 150 °C, and GMA-thermal at 220 °C are presented in Table 1. The total SFE and its components after treatment were lower than those for untreated wood. The decrease in SFE values of the treated woods could be due to increasing hydrophobicity after chemical and thermal modification. Previous studies reported that the furfurylated, thermal at 220 °C, GMA-thermal at 150 °C, and GMA-thermal at 220 °C treatments reduce wood hygroscopicity due to a decrease in free hydroxyl groups (Martha et al. 2021a; 2021b). The

increase in hydrophobicity could affect the ratio of SFE components. The polar SFE (γ_s^p) was lower than the dispersive SFE (γ_s^d) for the treated short rotation teak wood. The decrease in the roughness of teak wood may have caused the decrease in the SFE value. The smoother surfaces of short teak modified wood generated lower SFE value. However, in the current study the furfurylated wood had the roughest surface but it also had the lowest SFE.

Wettability and bonding quality

The constant contact angle change rate (K-value) is a value that describes wettability. The K-value is an important parameter for quantifying the wettability of a coating on the surface of the wood. The greater the K-value, the faster a liquid spread and penetrates into a wood surface. The mean K-value and bonding quality of untreated and treated short rotation teak woods are shown in Table 2. The K-values were greater than 0, which indicates that the coating solutions could spread and penetrate on the surface of short rotation teak wood. The K-values for polyurethane coating were not significantly different compared to acrylic coating. The mean K-value of short rotation teak wood decreased after chemical and thermal modification. This might be caused by the increase in hydrophobicity that led to the decrease in total of SFE. A lower value for total SFE provided a lower K-value. The GMA-thermal treatments at 150 and 220 °C produced slightly higher K-values than the thermally treated samples at 220 °C and furfurylated samples, which indicates that the GMA-thermal treated wood had slightly better wettability compared to wood furfurylated or thermally treated at 220 °C. The bonding quality of GMA-thermal treatment was similar to untreated short rotation teak, which indicates that the GMA-thermal treatment retained the high bonding quality. Bonding quality decreased after the accelerated weathering test for both the polyurethane and acrylic paints.

Tab. 2 : Constant contact angle change rate (K-value) for water-dispersed polyurethane and water-dispersed acrylic on untreated and treated short rotation teak wood

Treatments	K-value		Bonding quality			
	Polyurethane	Acrylic	Polyurethane		Acrylic	
			BW	AW	BW	AW
Untreated	0.09 ± 0.01	0.14 ± 0.04	4B	1B	4B	2B
Furfurylation	0.06 ± 0.02	0.06 ± 0.01	3B	0B	3B	0B
Thermal at 220 °C	0.04 ± 0.01	0.05 ± 0.01	3B	0B	3B	0B
GMA-thermal at 150 °C	0.07 ± 0.01	0.10 ± 0.02	4B	0B	4B	1B
GMA-thermal at 220 °C	0.05 ± 0.01	0.07 ± 0.02	4B	0B	4B	1B

Note: BW= before weathering; AW= after weathering; bonding quality= the larger cross-cut test number indicated good bonding quality between the coatings and the wood surfaces (ASTM D 3359-02 standard).

Accelerated weathering test

Figure 1 presents the total color changes (ΔE) of untreated and treated short rotation teak woods after accelerated weathering. The color of coated untreated and treated short rotation teak woods tended to change after the accelerated weathering test. The total color changes for water-dispersed polyurethane coating on wood surfaces of untreated, thermally treated at 220 °C, and GMA-thermally treated at 220 °C and the furfurylated were larger than GMA-thermally treated at 150 °C. The total color change for water-dispersed acrylic coating on the surface of furfurylated wood was the smallest among the untreated, thermal at 220 °C, GMA-thermal at 150 °C and GMA-thermal at 220 °C woods. The modified wood had poorer bonding quality after accelerated weathering but color changes were lower except for wood that was thermally modified at 220 °C. This indicates that furfurylation and GMA-thermal modification improved the photo-stability of the teak wood. The high photostability can be explained by the high moisture resistance of furfurylated and GMA-thermal treated wood (Martha et al. 2021a;b).

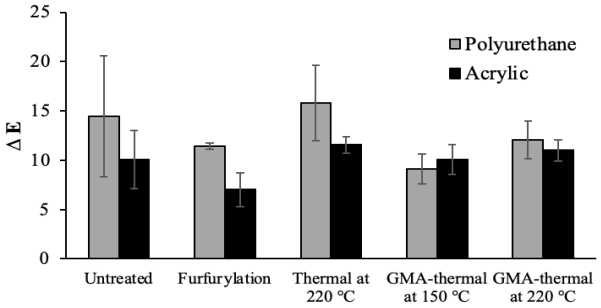


Fig. 1 : The total color changes (ΔE) for the untreated and treated short rotation teak wood after accelerated weathering test for 7 weeks

Conclusion

Chemically and thermally treated short rotation teak are not suitable for the water-dispersed paint coatings. Though the chemical and thermal modifications provide better protection against photo-degradation compared to untreated wood, however the bonding quality of chemically and thermally modified teak wood needs to be improved for exterior utilization by a better selection of paint.

Acknowledgements

The authors want also to thank MEAE (Ministère de l'Europe et des Affaires étrangères) for the Eiffel grant allowing the doctorate funding of the first author at Université de Lorraine in 2021.

References

Ayadi N., Lejeune F., Charrier F., Charrier B., Merlin A. (2003) Color stability of heat-treated wood during artificial weathering, Holz als Roh - und Werkstoff, 61(3): 221–226.

Evans P.D., Owen N.L., Schmid S., Webster R.D. (2002) Weathering and photostability of benzoylated wood, Polymer Degradation and Stability, 76(2):291–303.

Martha R., Dirna F.C., Hasanusi A., Rahayu I.S., Darmawan W. (2020) Surface free energy of 10 tropical woods species and their acrylic paint wettability, J of Adhesion Science and Technology, 34(2): 167-177.

Martha R., Mubarok M., Batubara I., Rahayu I.S., Setiono L., Darmawan W., Akong F.O., George B., Gérardin C., Gérardin P. (2021a) Effect of furfurylation treatment on technological properties of short rotation teak wood, J of Materials Research and Technology, 12: 1689-1699.

Martha R., Mubarok M., Batubara I., Rahayu I.S., Setiono L., Darmawan W., Akong F.O., George B., Gérardin C., Gérardin P. (2021b) Effect of glycerol-maleic anhydride treatment on technological properties of short rotation teak wood, Wood Science and Technology, 15: 1795-1819.

Nuopponen M., Vuorinen T., Jämsä S., Viitaniemi P. (2004) Thermal modifications in softwood studied by FT-IR and UV resonance Raman spectroscopies. J of Wood Chemistry and Technology, 24(1): 13–26.

Pratiwi L.A., Darmawan W., Priadi T., George B., Merlin A., Gérardin C., Dumarçay S., Gérardin P. (2019) Characterization of thermally modified short and long rotation teaks and the effects on coatings performance, Mad Cien y Tech, 21(2):209-222.

Qin Z., Chen H., Gao Q., Zhang S., Li J. (2014) Wettability of sanded and aged fast-growing poplar wood surfaces: I. Surface free energy, BioResources, 10(1): 1008–1023.

Usages du sapin pectiné (*Abies alba*) mis en œuvre à l'état vert ou partiellement séché pour des applications en structure

MATHIEU Florence[1,2], BONTEMPS Arthur[1], GRIL Joseph[1,3], MOUTOU PITTI Rostand[1,4]

[1]Clermont Auvergne Université, CNRS, Clermont Auvergne INP, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France.
[2]Master Sciences du bois, Faculté des Sciences, Université de Montpellier, France.
[3]Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, F-63000 Clermont Ferrand, France.
[4]CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, Gabon.
mathieu.florence@hotmail.fr

Mots clefs : sapin pectiné ; bois vert ; bois partiellement séché ; principe constructif ; charpente traditionnelle ; bois massif empilé ; retrait ; durabilité.

Contexte et objectifs

Le sujet est traité dans le cadre d'un stage effectué auprès d'Arthur Bontemps, doctorant à l'UCA, et répondant à des enjeux de revalorisation du sapin pectiné dans la région AuRA.

Le sapin pectiné est une essence très présente dans le Massif Central, de par son aire naturelle et les pratiques sylvicoles. Ses qualités en ont fait l'une des essences les plus appréciées pour la construction - ce dont atteste le patrimoine bâti de la région (Bulteau et al. 2021). Cependant la présence de poches d'eau dans le duramen rend le séchage difficile en scierie, requérant un programme ou un séchoir à ventilation ou à vide dédié et engendrant un coût prohibitif de séchage artificiel. Selon le projet Sap-In (Badel et Martin 2022) portant sur la détection et le suivi des poches d'eau, plus de 85% des arbres étudiés en contiennent. Leur présence n'affecte cependant pas la qualité du bois.

Cette problématique rend pertinente la mise en œuvre du sapin pectiné à l'état de bois vert ou partiellement séché. Par « bois vert », on entend frais d'abattage ou encore frais de sciage et sa teneur en eau (TE) est supérieure au point de saturation des fibres (PSF). Pour le bois partiellement séché, la TE est comprise entre 20 et 30%. Un bois dit sec est à 12% (normalisé).

En scierie, le sapin pectiné est majoritairement vendu à l'état « frais de sciage » pour être utilisé en charpente traditionnelle. Concernant le bois rond, les charpentiers « à l'ancienne » pratiquent l'équarrissage à la hache et utilisent du bois frais d'abattage car il est plus facile à travailler ; il en est de même pour les fustiers qui façonnent les grumes écorcées à la tronçonneuse. Le bois poursuit alors son séchage une fois mis en œuvre en structure.

Sur les grosses sections, le séchage pourra prendre plus d'une année. Il dépend des conditions ambiantes de température et humidité pour atteindre l'équilibre hygroscopique. Une fois la TE inférieure au PSF, le séchage provoque des retraits dimensionnels de la pièce, dépendant de son débit de sciage ; faible dans la direction longitudinale du bois, il peut conduire à une variation de 3% en radial et jusqu'à 6% en tangentiel dans une ambiance tempérée. L'eau est peu à peu éliminée par diffusion ; le gradient qui en résulte et le retrait anisotrope sont propices à l'apparition de fentes et déformations. Sous le PSF, la TE impacte aussi défavorablement les propriétés mécaniques du bois : rigidité et résistance.

L'objectif est d'identifier auprès de professionnels charpentiers la diversité des usages contemporains du bois vert ou partiellement séché de sapin pectiné, et les pratiques mises en

œuvre pour gérer les instabilités dimensionnelle et mécanique du bois, dues à son état et au séchage en structure.

Matériel et méthode

Des entretiens individuels semi-directifs, d'une durée d'1h à 1h30, ont été réalisés entre avril et juin 2022 auprès de six charpentiers : deux jeunes associées travaillant localement en charpente et couverture, trois charpentiers pratiquant l'équarrissage à la main (Association charpentiers sans frontières, Compagnons du Devoir) et un fustier (Association des fustiers). La liste des charpentiers et leurs spécificités est donnée en Tab. 1. Ils connaissent (2), utilisent régulièrement (3, 4, 5, 6) voire exclusivement (1) le sapin pectiné.

Les thématiques abordées pour cette enquête sociologique sont multiples, elles concernent leur histoire et l'organisation de l'activité, les techniques constructives utilisées en lien avec la gestion du comportement du bois vert, la qualité du bois requise et son approvisionnement, le traitement du bois ainsi que les éventuelles difficultés rencontrées.

La zone géographique s'étend au-delà du Massif Central, en incluant le Morvan, le Jura et le Queyras pour les charpentiers en bois équarri. Les entretiens ont eu lieu pour moitié en face à face, pour moitié par téléphone.

Tab. 1 : charpentiers consultés et techniques associées

Charpentier, localisation, types d'interventions	Technique constructive Eléments de structure
1 : M. Séraphin Indépendant Beaufort (73), Queyras Rénovations	Construction bois empilé Coste « équarrie ». Fig. 1 (section rectangulaire, flaches aux angles) Superposition tête-bêche (encastrement aux intersections)
2 : J.C Chatelus Entreprise Tout en Rondins St Jean Soleymieux (42) Intervient sur France Habitat neuf	Construction bois empilé Fuste « façonnée ». Fig. 2 (section ronde, grume écorcée) Encastrement tête-bêche
3 : P. Zahnd Pontarlier (25) Habitat neuf 4 : M. Manesse Indépendant, Verjux (71) Intervient sur la France Neuf et rénovations	Charpente traditionnelle. Fig. 3 Bois équarri (dans le fil du bois) Assemblages
5 : T. Verdier 6 : L. Bollengier (associé) Entreprise Bolver à Jax (43) Neuf extensions rénovations	Charpente traditionnelle Bois scié (fil du bois coupé) Assemblages

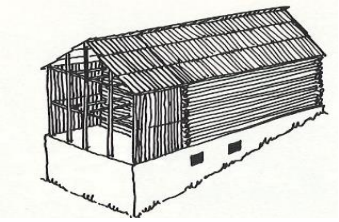


Fig. 1 : maison en costes de St Véran @PNR Queyras

Fig. 2 : maison en fustes et détail @Photo F. Mathieu

Fig. 3 : charpente en bois équarri @Photo P. Warengo

Résultats et discussion

Aucun des charpentiers interrogés n'a connaissance d'une problématique de « poches d'eau » sur le sapin pectiné, ceci confirmant l'intérêt de travailler cette essence à l'état de bois vert. Ils mettent en outre en avant sa facilité de mise en œuvre grâce à son fil droit, sa nervosité moindre que celle du douglas, et l'absence de résine dans le bois.

Une attention toute particulière est portée à la sélection du bois : sauf exception et dans une moindre mesure pour le bois équarri, les pièces sont issues d'arbres rectilignes (2, 5, 6). En charpente la texture faible et les cernes serrés confèrent au bois la densité souhaitée, conséquence d'une croissance lente (3 à 6). Selon l'emploi et les dimensions des pièces sciées, la nodosité doit être la plus faible possible, et les nœuds éventuellement présents sont correctement positionnés (5, 6). D'autres défauts - qui ne sont pas facilement détectables - font l'objet d'une vigilance particulière, comme les flambements provoqués par les coups de vent ou lors de la chute de l'arbre (5, 6). Pour les bois sciés encore, le choix du débit est pris en considération pour anticiper les déformations dues au séchage (5, 6).

Ainsi, tous soulignent l'importance des pratiques en amont de leur activité pour l'obtention d'un bois de qualité, selon les critères spécifiés : de la sylviculture à la première transformation dans le cas du bois scié, en passant par l'abattage et l'écorçage.

Ces exigences de qualité et de traçabilité s'appuient sur un circuit court et la confiance en ses acteurs, à défaut pour le charpentier d'avoir sélectionné l'arbre sur pied et de l'avoir abattu lui-même lorsqu'il est également bucheron (1, 5). A contrario, cela pose une grosse difficulté d'approvisionnement pour le charpentier travaillant sur une zone géographique étendue qui ne lui permet pas ce travail en réseau (4). Bien qu'intervenant sur toute la France, cette problématique ne se pose pas pour le fustier (2) qui sélectionne pour une construction les arbres un à un dans le même peuplement, auprès d'une coopérative locale ; cela lui garantit des tailles et un comportement proche au retrait. Il effectue sur le chantier de son entreprise un prémontage des fustes au fur et à mesure de leur façonnage, dont la forme prend en considération l'anisotropie des retraits. Cette structure sera démontée une fois la construction terminée, 6 à 8 mois plus tard, pour le transport puis remontage rapide sur le lieu de livraison.

La construction en costes (1) ou fustes (2) est également un très bon exemple de la gestion des retraits : un étage perd jusqu'à 15cm de haut durant le séchage. L'intégration des menuiseries dans ces conditions est réalisée selon des techniques spécifiques développées au fil du temps, et des ajustements réguliers sont effectués durant le séchage.

Les techniques constructives des charpentes traditionnelles en bois vert étant éprouvées, les règles de l'art - dimensionnement et assemblages - sont perpétrées par la transmission des savoir-faire et la pratique. Il s'agit de sélectionner, préparer et placer le « bon bois au bon endroit », anticiper les retraits et les déformations, utiliser les assemblages compatibles avec les retraits comme les tenon-mortaises, appliquer si besoin une contre-flèche pour atténuer l'incidence du fluage.

Le « surdimensionnement » des pièces de charpente « comme le faisaient déjà les anciens » garantit aussi la résistance dans le temps et la pérennité de la construction (3, 4, 5, 6).

Pour la construction en fuste (2), un surdimensionnement a de fait été imposé par la réglementation RT2012 : le diamètre moyen des fustes est passé à 35cm, soit une augmentation de 40%. Certes le rendu visuel est beaucoup plus massif et il faut près de 80m^3 de bois pour une maison de 100m², mais aucune isolation additionnelle des murs n'est nécessaire.

Conclusion et perspectives

Ces techniques constructives en bois vert sont applicables sur les autres résineux et aux feuillus. Bien qu'aujourd'hui peu courantes pour la majorité d'entre elles, ce sont de beaux exemples de l'intérêt de la construction en bois vert et de sa faisabilité, s'il était encore nécessaire de le démontrer.

Néanmoins ces pratiques requièrent un grand nombre de compétences, ce qui explique l'une des difficultés de la profession - le recrutement, d'autant plus pour ceux travaillant seuls (1, 4). La formation, la conservation et valorisation de ces savoir-faire constituent un enjeu important.

Ces professionnels sont pour la plupart ce qu'il y a lieu de qualifier des « charpentiers forestiers » ; leur mode opératoire intègre la connaissance de toute la chaîne de transformation de l'arbre jusqu'à la construction. Sous réserve de disponibilité, ceci leur permet d'acquérir localement le meilleur bois selon les critères définis, impliquant l'amont de la filière. Cet approvisionnement est gage de la qualité et pérennité de l'ouvrage, en complément des techniques constructives mises en œuvre. Plus globalement ces pratiques s'inscrivent dans une approche qui fait le lien entre l'architecture, dont les principes contribuent à la durabilité de l'habitat qui doit avoir « de bonnes bottes et un bon chapeau », et les enjeux du territoire.

Enfin, ces charpentiers aiment tous à rappeler leur aptitude à optimiser l'usage de la ressource en utilisant l'intégralité du bois, aubier et duramen. A cette « économie de matière » s'ajoute un autre intérêt de la construction en bois vert, celui de l'économie de moyens et d'énergie.

Comme dernière perspective, qu'en est-il de l'étape clé de l'abattage de l'arbre, citée de façon récurrente par tous ces charpentiers ; respecter la « bonne » période d'abattage favoriserait la durabilité du bois, sans traitement, sous réserve d'une mise en œuvre selon les principes énoncés précédemment (Warengo, 2016). Ils affirment que la teneur en eau est réduite - ce qui rend le bois plus léger et sa période de séchage beaucoup plus courte, donc moins sensible aux moisissures et champignons. Autre conséquence cruciale, son appétence serait moindre pour les insectes xylophages. « Cela a toujours été fait ainsi et ça marche » clament-ils ; n'est-ce pas le principe d'une validation par l'expérience ?

Remerciements

L'auteure remercie les charpentiers ayant participé à l'étude, et Pascal Warengo, Compagnon charpentier, pour son initiation à l'équarrissage manuel et ses travaux sur la durabilité présentés lors de Pluribois 2022.

Références

Badel E., Martin L. (2022), conférence FIBOIS AuRA du 14 avril 2022. Projet Sap-In : Détection des poches d'eau et prépondérance sur les sapins de la région Auvergne. Mécanismes de formation des poches d'eau.

Bulteau L., Masselin E., Mathieu F., Mbete E., Jullien D., Langbour P., Clair E., Malard M. (2021). Master M1 Sciences du Bois, étude de cas pour le PNR Livradois-Forez : Les usages historiques du sapin pectiné et sa place dans le patrimoine bâti du Livradois-Forez.

Warengo Pascal (2016), Association Du moyen âge à nos jours : La coupe des arbres raisonnée.

Représentation de l'état des connaissances des acteurs de la filière bois en Pays de la Loire : adéquation ressources-besoins-gouvernance

MICHAUD Franck[1], CLENET Jocelyn[1], MOREAU Jerome[1]

[1]LIMBHA, Ecole Supérieure du Bois, Rue Christian Pauc, F-44306 Nantes, France
franck.michaud@esb-campus.fr

Mots clefs : ressources bois ; besoins ; gouvernance ; territoire ; ingénierie des connaissances

Contexte et objectifs

Si le bois s'inscrit naturellement dans une logique de circularité, il reste parfois difficile pour les décideurs, au niveau d'un territoire, d'inscrire la valorisation de cette ressource dans une logique d'économie circulaire (Kampelmann 2016). Les facteurs à considérer sont nombreux, parfois opposés et avec une forte évolution temporelle, en décalage avec le temps de croissance des arbres. L'information et les données sur ces sujets relèvent de nos jours davantage du big data et rendent ainsi l'approche systémique compliquée.

Le parti pris de cette étude est de considérer le temps « long » de production de la forêt comme une opportunité, une possibilité de mettre l'intelligence humaine au service de cette ressource et des besoins qu'elle remplit. Ce temps long permet de faire des choix différents sur plusieurs années. Le but global est de développer à terme un système d'aide à la décision pour définir les solutions éco-optimales répondant aux besoins d'un territoire via la valorisation des ressources bois récoltées dans le cadre d'un accompagnement naturel de la ressource forestière.

A court terme l'objectif est de faire l'état des connaissances existantes et manquantes, à l'échelle d'un territoire, au service de l'outil d'aide à la décision (représentation des connaissances collectées et de qualification). Il est proposé dans cette étude, une première lecture simplifiée et systémique de la filière bois de la Région Pays de la Loire (PdL), territoire atypique puisque peu boisé mais dynamique dans l'usage du matériau bois (Région Pays de la Loire (2021)).

Matériel et méthode

L'ingénierie des connaissances propose des méthodes structurées pour mener à bien des projets cherchant à décrire des systèmes complexes, aux multiples dimensions (Bachimont 2014). Il existe différentes méthodes permettant de construire des bases et modèles de connaissance (Fig. 1). Notre objectif est de compiler la connaissance experte afin de la rendre accessible et partagée :

- Via la collecte (à dire d'expert et littérature associée)
- Via la modélisation et la représentation des connaissances (tableaux et cartes heuristiques, outil en ligne)

Ce premier objectif s'inscrit dans une méthode générale (adaptée de Michaud 2021) présentée Fig. 2.

Résultats et discussion

Le premier résultat de ce travail a été de créer un lien entre de nombreux acteurs des différents axes d'études visés (comité de pilotage). Une cinquantaine d'acteurs a été identifiée et sollicitée, avec au-delà des acteurs usuels de la filière bois en PdL, la co-construction d'une

cartographie des compétences SHS (approches géographiques, juridiques, sociologiques et économiques) sur la thématique environnement et filière bois.

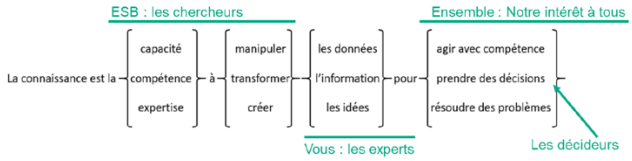


Fig. 1 : Définition de la connaissance selon Milton (2007) croisée avec les acteurs du projet SysExpert

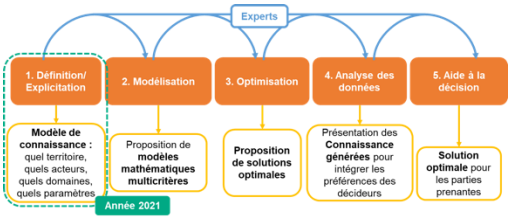


Fig. 2 : Méthode générale avec focus sur l'objectif de cette étude en 2021

Une première phase d'exploration (littérature et premier cercle d'expert) a conduit à la décomposition de l'objet d'étude selon les axes et thèmes associés présentés au Tableau 1.

Tab. 1 : Résultat de la prédécomposition des domaines d'étude du projet SysExpert (travail via une exploration et l'utilisation de matrices de décomposition).

Axes du projet	Exemples de thématiques	Questions associées
Ressources Bois	Forêts & autres surfaces boisées	Quelles surfaces ? Quel potentiel ? Quelle gestion ?
	Usages & transformation	Quels bois ? Quels volumes ? Quelle valorisation ? Quels usages ? Quelles évolutions ?
	Circularité	Quels flux ? A quelles échelles ?
	Autre ?	
Besoins	Economie	Comment ? Quels indicateurs ? Où ? Bassin ?
	Population	Qui ? Quels indicateurs ? Quelles dynamiques ? Quels besoins ?
	Ecologie	Où ? Besoins Ecosystémiques ? Territoires ?
	Autre ?	
Gouvernance	Echelles	Quelles échelles de décisions ? Quels territoires ?
	Instruments	Comment ? Quels instruments de gouvernance existent ?
	Autre ?	

La structure du domaine et le premier niveau de questionnement constituent un guide et un début de cahier des charges pour conduire des explorations plus poussées via des ateliers ou entretiens de type semi-dirigés selon l'interaction avec les experts

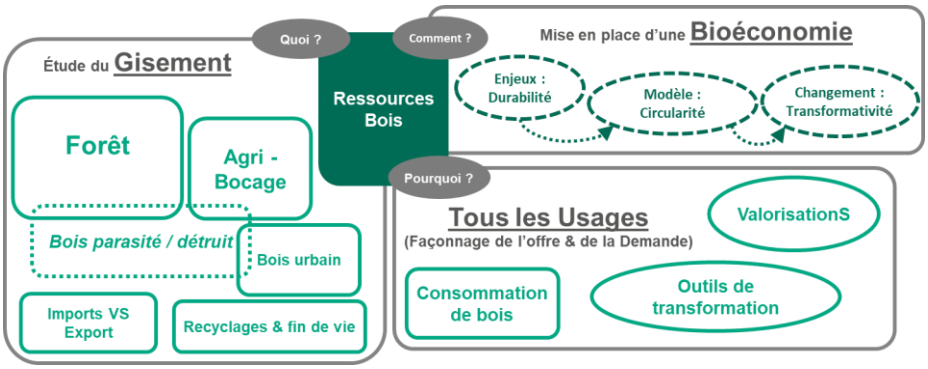


Fig. 3 : Carte mentale représentant les idées et concepts explicités par les experts de l'axe bois

Le domaine de la ressource bois est le plus abouti, par la proximité avec de nombreux acteurs et permet de décrire cet axe via la carte mentale en Figure 3. L'analyse de l'existant sur ce domaine a permis de partager l'existence de travaux comme l'approche des métabolismes territoriaux qui se traduit notamment par les résultats du projet AF Filières et la production d'analyses des flux de matières de la filière bois via des diagrammes Sankey (accès ligne, flux-biomasse.fr) et qui fait désormais l'objet de travaux de couplage avec l'analyse de cycle de vie.

L'approche des besoins pose des difficultés de définition et d'interprétation, en particulier la possibilité de les classer ou hiérarchiser. L'approche proposée par l'Ecole des Sciences Sociales (Fig. 4) a pour mérite d'associer les besoins du groupe et les droits humains individuels et collectifs. L'approche de l'INSEE via les NAF & CPF[1] donne une classification commune qui correspond davantage à des produits, services ou activités qu'à des besoins. D'autres observatoires de la vie socio-économique ligérienne proposent des approches intéressantes comme l'Agence d'Urbanisme de la Région Nantaise avec l'outil Cart'en main (AURAN 2022).

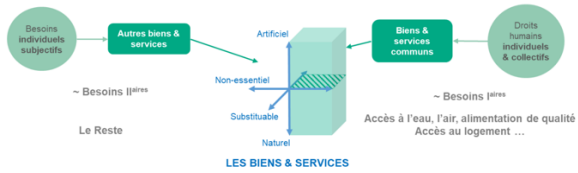


Fig. 4 : Modèle de l'ESS (Jany-Catrice et al 2014) Biens & services catégorisés en 3 dimensions

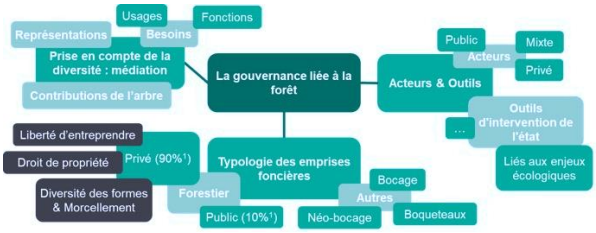


Fig. 5 : Carte synthétique sur la gouvernance liées aux forêts en PdL, représentation de la connaissance issue d'ateliers avec les experts

La gouvernance, notamment celle liée à la forêt, a fait l'objet d'une analyse qui se traduit par la carte synthétique (Fig. 5) mettant en exergue les notions liées aux droits, aux usages, à la médiation ainsi que la multiplicité des acteurs et niveaux à considérer.

Tab. 2 : Synthèse des enseignements obtenus sur chacun des axes de recherche suite au recueil de connaissances via les sessions d'exploration du projet SysExpert

Axes	Ressources Bois	Besoins	Gouvernance
Freins	Information entre **acteurs de la filière** : données de flux de matière difficiles à obtenir (confidentialité, organisation)	Les **compétences sont souvent en silo**	Complexité des **compétences territoriales**
	Difficulté à **quantifier certaines valeurs** (préservation des paysages, bien-être…)	Les besoins sont **peu étudiés dans le contexte des ressources locales**	**Diversité des interlocuteurs** notamment à l'échelle micro
	Flux de matières pas forcément liés aux territoires	Notion de **besoin cristallisant des crispations** par certains acteurs	Le **droit de propriété privée** : morcelée, protégée
Leviers	Certains **acteurs de la filière** régionale semblent fortement intéressés	Existence d'un outils cartographique créé par l'**AURAN**	La **médiation** entre acteurs par l'observation des représentation & la communication par la participation
	Existence d'une **bonne compréhension des flux de bois régionaux** (projet AF Filières (flux-biomasse.fr)) : bonne visualisation du niveau de circularité de la filière	Existence de **l'ESS** proposant un **modèle tri-dimensionnel de besoins individuels & de droits collectifs**	**Enjeux environnementaux**, écologiques & climatiques comme leviers d'intervention du public dans la forêt privée
	Existence d'une démarche d'étude de **métabolisme territorial** dans la région		-

Conclusion et perspectives

Le projet mené, s'il reste modeste, démontre par son approche originale la nécessité d'améliorer la capacité de partage des connaissances pour envisager une co-construction durable de solutions sur un territoire. A ce stade :

[1] NAF : Nomenclature d'activité française ; CPF : Classement des produits française

- Un nombre important d'acteurs de disciplines ou expertises différentes ont été mis en lien via notamment une représentation des domaines de chacun (en lien avec le sujet).
- Une première partie plutôt qualitative de la collecte de données a été réalisée sur le terrain, sensibilisant par la même les acteurs à une autre façon de travailler.
- Un premier recueil a été produit (via des représentations graphiques notamment) qui montre déjà les thèmes qui présentent des lacunes et/ou nécessitent des approfondissements.
- La qualification de la circularité des données est présente dans l'analyse des flux de matière, elle prend d'autres formes selon les thèmes avec à ce stade davantage des orientations ou observations. La circularité interviendra de façon plus centrale dans la logique de création et d'évaluation de scénarios en tant qu'indicateur d'aide à la décision.
- L'ensemble des informations et données sont transmises aux acteurs via le comité de pilotage et les rapports. Le format de représentation est en soi une analyse et un traitement des connaissances qui rend possible leur partage et permet à chacun de bénéficier de l'expertise des autres acteurs sur le sujet « Adéquation soutenable des ressources bois et besoins de la population sur un territoire ».

Remerciements

Ce travail a été financé par l'ADEME et soutenu par la région Pays de la Loire. Il a été rendu possible grâce à la participation de nombreux acteurs ligériens (Fibois, PdL, CRPF, AURAN, MSH (CNRS), chercheurs de la communauté nantaise, et acteurs privés autour de la valorisation du matériau bois.

Références

AURAN (2022) Cart'en main https://cartenmain.auran.org/visualiser/population (accès le 2021 -12 -02).

Bachimont B. (2014) L'ingénierie des connaissances : un programme scientifique ? Intellectica, *61* (1), 211–235. https://doi.org/10.3406/intel.2014.1044.

Jany-Catrice P., Matyjasik F., Mazuel N. (2014) Économie sociale et solidaire : De nouveaux référentiels pour tempérer la crise; Eds.; Gestion publique; Institut de la gestion publique et du développement économique: Vincennes.

Kampelmann S. (2016) Mesurer l'économie circulaire à l'échelle territoriale: Une analyse systémique de la gestion des matières organiques à Bruxelles. Rev. OFCE 2016, *145* (1), p161.

Michaud F. (2021) Contribution à la valorisation de la matière lignocellulosique: une approche transdisciplinaire. HDR, Ecole doctorale SPI, Université de Nantes ; p73.

Milton N. R. (2007) Knowledge Acquisition in Practice: A Step-by-Step Guide; Decision engineering; Springer: London.

Région Pays de la Loire Préfet de la Région Pays de la Loire (2021) Programme Régional de la Forêt et du Bois; p 134.

The impact of steam explosion on the physicochemical properties of oil palm frond leaves biomass for bioethanol production as clean energy in fuel cell application

MOHD AZANI Nur Fatin Silmi[1], BROSSE Nicolas [1], ZIEGLER-DEVIN Isabelle [1], BESSERER Arnaud[1], HUSSIN M. Hussin[2]

[1]Laboratoire d'Etude et de Recherches sur le Matériau Bois (LERMaB-GP4W), Faculté des Sciences et Technologies, Université de Lorraine, Vandœuvre-lès-Nancy, France
[2]Materials Technology Research Group (MaTReC), School of Chemical Sciences, Universiti Sains Malaysia, 11800 Minden, Penang, Malaysia
fatinsilmi2@gmail.com

Keywords: Oil palm fronds; steam explosion; bioethanol; clean energy; fuel cell

Context and objective

The expansion of oil palm plantations in Malaysia has shown an increasing trend. It has been estimated that 52 million tons of oil palm frond (OPF) have been produced per year (Sukiran et al. 2017). Interestingly, only 10 % of the dry matter of the palms contributes to oil production whereas 90 % remains as biomass. From OPF, the leaflets (OPFL) were discarded without proper utilization. As lignocellulosic biomass, the conversion of OPFL into bioethanol has not yet been well-studied. However, the recalcitrance of lignocellulosic biomass necessitates pre-treatments as a prerequisite step to break down the complex structure of biomass. Steam explosion is known as green pre-treatment due to its low environmental impact and energy consumption. The application of high-pressure steam during a steam explosion resulted in the disruption of lignin linkage and the dissolution of hemicellulose (Besserer et al. 2022). The disruption of the fibrous structure is beneficial to enhance the cellulose accessibility for subsequent hydrolysis and fermentation process (Ziegler-Devin et al. 2021). Thus, the steam-exploded pulp is enriched with cellulose and lignin. A past study by (Matsakas et al., 2018) suggested that the disrupted lignin fragments can be further isolated by using an organic solvent. The production of bioethanol from OPFL biomass promotes the neutral carbon cycle. For instance, in the fuel cell applications, bioethanol can be utilized in direct and indirect methods as a clean energy source to generate electricity. This present work highlights the effect of steam explosion pretreatment on the physicochemical properties of OPFL to enhance cellulose accessibility for the fermentation process. Also, the efficiency of enzymatic hydrolysis is quantified by monosaccharides profile and total sugar content *via* ionic chromatography (HPAEC-PAD) and UV-Vis spectroscopy (DNS method), respectively.

Materials and methods

Oil Palm Frond leaves (OPFL)

OPFLs were collected from Oil Palm Plantation, Nibong Tebal, Penang, Malaysia in September 2021. The OPFL was cleaned and sun-dried for 3 days. The composition (% w/w) of OPFL was analyzed *via* the TAPPI method. OPFL was found to contain 5.66 ± 0.38 % moisture, 7.26 ± 0.2% extractive (toluene:ethanol;9:1) , 3.00 ± 0.01% ash, 30.87 ± 0.33% klason lignin, 31.25 ± 0.88% hemicellulose and cellulose is 23.55 ± 0.38% of dry mass of OPFL.

Steam explosion pretreatment

The oven-dried OPFL was used throughout this pretreatment. Steam explosion pretreatment was conducted at varying temperatures and residence times. For water-impregnated and acid-impregnated OPFL, about 10g of oven-dried OPFL was immersed in water or 1.0 % (w/w) H_2SO_4 at a ratio of 1:16, solid to liquid for 24 h. Then, the liquid was drained and OPFL were subjected to steam explosion pretreatments. The main components of the steam explosion device are a vapor generator, a pressurized reactor, and a discharge tank. The OPFL was loaded into the reactor and exposed to the high pressure-steam (18.0 – 25.0 bar) corresponding to temperatures ranging from 180 °C to 210 °C. The explosion was conducted at a residence time of 5 min and 10 min. When the reactor reached the desired temperature and pressure, the OPFL in the reactor were exposed to the steam for desired residence time (5 min/10 min). Then, the OPFL exploded by sudden drops in pressure and the steam-exploded products (Fig. 1) were released into the discharged tank. The steam-exploded pulp was separated by vacuum filtration and was placed in a 50°C oven overnight. The steam exploded-pulp was hydrolyzed by using 72 % (w/w) H_2SO_4 and the monosaccharides content was quantified *via* ionic chromatography (HPAEC-PAD). The severity of steam explosion was calculated by using Eq. 1 (Marques et al. 2020). Where t is residence time (min) and T is the Temperature (°C).

$$\text{Severity (S)} = log\left(t \times exp\left(\frac{T-100}{14.75}\right)\right) \quad \text{(Eq. 1)}$$

The optimization of enzymatic hydrolysis of steam-exploded pulp

An enzyme mixture was used in this work composed of cellulase from *Trichoderma reesei* (≥ 700 units/g - reference C2730 Sigma Aldrich) and ß-glucosidase (lyophilized powder, 10-30 units/mg solid- Sigma Aldrich). The effect of ß-glucosidase dosage in the enzyme mixture was analyzed by preparing 1.0 mL of cellulase into 2mg and 5 mg of ß-glucosidase. The dilution factor also was investigated. About 80 mg of extractive-free steam-exploded OPFLS was added to 1.2 ml of 0.05 M Na-buffer (pH=5.5). Then, the undiluted or diluted (1/10) enzyme mixture was added to the mixture. For the effect of ß-glucosidase dosage and dilution factor, the mixture was then maintained at 40 °C with 1600 rpm shaking in an incubator shaker for 2 h. Additionally, the effect of the incubation period was studied by using a diluted enzyme mixture (1/10) for 2h, 6h, and 17 h. After enzymatic hydrolysis, the hydrolysate is boiled at 95°C for 5 min to stop the hydrolysis reaction. The total reducing sugar (TRS) content and monosaccharides (glucose and xylose) of hydrolysate were analyzed by using UV-Vis spectroscopy (DNS method) and ionic chromatography (HPAEC-PAD), respectively.

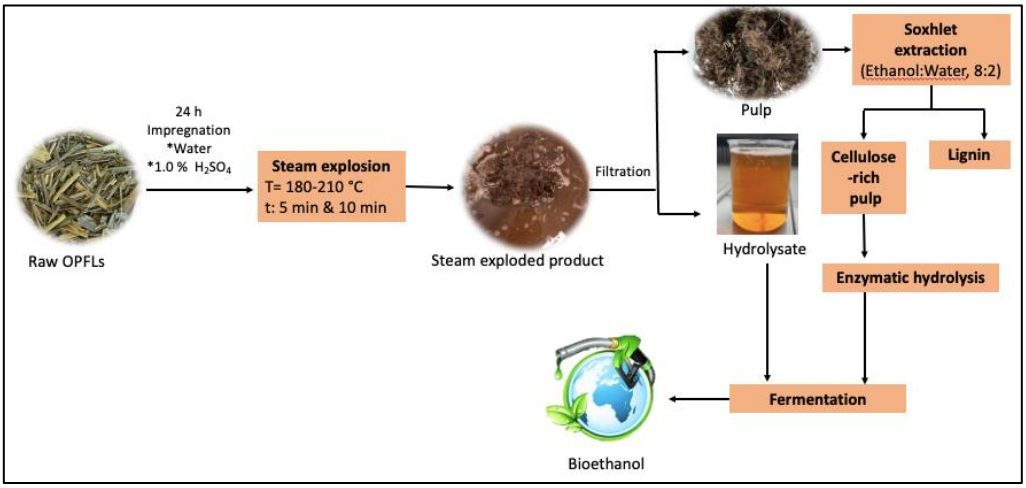


Fig. 1: The experimental flow

Results and discussion

Characterization of untreated and treated OPFLs

Based on Fig. 2, steam-exploded pulp illustrates a less sharp peak at 1738 cm^{-1} as compared to the untreated OPFL. This indicates a vast hydrolysis of hemicellulose during steam explosion. Also, the lignin-carbohydrate linkage was disrupted, and the cellulose fragment was enriched. This confirmed by the reduction of lignin peaks intensity at 1600-1500 cm^{-1} and the improvement of cellulose peak at 1005 cm^{-1} for steam-exploded pulp as pre-treatment severity increases. Based on Table 1, the highest glucose yield was achieved at severity 4.2 (SEW 6) for water-impregnated OPFL, which are 32.86 ± 0.20% with hemicellulose removal of 46.83 %. However, SEW 4 which has lower severity is composed of similar glucose yield but much lower lignin content as compared to SEW 6. Thus, it can be proposed that SEW 4 is an optimum condition Meanwhile, for acid-impregnated OPFL, SEA 10 has the highest glucose yield which was 41.95 ± 0.22% with 69.90 % of hemicellulose removal. During the steam explosion, water generated hydronium ions which act as the catalyst that degrades hemicellulose which then forms acetic acid and other organic acids. Subsequently, these organic acids fractionate the cellulosic and non-cellulosic fragments by breaking ether and ester bond that covalently link the hemicellulose and lignin complex (Marques et al. 2020).

Tab. 1: Experimental condition, the monosaccharides profile of steam-exploded residue (pulp) and hemicellulose removal.

Condition					Composition (g/100g)			Hemicellulose removal (%)
Assay	**T (ºC)**	**t (min)**	**Impreg**	**S**	**Glu**	**Xyl**	**KL**	
Raw OPFL	-	-	-	-	16.55	7.10	31.51	-
SEW 1	190	5	water	3.3	26.16	10.07	39.88	27.26
SEW 2	190	10	water	3.7	28.52	11.95	38.35	32.87
SEW 3	200	5	water	3.6	26.67	9.79	36.39	39.34
SEW 4	200	10	water	3.9	31.80	12.71	34.55	45.50
SEW 5	210	5	water	3.9	32.23	7.99	43.06	46.52
SEW 6	210	10	water	4.2	32.86	7.17	42.31	49.83
SEA 7	180	5	H_2SO_4	3.1	31.06	7.40	38.37	51.15
SEA 8	180	10	H_2SO_4	3.4	39.73	6.12	34.98	58.90
SEA 9	190	5	H_2SO_4	3.4	36.59	8.52	38.68	46.40
SEA 10	190	10	H_2SO_4	3.7	41.95	6.04	36.19	69.90
SEA 11	200	5	H_2SO_4	3.6	38.14	5.58	34.31	54.02
SEA 12	200	10	H_2SO_4	3.9	37.34	4.63	42.06	58.73

Note: T: temperature, t: residence time, S: severity, Impreg : impregnation, KL: klason lignin, Glu: Glucose, Xyl: Xylose.

Quantification of total sugar and monosaccharides content

Fig. 2 indicates that the increase in the amount of ß-glucosidase does not significantly affect the total sugar content. The total sugar content for SEW 4 was 6.96 g/L and 6.86 g/L for the addition of 1 mg and 5 mg of ß-glucosidase, respectively. Meanwhile, the diluted enzyme mixture (DEM) resulted in low total sugar content as compared to the undiluted enzyme mixture (UEM). This leads to the proposal that the optimum condition of enzymatic hydrolysis for steam-exploded pulp is an undiluted enzyme mixture with an addition of 1 mg ß-glucosidase. The study of incubation periods revealed that glucose yield increases with the increase in the incubation period.

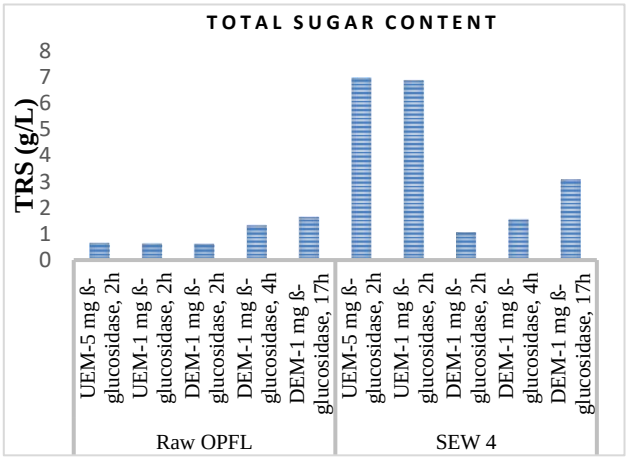


Fig. 2: Total sugar content at varying parameters

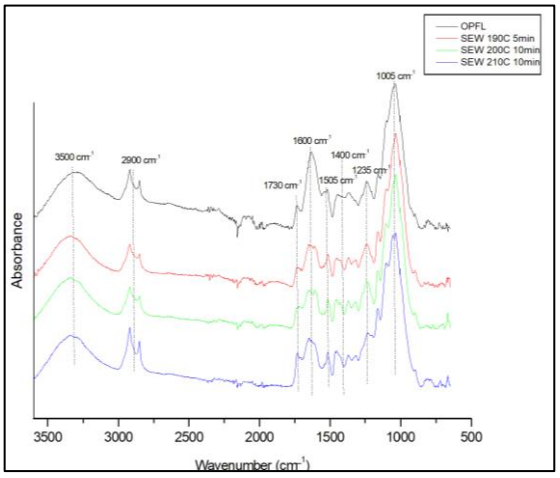


Fig. 3: FTIR spectra after steam explosion

Conclusion

Steam explosion pretreatment successfully disrupts the non-cellulosic fragments (hemicellulose & lignin). The cellulose accessibility was enhanced thus it improved the glucose yield for enzymatic hydrolysis. The optimization of enzymatic hydrolysis was expected to improve fermentation efficiency to obtain a high yield of bioethanol.

Acknowledgment

This present work is a collaboration work between Université de Lorraine and Universiti Sains Malaysia. The financial support was awarded by the Cotutelle funding by Embassy of France, Kuala Lumpur and mobility funding by International Mobility&Colaboration Centre USM.

References

Besserer A., Obame S.N., Safou-Tchima R., Saker S., Ziegler-Devin I., Brosse N. (2022) Biorefining of Aucoumea klaineana wood: Impact of steam explosion on the composition and ultrastructure the cell wall. Industrial Crops and Products, 177, 114432.

Marques F.P., Silva L.M.A., Lomonaco D., Rosa M.d.F., Leitão, R.C. (2020) Steam explosion pretreatment to obtain eco-friendly building blocks from oil palm mesocarp fiber. Industrial Crops and Products, 143, 111907.

Matsakas L., Nitsos C., Raghavendran V., Yakimenko O., Persson G., Olsson E., Christakopoulos P. (2018) A novel hybrid organosolv: steam explosion method for the efficient fractionation and pretreatment of birch biomass. Biotechnology for Biofuels, 11(1), 160.

Sukiran M.A., Abnisa F., Wan Daud,W.M.A., Abu Bakar N., Loh S.K. (2017) A review of torrefaction of oil palm solid wastes for biofuel production. Energy Conversion and Management, 149, 101-120.

Ziegler-Devin I., Chrusciel L., Brosse N. (2021) Steam Explosion Pretreatment of Lignocellulosic Biomass: A Mini-Review of Theorical and Experimental Approaches. Frontiers in Chemistry, 9.

Contribution à l'étude du comportement en ambiance tropicale des essences de bois peu connues

MOUMBINA DINDZAMBOT Lié Régis[1], Serge EKOMY ANGO[2], TALLA Pierre Kisito[3], IKOGOU Samuel[4], MOUTOU PITTI Rostand[2,5]

[1]Ecole Nationale des Eaux et Forêts, B.P 3960 Libreville, Gabon
[2]CENAREST, IRT, Libreville, Gabon
[3]Université de Dschang, Dschang, Cameroun
[4]Université des Sciences et Techniques de Masuku, Franceville, Gabon
[5]Université Clermont Auvergne, CNRS, Clermont Auvergne INP, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France
regismoumbina@hotmail.com

Mots clefs : essences tropicales, comportement mécanique, evino (*Vitex spp. L.*), rikio (*Uapaca mole*), tempérament écologique.

Contexte et objectifs

Avec plus de 80% de couvert végétal, le Gabon représente un potentiel ligneux non négligeable, représentant une source de séquestration de carbone émis (Pambou, 2019). Il apparaît judicieux de promouvoir les essences dont les propriétés seraient proches de celles qui sont exploitées de façon accrue afin d'en réduire la pression. Le présent travail, qui intègre une thèse de doctorat débutante, vise l'acquisition de nouvelles informations sur les caractéristiques mécaniques et physiques de certaines essences peu connues et quasiment pas exploitées.

Matériel et méthode

Choix des essences (Fig.1) : Sur la base d'une liste des essences qualifiées d'essences secondaires, qui en principe sont des essences moins acceptées commercialement (Hansom 1983), il est fait un croisement avec la base de données Tropix du Cirad pour identifier celles qui sont mal ou peu connues. Les critères sont basés sur la disponibilité de la ressource (abondance), la densité et le tempérament, c'est-à-dire l'exposition au soleil, a été envisagée conformément à la Fig. 2. Cela nous a conduits à identifier deux essences (tendre et dure). Quant à la disponibilité des essences présentées, elle s'est faite par une observation directe sur le terrain via des zones géographiques correctement identifiées (Fig. 3).

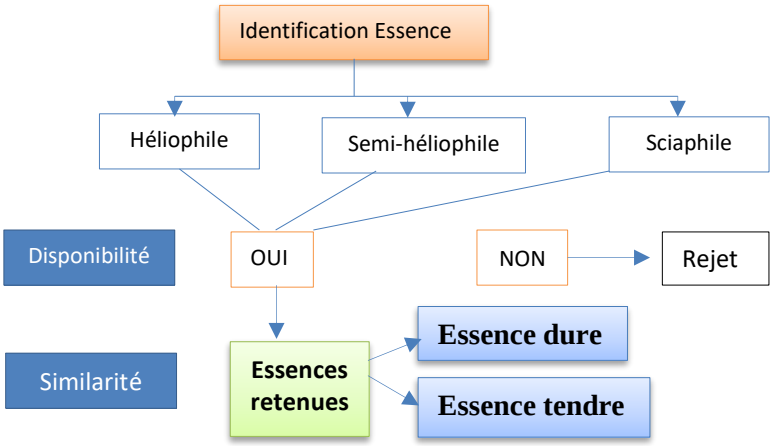


Fig.1 : Diagramme de la méthode de choix des essences

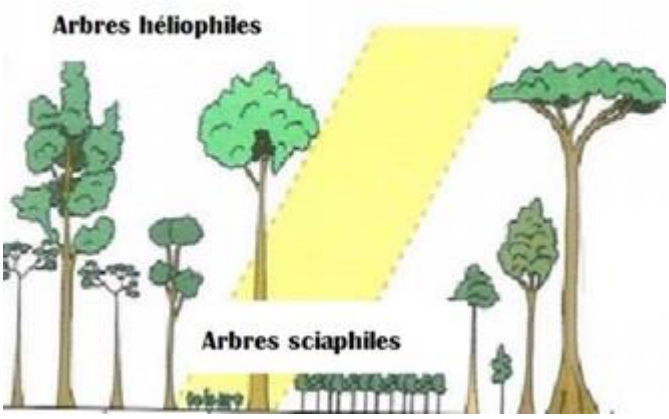


Fig. 2 : Tempérament des arbres

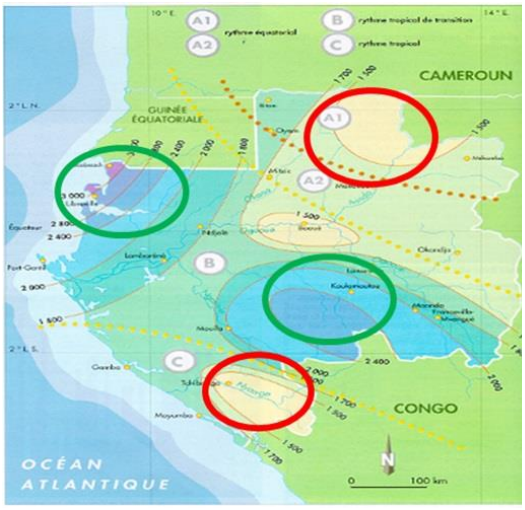


Fig. 3 : Zone de collecte.

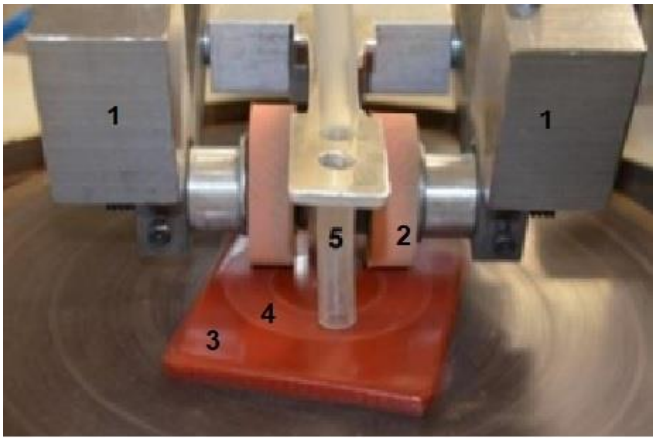
Résultats et discussion

La présente étude exploratrice, qui se porte sur les essences peu connues, se focalise sur deux essences principales (evino et rikio) au regard de leur disponibilité sur le territoire conformément aux critères de sélection définis dans la section précédente. Les caractéristiques de ces essences, ainsi que la définition des critères associés, sont résumées dans le tableau 1.

Tab. 1 : Essences retenues

N°	Nom pilote	Nom Scientifique	Famille	Zone géographique possible	Tempérament écologique	Illustration
1	EVINO	*Vitex spp. L.*	Vitacées	Forêt sempervirente et semi décidue	Pionnière, Semi-héliophile à Sciaphile	
2	RIKIO	*Uapaca mole*	Euphorbiacées	Marécages, rives de cours d'eau, savanes humides	Pionnière (Héliophile)	

De plus en plus de bois tropicaux sont sollicités dans les milieux extrêmes et notamment les ouvrages maritimes au regard de leurs caractéristiques mécaniques élevées, de leur durabilité naturelle et de leur résistance à l'abrasion car ne nécessitant pas toujours de traitement industriel (Dupray, 2010). Ces traitements, souvent au dioxyde de titane (TiO_2), sont de nature à améliorer la résistance à l'usure des matériaux face aux agressions externes de toute nature au détriment de la sauvegarde environnementale. Ceci suggère d'envisager une observation plus fine du comportement à l'usure de ces essences. De fait, s'orienter vers le concept de la résistance à l'usure, concept que l'on rencontre en industrie du pneumatique, du bâtiment (parquet, peinture), se base sur le postulat de Momber et al (2015) qui estime qu'il n'y aurait pas de relation distincte entre les propriétés mécaniques, la température et la résistance à l'usure. Le test consisterait donc à évaluer la quantité de particules arrachées par le frottement du dispositif sur l'éprouvette retenue (Fig. 4) tout en y incluant les variations de température au fil du temps (ISO 5470-1). Au final, cela permettra de requalifier les essences sélectionnées quant à leur durabilité.



1. charges
2. meule abrasive
3. éprouvette à tester
4. piste d'usure
5. buse d'aspiration

Fig. 4 : Dispositif expérimental de résistance à l'usure (Test Taber) Momber et al (2015).

Conclusion et perspectives

L'identification de ces essences, qui à l'heure actuelle ne sont pas des essences d'objectif (ne figurant pas dans le plan d'aménagement), pourrait acquérir le statut d'essences commercialement acceptées. C'est pourquoi, dans le but de les promouvoir, il serait envisageable : (i) de caractériser le bois retenu (physique et mécanique); (ii) étudier les effets, à long terme, de la variation de l'hygrométrie sur le comportement mécanique de ces essences ; (iii) de déterminer la résistance à l'usure (abrasimétrie) du matériau bois ainsi que les paramètres qui l'influencent afin de maximiser leur usage en structure.

Remerciements

Mes remerciements vont vers mon institution (ENEF) au travers son Directeur Général ainsi qu'aux encadreurs dont la quête de l'excellence reste le principal objectif.

Références

Dupray S., Williams, J., Simm, J. et Meadon, M. (2010). Utilisation d'essences alternatives de bois durables pour les ouvrages maritimes et côtiers. Olonne.

Hansom O.P. (1983). Promotion d'espèces commercialement moins acceptées. Document présenté à la 1ère consultation ONUDI/FAO sur le bois et l'industrie des produits dérivés du bois. Helsinki.

ISO 5470-1 Supports textiles revêtus de caoutchouc ou de plastique - Détermination de la résistance à l'usure - Partie 1 : appareil d'essai d'abrasion Taber

Momber A.W., Irmer M., Glück N., Plagemann P. (2015). Abrasion testing of organic corrosion protection coating systems with a rotating abrasive rubber wheel, Wear, http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2015.11.001

Pambou C.F. (2019). Fissuration des bois en climat variable sous charges de longue durée : applications aux essences européennes et gabonaises. PhD Thesis. Université Clermont Auvergne.

Méthodes de dimensionnement des panneaux en bois lamellé croisé (CLT) sollicités en flambement

NARCY Alma[1,2], PHAM Duc Toan[1], FORET Gilles[2], LEBEE Arthur[2]

[1] Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB), 84 avenue Jean Jaurès, Champs-sur-Marne, 77447 Marne-la-Vallée Cedex 2, France
[2] Laboratoire Navier, UMR 8205, Ecole des Ponts ParisTech, Université Gustave Eiffel, CNRS, Champs-sur-Marne, France
alma.narcy@cstb.fr

Mots clefs : Bois lamellé croisé (CLT), Flambement, Imperfection, Ayrton-Perry, Eurocode 5

Contexte et objectif

L'utilisation des panneaux en bois lamellé croisé, ou Cross Laminated Timber (CLT), s'est aujourd'hui développée dans la construction des bâtiments en bois de grande hauteur (Brandner et al. 2016). Ces panneaux peuvent avoir la fonction de planchers, de murs porteurs et de façades.

Dans la pratique d'ingénieur, l'Eurocode 5 (EC5) (EN 1995 1-1 2005), qui régit actuellement la conception et le calcul des structures en bois, fut développé dans les années 1990 (Brandner et al. 2016), alors que le CLT n'était pas aussi commun qu'aujourd'hui. Il ne couvre donc pas le dimensionnement des panneaux en CLT. Les règles de conception et de calcul de ce type de panneau sont souvent tirées de documents techniques ou de transposition des règles de l'EC5.

L'objectif du travail présenté ici est de comparer les quelques différentes approches disponibles pour le dimensionnement des panneaux en CLT sollicités en flambement. Ces approches sont présentées en utilisant une terminologie commune afin de simplifier leur comparaison. Les termes utilisés sont présentés en amont avant de présenter les différentes formules de dimensionnement. A titre d'exemple illustratif, ces dernières formules sont ensuite appliquées pour un panneau de CLT, afin de comparer les résultats qu'elles donnent.

Principe des méthodes de dimensionnement

Le panneau en CLT étudié ici est représenté en Fig. 1. Il est composé de n couches dont l'orientation alterne de 90°. Sa largeur est notée b et l'épaisseur de chaque couche est t_p. Chacune de ses couches a des résistances caractéristiques en compression f_{c} et en flexion f_{m}, et des modules d'élasticité dans le sens du grain E_{L} et perpendiculaire au grain E_{C}. Leurs rigidités en cisaillement dans le plan longitudinal-radial et radial-transversal sont notés respectivement G_{LC} et G_{CZ}.

Le panneau est modélisé ici comme une poutre verticale dont le comportement au flambement dépend de sa rigidité. L'expression des rigidités axiale ES, de flexion EI et de cisaillement GS (détaillées dans les travaux de Perret et al. 2020) sont définies comme :

$$\begin{cases} ES = b \sum_{p=1}^{n} E_p t_p \,, \qquad EI = b \sum_{p=1}^{n} E_p t_p \left(z_p^2 + \frac{t_p 2}{12} \right) \\ \frac{1}{GS} = \frac{b}{EI^2} \sum_{p=1}^{n} \frac{1}{G_p} \frac{t_p}{12} \left(12\, g_p^2 + \left(z_p^2 + \frac{t_p^2}{60} \right) E_p^2 t_p^2 \right) \end{cases}$$

où E_p et G_p sont respectivement les modules élastiques et de cisaillement exprimés en fonction de l'orientation de la couche par rapport à la direction principale du panneau. g_p est le moment statique au centre de la couche p : $g_p = \sum_{q=1}^{p} E_q t_q z_q - \frac{1}{2}\left(z_p + \frac{t_p}{6}\right) E_p t_p$ tandis que z_p représente la hauteur du plan médian de la couche p par rapport à l'axe médian du panneau. L'élancement relatif du panneau λ s'exprime alors ainsi : $\lambda = \frac{l}{\pi}\sqrt{\frac{ES\, f_c}{E_L\, EI}}$.

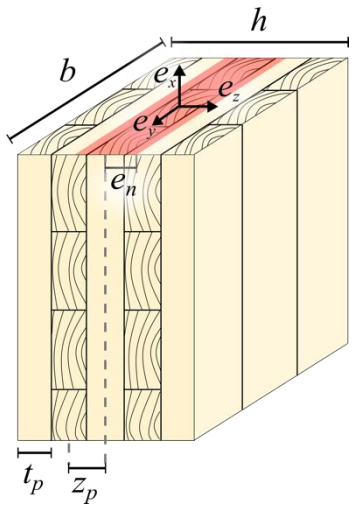


Fig. 1 : Paramètres d'un panneau de CLT

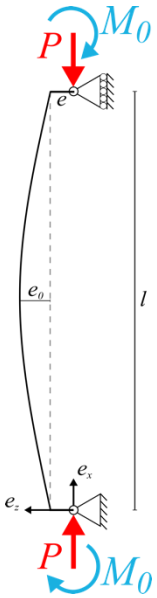


Fig. 2 : Panneau de CLT modélisé par une poutre bi-rotulée

Le panneau en CLT, modélisé comme une poutre simple comme présenté en Fig.2, est considéré bi-rotulé et soumis à un effort de compression verticale P en tête, centré ou appliqué avec un excentrement e par rapport à son axe médian. Un moment additionnel M_0 est également considéré. Une imperfection est prise en compte en introduisant un facteur d'imperfection β, dont la définition change en fonction de la méthode de dimensionnement suivie. La compression du panneau induit une contrainte de compression axiale σ_c et une contrainte σ_m due aux moments (causés par l'excentricité e et le moment additionnel). Pour simplifier l'écriture, ces contraintes sont normalisées par rapport aux résistances correspondantes et on a $p = \frac{\sigma_{c,d}}{f_c}$, et $m = \frac{\sigma_{m,d}}{f_m}$. L'indice d indique qu'il s'agit de la valeur de dimensionnement telle que définie dans l'Eurocode.

Ayrton-Perry

L'approche d'Ayrton-Perry permet de déterminer l'effort critique de flambement en considérant le cisaillement roulant du CLT. La formule présentée ici reprend le critère présenté par (Perret et al. 2020) qui tient compte d'un défaut de courbure initiale dont la flèche est e_0. Ce critère tient compte également d'un moment causé par un excentrement e ainsi que d'un éventuel moment additionnel M_0 aux deux extrémités de la poutre et ne dépendant pas de la force appliquée. Le critère ainsi considéré peut s'écrire sous une forme polynomiale :

$$p^2\left(\frac{e\delta}{e_n} - 1\right) + p\left(1 + \frac{1}{\lambda^2} + \frac{1}{e_n}\left(\frac{e_0 + e}{\lambda^2} + \frac{M_0 \delta\, ES}{\sigma_c E_L}\right)\right) - \frac{1}{\lambda^2} + \frac{M_0\, ES}{\sigma_c E_L e_n \lambda^2} \leq 0$$

où δ est le coefficient d'amplification permettant de simplifier l'écriture. Ce coefficient prend en compte la distribution des moments le long de la poutre. Pour une charge axiale sans excentricité, $\delta = 0$. En présence d'une excentricité, $\delta = 0{,}234$. Ce coefficient d'amplification est également appelé coefficient de Dischinger (van Delft 2020) ou de Dutheil (Maitre 2013).

Les racines de ce polynôme peuvent être déterminées, et les efforts P acceptables peuvent en être déduits : toutes les contraintes normalisées p inférieures à la plus petite racine positive vérifient cette inéquation. Il est ainsi possible de déterminer, pour n'importe quel élancement relatif λ, l'effort maximal avant flambement du panneau.

La prise en compte du cisaillement du panneau en CLT dans son dimensionnement pour éviter le flambement peut se faire en considérant, à la place de λ, un élancement relatif modifié λ_G du panneau qui introduit la rigidité en cisaillement : $\lambda_G = \lambda + \sqrt{\frac{ES\, f_{c,k}}{E_L\, GS}}$. Cette prise en compte de λ ou de λ_G vaut pour toutes les méthodes présentées ci-après.

Euler

Le modèle de flambement d'Euler consiste en la même formule que celle du modèle d'Ayrton-Perry, en supposant l'absence de défaut de rectitude initial, d'excentrement de charge, ou de tout autre moment additionnel M_0. Le critère s'écrit alors : $p \leq \frac{1}{\lambda^2}$.

Eurocode 5

L'Eurocode 5 (EN 1995 -1-1, 2005) traite la question du flambement des éléments en bois en section -6.3. Pour un élément comprimé et fléchi, qui correspond à un panneau en flambement et chargé avec une excentricité, la formule à utiliser est : $\frac{p}{k_c} + m \leq 1$, où k_c est le facteur d'instabilité défini par : $k_c = \frac{1}{k + \sqrt{k^2 - \lambda^2}}$ avec $k = 0{,}5(1 + \beta(\lambda - 0{,}3) + \lambda^2)$, où $\beta = 0{,}1$ tel que défini pour le Bois Lamellé Collé (GLT - Glue Laminated Timber). L'hypothèse est faite que le CLT y est comparable.

Applications numériques et discussion

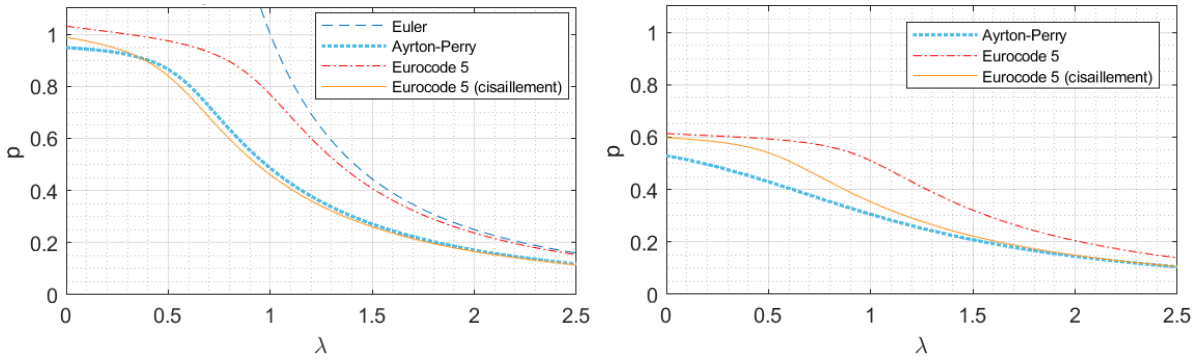
Dans cette section les différentes approches sont comparées numériquement. Deux cas sont ici étudiés : un panneau sans excentricité, et un panneau avec une excentricité e telle que $e/e_n = 0{,}9$ où e_n est la demi-largeur du noyau de la section transversale du panneau, comme présenté en Fig. 1. Les approches sont comparées pour un panneau composé de bois de classe C24, dont les propriétés mécaniques considérées sont celles du Tab. 1. Le défaut de rectitude initial, e_0, est de 1 mm. Les valeurs de p autorisées selon les différents critères sont tracées en Fig. 3.

Tab. 1 : Propriétés mécaniques du bois de classe C24 (valeurs en MPa) utilisées pour des applications numériques

E_L	E_C	G_{LC}	G_{CZ}	$f_{c,k}$	$f_{m,k}$
11000	370	650	50	21	24

En Fig. 3, on peut constater que l'écart le plus important entre les différents critères se trouve entre la prise en compte ou non du cisaillement : l'effort critique calculé avec l'Eurocode 5 baisse lorsque que le cisaillement est pris en compte, et ce, avec ou sans excentricité de chargement (Fig. 3a et 3b). On remarque également que la différence de prise en compte du défaut de rectitude initiale (e_0) par l'EC5 (dont la valeur est arbitraire) et par la formule d'Ayrton-Perry (dont la valeur est mesurée) impacte légèrement le dimensionnement. Pour un

panneau sans excentricité (Fig. 3a), cela se constate car les courbes des critères d'Ayrton-Perry et de l'Eurocode 5 (avec cisaillement) ne se superposent pas, même si leur différence reste faible. Par ailleurs, lors de l'apparition d'une excentricité (Fig. 3b), l'amplification du moment dû à une excentricité diminue l'effort critique de flambement. Cette amplification est seulement prise en compte par la formule d'Ayrton-Perry et est ignorée par la méthode de dimensionnement de l'Eurocode 5.



(a) (b)

Fig. 3 : Comparaison des critères de dimensionnement en flambement pour un panneau en CLT (bois C24), pour différents élancements relatifs λ et différentes excentricités e. a : (a) Excentriticé de chargement nulle (e = 0) ; (b) Excentriticé de chargement équivalente à $e/en = 0{,}9$

Conclusion et perspective

Il est observé que la présence d'excentricité de chargement conduit à un écart de l'effort critique de différentes approches présentées. La prochaine étape est de comparer les prédictions de ces différentes approches avec les résultats expérimentaux disponibles dans la littérature ainsi qu'avec les essais réalisés sur les panneaux testés en flambement dans le cadre de ce travail. Cela permettrait de mesurer l'importance de cet écart en présence d'excentricité de chargement. Le modèle d'Ayrton-Perry, sous-jacent aux différentes méthodes de dimensionnement, pourrait également être évalué.

Références

Brandner R., Flatscher G., Ringhofer,A., Schickhaofer G., Thiel A. (2016) Cross laminated timber (CLT): Overview and development. European Journal of Wood and Wood Products, 74(3), 331–351.

EN 1995 1-1 (2005) Eurocode 5 Conception et calcul des structures en bois Partie 1-1: Généralités—Règles communes et règles pour les bâtiments.

Maitre P. (2013) Formulaire de la construction métallique selon l'Eurocode 3 (4e édition). Le Moniteur.

Perret O., Douthe C., Lebée A., Sab K. (2020) A shear strength criterion for the buckling analysis of CLT walls. Engineering Structures, 211, 110344.

van Delft V. (2020) Global buckling mechanism of sheet piles: The influence of soil to the global buckling behaviour of sheet piles, Master Thesis.

Impact des environnements climatiques sur le comportement mécanique des bois d'Ozigo et de Moabi soumis à un chargement de longue durée en flexion 4 points

NSOUAMI Valérie[1], MANFOUMBI Nicaise[2], BASTIDAS-ARTEAGA Emilio[3], MOUTOU PITTI Rostand[4,5]

[1]Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technique (ENSET), BP 3989, Libreville, Gabon.
[2]Université des Sciences et Techniques de Masuku, Franceville, Gabon.
[3]Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement (LaSIE UMR CNRS 7356), La Rochelle Université, 17042 La Rochelle.
[4]Université Clermont Auvergne, CNRS, Clermont Auvergne INP, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France.
[5]CENAREST, IRT, 14070, Libreville, Gabon.
rostand.moutou_pitti@uca.fr ; nsouamijeanj@gmail.com

Mots clefs : Variabilité spatiale ; Comportement mécanique ; Vieillissement ; *Dacryodes buettneri ; Baillonella toxisperma*.

Contexte et objectifs

Les utilisations accrues du matériau bois, les préoccupations environnementales ainsi que les besoins de développement économiques ont fait (ré-)émerger la notion de « Bois Local ». Dans un contexte de marché local, tout comme dans un contexte globalisé, le bois n'en reste pas moins un matériau biodégradable, or la durabilité est un verrou technologique important (Thévenon 2018). Au Gabon, les conditions environnementales sont très sévères et impactent fortement le comportement du bois en service (Pambou et al. 2017). L'étude du comportement mécanique des bois tropicaux dans leur environnement est d'une importance capitale. Car la prédiction du comportement des structures en bois sous contrainte mécanique ou environnementale est primordiale pour améliorer la conception afin de garantir la durabilité des ouvrages en bois tropicaux soumis à des chargements thermo-hygro-mécaniques (Manfoumbi et al. 2016). Le présent papier s'intéresse à l'impact des environnements climatiques sur le comportement mécanique des poutres de bois d'Ozigo et de Moabi soumis à un fluage de longue durée (de 2009 à 2018) dans trois environnements variables en milieu tropical. L'objectif à long terme de cette étude est d'évaluer les effets de l'environnement sur la rigidité des structures en bois.

Matériel et méthodes

Pour cette étude, les différentes éprouvettes sont extraites de six poutres en bois d'Ozigo (*Dacryodes buettneri*) et de Moabi (*Baillonella toxisperma)* (89 x 176 x 3090 mm^3) précédemment soumises à un essai de fluage en environnement tropical (climatisé, extérieure non abritée et en extérieur abrité) pendant 9 ans (Manfoumbi 2012). Les poutres sont sciées en neuf tronçons de 340 mm de long. Ces tronçons sont subdivisés en trois niveaux dans le sens de la hauteur (haut, médian et bas), Fig. 1a-b. De chaque portion, on extrait deux éprouvettes de flexion, deux éprouvettes de traction et quatre de compression. Pour cette étude, nous ne retiendrons que les éprouvettes de flexions de la Fig. 1c-d.

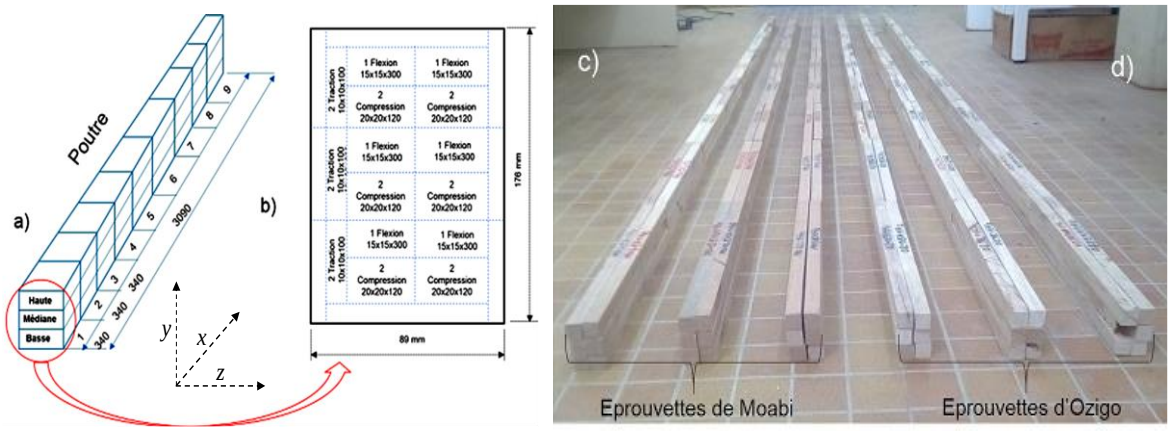


Fig. 1 : Représentation spatiale de la poutre. a) Plan de coupe de la poutre. (b) Localisation des sections des éprouvettes extraites. c-d) Eprouvettes de Moabi et d'Ozigo extraites

Résultats et discussion

La détermination du module d'élasticité (MOE) lors des essais destructifs en flexion 4 points a été réalisée selon les normes NF EN 408 (2009) et NF EN 338 (2009) (Fig.2).

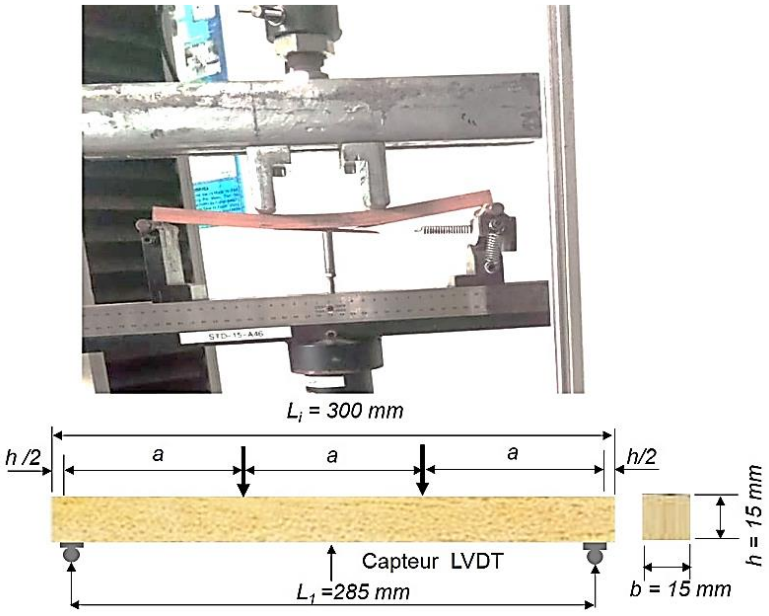


Fig. 2 : Dispositif expérimental : test de flexion 4 points

Les résultats traduisent l'existence d'une véritable variabilité spatiale des MOE le long de la poutre. En effet, ces résultats montrent que les modules de bois de Moabi et d'Ozigo en milieu climatisé et abrité sont plus élevés que dans le milieu non-abrité (Fig.3). Ce constat se justifie par les effets combinés de l'humidité, la température, du vieillissement et la densité sur ces modules (Jodin 1994, Natterer et al. 2004, Nsouami et al. 2021). Nous constatons également que les MOE en partie médiane sont plus élevés que les autres parties suivies de la partie basse pour les deux essences ainsi que pour tous les milieux. Nous retenons que les modules d'élasticité des zones tendues sont plus élevés qu'en zones comprimées. Globalement, les MOE de toutes les poutres en zones de chargement sont également plus élevés que ceux en zones d'appui. Nous constatons généralement que les valeurs moyennes des MOE de toutes les poutres sont inférieures à celles des poutres de référence (Manfoumbi 2012). De ce fait, le taux de vieillissement est plus marqué pour le bois en milieu non protégé (Fig. 4). Ce vieillissement

est dû en partie à la combinaison complexe des paramètres mécaniques et de l'énergie lumineuse qui impactent fortement la décoloration en surface du bois (Williams, 2005). Par ailleurs, il est aussi imputable au facteur abiotique (Feist, 1989), aux variations des périodes chaudes et froides causant des contraintes thermo-plastiques (Bulian et al. 2009) et à la dépolymérisation de la lignine (Cogulet 2018). Et enfin, le vieillissement du bois est également dû à la durée de chargement, l'effet répété du retrait-gonflement à long terme (Nsouami et al. 2021).

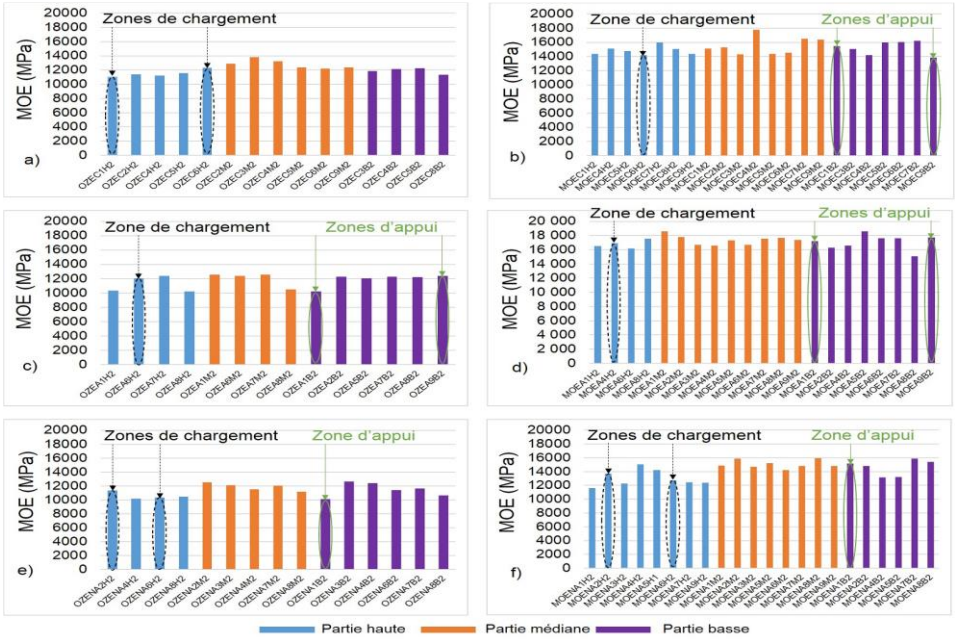


Fig. 3 : Répartition spatiale des Modules d'élasticité en flexion 4 points par milieu: a et b) Ozigo et Moabi climatisé, c et d) Ozigo et Moabi extérieur abrité, e et f) Ozigo et Moabi extérieur non abrité.

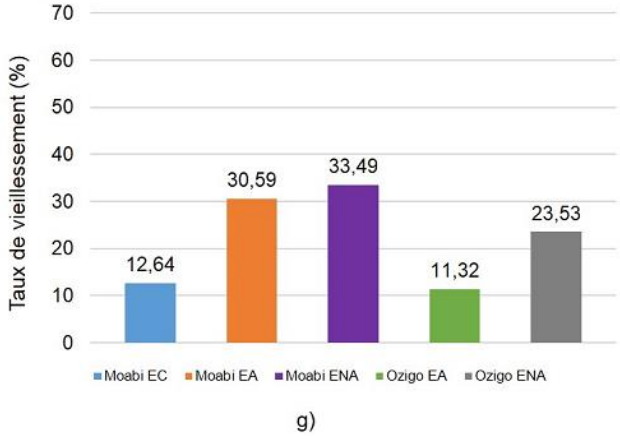


Fig. 4 : Taux de vieillissement (MOE) d'Ozigo et du Moabi : g) Environnements climatisé (EC), extérieur abrité (EA) et extérieur non abrité (ENA) en flexion 4 points.

Conclusion et Perspectives

Cette étude a permis de montrer les effets néfastes d'un environnement extérieur non abrité sur les structures en bois en milieu tropical comparativement aux autres milieux d'exposition (milieux extérieur abrité et climatisés). Les résultats obtenus nous ont permis d'identifier certaines causes possibles qui accélèrent significativement le vieillissement du matériau bois en milieu tropical. Ce travail correspond à la deuxième phase expérimentale d'un vaste projet de thèse. Ces résultats vont intégrer d'autres données compilées en compression et plus tard

ceux en traction. Elles feront l'objet de modélisation du fluage de bois via le logiciel Cast3M. En plus, un modèle viscoélastique incrémental sera développé afin d'intégrer le comportement différé du bois sous charges environnementales variables.

Remerciements

Les auteurs remercient la direction de l'Ecole Nationale des Eaux et Forêts (ENEF) du Gabon pour le laboratoire de mécanique et les logements mis à leur disposition et ASE FOUNDATION du Gabon pour les appuis financiers.

Références

AFNOR, NF EN 408 (2009) Structures en bois – Bois de structure et bois lamellé-collé – Détermination de certaines propriétés physiques et mécaniques, AFNOR Édition.

AFNOR, NF EN 338 (2009) Structural timber - Strength classes. AFNOR Édition.

Bulian F., Graystone J. (2009) Wood coating: Theory and practice. Elsevier.

Feist, W. C. (1989) Outdoor Wood Weathering and Protection. In Archaeological Wood (Vol. 225, p. 263-298). American Chemical Society. https://doi.org/10.1021/ba-1990-0225.ch011

Cogulet A. (2018) Caractérisation des mécanismes naturels de vieillissement de lambris de bâtiments en bois. Thèse de doctorat. Université de Laval.

Jodin P. (1994) Le bois, matériau d'ingénierie. Association pour la recherche sur le bois en Lorraine.

Manfoumbi N. (2012) Contribution à l'adaptation de l'Eurocode 5 aux essences tropicales dans leur environnement. Thèse de doctorat : génie civil. Limoges : Université de Limoges-France

Manfoumbi N., Nsouami V., Moutou Pitti, R., Bastidas-Arteaga E. (2016) Variabilité spatiale des paramètres physico-mécaniques des poutres en bois tropical soumis à un fluage de longue durée en milieu tropical naturel. 5èmes journées du GDR 3544 « Sciences du bois » - Bordeaux, 8-10 novembre 2016.

Natterer J., Sandoz J.-L., Rey, M. (2004).Traité de génie civil de l'Ecole polytechnique. Presses polytechniques et universitaires romandes.

Nsouami V., Manfoumbi N., Moutou Pitti, R., Bastidas-Arteaga E. (2021) Spatial Variability of Ozigo Wood Beams under Long-Term Loadings in Various Environmental Exposures, Sustainability 13 (10): 5356.

Pambou Nziengui C.F., Ikogou S., Moutou Pitti R. (2017) Impact of cyclic compressive loading and moisture content on the mechanical behavior Aucoumea Klaineana Pierre. Wood Material Science and Engineering, 13, 190-196.

Thévenon M.F. (2018) Durabilité et protection des bois locaux. 7èmes journées du GDR 3544 « Sciences du bois » - Cluny, 20-22 novembre 2018.

Williams R.S. (2005) Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites, CRC Press. Madison.

Développement de panneaux en bois reconstitués à partir des sous-produits de scierie de bois exotiques originaires du Cameroun et d'un liant biosourcé : gomme arabique

PASSO Prince Ulfrid[1,4], De BAYNAST Hélène[1], AUDONNET Fabrice[1], GRIL Joseph[2], PAMBOU NZIEGUI Claude Feldman[4], TALLA Kisito Pierre[3], MOUTOU PITTI Rostand[1,5]

[1] Université Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, Polytech Clermont, Institut Pascal, F- 63000 Clermont-Ferrand, France
[2]Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, F-63000 Clermont Ferrand, France
[3]Université de Dschang, Laboratoire de Mécanique et de Modélisation des Systèmes Physiques (L2MSP), Dschang, Cameroun
[4]Université des Sciences et Techniques de Masuku (USTM), Ecole Polytechnique de Masuku, Franceville, Gabon
[5]CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, Gabon.
Prince_Ulfrid.PASSO@etu.uca.fr

Mots clefs : bois exotiques (tropicaux), composites, propriétés mécaniques, valorisation, développement durable.

Contexte et objectifs

Dans la continuité de la réglementation thermique RT 2012, la nouvelle réglementation environnementale RE 2020 s'appuie sur une limitation de la consommation énergétique et la participation à l'effet de serre (émissions de carbone, de méthane, de dioxyde azote liés à la combustion des combustibles fossiles). Ces obligations entraînent un changement de conception dans l'utilisation du bois et autres matériaux biosourcés dans le domaine du bâtiment (Laugar 2021).

La présente étude concerne la validation de l'utilisation de liants biosourcés dans l'élaboration de matériaux composites à base de bois originaire du bassin du Congo. Elle s'inscrit dans une thématique de valorisation des déchets de scieries des bois tropicaux. A l'heure actuelle, il n'existe aucun plan de valorisation solide dans toute la région d'Afrique Centrale et plus particulièrement au Cameroun et au Gabon.

L'objectif de ce travail est de faire la preuve de concept d'un bio-composite à base de bois recyclable, pouvant être traité par un procédé destiné à économiser les ressources et affranchi de toute émission de substances dangereuses dans l'air, l'eau et le sol ainsi que leurs impacts sur la santé humaine (EN 15534-1+A1, 2018) tout en étant doté des caractéristiques techniques requises pour une adaptation au niveau opérationnel dans le bâtiment. Afin de donner une valeur ajoutée au matériau élaboré en amont par un procédé de moulage compression, une recherche consacrée à la maitrise et à l'amélioration des propriétés de celui-ci sera réalisée, suivant un échantillonnage varié (granulométrie, le rapport colle/bois en matière sèche et par la suite pression de compactage). Les caractéristiques physiques évaluées seront le taux de porosité et la masse volumique, le module de rupture (MOR), le module d'élasticité (MOE) en flexion et en traction pour les propriétés mécaniques ainsi que la résistance au choc et la dureté pour les caractéristiques technologiques. La conductivité thermique sera également mesurée.

Matériels et méthodes

Matières premières

Cette étude s'est portée sur des sous-produits de scierie de bois originaires du Cameroun (aubiers d'Ayous, Koto et Tali), conservés dans une salle de déshumidification à 25°C.

Les liants biosourcés utilisés dans cette étude sont les suivants :

Gomme arabique : principalement produite en Afrique sub-saharienne, la gomme arabique est un liant produit par des acacias gommifères. Ce polysaccharide de masse molaire 240 kg/mol possède deux propriétés importantes qui lui ont valu sa réputation dans l'industrie agro-alimentaire : empêche la cristallisation du sucre et agit en tant qu'émulsifiant. Elle est utilisée pour le bois depuis longtemps mais présente des faiblesses : elle est cassante et ne tient pas l'humidité. Nous avons utilisé la gomme arabique en poudre fourni par Colloïdes Naturels International (CNI) ; diluée en suite dans de l'eau pour une concentration de 500 g/L.

Méthodes expérimentales

Afin d'optimiser les propriétés des composites colle/bois, une pré-étude sur la granulométrie des bois d'aubiers des trois essences a été réalisée. Des essais de « mise au point » ont également été menés : des mélanges bois-colle ont été réalisés à température ambiante avec un malaxage de cinq minutes, puis compressés dans des moules en chlorure de polyvinyle (PVC) de forme cylindrique (D = 45 mm, h = 20 mm) à 0.45 MPa. Les ratios entre la gomme arabique et les particules de bois en matière sèche (Gomme arabique/Bois) ont ainsi pu être estimés (Fig. 1). Pour la colle chitosane, des résultats établis à l'Institut Pascal (Mati-Baouche et al., 2014) ont montré que le module d'Young du composite biosourcé (chitosane et broyat de tige de tournesol) était optimal (250 MPa) lorsque le rapport (p/p) chitosane/tournesol atteint 15,3 %. En outre, avec des essais dites « erreurs », les classes granulaires (facteur CG) utiles dans la recherche de caractéristiques mécaniques ont été identifiés : les particules de taille inférieures à 0,63 mm (1ère CG) représentant 88% de la sciure de Tali et 24 à 27% pour Ayous et Koto ; les particules de taille comprise entre 0,63 et 1,25 mm (2ème CG) représentant 9% de la sciure de Tali, 34% pour Koto et 17% pour Ayous ; ce sont ces CG qui ont conduit à des propriétés mécaniques les plus élevés.

La formulation colle/bois et la taille des broyats optimum ont été déterminées à partir d'un plan composites centré, à deux facteurs et à cinq niveaux. Les données ont ensuite été traitées par le logiciel Minitab Statistical Software.

Fig.1 : Aperçu d'essais de mise au point des facteurs du plan d'expérience

L'étape de moulage-compression a été réalisée sur une presse à compression (Zwick-Roell) équipée d'une cellule de charge ±50 kN. Trois types d'éprouvettes ont été utilisées :

- Des éprouvettes de 120 x 10 x 4 mm^3 pour des essais de flexion 3 points et de résistance au choc (Fig. 2) ;
- Des éprouvettes cylindriques de diamètre 50 mm et d'épaisseur 18 mm pour la mesure de propriétés physiques et dureté (Fig. 3) ;

- Des éprouvettes en forme d'haltère pour des essais de traction pure (L_0 = 80 mm, section 10 x 4 mm^2) (Fig. 4).

La conductivité thermique sera mesurée, pour les compositions optimales de notre plan d'expérience, sur des échantillons de taille plus importante (180 mm x 50 mm x 10 mm).

Fig. 2 : Eprouvette pour la flexion 3 points

Fig. 3 : Eprouvette pour la mesure des caractéristiques physiques et la dureté

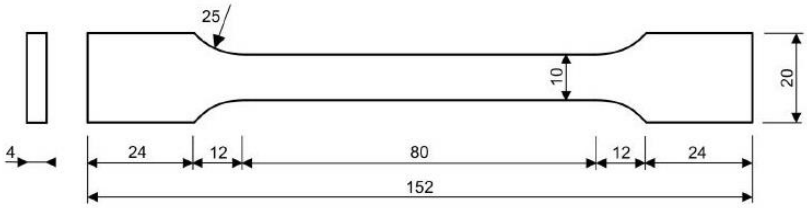


Fig. 4 : Éprouvette de traction directe

Résultats attendus

Nous nous attendons à une résistance en traction compris entre 0,37 et 0,45 MPa ce qui traduirait de bonnes propriétés mécaniques et une bonne cohésion entre les colles et les particules de bois (Andrianarimana 2015). Pour le MOE et le MOR, des résultats respectifs de 740-840 MPa et 2-3 MPa serait comparables à ceux obtenus par Chabi (2012) qui dans son étude utilise de la sciure de bois avec le polystyrène comme résine plastique. Avec des conductivités thermiques de nos poudres de bois variant entre 0,045 et 0,080 W. m^{-1}. K^{-1} selon les essences, cela laisse entrevoir un caractère isolant appréciable pour les composites bois/colle étudiés.

Remerciements

Les auteurs remercient Polytech Clermont pour le financement accordé pour cette étude exploratrice qui s'inscrit (i) dans le cadre de la convention bilatérale liant Clermont Auvergne INP à l'Université des Sciences et Techniques de Masuku et aussi (ii) dans un concept de gestion durable des forêts tropicales africaines.

Références

Andrianarimana H. (2015) Elaboration et caractérisation de panneaux et de briquettes de particules de bagasse, Master 2, Université d'Antananarivo, Ecole Supérieure Polytechnique, Département Sciences des Matériaux et Métallurgie, Mention : Science et Ingénierie des Matériaux, Madagascar. 115 pages.

Chabi E. (2012) Recyclage des polystyrènes et sciures de bois pour la réalisation du bois plastique massif : utilisation pour les ouvrages en bois dans le bâtiment, Master 2, Université d'Abomey-Calavi, Ecole Polytechnique d'Abomey-Calavi, Département de Génie Civil, Bénin. 184 pages.

EN 15534-1+A1. (2018) Composites à base de matières cellulosiques et de thermoplastique (communément appelés composites bois-polymères (WPC) ou composites fibres d'origine

naturelle (NFC) - Partie 1 : Méthodes d'essai pour la caractérisation des compositions et des produits, Norme Européenne, Janvier 2018.

Laugar L. (2021) RE 2020 et rénovation énergétique : Guide pratique pour les bâtiments neufs et existants : maisons & copropriétés / Sénova, [Lara Laugar, Dimitri Molle]. Editions Eyrolles.

Mati-Baouche N., De Baynast H., Lebert A., Sun S., Lopez-Mingo C. J. S., Leclaire P., Michaud P. (2014) Mechanical, thermal, and acoustical characterizations of an insulating bio-based composite made from sunflower stalks particles and chitosan. Industrial Crops and Products, 58, 244-250.

Modélisation 3D de l'orientation des fibres de bois pour la caractérisation non-destructive des performances mécaniques des bois sciés

PENVERN Hélène[1], POT Guillaume[1], VIGUIER Joffrey[1], COLLET Robert[1], DÉMOULIN Leyne[1], ROUX Benjamin[1].

[1]Arts et Métiers Sciences et Technologies, LABOMAP, Université Bourgogne Franche-Comté, HESAM Université, F-71250 Cluny, France
helene.de_sauvage@ensam.eu

Mots clefs : douglas ; éléments finis ; planches ; angle des fibres

Contexte et Objectifs

L'utilisation du bois dans la construction doit augmenter à l'avenir pour que l'Europe puisse atteindre ses objectifs de réduction des émissions de CO_2. Or les propriétés mécaniques du bois, contrairement à l'acier ou au béton, sont très variables du fait de l'hétérogénéité naturelle du bois. Le contrôle de qualité est donc crucial pour en assurer les propriétés mécaniques. La principale technologie actuellement utilisée pour le contrôle non-destructif du bois est l'excitation dynamique vibratoire. Cependant cette technique est peu efficiente pour les essences hétérogènes qui prévalent en Europe du Sud. Elle échoue à classer correctement environ 30 % du douglas français (Viguier 2015). Il est donc primordial d'améliorer la précision du classement des bois sciés pour développer une économie durable de ces essences.

Ces dernières années, le scanner par laser points a montré des résultats intéressants pour obtenir une meilleure évaluation des performances mécaniques du bois, dont le potentiel est encore à développer. En projetant une rangée de points laser infrarouge sur les quatre côtés d'une planche convoyée longitudinalement dans un scanner, il est possible d'obtenir l'angle de la fibre le long de la planche (Fig. 1). La lumière se diffuse mieux dans la direction des fibres que perpendiculairement à celles-ci, de sorte que la surface éclairée a une forme d'ellipse qui peut être analysée pour mesurer l'orientation des fibres (Zhou et al. 2003). Du fait du caractère orthotrope du bois, il est alors possible de définir localement, par rotation de la matrice de rigidité du bois ou par la formule de Hankinson, les propriétés mécaniques du bois en chaque point de mesure en fonction de l'angle de fibre mesuré, puis d'en déduire, par intégration, une estimation des performances mécaniques globales, module élastique et module à rupture, de chaque planche (Olsson et al. 2013).

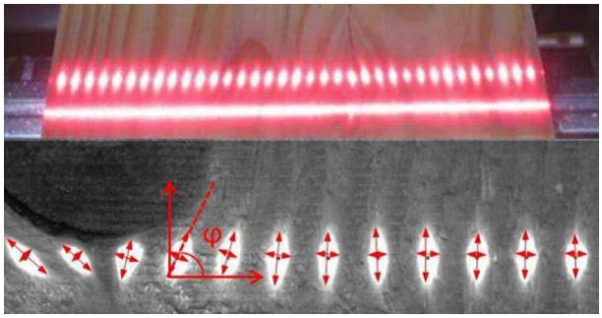


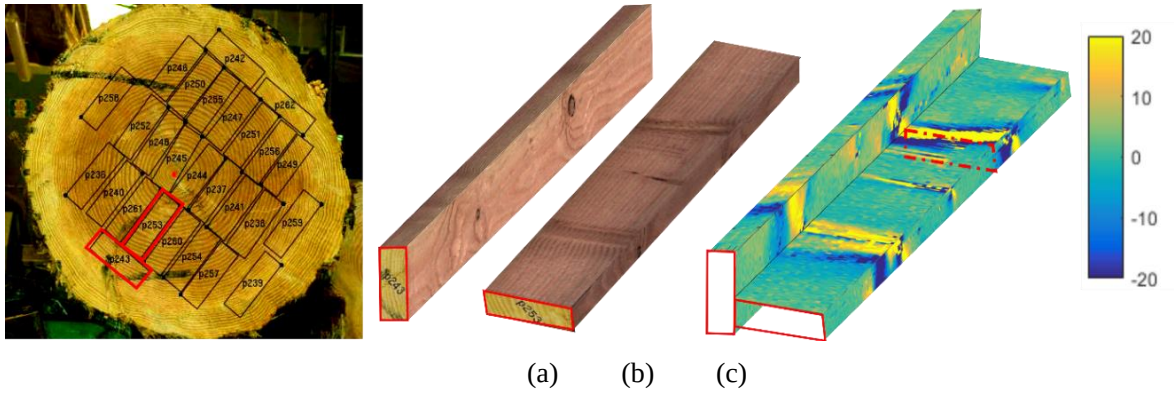
Fig. 1 : Illustration de la mesure d'angle des fibres grâce à un faisceau de plusieurs lasers (Viguier 2015)

Un autre procédé se développe actuellement dans l'industrie : la possibilité de suivre les planches tout au long du processus de sciage. Un récent projet ANR, TreeTrace (Longuetaud et al. In Press), visant à participer au développement de la traçabilité des billons de la forêt à la

scierie, a ainsi permis d'obtenir des données de traçabilité complètes des planches issues d'un même arbre, soit de retrouver leur position dans le billon d'origine.

Matériel et Méthode

Ce travail sera notamment basé sur le jeu de données TreeTrace, comptant des images de 346 planches provenant de 32 billons différents. Ces 346 planches ont été numérotées, leur provenance et leurs positions dans chaque billon enregistrées (Fig 2.a) ; elles ont ensuite été analysées avec un scanner industriel, de manière à obtenir une cartographie des angles des fibres en surface (Fig 2b,c) ; puis elles ont été testées en flexion, de manière à pouvoir effectuer leur classement mécanique. Toutes les données relatives à ces expérimentations sont disponibles sous licence CC BY (Longuetaud et al. 2022).



(a) (b) (c)

Fig. 2 *:* (a) Exemple de billon vu en bout avec les sections des planches sciées représentées en surimpression ; (b) images couleur de deux des planches du billon ; (c) angles de fibre mesurés sur ces planches

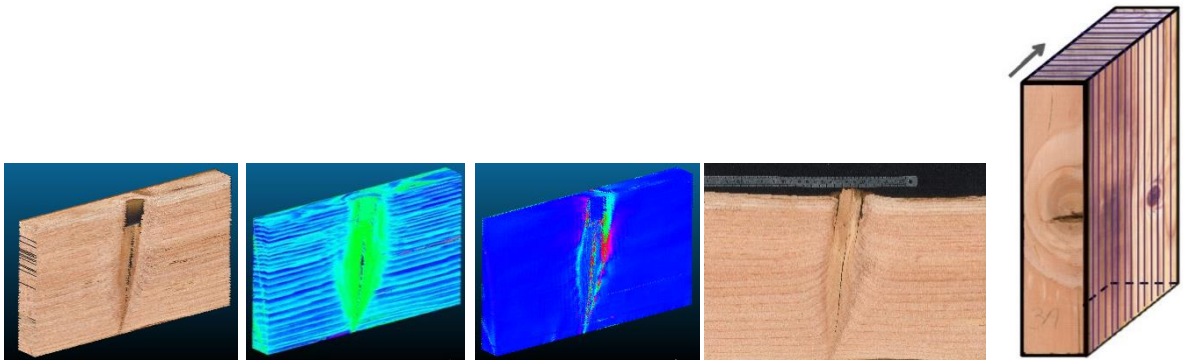
Plusieurs planches avec des nœuds ont par ailleurs été conservées pour une étude plus poussée dans l'objectif de mesurer l'orientation des fibres en trois dimensions. Le protocole expérimental proposé est une évolution de celui de Hu et al. (Hu et al. 2017). Il consiste en une succession de rabotages de l'échantillon avec pour chaque couche un scan haute résolution (scanner couleur) et une mesure des angles de fibres dans le plan par un dispositif développé au LaBoMaP (Joruk).
Ces mesures, réalisées par Leyne Démoulin et Benjamin Roux, ont permis de reconstituer en trois dimensions les informations de couleur et d'angle dans le plan de rabotage des fibres d'un échantillon de bois contenant un nœud (Fig. 3).

Cette méthodologie est en cours de développement et s'enrichira au cours de la thèse d'autres planches de douglas ou d'autres essences afin de confronter l'orientation réelle des fibres à la géométrie prédite par le modèle 3D élaboré.

Travaux envisagés

L'amélioration du classement mécanique par la prise en compte de l'orientation des fibres des bois sciés, que ce soit pour une essence de résineux, comme le douglas ou l'épicéa (Viguier 2015, Olsson et al. 2018), ou de feuillu, comme le chêne (Faydi 2017), est aujourd'hui démontrée. Dans le cas où la corrélation entre les performances mécaniques des bois sciés et l'orientation des fibres seule est faible, cette donnée, associée à une mesure globale de masse volumique ou de module dynamique, permet d'améliorer le coefficient de détermination de ces indicateurs de performances. En effet, cette information locale vient compléter la mesure globale effectuée et permettre la prise en compte de singularités comme les nœuds, dont l'impact sur la résistance à rupture est majeur. On pourrait espérer une amélioration plus nette

des performances mécaniques par une meilleure prise en compte des déviations des fibres autour des nœuds. Différentes pistes sont envisageables et actuellement explorées : définir l'orientation des fibres à la manière des lignes de courant dans un fluide en mouvement (voir Fig. 4, Frayssinhes et al. 2020, Foley 2001, 2003), utiliser des algorithmes d'intelligence artificielle pour reconstituer les cernes de planches...



(a) (b) (c) (d) (e)

Fig. 3 : (a) Reconstitution 3D d'un échantillon de planche par empilement des images couleurs obtenues par scan haute résolution ; (b) Reconstitution 3D du même échantillon des mesures de ratio des ellipses obtenues par laser points, faisant apparaître les cernes du bois : (c) Reconstitution 3D du même échantillon des mesures d'angle obtenues par laser points, faisant apparaître les déviations des fibres autour du nœud ; (d) Scan haute résolution montrant le profil du nœud de l'échantillon ; (e) Illustration des plans de rabotages successifs.

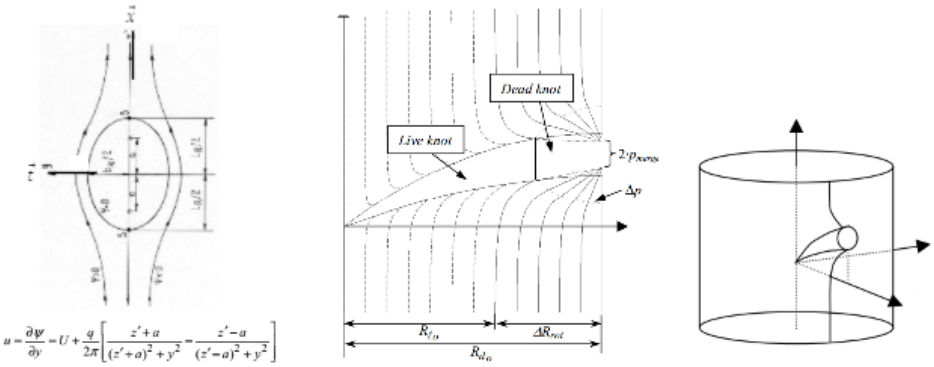


Fig. 4 : Illustrations du modèle de Foley (2001, 2003) représentant les lignes que dessinent les fibres de bois autour d'un nœud de face, de côté et dans un billon.

C'est ici que la traçabilité des billons de la forêt à la scierie présente tout son intérêt. En mesurant l'orientation des fibres sur l'ensemble des planches d'un même billon, il devient possible de détecter la présence d'un fil tors ; en associant les profils de nœuds observés entre planches adjacentes, il devient possible de reconstituer un nœud depuis la moelle, et donc de mieux apprécier la géométrie du nœud à l'intérieur de chaque planche.

Ce travail de thèse consistera donc dans un premier temps à utiliser l'ensemble des données déjà constituées afin de définir un modèle qui puisse, à partir des informations de traçage et des mesures d'orientation des fibres en surface, reproduire de la manière la plus précise possible la géométrie des fibres du bois à l'intérieur de chaque planche. Dans un deuxième temps, il s'attachera à corréler cette géométrie aux performances mécaniques mesurées dans le but d'améliorer les capacités de classement mécanique des bois sciés.

Remerciements

Cette étude est financée par l'Agence Nationale pour la Recherche (projet EffiQuAss ANR-21-CE10-0002-01).

Les auteurs remercient la société Bongard-Bazot & Fils et ses employés qui ont permis d'effectuer l'échantillonnage des billons et leur sciage dans d'excellentes conditions.

Références

Faydi, Y. (2017) Classement pour la résistance mécanique du chêne par méthodes vibratoires et par mesure des orientations des fibres, Thèse de doctorat ParisTech

Foley C. (2001) A three-dimensional paradigm of fiber orientation in timber. Wood Science and Technology 35:453–465.

Foley C. (2003). Modeling the effects of knots in structural timber (PhD Dissertation). División of the Structural Engineering, Lund University.

Frayssinhes R., Girardon S., Denaud L., Collet R. (2020) Modeling the Influence of Knots on Douglas-Fir Veneer Fiber Orientation. Fibers 8:54. https://sam.ensam.eu/handle/10985/19459

Hu M., Briggert A., Olsson A., Johansson M., Oscarsson J., Säll H. (2017) Growth Layer and Fibre Orientation around Knots in Norway Spruce: A Laboratory Investigation. Wood Science and Technology 52(1):7-27. https://doi.org/10.1007/s00226-017-0952-3.

Longuetaud F., Pot G., Mothe F., Barthelemy A., Decelle R., Delconte,F., Ge X., Guillaume G., Mancini T., Ravoajanahary T., Butaud J.-C., Collet R., Debled-Rennesson I., Marcon B., Ngo P., Roux B., Viguier J. (In Press) Traceability and quality assessment of Douglas fir (Pseudotsuga menziesii (Mirb.) Franco) logs: the TreeTrace_Douglas database. Accepté dans Annals of Forest Science, 2022.

Longuetaud F., Pot G., Mothe F., Barthelemy A., Decelle R., Delconte,F., Ge X., Guillaume G., Mancini T., Ravoajanahary T., Butaud J.-C., Collet R., Debled-Rennesson I., Marcon B., Ngo P., Roux B., Viguier J. (2022) TreeTrace_Douglas., https://doi.org/10.15454/YUNEGL, Recherche Data Gouv.

Olsson A., Oscarsson J., Serrano E., Kallsner B., Johansson M., Enquist B. (2013) Prediction of timber bending strength and in-member cross-sectional stiffness variation on the basis of local wood fibre orientation, Eur. J. Wood Wood Prod. 71 (3) 319–333.

Olsson A., Pot G., Viguier J., Faydi Y., Oscarsson J. (2018) Performance of strength grading methods based on fibres orientation and axial resonance frequency applied to Norway spruce (Picea abies L.), Douglas fir (Pseudotsuga menziesii (Mirb.) Franco) and European oak (Quercus petraea (Matt.) Liebl./Quercus robur L.). Annals of Forest Science 75:102. https://sam.ensam.eu/handle/10985/14957

Viguier J. (2015) Classement mécanique des bois de structure. Prise en compte des singularités dans la modélisation du comportement mécanique. Thèse de doctorat Université de Lorraine

Zhou J., Shen J. (2003) Ellipse detection and phase demodulation for wood grain orientation measurement based on the tracheid effect, Opt. Lasers Eng. 39 (1) (2003) 73–89.

Formulation de composites à base de liège mâle et de déchets plastiques

PETLITCKAIA Svetlana, BARBONI Toussaint, SANTONI Paul-Antoine

Université de Corse - CNRS UMR 6134 SPE (Science pour l'environnement), Campus Grimaldi, BP 52, 20250 Corte, France
petlitckaia_s@univ-corse.fr

Mots clefs : liège mâle ; composite ; déchet plastique ; isolation thermique

Contexte et objectifs

La Corse possède un fort potentiel en matière forestière qui est actuellement sous exploité. La surface boisée en Corse représente en effet près de 60% du territoire, soit près de 560 000 hectares. C'est le département le plus boisé de France par rapport à sa superficie. Ces forêts sont composées à 80 % de feuillus représentés par le chêne vert, le châtaignier, le hêtre et le chêne liège. Le reste de la forêt est constituée de pin maritime et de pin laricio. Le chêne liège occupe 60 000 hectares soit 10 % de la forêt.

Ces travaux de recherche sont inscrits dans le cadre du méta-projet « Académie des métiers du bois et de forêt ». Le but de ce projet est de développer la filière bois en Corse en valorisant les co-produits du bois et en développant des activités autour de la chimie verte. Dans un premier temps, les études sont orientées vers la valorisation du liège mâle (vierge) qui présente 70 % de la récolte actuellement.

L'objectif est d'élaborer un nouveau matériau composite pour l'isolation thermique et pour d'autres applications également. L'élaboration des matériaux à base de liège, notamment des composites à base de différentes matrices est un nouvel axe de recherche au sein du laboratoire depuis 2021.

Matériel et méthodes

Dans le cadre de cette étude les composites ont été formulés à base de différentes matrices organiques (bouchons plastique PP et HDPE) et inorganiques (plâtre, ciment). La première partie de l'étude s'est focalisée sur la valorisation des déchets plastiques en complément du liège mâle.

Les composites ont été fabriqués à partir de polypropylène (PP) et polyéthylène haute densité (HDPE) issu de bouchons recyclés et de liège mâle broyé. Les bouchons et le liège ont été broyé et les composites ont été élaborés avec différentes proportions de liège (0, 5, 10, 15 et 20 %) (Fig. 1).

Les matières premières ont été mélangées à l'aide d'une extrudeuse bi-vis du laboratoire d'école des Mines d'Alès. Puis les granulats polymère-liège ont été moulés par injection afin d'obtenir différents types d'échantillons. L'influence du taux d'incorporation du liège, du type de polymère sur des propriétés physico-chimiques a été étudiée. Les différentes caractérisations des matériaux ont été effectuées à savoir des tests mécaniques, la mesure de la conductivité thermique, des tests thermiques et de résistance au feu.

Premiers résultats

Les premiers résultats de cette étude montrent la faisabilité d'élaboration des composites PP ou HDPE avec le liège. Cette pré-étude montre que l'augmentation du taux de liège provoque la

diminution de la conductivité thermique et de la résistance mécanique. L'analyse structurale des composites montre la nécessité d'incorporation d'agent de couplage et de retardateur de flamme.

L'étape suivante de cette recherche s'oriente vers le traitement préalable des particules de liège afin de leur conférer des propriétés de retardateur de flamme et d'agent de couplage.

Fig. 1. Schéma d'élaboration des composites à base de polymères recyclés et de liège

Remerciements

J'adresse mes remerciements à Laurent Ferry et Sylvain Buomo du centre des Matériaux de l'école des Mines d'Alès.

Influence de la réticulation du réseau fibrillaire cellulosique sur le comportement élastique macroscopique du bois

PHAN Nhat-Tung[1], AUSLENDER François[1], GRIL Joseph[1,2], MOUTOU PITTI Rostand[1,3]

[1] Université Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal, F-63000, Clermont-Ferrand, FRANCE
[2] Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, F-63000 Clermont Ferrand, France
[3] CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, GABON
nhat_tung.phan@uca.fr

Mots clefs : comportement élastique macroscopique, modèle multi-échelle, homogénéisation numérique et analytique, éléments finis ; fibrilles ondulées et interconnectées.

Contexte et objectif général

Le bois est l'un des matériaux les plus anciens et les plus universels utilisés par l'homme. En réponse aux changements environnementaux, à la croissance démographique et à l'augmentation du standard de vie, la demande mondiale de matière à base de ligno-cellulose s'est accélérée (Hansen and Juslin 2018). Les avantages de ce matériau sont principalement sa disponibilité et ses excellentes performances mécaniques par rapport à la densité, expliquées par son organisation structurelle (Salmén 2018). Cependant, l'étude du matériau bois a révélé une grande variabilité des propriétés mécaniques et diverses échelles d'hétérogénéité. A cette fin, une meilleure compréhension des relations structure-propriétés est nécessaire pour améliorer notre capacité à concevoir des produits dérivés du bois. Etant donné que le bois est considéré comme un matériau composite naturel possédant une organisation multi-échelle complexe, son comportement découle des différents matériaux le constituant et de leur répartition spatiale, ceci aux différentes échelles du bois. On décrira alors le bois à trois niveaux principaux (Fig. 1) : l'échelle macroscopique - celle des cernes, l'échelle mésoscopique - celle des tissus et l'échelle subpariétale - celle des parois cellulaires.

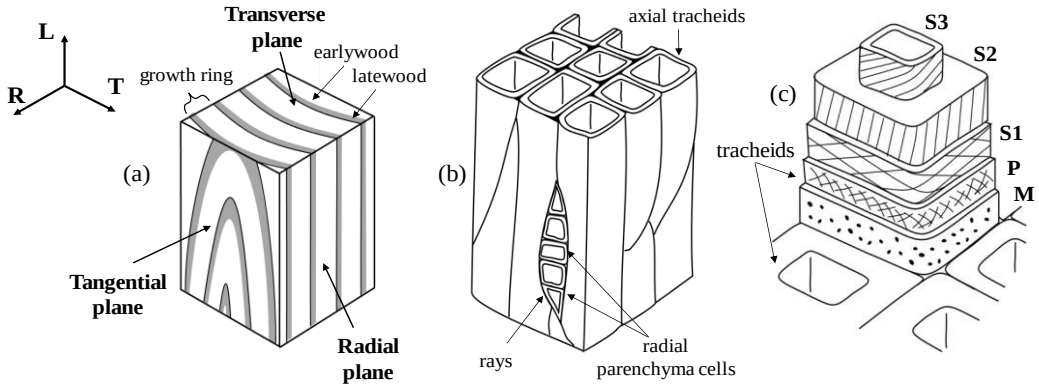


Fig. 1 : Structure hiérarchique du bois (d'après Norimoto and Gril, 1989)

Cet article vise à étudier l'influence sur le comportement macroscopique du bois d'une morphologie plus réaliste de la paroi cellulaire que celle utilisée classiquement en prenant en compte des fibrilles ondulées et interconnectées entre elles (Gril 1988, Bonnet 2017), plutôt que de les considérer parallèles comme cela est supposé habituellement dans la littérature (Harrington 2002, Persson 2000, Rafsanjani 2013). A cette intention, nous développons un

modèle multi-échelle intégrant 3 échelles différentes de microstructure du bois décrites ci-dessus, allant des parois cellulaires aux cernes annuels, à partir desquelles on s'appuiera sur des méthodes d'homogénéisation à la fois numériques et analytiques pour déterminer leur comportement effectif en définissant à chaque échelle considérée une cellule élémentaire périodique.

Modèle multi-échelle

a) Un matériau anisotrope à toutes les échelles : de la paroi secondaire au cerne de croissance

L'illustration de la structure hiérarchique du bois à différentes échelles dans la Fig. 1 met en évidence des directions privilégiées à chaque échelle. Nous utiliserons alors dans cette recherche 3 repères orthonormés avec à chaque fois la première direction correspondant à celle de plus grande résistance et rigidité. Ils sont représentés sur la Fig. 2 pour les trois échelles considérées, macroscopique (cerne de croissance), mésoscopique (tissu), et microscopique (paroi cellulaire). Le repère qui est utilisé sera celui associé : aux cerne de croissance (L, R, T) ; à une paroi cellulaire (1', 2', 3') ; aux fibrilles (1, 2, 3).

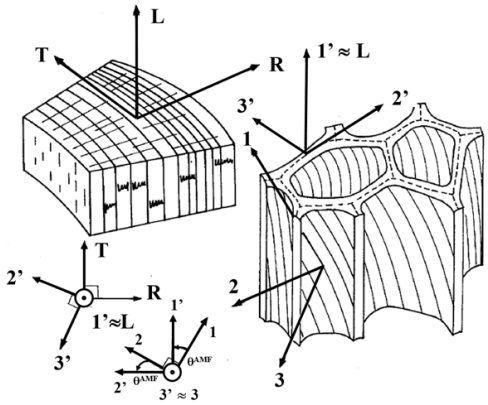


Fig. 2 : Orientations macroscopiques et microscopiques (Gril 1988).

b) Description de la microstructure du bois aux 3 échelles considérées

Microstructure de la paroi cellulaire du bois. Partant des observations expérimentales (Bardage et al. 2004, Boyd 1982, Reza et al. 2014), nous supposons l'existence de fibrilles ondulées et interconnectées au sein de la paroi cellulaire. Afin d'analyser l'influence des ondulations des fibrilles sur le comportement effectif de la paroi cellulaire, 3 cellules élémentaires périodiques qui correspondent respectivement au modèle 0S, 1S et 2S sont modélisées (Fig. 3). Le matériau de la paroi cellulaire est supposé être constitué de la répétition périodique d'une des trois cellules élémentaires représentées.

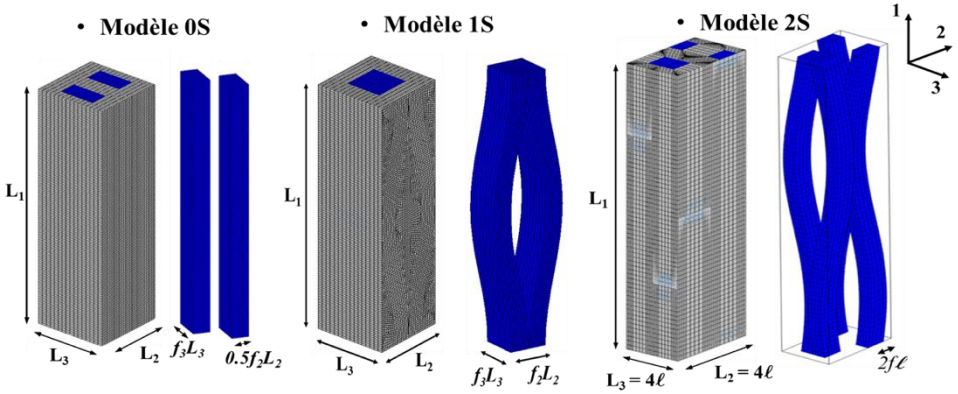


Fig. 3 : Maillage des 3 microstructures de la cellule élémentaire périodique

Microstructure du tissu cellulaire. A partir des paramètres morphologiques typiques des bois résineux à l'échelle du tissu (Fengel 1969), le bois initial (BI) et le bois final (BF) sont décrits respectivement comme des tissus constitués d'un arrangement périodique des microstructures tissulaires de BI (Fig. 4a) et de BF (Fig. 4b). Par ailleurs, chaque paroi de la microstructure tissulaire est constituée de 3 couches (S1, S2 et S3), incorporant la paroi primaire et la lamelle mitoyenne dans la couche S1.

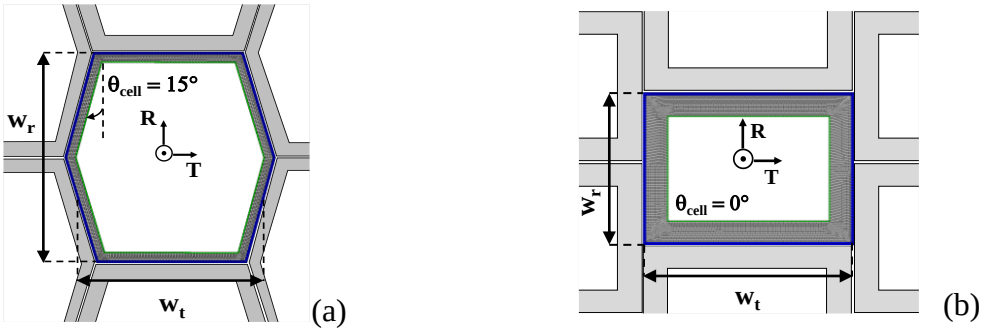


Fig. 4 : Description géométrique des 2 microstructures de BI et de BF dans le plan RT.

Microstructure du cerne de croissance. Le bois à l'échelle macroscopique est décrit comme un arrangement périodique de couches homogènes orthotropes de BI et de BF sur la Fig. 5, sans tenir compte de la courbure des cernes. Bien que dans la réalité la transition entre BI et BF soit progressive, on considère que ce choix d'un cerne constitué par deux couches permet d'obtenir un effet équivalent en termes de contribution à l'anisotropie transverse.

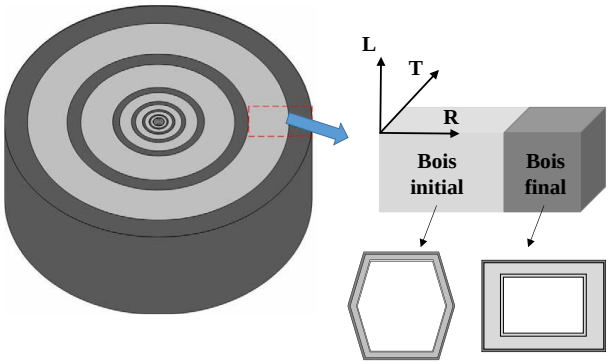


Fig. 5: Modèle schématiquement idéalisé pour l'anneau annuel.

Calcul du comportement effectif

D'une part, nous déterminons le comportement élastique effectif des deux échelles de la paroi cellulaire et du tissu en utilisant une procédure d'homogénéisation numérique pour les milieux périodiques dans les deux premières étapes du modèle multi-échelle développé. D'autre part, les propriétés élastiques macroscopiques du bois correspondant au modèle de succession de BI et BF sont déterminées analytiquement et correspondent à la dernière étape du modèle multi-échelle. Par ailleurs, l'interaction des paramètres entre les différents niveaux du modèle multi-échelle doit être également prise en compte.

a) Homogénéisation numérique

Pour calculer le comportement effectif d'une cellule élémentaire périodique correspondant aux microstructures de la paroi cellulaire (Fig. 3) et du tissu (Fig. 4), nous utilisons une approche en déformation et appliquons des conditions aux limites périodiques (CLP) (Bornert et al. 2001). Classiquement, les propriétés élastiques effectives de la cellule unitaire sont obtenues en

appliquant 6 différents chargements élémentaires tout en résolvant le problème local d'élasticité associé à la cellule élémentaire soumise à ces CLP. Par ailleurs, par des arguments de symétrie liés à la géométrie de la cellule élémentaire et au comportement des phases, on montre que le comportement effectif est nécessairement orthotrope.

b) Homogénéisation analytique

Le comportement macroscopique du bois dans les directions (L, R, T) est calculé en utilisant une solution analytique pour un stratifié plan constitué de la répétition périodique de deux couches élastiques orthotropes de bois initial et de bois final (voir Fig. 5).

Résultats et discussion

L'approche multi-échelle évoquée a été employée dans cette recherche pour étudier la relation entre la microstructure du bois et ses propriétés élastiques. Plus particulièrement, ce travail vise à analyser l'influence des ondulations et connexions des fibrilles observées au sein de la paroi cellulaire sur les propriétés élastiques du bois. Il est composé de 3 parties principales permettant d'analyser au travers d'études paramétriques l'influence de ces ondulations à trois niveaux d'échelles différents.

a) Echelle de la paroi cellulaire

Les études paramétriques, réalisées pour les 3 modèles de microstructure (0S, 1S et 2S) de la paroi cellulaire en faisant varier différents paramètres géométriques (rapport de forme $r_\varphi = L_1/L_2$, concentration des fibrilles c, proportion volumique de matrice lamellaire sur lenticulaire r_λ) et matériaux (contraste entre phases: ratio E_L^F/E^M où E_L^F est le module d'Young longitudinal des fibrilles et E^Mest le module d'Young de la matrice) montrent qu'il existe 3 effets associés aux ondulations des fibrilles : ceux induits par l'orientation des fibrilles, par le contact entre les fibrilles et enfin par la distribution spatiale hétérogène de la matrice entre les fibrilles oscillantes. On observe que les modèles 1S et 2S ont un effet significatif et presque similaire sur les coefficients effectifs $\widetilde{C}_{12}, \widetilde{C}_{66}$ qui sont les plus influencés par les ondulations des fibrilles dans le plan (1, 2). Au contraire, seul le modèle 2S est capable de prendre en compte l'influence des ondulations des fibrilles dans le plan (1, 3) et également dans le plan (2, 3) par les observations associées aux coefficients effectifs $\widetilde{C}_{13}$, $\widetilde{C}_{55}$ et $\widetilde{C}_{23}$, $\widetilde{C}_{44}$, respectivement (Phan et al. 2022). A titre d'exemple, nous avons reporté sur la Fig. 6 l'évolution en fonction de la fraction volumique des fibrilles c des composantes les plus fortement influencées par l'effet des ondulations, à savoir $\widetilde{C}_{44} = \widetilde{G}_{23}, \widetilde{C}_{55} = \widetilde{G}_{13}$ et $\widetilde{C}_{66} = \widetilde{G}_{12}$.

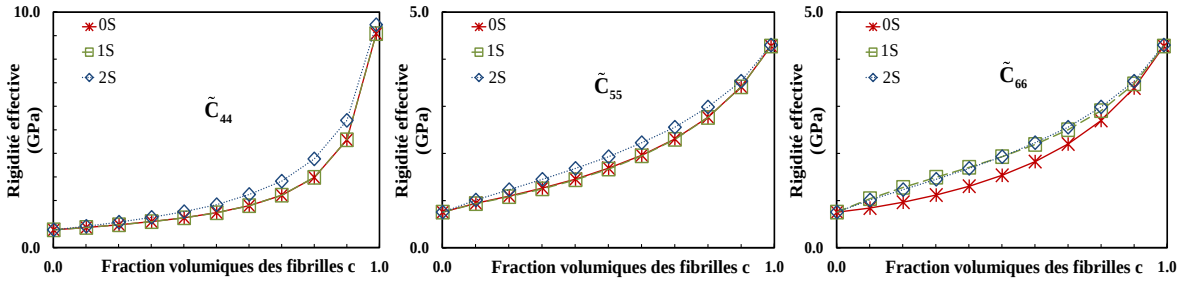


Fig. 6 : Evolution des composantes effectives $\widetilde{C}_{ij}$ en fonction de la concentration des fibres pour les 3 modèles 0S, 1S et 2S (r_λ = 1.0, r_φ = 7.50)

b) Echelle du tissu

Suite aux observations retenues à l'échelle de la paroi cellulaire, nous avons montré à l'échelle du tissu que l'influence des ondulations des fibrilles devient plus importante avec la croissance de la densité relative du tissu. Toutefois, bien que les effets induits par l'ondulation des fibrilles

soient assez forts pour certaines composantes du comportement élastique à l'échelle de la paroi cellulaire, il perd de son importance au niveau du tissu, surtout pour le bois de faible densité. Cette tendance peut être expliquée par l'inclinaison antisymétrique des microfibrilles dans les parois des cellules adjacentes. Ainsi, pour les bois les plus denses où l'interaction entre les parois cellulaires adjacentes est moins dominante, l'effet des ondulations des fibrilles reste important. Afin de mettre en évidence ces résultats, nous présentons sur la Fig. 7 l'évolution des 3 modules de cisaillement effectifs $\widetilde{G}_{ij}$ en fonction de la densité relative pour le cas du bois final.

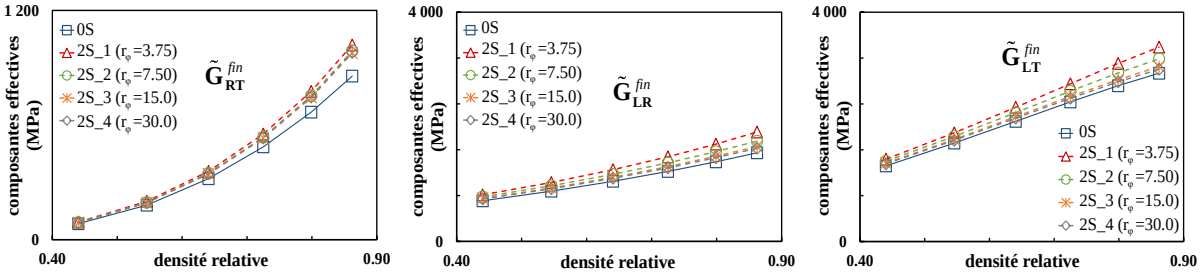


Fig. 7 : Evolution des composantes effectives $\widetilde{C}_{ij}$ en fonction de la densité relative pour le modèle BF avec les données différentes associées aux modèles 0S et 2S

c) Echelle du cerne

En se basant sur la Fig. 8, l'étude de l'influence des ondulations des fibrilles sur le comportement macroscopique du bois via le modèle multi-échelle présenté montre que les résultats obtenus sont similaires à ceux observés à l'échelle du tissu. Par ailleurs, nous présentons également les données expérimentales de Guitard (1987) pour le bois résineux à titre de comparaison.

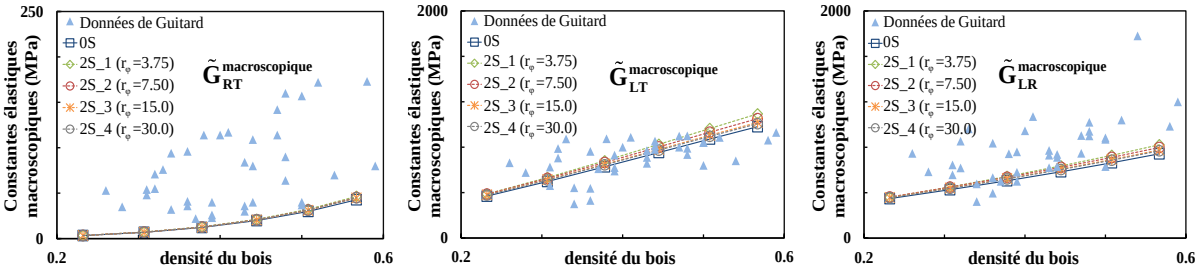


Fig. 8 : Evolution des modules effectifs $\widetilde{G}_{ij}$ en fonction de la densité du bois pour les deux microstructures 0S et 2S

Conclusion et perspectives

A l'aide de ce modèle multi-échelle, nous avons montré que l'influence des ondulations et interconnections des fibrilles est significative pour certains modules macroscopiques, tels que les modules de cisaillement effectifs, alors qu'elle ne l'est pas pour d'autres modules au niveau macroscopique (échelle du cerne). De plus, le modèle multi-échelle présenté fournit des propriétés élastiques macroscopiques et leurs évolutions en fonction de la densité du bois proches de celles observées expérimentalement pour les résineux, à l'exception du module $\widetilde{G}_{RT}$ qui est fortement sous-estimé. Toutefois, bien que l'effet des réticulations des fibrilles soit assez fort pour certaines composantes du comportement élastique au niveau de la paroi cellulaire, il perd de son importance au niveau macroscopique, surtout pour le bois de faible densité.

Dans le but d'étudier l'influence des ondulations des fibrilles non plus uniquement sur les propriétés élastiques effectives du bois aux 3 échelles considérées, une procédure étendue au

cas d'un comportement hygro-élastique linéaire, qui est basée dans Cast3M sur des calculs EF associés au modèle de thermo-élasticité linéaire a été développée au sein du modèle multi-échelle. Cette procédure permet de prendre en compte les déformations induites en l'absence de chargement mécanique par une augmentation (respectivement une diminution) de la teneur en eau qui entraine un gonflement (respectivement un retrait) du bois.

Références

Bardage, S., Donaldson, L., Tokoh, C., Daniel, G., 2004. Ultrastructure of the cell wall of unbeaten Norwayspruce pulp fibre surfaces. Nordic Pulp & Paper Research Journal 19, 448–452.

Bonnet M., 2017. Analyse multi-échelle du comportement hygromécanique du bois : Mise en évidence par relaxométrie du proton et mesures de champs volumiques de l'influence de l'hétérogénéité au sein du cerne. Thèse Univ. Paris-Est.

Bornert, M., Bretheau, T., Gilormini, P., 2001. Homogénéisation en mécanique des matériaux 1 : matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques, Mécanique et Ingénierie des Matériaux.

Boyd, J.D., 1982. An anatomical explanation for visco-elastic and mechano-sorptive creep in wood, and effects of loading rate on strength. New Perspectives in Wood Anatomy 171–222.

Fengel, D., 1969. The ultrastructure of cellulose from wood Part 1: Wood as the basic material for the isolation of cellulose. Wood Science and Technology 3, 203–217.

Gril, J., 1988. Une modelisation du comportement hygro-rheologique du bois a partir de sa microstructure. Paris 6.

Guitard, D., 1987. Mécanique du matériau bois et composites, Cépaduès. ed.

Hansen, E., Juslin, H., 2018. Strategic Marketing in the Global Forest Industries, Oregon State University. ed.

Harrington, J.J., 2002. Hierarchical modelling of softwood hygro-elastic properties. University of Canterbury, Christchurch, New Zealand.

Norimoto, M., Gril, J., 1989. Wood Bending Using Microwave Heating. Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy 24, 203–212.

Persson, K., 2000. Micromechanical modelling of wood and fibre properties (Structural Mechanics). Lund University, Sweden.

Phan NT., Auslender F., Gril J., Moutou Pitti R.. Influence of the cross-linking of the cellulosic fibrillar network on the effective hygro-mechanical behavior of the wood cell wall. Acta Mechanica. 2022.

Rafsanjani, A.A., 2013. Multiscale poroelastic model - Bridging the gap from cellular to macroscopic scale (Doctor of Sciences). ETH Zurich.

Reza, M., Ruokolainen, J., Vourinen, T., 2014. Out-of-plane orientation of cellulose elementary fibrils on spruce tracheid wall based on imaging with high-resolution transmission electron microscopy. Planta 240, 565–573.

Salmén, L., 2018. Wood Cell Wall Structure and Organisation in Relation to Mechanics. Springer International Publishing AG.

Détermination de la teneur en bois de tension chez le peuplier par spectrométrie proche infrarouge

Belmokhtar Nassim[1,2], Corret Justine[1], Laurans Françoise[1], Boizot Nathalie[1], Segura Vincent[1], Déjardin Annabelle[1], Pilate Gilles[1]

[1] UMR BioForA, INRAE, ONF, 45075 Orléans, France
[2] Plateforme Phenobois, INRAE, 45075 Orléans, France
gilles.pilate@inrae.fr

Mots clefs : Bois de tension ; peuplier ; SPIR ; technique ; calibration ; quantification ; qualité du bois

Contexte et objectifs

Le bois de tension connu pour ses étonnantes propriétés mécaniques est indispensable à la croissance et au développement des arbres feuillus dans leur environnement. Cependant, la présence de bois de tension modifie fortement les propriétés de la bille de bois en introduisant une importante hétérogénéité spatiale (Pilate et al., 2004). Ainsi, il représente pour l'utilisateur un défaut majeur de qualité du matériau bois, principalement au niveau mécanique. C'est le cas en particulier pour le peuplier, pour lequel la présence d'une forte proportion de bois de tension entraîne des défauts technologiques tels que l'apparition de fentes à l'abattage, l'aspect pelucheux des faces de sciage, le fort retrait au séchage et l'apparition de fentes au déroulage. Cependant, étant riche en cellulose et pauvre en lignines, le bois de tension pourrait être apprécié pour des applications en production de bioéthanol de deuxième génération.

La quantification du bois de tension est traditionnellement réalisée au moyen de tests de coloration différentielle sur des rondelles de bois ou par coloration histologique de coupes microscopiques. Ces méthodes coûteuses et chronophages ne peuvent être appliquées à la caractérisation d'un grand nombre d'échantillons. En recherche d'alternatives, nous avons exploré le potentiel de la spectrométrie proche infrarouge pour quantifier avec précision la teneur en bois de tension dans différents échantillons biologiques de peuplier. Cette technologie est basée sur l'exploitation des propriétés vibrationnelles des liaisons atomiques présentes dans le substrat biologique étudié (Schimleck et al. 2019).

Matériel et méthodes

Préparation de la biomasse

Les échantillons biologiques proviennent de plusieurs clones hybrides *Populus deltoides x Populus nigra*. Le bois de tension et le bois opposé ont été prélevés par fendage au ciseau de tranches de tiges inclinées. Chaque clone est représenté par plusieurs arbres.

Chacun de ces arbres a permis de préparer une gamme d'étalonnage artificielle de 10 points (0, 4, 8, 12, 16, 20, 30, 40, 50 et 60 % de teneur en BT) à partir de mélanges pondéraux de bois de tension et de bois opposé.

Acquisition de spectres proche infrarouge

Les spectres ont été acquis par réflexion diffuse sur la poudre de bois de chacun des points de gamme dans des tubes en verre déposés sur la sphère d'intégration de l'accessoire NIRA du spectromètre infrarouge Frontier (Perkin Elmer, Waltham, MA, USA). Tous les spectres ont

été pris entre 10000 et 4000 cm^{-1} (1000 et 2500 nm) avec un intervalle de 2 cm^{-1}. Chaque spectre résulte de la moyenne de 64 scans successifs.

Prétraitement des spectres

L'acquisition des spectres dans le proche IR s'accompagne par la présence de bruits qu'il est nécessaire d'atténuer afin d'accéder à l'information en lien avec la présence du bois de tension dans l'échantillon. Sept prétraitements couramment utilisés en chimiométrie ont été appliqués à l'ensemble des spectres (Engel et al 2013). Nous avons fait appel à des fonctions mathématiques implémentés dans des librairies disponibles dans R.

Développement de modèles prédictifs

Nous avons fait appel à la méthode de régression des moindres carrés partiels (PLSR) pour construire un modèle mathématique faisant le lien entre les spectres proche infrarouge et les propriétés physico-chimiques du bois de tension.

Nous avons séparé aléatoirement le jeu de données constitué de 145 points en jeu de calibration (n = 108) et jeu de validation (n = 37). Le choix de la meilleure méthode de prétraitement et des paramètres statistiques du modèle est réalisé à l'aide d'une validation croisée répétée sur des segments provenant de la subdivision du jeu de calibration en 4 blocs aléatoires. Le modèle retenu est ensuite appliqué au jeu de validation afin d'en estimer la précision et la robustesse.

L'algorithme *pls* utilisé est fourni par la librairie *rchemo* (Lesnoff 2021) disponible dans R.

Résultats et discussion/premiers résultats

Prétraitement des spectres

Les prétraitements que nous avons appliqués ont permis de réduire considérablement le bruit présent dans les spectres bruts (fig.1 gauche). Il en résulte une information plus précise sur les bandes spectrales où réside le plus de variabilité entre les points de gammes et entre individus (fig.1 droite).

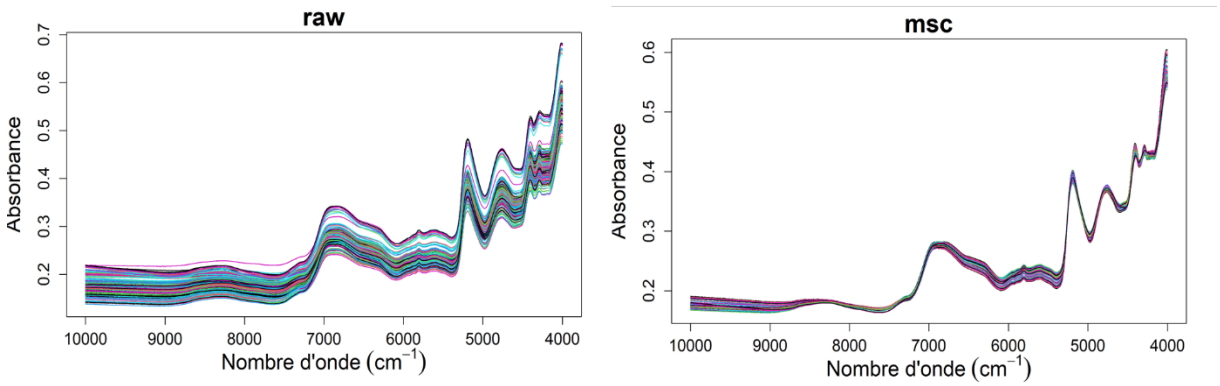


Fig. 1 : effet des prétraitements mathématiques sur les spectres proche infrarouge
(gauche) spectres bruts ; (droite) spectres corrigés par la méthode MSC (Multiplicative Scatter Correction)

Courbe de calibration

La validation croisée répétée, réalisée sur le jeu de calibration, nous a permis d'identifier le prétraitement msc, qui consiste à supprimer les effets multiplicatifs par correction de la dispersion de la lumière au niveau des spectres, comme celui qui permet d'obtenir l'erreur quadratique moyenne de cross-validation (RMSECV) la plus faible avec 9 variables latentes (Fig. 2).

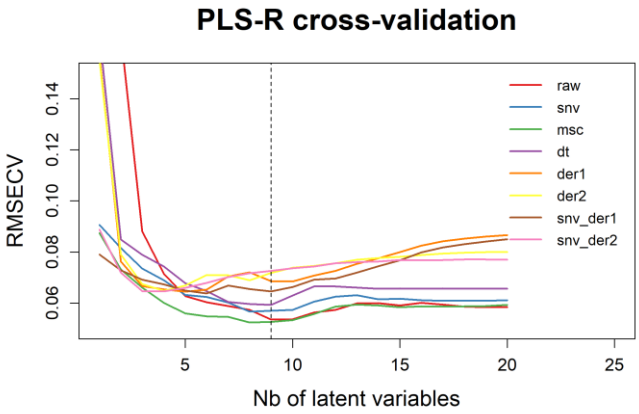


Fig. 2 : évolution du RMSECV en fonction du prétraitement et du nombre de variables latentes en validation croisée.

L'application du modèle PLSR retenu sur le jeu de calibration indique un modèle atteignant un coefficient de détermination R^2 = 0.95 (fig.3 - gauche). Nous constatons que la précision des prédictions varie en fonction des teneurs en bois de tension. La validation du modèle sur un jeu indépendant a permis d'obtenir un coefficient de détermination R^2 = 0,94. L'erreur de prédiction mesurée sur les jeux de calibration et de validation est de 0,0431 et 0,0488 respectivement.

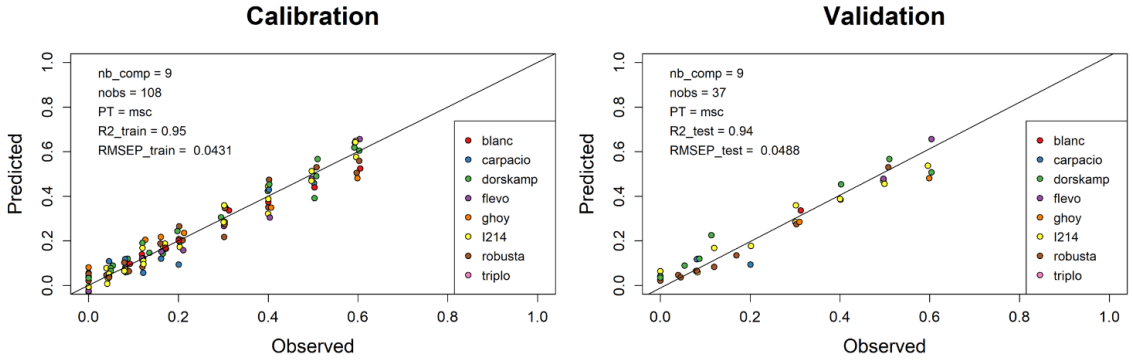


Fig. 3 : courbe de calibration de la teneur en bois de tension (gauche) sur le jeu de calibratio ; (droite) sur le jeu de validation

Conclusions et perspectives

Ces premiers résultats de prédiction de la teneur en bois de tension à partir de mélanges artificiels représentant plusieurs clones et plusieurs arbres indiquent clairement la possibilité d'utiliser les propriétés de la spectroscopie proche infrarouge pour la prédiction de la teneur en bois de tension dans des échantillons biologiques de peuplier.

Nous poursuivons nos travaux pour enrichir le jeu de données avec plus de clones et d'arbres afin d'en intégrer la variabilité et d'aboutir à un modèle le plus robuste et le plus précis possible. Enfin, nous prévoyons d'utiliser ce modèle pour cribler des échantillons biologiques de peuplier dans le but d'identifier les individus les plus adaptés pour une utilisation en bioraffinerie pour la production de bioéthanol de 2ème génération.

Références

Engel J, Gerretzen J, Szymańska E, Jansen JJ, Downey G, Blanchet L, et al. Breaking with trends in pre-processing? TrAC Trends in Analytical Chemistry. 2013;50:96-106.

Lesnoff M. R Package Rchemo. Dimension Reduction, Regression and Discrimination for Chemometrics. 2021.

Schimleck L, Dahlen J, Apiolaza LA, Downes G, Emms G, Evans R, et al. Non-Destructive Evaluation Techniques and What They Tell Us about Wood Property Variation. Forests. 2019;10:728.

Pilate, G., Chabbert, B., Cathala, B., Yoshinaga, A., Leplé, J.-C., Laurans, F., . . . Ruel, K. (2004). Lignification and tension wood. Comptes Rendus Biologies, 327(9), 889-901. doi:https://doi.org/10.1016/j.crvi.2004.07.006

Isothermes de sorption de bois guyanais en relation avec le projet Bois Duramhen 973

LEFRANC Théo[1], BONTEMPS Arthur[1], GODI Gaël[1], FOURNELY Eric[1], GRIL Joseph[1,2], MOUTOU-PITTI Rostand[1,3], BEAUCHENE Jacques[4], LAMADON Thierry[5], CADOR Luc[6], ROMANA Laurence[7], QUISTIN Paul[8]

[1] Université Clermont Auvergne, CNRS, Clermont Auvergne INP, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France.
[2] Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, F-63000 Clermont Ferrand, France.
[3]CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, Gabon.
[4] CIRAD, UMR EcoFoG, 97387 Kourou, Guyane
[5] Bureau Veritas, Le Triangle de l'Arche, 9 cours du Triangle, 92937 Paris La défense Cedex, France
[6] S3CB, Galeries De Houelbourg, Baie-Mahault 97122, Guadeloupe
[7] Université des Antilles, Fouillole 97110 Pointe à Pitre, Guadeloupe
[8] ANCO Guadeloupe, Immeuble le Triangle La jaille 97122 Baie-Mahault, Guadeloupe
pquistin@anco971.fr

Mots clefs : Température ; Humidité relative ; Isotherme de sorption ; Bois en œuvre ; Bois tropical ; Classe de service

Contexte et objectifs

Le classement des structures bois en classe de service 3 (NF EN 1995-1-1 novembre 2005) dans les Antilles françaises et la Guyane est essentiellement basé, d'une part sur le climat sévère de ces zones, d'autre part sur le manque de données sur le climat local et ses conséquences sur les bâtiments en bois et leurs éléments. Le programme national PACTE Bois Duramhen 972 (Quistin et al. 2018) et le projet européen Synergîle Bois Duramhen 971 (Fournely et al. 2018) avaient pour objectif de combler ces lacunes respectivement pour la Martinique et la Guadeloupe. Le projet PACTE Bois Duramhen 973 a le même objectif pour la Guyane. Comme pour les deux premiers projets, il s'agit de constituer une base de données de teneur en eau instantanée (MC) ou d'équilibre (EMC) des bois, de température (T) et d'humidité relative de l'air (HR). Le but final est de justifier une carte distinguant des classes de service 2 et 3 (SC2 & SC3) pour des ouvrages en bois abrités.

Dans ce but 11 stations Météo France représentatives des climats des zones construites en Guyane ont été sélectionnées et font l'objet d'une analyse des paramètres (T, HR) de l'air pour en déduire l'EMC du bois (Fig. 1). De plus, une campagne de mesures de MC a été menée sur une soixantaine de structures implantées dans le Nord-Ouest et l'Est guyanais ; parmi elles, deux sites ont fait l'objet d'un monitoring de T et HR en continu, ainsi que de MC par mesure résistive. Et enfin, des sciages en cours de séchage ont été instrumentés au moyen de sondes (HR, T) introduits à différentes profondeurs au cœur de ces éléments.

Afin de conforter ces différentes approches, il est nécessaire de disposer d'isothermes de sorption adaptés aux essences locales. Pour ce faire, cinq essences guyanaises utilisées en construction ont fait l'objet d'essais en laboratoire à Clermont-Ferrand. Les résultats obtenus ont été confrontés à la courbe d'équilibre des bois proposé par l'Annexe Nationale française de l'EN1995-1 (NF EN 1995-1-1/NA mai 2010); ce travail fait l'objet de la présente présentation.

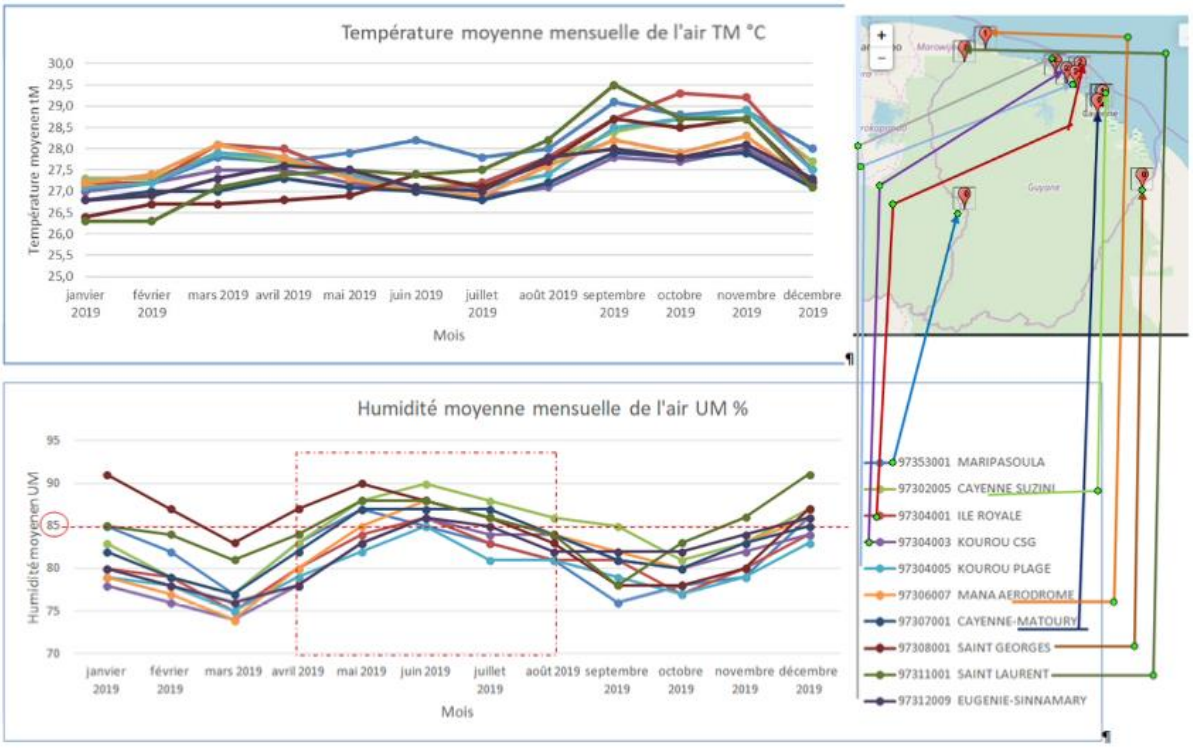


Fig. 1 Courbes HR% et T°C pour 11 Stations MF -BD973 en Guyane

Matériel et méthodes

Cinq essences utilisées en structure et présentes en Guyane ont été retenues : Ebène verte (*Handroanthus serratifolius*), Goupi (*Goupia glabra*), Angélique (*Dicorynia guianensis*), Gonfolo rose (*Qualea rosea*), Grignon (*Sextonia rubra*). Les échantillons ont été usinés et conditionnés au laboratoire du CIRAD de Kourou puis expédiés à l'Institut Pascal.

Parmi ces échantillons, des plaquettes 20x20x5mm^3 (avec différentes orientations R, T, L) ont été testées en chambre climatique à 20°C, avec mesure de masse à chaque changement de consigne. Deux échantillons par essence ont été mesurés. La succession des paliers de HR, désorption suivie d'adsorption, est donnée dans le Tab. 1. La valeur de HR avait été contrôlée au préalable au moyen d'un hygromètre à miroir et les valeurs de consigne adaptées en conséquence. Un passage final en étuve à 103°C permet de calculer les valeurs de MC atteintes.

Tab. 1 : Humidité relative (HR) de consigne et mesurée des paliers successifs

Date	HR consigne	HR réelle	20°C	Date	HR consigne	HR réelle	20°C
01/04/2021	98,0	93,8	Désorption	19/04/2021	10,5	10,0	Adsorption
02/04/2021	94,1	90,0		20/04/2021	20,9	20,0	
06/04/2021	83,6	80,0		21/04/2021	31,4	30,0	
07/04/2021	73,2	70,0		22/04/2021	41,8	40,0	
08/04/2021	62,7	60,0		23/04/2021	52,3	50,0	
09/04/2021	52,3	50,0		26/04/2021	62,7	60,0	
12/04/2021	41,8	40,0		27/04/2021	73,2	70,0	
13/04/2021	31,4	30,0		28/04/2021	83,6	80,0	
14/04/2021	20,9	20,0		29/04/2021	94,1	90,0	
15/04/2021	10,5	10,0		30/04/2021	98,0	93,8	
16/04/2021	8,0	7,7		03/05/2021	0	0	(103°)

L'état de départ du bois étant inconnu, il n'était pas possible de savoir où le premier point se situait entre les isothermes d'adsorption et de désorption. Afin de clarifier ce point, une campagne complémentaire a été menée pour le niveau de HR maximal, en imposant au

préalable une saturation des mêmes échantillons par immersion dans l'eau pendant 72h. A cette occasion une recalibration de l'hygromètre a été effectuée.

Notons qu'en outre d'autres échantillons des mêmes bois ont donné lieu à des mesures de propriétés mécaniques et physiques. Le protocole complet et les résultats obtenus sont détaillés dans un mémoire de stage d'ingénieur (Lefranc 2021).

Résultats et discussion

Les résultats d'isotherme de sorption sont détaillés en Fig. 2 pour les 10 échantillons mesurés. On observe une forte hystérésis entre l'adsorption et la désorption, explicable en partie par la durée trop courte des paliers d'humidité pour atteindre un véritable équilibre. Au vu des résultats de la première campagne, une bonne adéquation avec les prévisions de l'Annexe apparaît pour HR<75%, celles-ci étant placées en position intermédiaire entre les courbes d'adsorption et de désorption. En revanche aux humidités élevées les valeurs mesurées étaient bien plus faibles, donnant à penser que ces bois tropicaux sont nettement moins hygroscopiques que les bois tempérés sur lesquels sont basées les abaques de l'Annexe. Les mesures de la deuxième campagne nous ont conduit à remettre en cause cette analyse, les points obtenus, indiqués par une étoile sur les graphes, s'en trouvant au contraire très proches. Outre la correction sur la masse permise par la saturation préalable, la mesure plus précise de l'hygrométrie suggère qu'elle avait été légèrement surestimée lors de la première campagne. La valeur plus faible observée pour l'ébène pourrait s'expliquer par la forte densité (proche de 1) de ce bois d'où une saturation incomplète. Des observations indépendantes d'un des auteurs suggèrent toutefois que cette essence est réellement moins hygroscopique que la normale.

Il semble par conséquent raisonnable d'appliquer le modèle de l'Annexe Nationale au contexte Guyanais, et donc de se baser sur les données météo disponibles, pour établir les classes de services associées aux diverses zones du département. Ce résultat nous conforte également dans le choix de sondes (HR, T) pour le monitoring de la teneur en eau dans le volume interne de pièces de bois, les valeurs mesurées pouvant directement être converties en valeur d'EMC.

Remerciements

Ce travail est soutenu et financé par le PACTE par le biais du projet N° PACTE -SU84-20-216. Une partie de ce travail est basée sur les données de Météo France Guyane.

Références

Eurocode 5 (2005) CEN TC 250 SC5, NF EN 1995-1-1. Eurocode 5, Conception et calcul des structures en bois, part. 1-1 : généralités, règles communes et règles pour les bâtiments, 141 p.

Eurocode 5/NA (2010) AFNOR, NF EN 1995-1-1/NA. *Idem*, Annexe nationale à la NF EN1995-1-1:2005, 10 p.

Fournely E., Quistin P., Bargy J.M., Gril J., Godi G., Cador L., Lamadon T., Romana L. (2018) Les structures bois dans l'environnement Guadeloupéen, projet Bois Duramhen 971, Actes des 7èmes Journées Annuelles du GDR3544 Sciences du bois, 20-22.11.18, Cluny, p. 322-325.

Lefranc T. (2021) Effets de l'humidité sur les propriétés hygroscopiques et mécaniques des bois guyanais, Mémoire de projet recherche et développement, Polytech Clermont, 147p.

Quistin P., Bourgade O., Fournely E., Pipet E., Godi G., Gril J., Cador L., Lamadon T., Romana L. (2018) Les structures bois dans l'environnement Martiniquais, projet Bois Duramhen 972, Actes des 7èmes Journées Annuelles du GDR3544 Sciences du bois, 20-22.11.18, Cluny, p. 322-325.

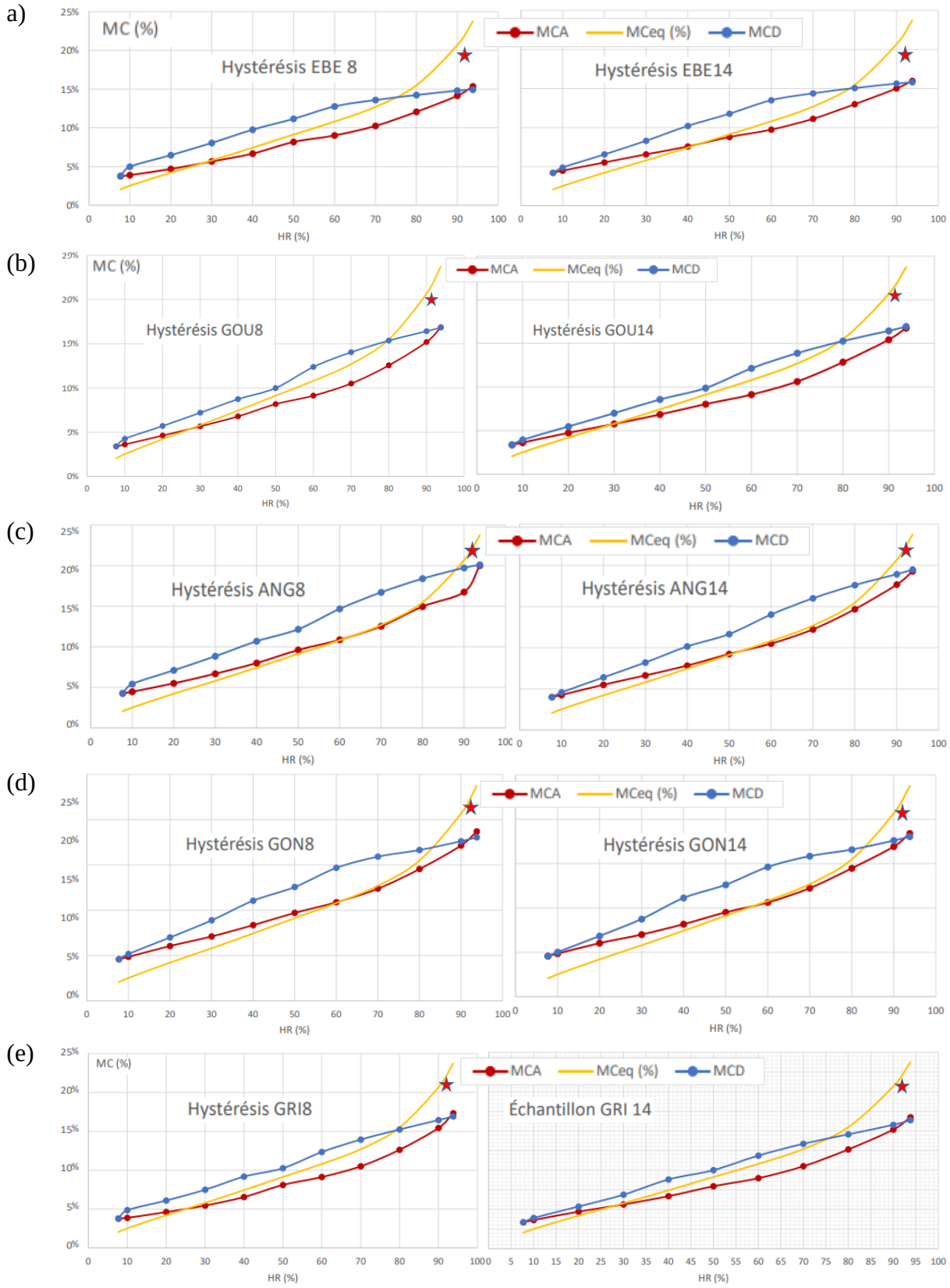


Fig. 2 : Isothermes de sorption : (a) Ebène verte ; (b) Goupi ; (c) Angélique ; (d) Gonfolo rose ; (e) Grignon. Points et traits bleus : désorption ; points et traits rouge : adsorption ; ligne jaune : référence de l'Annexe Nationale (Eurocode 5/NA 2010) ; étoile rouge : point de la 2ème campagne.

Caractérisation d'un composite bois pour l'impression 3D de pièces d'aspects personnalisées

RAMAUX Johan[1,2,3], NOUVEL Cécile[2] ZIEGLER-DEVIN Isabelle[3], BESSERER Arnaud[3]

[1]Acta Mobilier, 7 Rue de Madrid, 89470 MONETEAU
[2] Université de Lorraine, CNRS, LRGP, F-54000 Nancy, France
[3] LERMAB, Université de Lorraine, GP4W, F 54 000 Nancy, France
jramaux@acta-mobilier.fr

Mots clefs : Impression 3D, Panneaux de fibres de densité moyenne, MDF, Recyclage, Thermoplastiques, Composite bois, Spectroscopie Infrarouge

Contexte et objectifs

Ces dernières années, la quantité de déchets d'éléments d'ameublement, n'a fait qu'augmenter (Houdus, Trarieux 2021). Sur l'année 2021, cela représente environ 750 000 tonnes de bois collectées par Eco-Mobilier. Peu de filières de recyclages de ces matériaux existent, en raison notamment de la présence de polluants dans ces déchets (colle, vernis, peinture…). A l'échelle d'Acta Mobilier (Monéteau, France), ces déchets de bois sont produits notamment sous la forme de sciures de MDF (panneaux de fibres de densité moyenne). Afin de diminuer la quantité de déchets, tout en proposant un nouveau produit innovant à ses clients, Acta souhaite pouvoir recycler ses poussières via un procédé de fabrication additive (impression 3D). Cependant plusieurs verrous restent à lever pour que ce procédé innovant soit industrialisé, parmi lesquels la caractérisation des intrants servant à la fabrication du composite mais aussi le composite lui-même. La connaissance du comportement des matériaux est l'une des clés essentielles à la maîtrise des procédés de formulation et d'impression de ce composite.

Matériels et méthodes

Fabrication des composites

A l'aide d'une extrudeuse bi-vis (Thermo Scientific, PTW24), différents lots de composites ont été fabriqués. Le PLA (acide polylactique) est amené dans l'extrudeuse par un débitmètre volumique calibré alors que les fibres de MDF sont amenées par un débitmètre massique (également calibré au préalable). Le PLA utilisé est le PLE005 de chez NaturePlast (Ifs, France) avec une densité de 1,25 et un indice de fluidité à chaud de 23 g/10 min (donnée fournisseur). Les poussières utilisées, sont des sciures produites lors des procédés d'usinage de l'entreprise Acta Mobilier à partir de panneaux de MDF (95% < 100 µm). Les sciures proviennent majoritairement de deux fournisseurs. Le taux de charge du composite est défini par :

$$Taux_{charge} = \frac{masse_{MDF}}{masse_{totale\ composite}} \quad (1)$$

Un lot avec 20% en masse de MDF et un lot avec 30% de MDF ont été fabriqués.

Spectroscopie proche infrarouge

La spectroscopie en proche infrarouge (Nears InfraRed Spectroscopy – NIRS) est réalisée sur un spectrophotomètre Perkin-Elmer sur la plage 4 000 – 10 000 cm^{-1}. Pour chaque échantillon, 10 spectres ont été acquis avec une résolution de 2 cm^{-1} afin de tenir compte de la variabilité intra échantillon. Après calcul de la dérivée seconde, et sélection de la zone d'intérêt du spectre, une analyse en composante principale (ACP) est réalisée. Finalement une modélisation par

régression linéaire aux moindres carrés partielle (PLSR) a été réalisée. Tous les traitements statistiques des spectres NIRS ont été réalisés sous R (R Core Team, 2021).

Mesure de l'indice de fluidité à chaud (Melt Flow Index – MFI)

Les mesures de l'indice de fluidité à chaud ont été réalisées à l'aide d'un testeur de fluidité polyvalent (CEAST MF20, Instron) selon la norme NF EN ISO 1133 (AFNOR 2022). Chaque mesure a été répétée huit fois et une valeur moyenne a été calculée. Avant de mesurer le MFI, tous les échantillons ont été séchés 24h à 70°C dans une étuve.

Résultats et discussion

Les propriétés de la sciure utilisée dans l'élaboration des composites peuvent grandement influer sur la compatibilité bois/PLA. Il est donc crucial de pouvoir mettre en place des outils performants, industrialisables et, si possible, non destructifs, pour la caractérisation des poussières de MDF issues de l'entreprise dont la composition est un mélange complexe lié aux approvisionnements et aux usinages effectués Les panneaux utilisés sont recouvert d'une couche de mélamine, qui se retrouve dans les poussières récupérées. La spectroscopie NIRS est une méthode qui peut permettre une caractérisation rapide et automatisable des sciures utilisées pour l'élaboration du composite imprimable.

Spectroscopie NIRS

La spectroscopie NIRS couplée à une ACP permet d'identifier et de différencier les différents lots d'échantillons sur la base de leur composition chimique pariétale mais également de leurs propriétés physico-chimiques (Schwanninger, et al., 2011). Dans le travail présenté ici le NIRS a été utilisé afin de distinguer les déchets de MDF en fonction de leur composition : origine différente des panneaux (feuillus / résineux), formulation de la mélamine. Les résultats obtenus après ACP montrent que le NIRS permet de regrouper les échantillons de composition connue de manière satisfaisante (Fig. 1).

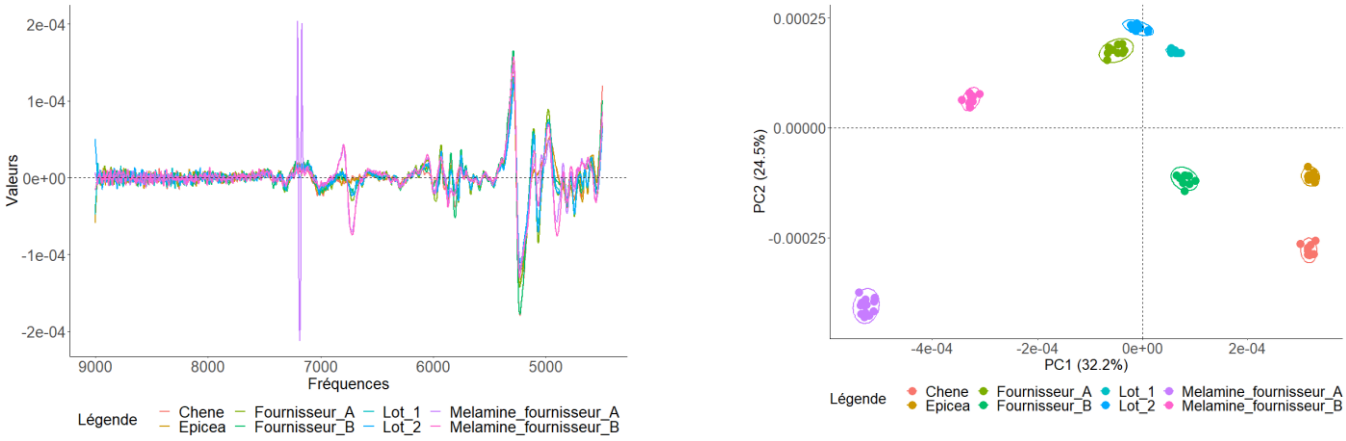


Fig. 1 : ACP avec les différents lots d'échantillons (à droite) et les spectres moyens associés (à gauche)

Ainsi, les différents panneaux (A et B) ainsi que la mélamine à l'origine des sciures présentent des compositions différentes et sont identifiables par NIRS. Les caractéristiques des deux lots de sciures sélectionnées (1 et 2, respectivement en bleu clair et bleu foncé sur la Fig. 1) sont plus proches des panneaux du fournisseur A, traduisant une plus grande proportion de sciures issues de ce fournisseur. La méthodologie NIRS étant validée, une calibration réalisée à partir de plusieurs mélanges (variation entre MDF du fournisseur A et MDF du fournisseur B) de compositions connues a été effectuée (indiqué comme taux de MDF calculé). A partir de l'analyse ACP, on peut établir le modèle de PLSR, permettant de relier le taux de MDF calculé

avec le taux de MDF prédit par le modèle. Il est alors possible de connaître la teneur en MDF du fournisseur A pour le lot 1 et le lot 2. Le modèle de PLSR avec les deux lots de compositions inconnues est présenté sur la Fig. 2.

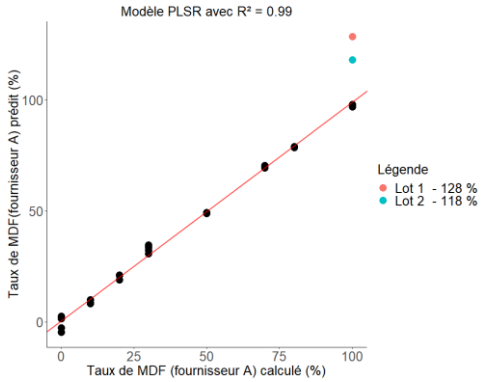


Fig. 2 : Modèle PLS-R obtenu entre les mélanges des deux fournisseurs et les lots inconnus

Aussi bien pour le lot 1 que pour le lot 2, la valeur prédite de MDF du fournisseur A dépasse 100%. Comme expliqué au début, une majorité des poussières est issue de ces deux fournisseurs, cependant, la présence d'un fournisseur C ou d'un autre matériau n'est pas exclue et peut donc expliquer cette différence.

Mesures du MFI :

Dans un premier temps, des mesures de MFI ont été réalisées sur les différents échantillons de PLA utilisés dans l'élaboration des composites. Puis cette mesure a été réalisée sur le composite bois / PLA. Le tableau montre les valeurs moyennes de MFI obtenues. La mesure de PLE005 à 210°C a été réalisée afin de comparer le MFI à celui annoncé par le fournisseur. La valeur obtenue est conforme, compte tenu de l'erreur de mesure.

Tab. 1 : Valeurs moyennes de MFI obtenues pour différents lots (n=8)

Echantillon mesuré	PLE 005 NaturePlast (210°C)	PLE 005 NaturePlast (180°C)	Composite MDF / PLA (20% MDF, 180°C)	Composite MDF / PLA (20% MDF, 172°C)	Composite MDF / PLA (30% MDF, 172°C)
MFI obtenu (g/10 mn)	26.3 ± 1.13	8.60 ± 0.44	50.2 ± 10.77	1.8 ± 0.35	25.4 ± 12.56

Afin de pouvoir comparer les valeurs de MFI obtenues, différentes températures ont été utilisées. Les mesures de MFI montrent que l'augmentation du taux de fibres dans le composite entraine une forte augmentation du MFI. En effet, l'ajout de 20% de fibres de MDF implique une augmentation par 5.8 du MFI. Cette augmentation est trop importante pour permettre une mesure du MFI à 180°C avec le composite à 30%. Cela montre que le MDF aurait un rôle de fluidifiant dans la matrice PLA, contrairement à ce que l'on peut obtenir couramment pour des compounds renforcés avec des fibres longues (Joseph et al. 2002). Ce rôle de fluidifiant, se retrouve également dans des composites à base de lignines Kraft (Mimini et al., 2019). Dans cette étude, l'augmentation du MFI est attribuée à une hydrolyse du PLA, catalysée par la lignine Kraft. Une deuxième hypothèse concerne la nature des interactions PLA / sciures de MDF. Si cette dernière est mal dispersée et forme des nano-domaines (clusters) au sein de la matrice PLA, cela pourrait induire une plastification des chaines de PLA. Ce phénomène serait accru si les interactions et les affinités PLA/MDF sont mauvaises. Pour l'impression 3D à partir de filaments, une valeur de MFI de 10 g/10 min est recommandée (Wang, 2017) à la

température d'impression. Dans notre cas, la température devra donc être ajustée pour se situer à une valeur de MFI proche de cette valeur (pour avoir une meilleure qualité d'impression) mais il apparaît d'ores et déjà que cette gamme est restreinte à la plage de température d'impression (170 - 185°C). Par rapport aux différents produits envisagés par Acta, l'impression directe par pellets, ne nécessite pas, comme dans le cas de la technologie FFF (Fused Fabrication Filament) d'optimiser l'étape de production du filament qui nécessite le contrôle du diamètre du filament.

Conclusion et perspectives

La caractérisation des sciures de MDF et dans les composites MDF/PLA avec différentes teneurs de MDF a été réalisée. L'analyse en NIRS permet, par une mesure rapide et non destructive, de différencier les lots de sciures et de sélectionner, ceux permettant d'obtenir la qualité de produit final désirée. Bien que l'enjeu final, soit la sélection des lots de sciures avant réalisation du mélange, il est nécessaire de créer un modèle de corrélation avec plusieurs types de sciures. La mesure de l'indice de fluidité à chaud du PLA mais aussi celle du composite obtenu, permet d'anticiper les difficultés d'impressions et de formulations à venir. Cependant, il est encore nécessaire de comprendre les phénomènes qui surviennent lors du mélange afin d'analyser leurs conséquences pour le produit final. Une caractérisation par imagerie peut nous permettre de mieux comprendre ces interactions charge / matrice. Une étape de formulation est nécessaire dans le but d'adapter ce matériau au cahier des charges de l'entreprise. Enfin, l'impression, bien qu'encourageante reste elle aussi à optimiser.

Références

AFNOR (2022). Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR) — Partie 1 : Méthode normale. 46 pages

Houdus C., Trarieux M. (2021). Eléments d'Ameublement : données 2020 - rapport annuel. ADEME. [Consulté le 13/09/22]. Disponible sur : https://librairie.ademe.fr/dechets-economie-circulaire/5088-elements-d-ameublement-donnees-2020.html

Joseph P.V., Oommen Z., Joseph K., Thomas S. (2002) Melt Rheological Behaviour of Short Sisal Fibre Reinforced Polypropylene Composites. Journal of Thermoplastic Composite Materials. Vol. n°15, pp. 89-114.

Mimini V., Sykacek E., Hettegger H., Fackler K., Potthast A., Rosenaut (2019). Compatibility of Kraft Lignin, Organosolv Lignin and Lignosulfonate With PLA in 3D Printing. Journal of Wood Chemistry and Technology. Vol. n°39, pp. 14-30.

R Core Team (2021). R: A Language and Environment for Statistical Computing. R Foundation for Statistical Computing. Disponible à l'adresse : https://www.R-project.org

Schwanninger M., Rodrigues J.C., Fackler K. (2011). A Review of Band Assignments in near Infrared Spectra of Wood and Wood Components. Journal of Near Infrared Spectroscopy. Vol. n°19, pp. 287-308.

Wang S. (2017) Can the melt flow index be used to predict the success of fused deposition modelling of commercial poly(lactic acid) filaments into 3D printed materials? Plastics Rubber and composites. Vol. n°47, pp. 9-16.

Influence de l'étendue de la gamme spectrale sur la performance des modèles de discrimination SPIR : cas de six espèces de *Diospyros* de Madagascar

RAOBELINA Andry Clarel[1,4], CHAIX Gilles[2,3,4], RAMANANANTOANDRO Tahiana[1]

[1]Mention Foresterie et Environnement – Université d'Antananarivo, BP 175 Antananarivo 101, Madagascar
[2] CIRAD, UMR AGAP Institut, F-34398 Montpellier, France
[3] UMR AGAP Institut, Univ Montpellier, CIRAD, Institut Agro, Montpellier, France
[4] ChemHouse Research Group, Montpellier, France
andryclarel@gmail.com

Mots clefs : Spectrométrie Proche Infrarouge, *Diospyros*, Madagascar, gamme spectrale

Introduction

Le genre *Diospyros* de Madagascar regroupe actuellement 255 espèces dont 82 sont considérées comme des grands arbres (Schatz et al. 2021). Plusieurs de ces espèces sont exploitées illégalement, ce qui a entrainé l'insertion de toutes les espèces de *Diospyros* malgaches dans l'annexe II de la Convention sur le Commerce international des espèces de faune et de flore sauvage menacées d'extinction (CITES) en 2013 (Ratsimbazafy et al. 2016). Le développement d'outil d'identification comme la Spectrométrie Proche InfraRouge (SPIR), qui permet d'identifier les ébènes malgaches à partir de leurs bois, est en cours à Madagascar (Raobelina et al 2021) pour mettre en œuvre lu plan d'action de la CITES dans l'objectif d'une exploitation et d'un commerce durable de ces espèces.

La SPIR est parmi les techniques utilisées dans l'identification des espèces anatomiquement proches et dont la commerce est réglementée par la CITES (Pastore et al. 2011, Tsuchikawa et Kobori 2015, Snel et al. 2018). Plusieurs modèles de spectromètres ont été utilisés dans la littérature dont les caractéristiques varient selon leur portabilité, leur gamme spectrale, leur résolution spectrale, etc. Plus particulièrement, l'utilisation des spectromètres portatifs s'est beaucoup développée ces dernières années (Yan et Siesler 2018, Zhu et al. 2021, Giussani et al. 2022). Ces modèles sont plus accessibles pour les pays en développement comme Madagascar étant donné qu'ils sont moins onéreux. Mais leurs caractéristiques techniques sont moins performantes que celles des spectromètres de laboratoire en présentant une gamme spectrale limitée et une résolution spectrale moindre. L'étendue de la gamme spectrale peut être également différente d'un modèle à un autre (Zhu et al. 2022). La performance des modèles d'étalonnage pourrait par conséquent varier selon des modèles de spectromètres car les informations chimiques sous-jacentes aux spectres est liée à la gamme spectrale. Peu d'études ont été publiées sur la détermination de la région spectrale idéale pour discriminer les essences à partir des spectres du bois. Ces connaissances sont pourtant importantes pour bien choisir les spécifications techniques lors de l'acquisition d'un spectromètre portable. La question principale adressée dans le cadre de cette étude est alors la suivante. Quelle est la plage idéale de longueurs d'onde dans le proche infrarouge pour discriminer les essences d'ébènes malagasy sur la base des spectres PIR de leurs bois ?

Matériels et méthodes

Collecte et préparation des carottes de bois. Les travaux de terrain ont été effectués par les botanistes de la Missouri Botanical Garden (MBG) de Madagascar dans le cadre du projet Gestion Durable des bois précieux *Dalbergia* et *Diospyros* de Madagascar (G3D) financé par l'Union Européenne et mis en œuvre par l'université d'Antanarivo. Soixante-dix-huit carottes de bois, appartenant à six espèces de *Diospyros*, ont été collectées sur 78 arbres de plusieurs aires protégées réparties dans la région Boeny et Diana (région Nord de Madagascar). Les carottes de 5 mm de diamètre ont été collectées sur toute la largeur du tronc des à 1,30 m à partir du sol, perpendiculairement à l'axe longitudinal de l'arbre. L'identification taxonomique des carottes a été effectuée par les experts taxonomistes de MBG de Madagascar et du Musée National d'Histoire Naturelle de France à travers des analyses morphologiques des organes végétatifs et reproductifs sur les herbiers.

Les carottes de bois ont été ensuite conditionnées à un taux d'humidité théorique de 12% selon la courbe d'isotherme de sorption du bois (AFNOR, 2010), en utilisant une enceinte climatique réglée à une température de 20ºC et une humidité relative de 65% afin de limiter les effets de la différence d'humidité du bois sur les spectres.

Mesure des spectres PIR. Les spectres ont été mesurés à l'aide d'un spectromètre Bruker MPA II entre 12500 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} de nombre d'ondes, correspondant à 800 – 2500 nm de longueurs d'ondes, et à une résolution de 8 cm^{-1} (Fig. 1). Six spectres ont été acquis sur la partie duramen du bois de chaque carotte dans la direction radiale afin de considérer la variabilité radiale du bois, ce qui fait un total de 468 spectres pour l'ensemble des échantillons.

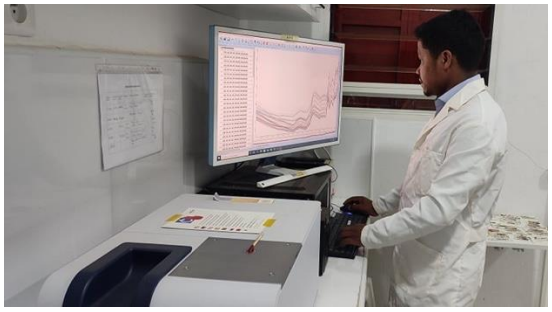


Fig. 1 : Mesure des spectres avec le Bruker MPA II

Analyse et traitement des données. Toutes les analyses et traitements ont été effectués avec le logiciel R version 4.1.2 (R core Team 2021) et le package rchemo version 0.0-17 (Lesnoff, 2021). Une analyse en composantes principales a été d'abord effectuée à partir des données spectrales $X_{(468 \times 2974)}$ prétraitées par lissage suivi d'une dérivation première (SG1 [W = 15 points]) afin d'observer, d'une part, le groupement des spectres en fonction des espèces dans le plan formé par les composantes principales (CPs) et, d'autre part, pour évaluer la contribution des différentes longueurs d'ondes dans la plage 12500 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} par les « loadings » des spectres.

Six bases de données ont ensuite été extraites à partir du jeu de données initial. La première est constituée par les données d'origine (spectres et données de références $Y_{(468 \times 6)}$), c'est-à-dire des spectres comprenant les absorbances dans toute la gamme spectrale (12500 cm^{-1} à 4000 cm^{-1}). Les cinq autres bases de données sont extraites des données originales, d'une part, sur des gammes de longueur d'onde différente selon le type de spectromètres portables existants et courants : 950-1650 correspondants aux spectromètres avec détecteur InGas et, d'autre part, sur les autres gammes correspondant aux spectromètres de la marque NIROne (Photinnov 2021, Tab. 1).

Tab. 1 : Caractéristiques des six jeux de données et résultats de classification en validation indépendante spectres prétraités par SG1 (W = 15 points)

Modèle	Données d'entrainement	Région spectrale	Nombre de carottes/nombre de spectres en [Etalonnage] et [Validation]	DVs	Acc.(%)	Rec. (%)	Prc. (%)
$PLSDA_0$	$X_{(468 \times 2974)}$ $Y_{(468 \times 6)}$	12495 – 3998 cm^{-1} 800 – 2500 nm	*D.analamerensis*[10/60][4/24]	4	72,5	75	69
			D.chitoniophora[14/84][4/24]			79	56
			D.clusiifolia [8/48][3/18]			72	72
			D.mapingo [11/66][4/24]			88	100
			D. parifolia [7/42][2/12]			8	17
			D. platycalyx [8/48][3/18]			83	100
$PLSDA_1$	$X_{(468 \times 475)}$ $Y_{(468 \times 6)}$	7407 – 6060 cm^{-1} 1350 – 1650 nm	*D.analamerensis*[10/60][4/24]	19	71,7	75	58
			D.chitoniophora[14/84][4/24]			83	95
			D.clusiifolia [8/48][3/18]			78	64
			D.mapingo [11/66][4/24]			83	80
			D. parifolia [7/42][2/12]			75	69
			D. platycalyx [8/48][3/18]			28	63
$PLSDA_2$	$X_{(468 \times 464)}$ $Y_{(468 \times 6)}$	6451 – 5128 cm^{-1} 1550 – 1950 nm	*D.analamerensis*[10/60][4/24]	5	40,9	71	47
			D.chitoniophora[14/84][4/24]			63	65
			D.clusiifolia[8/48][3/18]			17	15
			D.mapingo[11/66][4/24]			42	45
			D. parifolia [7/42][2/12]			8	9
			D. platycalyx [8/48][3/18]			17	38
$PLSDA_3$	$X_{(468 \times 372)}$ $Y_{(468 \times 6)}$	5714 – 4651 cm^{-1} 1750 – 2150 nm	*D.analamerensis*[10/60][4/24]	11	74,2	75	75
			D.chitoniophora[14/84][4/24]			100	92
			D.clusiifolia[8/48][3/18]			61	58
			D.mapingo[11/66][4/24]			79	68
			D. parifolia [7/42][2/12]			67	57
			D. platycalyx [8/48][3/18]			50	100
$PLSDA_4$	$X_{(468 \times 323)}$ $Y_{(468 \times 6)}$	5000 – 4082 cm^{-1} 2000 – 2450 nm	*D.analamerensis*[10/60][4/24]	11	99,9	100	100
			D.chitoniophora[14/84][4/24]			100	89
			D.clusiifolia[8/48][3/18]			100	95
			D.mapingo[11/66][4/24]			100	92
			D. parifolia [7/42][2/12]			42	100
			D. platycalyx [8/48][3/18]			100	100
$PLSDA_5$	$X_{(468 \times 1563)}$ $Y_{(468 \times 6)}$	10526 – 4081 cm^{-1} 950 – 1650 nm	*D.analamerensis*[10/60][4/24]	30	45,9	58	47
			D.chitoniophora[14/84][4/24]			58	54
			D.clusiifolia[8/48][3/18]			67	67
			D.mapingo[11/66][4/24]			46	42
			D. parifolia [7/42][2/12]			8	25
			D. platycalyx [8/48][3/18]			17	19

Chaque base de données a été partitionnée aléatoirement en jeux de données d'étalonnage (75%) et de validation (25%), en gardant les six spectres d'un même carotte dans un même jeu pour éviter le surajustement des modèles. Une validation croisée à 4 blocs, répétée 20 fois avec 30 Variables Discriminantes (VDs) au maximum, a été effectuée à partir de chaque jeu d'étalonnage afin d'identifier les meilleurs prétraitements et le nombre optimal de VDs correspondant au minimum d'erreur de classification. Les meilleurs modèles ont ensuite été testés pour classifier les spectres du jeu de validation. La performance des modèles a été évaluée à partir de trois métriques de classification (Lapcharoensuk et al., 2019) dont « Accuracy » qui est le pourcentage global de spectres bien classés par le modèle pour les six espèces, « Recall » qui exprime le nombre de spectres bien classés sur le nombre total de spectre pour une classe déterminée, et « Precision » qui est le nombre de spectres bien classé pour une classe sur le

nombre total de spectre prédites en tant que cette classe, elle exprime la probabilité qu'un spectre inconnu appartient à la classe prédite par le modèle.

Résultats et discussion

Exploration des données. L'allure des spectres originaux est similaire pour les six espèces de *Diospyros* (Fig. 2a). Sur la base des résultats de l'ACP, deux groupes d'espèces séparés par l'axe CP1 peuvent être observés. Les spectres de *D. analamerensis* et *D. chitoniophora* forment un groupe généralement situé dans la partie négative de CP1. Tandis qu'un deuxième groupe, formé par les spectres de *D. mapingo*, *D. parifolia* et *D. platycalyx*, se trouve dans la partie positive. Aucun groupement des spectres de *D. clusiifolia* est observé car ses spectres se chevauchent avec ceux des cinq autres espèces dans le plan CP1-CP2. Les « loadings » issu de l'ACP pour les deux premières CPs mettent en exergue la contribution des longueurs d'onde aux alentours de 4100, 4350, 4500, 4850, 5200 et 7100 cm^{-1} (Fig. 2c).

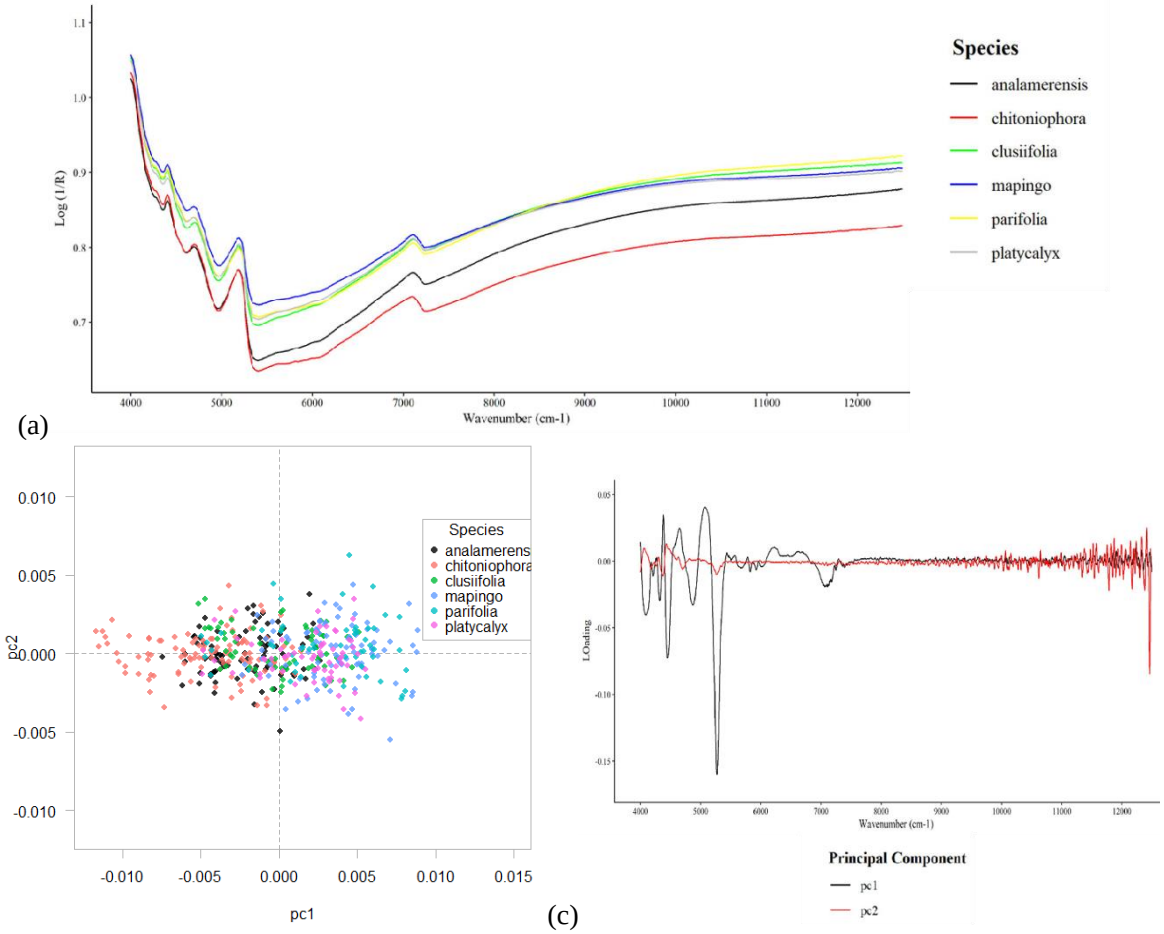


Fig. 2 : Allures des spectres bruts moyens par espèce : (a) Projections des échantillons dans le plan PC1-PC2 de l'ACP ; (b) « loadings » pour PC1 et PC2 issu de l'ACP sur les spectres.

Analyse discriminante. La performance globale des modèles varie significativement en fonction de la gamme spectrale considérée (Tab. 1). La région 5000 – 4082 cm^{-1} permet de mieux discriminer les six espèces de *Diospyros* avec une « Accuracy » de 99,9%). Les modèles basés sur les gammes spectrales supérieures à 5000 cm^{-1} sont moins performants (Tab. 1), notamment pour les modèles $PLSDA_2$(Accuracy = 40,9%) et $PLSDA_5$ (Accuracy = 45,9%) qui ont été étalonnés respectivement dans la région 6451 – 5128 cm^{-1} et 1526 – 6060 cm^{-1}. Ce résultat peut être expliqué par le fait que la région avant 5000 cm^{-1}, spécifique aux bandes de combinaisons (Schwanninger et al., 2011), est la plus informative pour le bois. Cela est confirmé par les

résultats de l'ACP qui ont mis en exergue la présence de la plupart des pics d'informations dans la région 5000 – 4000 cm^{-1}.

La performance en classification au niveau espèce varie d'un modèle à un autre. Le meilleur modèle $PLSDA_4$ est capable d'identifier correctement les carottes pour *D. analamerensis, D. chitoniophora, D. clussifolia, D. mapingo* et *D. platycalyx* car leurs spectres (dans le jeu de validation) ont été tous bien classés (Recall=100%). Pour ces six espèces, la certitude moyenne des prédictions, pour que le spectre appartienne réellement à la classe prédite par le modèle, est de 95,2%. Les prédictions ne présentent aucun risque de confusion entre elles ou avec les autres espèces pour *D. analamerensis* et *D. platycalyx* (Precision=100%). La capacité du modèle, à identifier les spectres du *D. parifolia* par rapport aux autres espèces, est pourtant plus faible (Recall=42%, Tab. 1, Tab. 2). Mais les prédictions par le modèle sont toujours certaines pour cette espèce (Precision=100%).

Tab. 2 : Matrice de confusion issue de la prédiction des spectres de validation SG1 (W = 15 points) par le modèle $PLSDA_4$

	D. analamerensis	*D. chitoniophora*	*D. clusiifolia*	*D. mapingo*	*D. parifolia*	*D. platycalyx*
D. analamerensis	24					
D. chitoniophora		24			4	
D. clusiifolia			18		1	
D. mapingo				24	2	
D. parifolia					5	
D. platycalyx						18

Conclusion et perspectives

Le choix de l'étendue de la gamme spectrale, sur laquelle les modèles de discrimination sont étalonnés, a une influence considérable sur la performance de ces derniers. La région avant 5000 cm^{-1} est la plus importante pour étalonner des modèles pour le cas des six espèces de *Diospyros* de Madagascar à partir des spectres PIR du bois. Le meilleur modèle (dans la plage de longueurs d'onde 5000 – 4082 cm^{-1}) a une performance globale de 99,9%, alors qu'elle diminue jusqu'à 40-45% pour les régions avant 5000 cm^{-1}. Tester un spectromètre PIR portable (qui couvre la région 5000 – 4082 cm^{-1} tel le NIRone 2.5 (Photinnov, 2021)), pour discriminer les six espèces de *Diospyros*, puis comparer les résultats avec ceux de la présente étude, serait intéressant dans l'avenir. Cela permettrait de renforcer le choix d'un spectromètre couvrant cette gamme pour avoir des modèles performants, et prendre en compte les caractéristiques techniques du spectromètre comme la résolution spectrale, son optique et l'éclairage.

Remerciements

Cette étude a été réalisée sous le financement de la Délégation de l'Union Européenne à Madagascar dans le cadre du programme Rindra et du projet G3D (Gestion Durable des Bois précieux *Dalbergia* et *Diospyros* de Madagascar). Les auteurs adressent leurs gratitudes à l'équipe de l'UFR Sciences du Bois de l'ESSA-Forêts, l'équipe des taxonomistes et botanistes de terrain de la MBG-Madagascar et de MNHN Paris pour leurs contributions. Les remerciements s'adressent également au CIRAD pour son appui dans le cadre de l'Actions incitatives – Appui aux doctorants du Sud.

Références

AFNOR, (2010) NF EN 1995-1-1: Eurocode 5 - Conception et calcul des structures en bois - Partie 1-1 : généralités - Règles communes et règles pour les bâtiments.

Giussani B., Gorla G., Riu J. (2022) Analytical Chemistry Strategies in the Use of Minaturised NIR instruments: An overview. Critical reviews in Anal chem 0(0):1-33.

Lapcharoensuk R., Malithong A., Thappho D., Phonpho P. (2019) Discrimination of vegetable oil types using Fourier transforms near infrared spectroscopy coupled with pattern recognition techniques, Earth and Environmental Science 301(2019): 1-6, doi:10.1088/1755-1315/301/1/012067

Lesnoff M. (2021). rchemo: Dimension reduction, Regression and Discrimination for Chemometrics. R package version 0.0-17. https://github.com/mlesnoff/rchemo

Pastore T.C.M., Braga J.W.B., Coradin V.T.R., Magalhaes W.L.E., Okino E.Y.A., Camargos J.A.A., Muniz G.I.B., Bressan O.A., Davrieux F. (2011) Near infrared spectroscopy (NIRS) as a potential tool for monitoring trade of similar woods: Discrimination of true mahogany, cedar, andiroba, and curupixá. Holzforschung 65(1):73–80. https://doi.org/10.1515/HF.2011.010

R Core Team (2021). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. https://www.R-project.org/

Raobelina A.C., Chaix G., Razafimahatratra A.R., Ramananantoandro T. (2021), Discrimination of three commercial valued *Dalbergia* species from Madagascar using Near-InfraRed-Spectroscopy, toward the development of an identification tool for supporting CITES enforcement, Virtual meeting of the ATBC; july 21-23, 2021 (oral presentation), https://www.atbc2021.org/_files/ugd/98d29f_00fc300c3a694391907f36ff13cea2ff.pdf

Ratsimbazafy C., Newton D.J., Ringuet S. (2016) The rosewood and ebony trade of Madagascar. Timber Island,Traffic report. 125 pp.

Schatz G.E., Lowry II P.P., Rakouth H.N., Randrianaivo R. (2021). Études taxonomiques du genre Diospyros (Ebenaceae) de la région malgache. VI. Nouvelles espèces de grands arbres à Madagascar. *Candollea* 76: 201–236. En anglais, résumés anglais et français. DOI: http://dx.doi.org/10.15553/c2021v762a3

Snel F.A., Braga J.W.B., da Silva D., Wiedenhoeft A.C,. Costa A., Soares R., Coradin V.T.R., Pastore T.C.M. (2018) Potential field-deployable NIRS identification of seven Dalbergia species listed by CITES. Wood Sci Technol 52(5):1411–1427. https://doi.org/10.1007/s00226-018-1027-9

Schwanninger M., Rodrigues J.C., Fackler K. (2011) A review of band assignements in near infrared spectra of wood and wood components. J Near Infrared Spec 308(19):287-308.

Yan H., Siesler H.W. (2018) Hand-held near-infrared spectrometers: State-of-the-art instrumentation and practical applications. NIR news 29(7):8–12. https://doi.org/10.1177/0960336018796391

Zhu C., Fu X., Zhang J., Qin K., Wu C. (2021) Review of portable near infrared spectrometers: Current status and new techniques; J Near Infrared Spec 0(0):1-16.

Photinnov (2021) Spectromètre Proche Infrarouge à Base de MEMS – NIRONE SENSOR S, https://photinnov.com/product/spectrometre-infrarouge-a-base-de-mems-nirone-sensor-s/, [visité le 15 Octobre 2022]

Spectrométrie Proche Infrarouge : Effet de la grandeur externe « humidité du bois » sur la performance des modèles de discrimination des espèces de bois précieux (cas de 3 espèces de *Dalbergia* de Madagascar)

RASOAMANANA Lalaina Patricia[1,4,5], CHAIX Gilles[2,3,4,5], TOMAZELO Filho Mario[4], RAMANANANTOANDRO Tahiana[1]

[1] Université d'Antananarivo, Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Département Eaux et Forêts, Antananarivo 101, Madagascar
[2] CIRAD - UMR AGAP Institut, Montpellier, France
[3] UMR AGAP Institut, Univ Montpellier, CIRAD, INRAE, Institut Agro, Montpellier, France
[4] ESALQ-USP, Wood Anatomy & Tree-Ring Lab, Piracicaba, Brazil
[5] ChemHouse Research Group, Montpellier, France
patriciarasoamanana@gmail.com

Mots clefs : spectrométrie proche infrarouge, humidité, discrimination, bois précieux, *Dalbergia*

Contexte et objectifs

Les bois précieux de Madagascar appartenant aux genres Dalbergia et Diospyros, constituent une catégorie de produits ligneux très appréciés et fortement demandés en raison de leurs qualités dont principalement la densité, la non-porosité, la durabilité et la couleur (Schuurman and Lowry 2009, Randriamalala et al. 2010 ; Barret et al. 2010, Ramananantoandro et al. 2013 ; Degen et al. 2013). Une recrudescence importante de leur exploitation illicite est observée ces dernières années malgré maintes balises réglementaires mises en place. En effet, le commerce illégal de ces bois se poursuit sans relâche, car les permis d'exploitation sont fréquemment falsifiés au niveau de l'origine ou l'identification afin de passer les points de contrôle dans les ports de transfert sans difficultés (Hassold et al. 2016). Les moyens de contrôle des agents se basent sur des connaissances très basiques sur les bois voire inexistantes. La fourniture d'outils d'identification fiables, rapides et surtout simples, ne nécessitant pas d'expertise particulière auprès de ces agents de contrôle pourrait pallier à ces problèmes.

La preuve de concept sur l'utilisation de la spectrométrie proche infrarouge (SPIR) a été démontrée depuis plusieurs années comme une méthode rapide et peu coûteuse pouvant répondre à ces attentes (Tsuchikawa and Schwanninger 2013). Elle rentre dans la catégorie de la spectroscopie vibrationnelle et elle est spécifique de la région du proche infrarouge. Néanmoins, la plupart des études effectuées sur la SPIR ont été effectuées dans des conditions parfaitement contrôlées en laboratoire. Cependant plusieurs facteurs peuvent altérer la qualité des modèles basés sur la SPIR limitant l'utilisation de cette méthode directement sur le terrain. Par exemple, dans le secteur agroalimentaire, certains auteurs ont mis en évidence que les variations de température dégradent la qualité du modèle d'évaluation (Hansen et al. 2000, Kawano et al. 1995). Büning-Pfaue (2003) a analysé les effets néfastes de l'humidité dans divers aliments sur les étalonnages utilisés dans l'industrie agroalimentaire. Pour le bois, Thygesen et Lundqvist (2000a, 2000b) ont rapporté leurs résultats sur l'impact de la température sur l'absorption du proche infrarouge dans le bois. Par ailleurs, selon encore Thygesen et Lundqvist (2000a) et Adedipe and Dawson-Andoh (2008), l'augmentation de la teneur en humidité entraîne une augmentation de l'absorbance SPIR. Les facteurs susceptibles de perturber l'étalonnage proche infrarouge dans le bois ne sont pas nécessairement les mêmes que celles affectant l'analyse SPIR dans l'industrie agroalimentaire. Le bois est un matériau

hygroscopique dont les propriétés peuvent varier en fonction de la teneur en humidité. Bien que les conditions d'analyse puissent être étroitement surveillées, la teneur en humidité du matériau utilisé peut varier considérablement, induisant ainsi des effets négatifs sur l'étalonnage proche infrarouge. L'humidité est un composant chimique du bois, mais elle peut aussi être considérée comme un paramètre physique puisqu'elle influence leurs caractéristiques (Giordanengo et al. 2008).

Cette étude tente ainsi de démontrer les effets de cette grandeur externe « humidité » sur la performance des modèles de discrimination réalisés sur des échantillons de bois dans l'optique de pouvoir utiliser cette méthode directement sur terrain. Trois espèces de Dalbergia de Madagascar ont été considérées pour la discrimination afin aussi de montrer la capacité de cette méthode à discriminer les espèces de bois précieux de Madagascar entre elles.

Matériels et méthodes

Appareil de mesure. Pour cette étude, et pour une future utilisation sur terrain, un appareil portatif a été utilisé : le DLP® NIRscan™ Nano (Texas instruments Inc.,Texas, USA). Sa gamme spectrale va de 900 à 1700 nm avec une résolution spectrale de 10nm.

Fig. 1 : DLP® NIRscan™ Nano(Texas instruments Inc.,Texas, USA)

Echantillons d'étude. L'étude s'est focalisée sur des micro-carottes de 3 espèces de *Dalbergia* de Madagascar : *Dalbergia chermezonii, Dalbergia greveana,* et *Dalbergia lemurica.* Le choix de ces espèces se justifie par leur appartenance aux deux zones d'intervention du projet FID2D (Identification sur terrain des *Dalbergia* et *Diospyros* de Madagascar) qui est financé par le WRI (World Resources Institute) dans le cadre du projet USAID Hay Tao, et par la disponibilité des échantillons de bois au sein du laboratoire. La répartition des échantillons est présentée dans le Tab. 1.

Tab. 1 : Répartition des échantillons par espèces

ESPECES	**TOTAL ECHANTILLONS**
D. chermezonii	8
D. greveana	26
D. lemurica	14
TOTAL	48

Méthodologie. Afin de considérer et pouvoir traiter les facteurs de l'humidité du bois, les micro-carottes ont été conditionnées sous différents états d'humidité : d'abord à 12% puis à 20% dans une enceinte climatique (réglée avec les paramètres résumés dans le Tab. 2).

Tab. 2 : Conditionnement du taux d'humidité de micro-carottes de bois

Etat d'humidité théorique des échantillons	**Humidité relative de l'air**	**Température**
12%	65%	20°C
20%	90%	30°C

Par la suite, comme l'enceinte climatique dont nous disposons au laboratoire ne permet pas d'amener l'humidité des échantillons de bois au-delà de 20% d'humidité, nous avons opté pour l'immersion des échantillons dans de l'eau distillée pendant un certain nombre de jours. Deux états d'humidité ont été considérés : un état directement après l'immersion donc le plus humide (HMJ1) et un autre 7 heures après séchage de l'échantillon à l'air libre (HMJ2).

Un modèle a d'abord été étalonné avec les échantillons à 12% d'humidité sur le logiciel RStudio en utilisant l'algorithme PLS-DA du package rchemo (Lesnoff 2021). Cette base d'étalonnage a été effectuée avec 75% des échantillons à stabilisés à 12% d'humidité et testée en validation indépendante avec les 25% d'échantillons restants. Différents prétraitements ont été effectués sur les spectres : Standard Normal Variate (SNV), Detrend et Dérivation de Savitsky-Golay de premier et de second ordre. Chaque prétraitement a été appliqué un par un, puis ces prétraitements ont été combinés entre eux. Le modèle issu du meilleur prétraitement, donnant l'erreur de prédiction la plus faible a été retenu. Le meilleur modèle à 12% donné par la validation indépendante a été ensuite utilisé pour prédire les échantillons à d'autres états d'humidité afin de voir les effets de ce paramètre sur la prédiction des échantillons.

Résultats et discussion

Exploration des données. Les spectres mesurés sur les mêmes échantillons de bois mais à différents états d'humidité montrent clairement qu'il y a une différence entre les spectres des mêmes échantillons à des humidités différentes (Fig. 2). Plus les échantillons contiennent d'eau, plus l'absorbance est élevée, notamment dans la région entre 1400 et 1500 nm. Les spectres correspondant à l'état HMJ1 ont les valeurs d'absorbance les plus élevées. Cette valeur de l'absorbance diminue au fur et à mesure que l'on sèche les échantillons : à l'état HMJ2, puis à 20% d'humidité et à 12% d'humidité. Cette différence des spectres mesurés à des états d'humidités différentes a été confirmée par l'analyse en composantes principales (Fig. 3). Les échantillons ayant la plus forte teneur en eau par rapport aux autres états des échantillons sont séparés par rapport aux autres états de spectres.

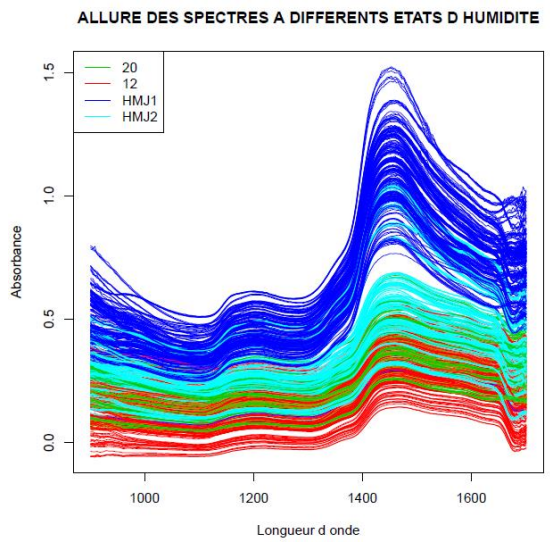


Fig. 2 : Allure des spectres des mêmes échantillons à différents états d'humidité

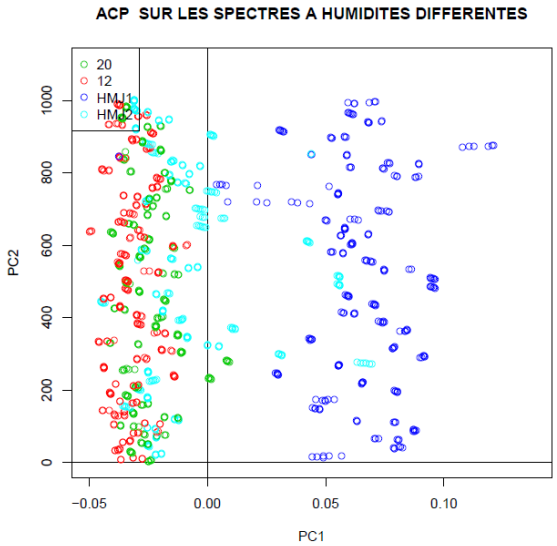


Fig. 3 : Analyse en composantes principales sur les spectres pris sous différentes conditions d'humidité avec prétraitement Savitzky-Golay de premier ordre 1 (SG1)

Performance du modèle de discrimination selon le niveau d'humidité des échantillons à prédire.

Le prétraitement des spectres donnant le meilleur modèle est la combinaison des **prétraitements SG1 (Savitsky-Golay d'ordre 1)** et **SNV (Standard Normal Variate)**. Ce modèle a donné un pourcentage de **75%** de spectres bien classés en validation indépendante sur des spectres stabilisés dans les mêmes conditions que la base d'étalonnage, c'est-à-dire à 12% d'humidité. La matrice de confusion présentant les spectres bien classés est présentée dans la Fig. 4.

	D. chermezonii	D. greveana	D. lemurica
D. chermezonii	7	0	1
D. greveana	1	33	9
D. lemurica	4	3	14

Pourcentage de spectres bien classés : 75%

Fig. 4 : Matrice de confusion des spectres prédits à 12% d'humidité

Par la suite, ce modèle a été appliqué sur les échantillons placés aux autres conditions d'humidité. Le pourcentage de spectres bien classés est passé de **69%** sur les échantillons stabilisés à 20% d'humidité, à **41%** pour les échantillons les plus humides HMJ1. Ce pourcentage atteint les **79%** pour les spectres des échantillons à l'état HJM2. Les matrices de confusion présentant les spectres bien classés par espèce pour les spectres aux différents états d'humidité sont présentées dans la Fig. 5.

	D. chermezonii	D. greveana	D. lemurica
D. chermezonii	1	0	0
D. greveana	12	72	10
D. lemurica	11	6	14

%bien classés : **69%**

A

	D. chermezonii	D. greveana	D. lemurica
D. chermezonii	20	48	18
D. greveana	0	23	0
D. lemurica	4	1	6

%bien classés : **41%**

B

	D. chermezonii	D. greveana	D. lemurica
D. chermezor	10	3	1
D. greveana	0	72	6
D. lemurica	14	3	17

%bien classés : **79%**

C

Fig. 5 : Matrices de confusion de la prédiction des spectres à différents états d'humidité (A : 20% / B : après immersion dans de l'eau distillée (HMJ1) / C : après séchage à l'air libre des échantillons immergés (HMJ2))

D'après les matrices de confusion, plus on s'éloigne de la condition du laboratoire à 12%, avec laquelle on a constitué le modèle, plus l'erreur de prédiction augmente. A 20%, les spectres bien classés diminuent à 69% (Fig. 5A), après immersion, l'erreur augmente de plus en plus et on a ainsi 40% de spectres bien classés (Fig. 5B). Etant donné, que ce pourcentage atteint 79% pour les échantillons placés dans les conditions HJM2, la teneur en eau, au moins en surface, est probablement proche des 12% d'humidité de la base d'étalonnage après séchage à l'air libre (Fig. 5C).

Cet effet de la teneur en humidité sur les caractéristiques du bois est confirmé par plusieurs auteurs. A l'exemple de Thygesen et Lundqvist (2000a)et Adedipe et Dawson-Andoh (2008), qui ont démontré que l'augmentation de la teneur en humidité entraîne une augmentation de l'absorbance en proche infrarouge et donc une altération sur les prédictions obtenues. Une revue

de Brigitte Leblon et al. (2013) présente les facteurs environnementaux (température) et ceux liés au bois comme la teneur en humidité influençant généralement les performances du modèle d'étalonnage et d'estimation par la spectrométrie proche infrarouge.

Ce paramètre est ainsi toujours à prendre en compte pour l'utilisation du modèle quand on s'éloigne des conditions de laboratoire.

Conclusion et perspectives

Il a donc été démontré que plus on s'éloigne des conditions idéales de laboratoire, plus il est difficile de faire la discrimination des espèces de bois car plusieurs paramètres y interfèrent, notamment l'humidité des échantillons de bois. Comme le but principal de l'étude est de pouvoir directement utiliser la méthode de discrimination des espèces sur terrain, l'influence de la grandeur externe telle que l'humidité sur le modèle de discrimination sera considérée et les méthodes de correction seront appliquées sur les bases de données.

Remerciements

Vifs remerciements aux 3 équipes de recherche au sein desquelles se déroulent cette étude : Laboratoire des Sciences du bois (Département des Eaux et Forêts, Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Université d'Antananarivo-Madagascar) ; Plateforme d'histocytologie et d'imagerie cellulaire végétale PHIV (UMR Agap et BPMP), Plateau de phénotypage biochimique PPB (UMR Agap), Montpellier, France. La thèse de doctorat de L.P. Rasoamanana est financée par le projet FID2D (Fied Identification of *Diospyros* and *Dalbergia*) qui est financé l'USAID (United States Agency for International Development) à travers le WRI (World resources Institute) et le projet Hay Tao, et par l'OWSD (Organization for Women in Science for the Developing World). Cette étude est rendue possible grâce au soutien du peuple américain par l'intermédiaire de l'USAID et ne reflètent pas nécessairement les vues de l'USAID ou du gouvernement des États-Unis.

Références

Adedipe, E.O., Dawson-Andoh, B. (2008) Predicting moisture con-tent of yellow-poplar (Liriodendron tulipiferaL.) veneer usingnear infrared spectroscopy. Forest Prod. J. 56:28–33.

Barrett M.A., Brown J.L., Morikawa M.K., Labat J.-N., Yoder A.D. (2010) CITES designation for endangered rosewood in Madagascar. Science, 28: 1109–1110. pmid:20508116

Büning-Pfaue H. (2003). Analysis of water in food by near infrared spectroscopy. Food chemistry. Volume 82, Issue 1, July 2003, Pages 107-115.

Degen B., Ward S.E., Lemes M.R., Navarro C., Cavers S., Sebbenn A.M. (2013) Verifying the geographic origin of mahogany (*Swietenia macrophylla* King) with DNA-fingerprints. Forensic Sci Int Genet, 7: 55–62. pmid:22770645

Giordanengo T., Charpentier J.P., Roger J.M., Roussel S., Brancheriau L., Chaix G., Baillères H. (2008) Correction of moisture effects on near infrared calibration of the analysis of phenol content in eucalyptus wood extracts. Annals of forest science, 65 (8): 803-807.

Hassold S, Lowry PP II, Bauert MR, Razafintsalama A, Ramamonjisoa L, Widmer A (2016) DNA Barcoding of Malagasy Rosewoods: Towards a Molecular Identification of CITES-Listed Dalbergia Species. PLoS ONE 11(6): e0157881. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0157881

Kawano S., Hideyuiki A., Mutsuo I. (1995) Development of a Calibration Equation with Temperature Compensation for Determining the Brix Value in Intact Peaches. Journal of Near Infrared Spectroscopy. Vol. 3,Issue 4, pp. 211-218

Leblon B., Adedipe O., Hans G., Haddadi A., Tsuchikawa S., Burger J., Stirling R., Pirouz Z., Groves K., Nader J., LaRocque A., (2013). "A review of near-infrared spectroscopy for monitoring moisture content and density of solid wood". The Forestry Chronicle, vol. 89, nº 5, 12p

Lesnoff M. (2021) R package rchemo: Dimension reduction, Regression and Discrimination for Chemometrics. https://github.com/mlesnoff/rchemo. CIRAD, UMR SELMET, Montpellier, France.

Lesnoff M.R Package Rchemo: Dimension Reduction, Regression and Discrimination for Chemometrics. Montpellier, France: CIRAD,UMR SELMET; 2021. https://github.com/mlesnoff/rchem

Ramananantoandro T., Ramanakoto M.F., Rajemison A.H., Eyma F. (2013) Relationship between density and aesthetic attributes of wood and preference of Malagasy consumers. Annals of Forest Science 70:649–658.

Randriamalala HF, Liu Z (2010) Rosewood of Madagascar: Between democracy and conservation. Madag Conserv Dev., 5: 11–22.

Schuurman D, Lowry PP (2009) The Madagascar rosewood massacre. Madag Conserv Dev 4:98–102.

Thygesen L.G. and Lundqvist S.O. 2000*a*. NIR measurement of moisture content in wood under unstable temperature conditions. Part 1. Thermal effects in near infrared spectra of wood. J. Near Infrared Spectrosc. **8**(1): 183–189.

Thygesen L.G., Lundqvist S.O. (2000b) NIR measurement of moisture content in wood under unstable temperature conditions (Part 2). Handling temperature change. Journal of Near Infrared Spectroscopy 8: 183–189.

Tsuchikawa, Schwanninger M. (2013). A Review of Recent Near-Infrared Research for Wood and Paper. Applied Spectroscopy reviews. Volume 48, 2013 - Issue 7

Prise en compte des singularités dans la modélisation du comportement mécanique du bois de construction

REBHI Amal[1], COUREAU Jean-Luc[1], CHAPLAIN Myriam[1]

[1]Institut de Mécanique et d'Ingénierie (I2M), Département Environnement et Génie Civil (GCE), Université de Bordeaux, Talence, France
amal.rebhi@u-bordeaux.fr

Mots clefs : modélisation numérique ; éléments finis ; endommagement ; rupture ; bois ; quasi-fragile ; ductile.

Contexte et objectifs

La conception des structures en bois est réalisée selon la norme Eurocode 5 pour garantir leur tenue. Elle implique essentiellement une caractérisation macroscopique du bois en intégrant l'hétérogénéité et la variabilité intrinsèque de ce matériau par des analyses semi-probalistes. En effet, le bois est un matériau fortement anisotrope, ses propriétés sont très variables et sont sensibles aux types de chargement et aux conditions environnementales. Le comportement mécanique de ce matériau est fortement influencé par les singularités de croissance et également par le mode de sollicitation par rapport aux directions d'orthotropie. En effet, les essais de rupture en flexion démontrent que la défaillance est due, dans plus de 90% des cas, à la présence de nœuds ou à la déviation de la pente du fil autour de ceux-ci.

Dans l'objectif d'améliorer la caractérisation mécanique du bois et limiter les essais de qualification, les scientifiques recherchent à développer des approches numériques pour étudier son comportement mécanique à la rupture, en prenant en compte de l'anisotropie de ce matériau et de l'influence de l'hétérogénéité induite par la présence de défauts.

La majorité des approches existantes sont principalement basées sur des critères de rupture associés au comportement élastique (Baño et al. 2011, Grazide et al. 2018, Lukacevic et al. 2019…) ; elles ont utilisé des critères de rupture élastique comme le critère de Tsai-Hill et le critère de Tsai-WU. Ces derniers permettent de déterminer la force qui correspond à l'initialisation de l'endommagement, mais ils ne sont pas capables de prédire correctement de manière précise la force de rupture et de décrire l'allure de la partie post-pic de la courbe force-déplacement. La simulation du comportement du bois nécessite alors un modèle qui prend en compte les défauts du bois, la variation de pente de fil et qui intègre l'endommagement appliqué aux matériaux anisotropes.

L'objectif principal de ce travail concerne la formalisation d'outils numériques permettant de modéliser le mécanisme d'endommagement du bois massif avec la prise en compte de ses caractéristiques hétérogènes et de l'orthotropie du matériau constitutif. Le point de départ est l'étude de lois d'endommagement quasi-fragiles (La Borderie et al 2009).

Les premières modélisations ont été développées et calées sur des résultats issus de la mécanique de la rupture mode I, II et en mode mixte sur des éprouvettes TDCB et DCB du bois parfait. Ces études ont été respectivement traitées par Sorin (2018) et Perez (2021). Ensuite le modèle a été appliqué à des essais de flexion sur du bois hétérogène (bois de construction).

Modélisation numérique

Afin de développer un modèle d'endommagement pour le bois, il faut tout d'abord déterminer les critères de rupture pour identifier l'origine de l'endommagement pour chaque type de sollicitation. Ensuite, il faut définir le comportement de la partie post-élastique par la détermination des variables d'endommagement en fonction des propriétés élastiques et de rupture du matériau. Le comportement mécanique du bois diffère selon le mode de sollicitation par rapport aux directions d'orthotropie du matériau (Fig. 1).

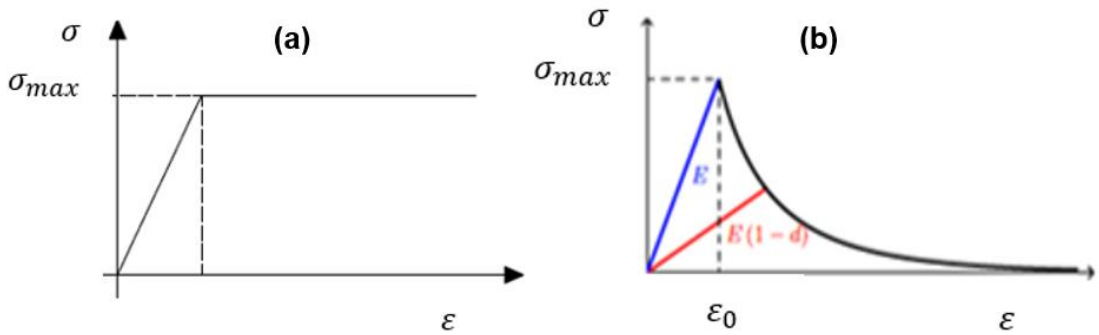


Fig. 1 : Comportement mécanique du bois selon le mode de chargement : (a) comportement en compression, (b) comportement en traction

Comportement en traction

En traction parallèle ou bien perpendiculaire au fil, le bois a un comportement quasi-fragile. En cas de traction parallèle ($\sigma_L > 0$), l'initiation d'endommagement est pilotée par la déformation dans la direction longitudinale et le critère ($F_{t,L}$) d'endommagement est donné par la relation suivante :

$$F_{t,L} = \frac{\varepsilon_{t,L}}{\varepsilon_{dt,L}} \leq 1 \tag{1}$$

où $\varepsilon_{t,L}$ est déformation dans la direction longitudinale et $\varepsilon_{dt,L}$ est la limite de déformation.

En traction radiale ou bien tangentielle ($\sigma_{R/T}>0$), l'endommagement est causé soit par les contraintes de traction ($\sigma_{R/T}$) soit par les contraintes de cisaillement ($\sigma_{LR/LT}$ et σ_{RT}) ou les deux ensembles. Le critère d'endommagement ($F_{t,R/T}$) est donné par la formule suivante :

$$F_{t,R/T} = \frac{{\sigma_{R/T}}^2}{{f_{t,R/T}}^2} + \frac{{\sigma_{LR/LT}}^2}{{f_{LR/LT}}^2} + \frac{{\sigma_{RT}}^2}{{f_{RT}}^2} \leq 1 \tag{2}$$

où $f_{t,R/T}$, $f_{LR/LT}$, f_{RT} sont respectivement la contrainte élastique limite de traction dans la direction R ou T, la contrainte limite de cisaillement dans le plan LR ou LT et la contrainte limite de cisaillement dans le plan RT.

Pour tenir compte du comportement quasi-fragile du bois en traction ainsi que des paramètres relatifs à la rupture, nous nous intéressons aux lois existant pour étudier l'endommagement des matériaux isotropes tels que la loi de Fichant et de Mazars. Ces lois utilisent l'énergie de rupture et les déformations comme paramètres principaux pour prédire le comportement du matériau. Les variables d'endommagement de traction ($d_{t,n}$) dans chaque direction d'orthotropie (n =L, R ou T), ont une forme exponentielle déterminée à travers la relation suivante.

$$\begin{cases} d_{t,n} = 1 - \frac{1}{F_{t,n}} \exp(B_n(\varepsilon_{dt,n} - \varepsilon_{t,n}) & si\ F_{t,n} > 1 \\ d_{t,n} = 0 & si\ F_{t,n} \leq 1 \\ 0 \leq d_{t,n} \leq 1 \end{cases} \tag{3}$$

où $\varepsilon_{dt,n}$ est la limite élastique de la déformation en traction dans la direction d'orthotropie n, $\varepsilon_{t,n}$ la déformation de traction dans la direction n à l'instant t du calcul, B_n un paramètre d'endommagement déterminé par la relation suivante :

$$B_{\mathrm{n}}=\frac{hE_n\varepsilon_{dt,n}}{G_{f,n}-\frac{1}{2}hE_n(\varepsilon_{dt,n})^2} \tag{4}$$

où E_n est le module d'Young dans la direction n, $\varepsilon_{dt,n}$ la limite de déformation, $G_{f,n}$ l'énergie de fissuration en traction et h est la taille de l'élément.

Comportement en compression

En compression le bois à un comportement ductile : la partie post-pic de la courbe force déplacement représente un plateau, dans ce cas les critères d'initiation d'endommagement dans chaque direction $(F_{c,n})$ sont déterminés en fonction des déformations de compression par la formule suivante :

$$F_{c,n}=\frac{\varepsilon_{c,n}}{\varepsilon_{dc,n}}\leq 1 \tag{5}$$

où $\varepsilon_{dc,n}$ est la déformation seuil de compression dans la direction n et $\varepsilon_{c,n}$ la déformation à l'instant de chargement t.

L'évolution de la variable de dommage de compression $(d_{c,n})$ est déterminée à partir de la relation suivante :

$$\begin{cases} d_{c,n}=1-\frac{1}{F_{c,n}} & if\ F_{c,n}>1 \\ d_{c,n}=0 & if\ \ F_{c,n}\leq 1 \\ 0\leq d_{c,n}\leq 1 & \end{cases} \tag{6}$$

Le bois a un comportement quasi-fragile en cisaillement, qui est dans l'approche proposée lié à son comportement en traction et en compression. En effet, la rupture parallèle au plan LR par exemple peut être causée par une tension perpendiculaire au fil (mode I), un cisaillement (mode II) ou une combinaison des deux (mode mixte). Donc, il n'est pas possible de définir des modes de défaillance distincts pour chaque direction de contrainte, il existe un couplage. Par conséquent, l'endommagement en cisaillement est déterminé en fonction de celui en traction et en compression.

Loi de comportement

La loi est basée sur le principe des déformations équivalentes et des contraintes effectives qui consiste à considérer que l'on obtient la même déformation pour le matériau sain équivalent que pour le matériau endommagé en lui appliquant la contrainte effective au lieu de la contrainte réelle :

$$\varepsilon=\tilde{\varepsilon}\quad \begin{cases} \sigma=\mathrm{C}^{\text{endommagé}}:\varepsilon & \text{matériau endommagé} \\ \tilde{\sigma}=\mathrm{C}:\varepsilon & \text{matériau sain équivalent} \end{cases} \tag{7}$$

$$\tilde{\sigma}=M(D):\sigma \tag{8}$$

où $M(D)$ est un tenseur d'ordre 4 qui dépend de variables d'endommagement en traction et en compression, défini pour l'endommagement anisotrope d'un matériau orthotrope (Murakami 2012).

Résultats

Afin d'effectuer la validation du modèle développé, les résultats expérimentaux de Sorin(2018) en mode I et II sur des éprouvettes (TDCB) d'Epicéa et les résultats de Perez en mode mixte sur des éprouvettes (DCB) de Pin maritime sont comparés aux résultats numériques. Dans un premier temps, nous avons utilisé les propriétés élastiques et mécaniques expérimentaux moyens. Dans un second temps, pour valider chaque essai, nous avons fait une comparaison courbe à courbe. Les résultats numériques sont comparés avec ceux expérimentaux, en analysant les courbes force-déplacement et les courbes de résistances (Fig. 2) pour vérifier les énergies de fissuration déclarées dans le modèle. Les courbes de résistances (courbe-R) sont déterminées à partir des courbes force-déplacement et sur la base de la mécanique élastique de la rupture équivalente (MLEReq). Elles permettent d'obtenir une estimation des propriétés de rupture et aussi des informations sur l'étendue de la zone d'élaboration de la rupture. Avec les propriétés élastiques et de rupture moyens, nous observons une bonne représentation de la loi en mode I, II et mixte (Fig. 2, 3 et 4).

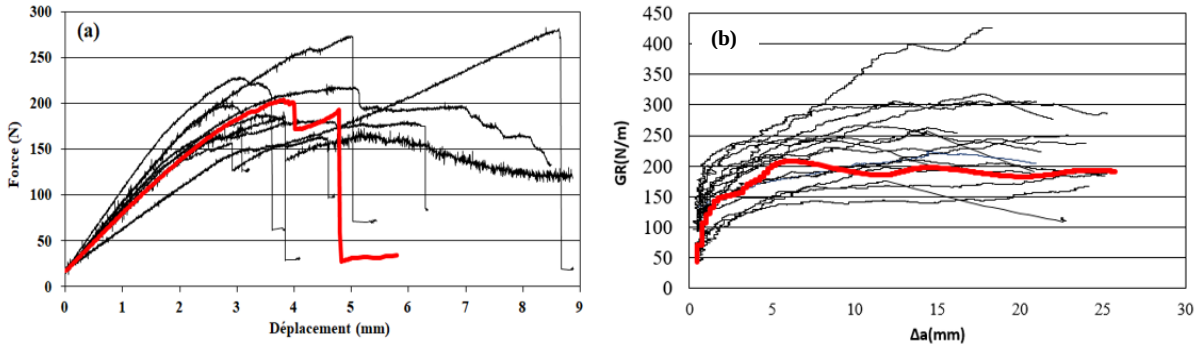


Fig. 2 : Comparaison entre résultats numériques et expérimentaux de Sorin(2018) en mode I :(a) courbes force-déplacement ; (b) courbes de résistance. Noir : résultats expérimentaux ; rouge : résultat numérique

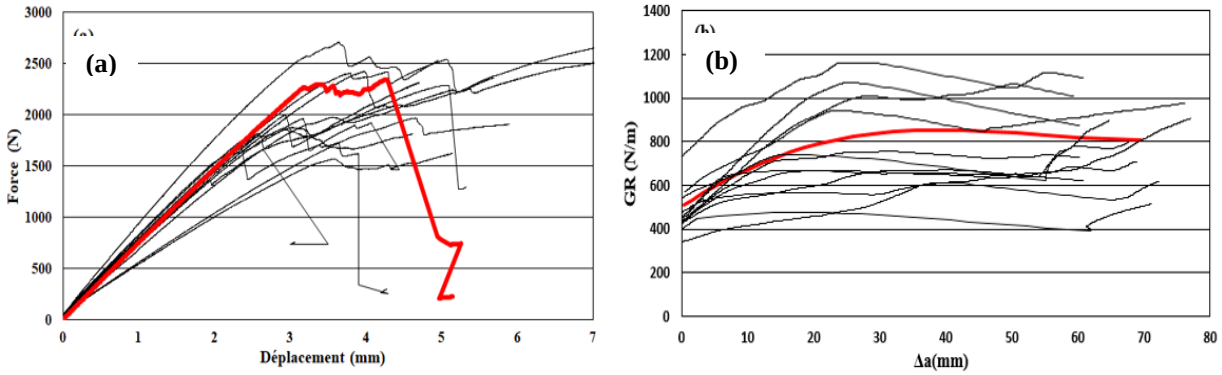


Fig. 3 : Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux de Sorin en mode II ; idem Fig. 2

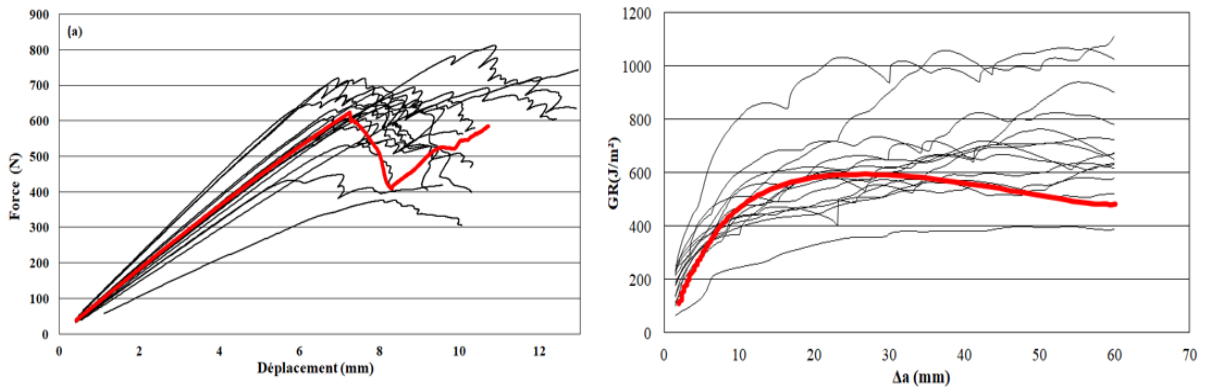


Fig. 4 : Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux de Sorin en mode mixte ; idem Fig. 2

De plus le modèle a été testé sur le bois hétérogène par des essais de flexion. La variation de la pente de fil et les paramètres géométriques des nœuds ont été déterminés expérimentalement et sont pris en compte dans la modélisation pour déterminer la variation locale des propriétés élastiques et de rupture du bois (Fig. 5). La modélisation de la pente de fil est réalisée à partir d'une procédure numérique qui est capable de lire les données expérimentales de la pente en fonction des coordonnées de chaque point de la poutre et de l'interpoler dans le maillage pour construire le champ de variation de la pente. Ensuite, les paramètres élastiques et mécaniques locaux sont déterminés par des matrices de passage calculées en fonction de la valeur de la pente dans chaque élément de maillage. En utilisant les propriétés mécaniques du bois parfait et les données expérimentales de la variation de la pente, nous avons modélisé le comportement mécanique en flexion du bois de construction. La Fig. 6 représente les courbes force-déplacement trouvées expérimentalement et par simulation numérique ainsi que le schéma de fissuration au moment de la rupture d'une poutre chargée en flexion.

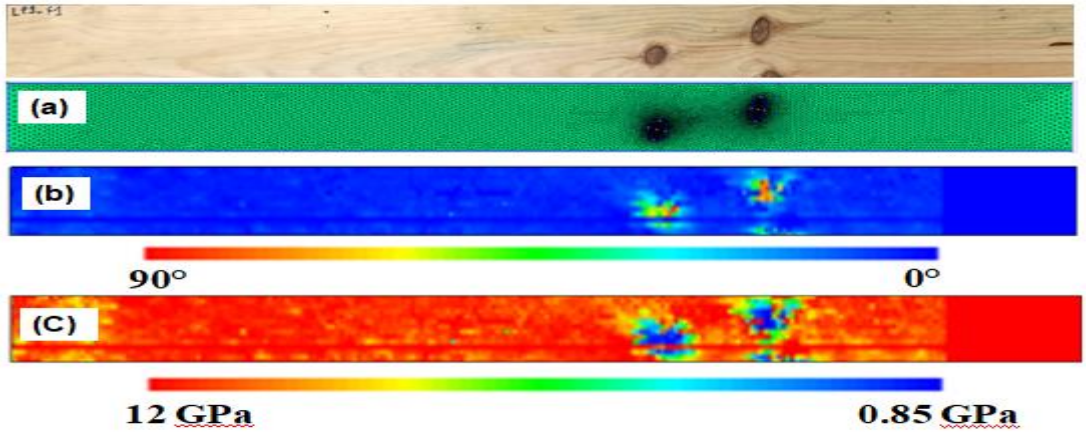


Fig. 5 : Modélisation numérique de la pente de fil : (a) Maillage par éléments finis ; (b) variation de l'angle de fil en chaque point du maillage ; (c) variation du module d'élasticité longitudinal en fonction de la pente de fil.

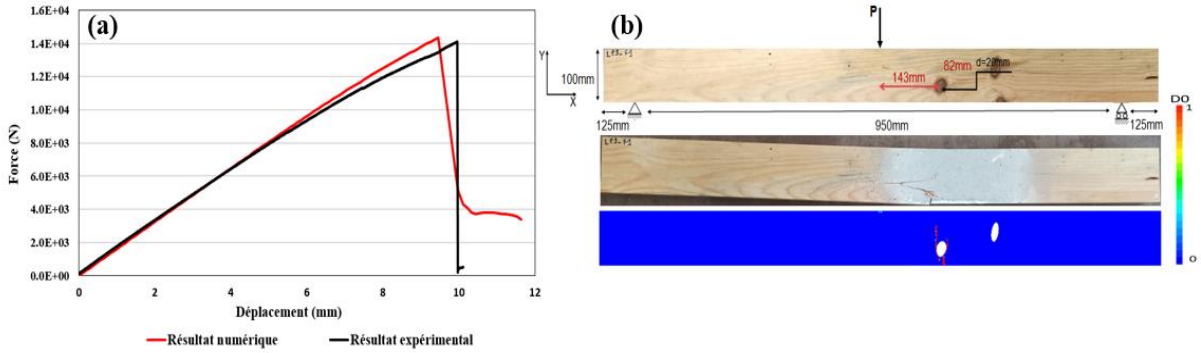


Fig. 6 : Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux pour une poutre du bois hétérogène soumise à un chargement en flexion : (a) courbes force-déplacement (b) schéma de fissuration au moment de la rupture

Conclusion et perspectives

Dans ce travail, un modèle d'endommagement anisotrope pour le bois a été développé. Le modèle proposé est capable de modéliser le comportement à la rupture du bois avec ses hétérogénéités, en implémentant les critères d'endommagement du bois suivant le mode de chargement - un comportement adoucissant du bois en traction et en cisaillement et un comportement ductile en compression. La correspondance satisfaisante obtenue entre les

résultats de simulation et les résultats expérimentaux confirme la validité de l'approche et du modèle d'endommagement proposés pour les conditions expérimentales considérées dans ce travail. Les prochains travaux consistent à étudier différentes essences du bois de construction en utilisant le modèle d'endommagement développé.

Références

Baño V., Arriaga F., Soilán A., Guaita M. (2011) Prediction of bending load capacity of timber beams using a finite element method simulation of knots and grain deviation, Biosystems Engineering 109 (4): 241-49, 9.

La Borderie C., Maurel O., Matallah M. (2009) Couplage endommagement fissuration : applications aux calculs de structures en béton armé, 19 ème Congres Français de Mécanique 936, 6.

Grazide C., Coureau J-L, Cointe A., et Morel S. (2018) Mechanical performance curves for the strength grading of maritime pine, European Journal of Wood and Wood Products 76 (3): 877-88, 12.

Lukacevic M., Kandler G.,Hu M., Olsson A., Füssl J. (2019) A 3D model for knots and related fiber deviations in sawn timber for prediction of mechanical properties of boards, Materials & Design 166 (mars): 107617.

Murakami S. (2012) Continuum damage mechanics, Vol. 185, Solid Mechanics and Its Applications. Dordrecht: Springer Netherlands, 423.

Perez C. (2021) Fissuration en mode mixte I+II du bois à différentes teneurs en eau: expérimentation et proposition d'un modèle de courbe-R, Thèse spécialité mécanique de l'Université de Bordeaux, 276.

Sorin E. (2018) Fissuration en modes mixtes dans le bois: diagnostic et évaluation des méthodes de renforcement local, Thèse spécialité mécanique de l'Université de Bordeaux, 196.

Le projet WoodConstitutiveLaws : un environnement pour capitaliser des lois constitutives compatibles avec les principaux solveurs d'éléments finis commerciaux et académiques

RIPARBELLI Lorenzo[1], HELFER Thomas[2], CHRISTOVASILIS Ioannis[3], JULLIEN Delphine[4], MAZZANTI Paola[1], UZIELLI Luca[1], GRIL Joseph[5,6], FIORAVANTI Marco[1]

[1]DAGRI, Univ. Florence, Florence, Italy
[2] CEA, DES/IRESNE/DEC/SESC, Service d'Études et de Simulation des Combustibles, Cadarache, France
[3]AETHER Engineering, Florence, Italy
[4] LMGC, Univ. Montpellier, CNRS, Montpellier, France
[5] Université Clermont Auvergne, CNRS, Clermont Auvergne INP, Institut Pascal, Clermont-Ferrand, France
[6] Université Clermont Auvergne, INRAE, PIAF, Clermont-Ferrand, France
lorenzo.riparbelli@unifi.it

Mots-clés: Comportement mécanique, bois, modèle numérique, open source, éléments finis

Contexte et objectifs

Ces récentes années, les modèles numériques dédiés au comportement du bois ont pris une grande importance à différents niveaux et échelles, tant dans la recherche que dans la conception industrielle et structurelle, ce matériau s'étant imposé comme une technologie de construction particulièrement efficace dans le domaine sismique et compatible avec un développement écologiquement durable. Parallèlement, les universités et les instituts de recherche ont développé des modèles constitutifs de plus en plus complexes pour décrire analytiquement le comportement du bois.

Nous présentons dans cette étude un outil opensource efficace et fiable, basé sur le projet MFront. Celui-ci permet, dans le contexte d'un haut niveau de validation industrielle, d'écrire de manière relativement simple mais rigoureuse des lois de comportement pouvant être utilisées directement par de multiples logiciels d'éléments finis (FEM), qu'ils soient académiques tels que Cast3M, code_aster, CalculiX, FEniCS, Europlexus, OpenGeoSys, MoFEM, ou commerciaux tels que Abaqus, Ansys, DianaFEA et bien d'autres.

Il permet donc d'écrire des lois universellement utilisables quel que soit le logiciel utilisé, directement exportables dans tous les domaines académiques, R&D et industriels où la simulation du bois et de sa dynamique complexe est essentielle.

Caractéristiques de l'outil

MFront (https://thelfer.github.io/tfel/web/) est un générateur de code open-source (Helfer, 2015) dédié à la connaissance des matériaux et développé dans le cadre du projet PLEIADES, dédié aux simulations des éléments combustibles des réacteurs nucléaires, co-développé par EDF (Électricité de France), le CEA (Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives) et Framatome. Les caractéristiques requises dans ce contexte d'utilisation de MFront peuvent être synthétisées comme suit :

  - Portabilité : les études critiques de sécurité peuvent impliquer plusieurs partenaires qui utilisent différents solveurs pour une évaluation et une révision indépendante.

- La maintenabilité au fil des décennies : certaines études critiques pour la sécurité peuvent être utilisées pour concevoir des bâtiments, des usines ou des systèmes technologiques pour des périodes d'exploitation de plusieurs décennies ou plus. Au cours de ces périodes, les solveurs et les connaissances matérielles évolueront. Cependant, les études critiques de sécurité doivent rester accessibles et reproductibles.
- Intégration continue et tests unitaires : chaque implémentation fait l'objet de tests unitaires associés qui permettent de vérifier la non-régression des résultats à mesure que MFront évolue.
- Documentation : le projet peut générer la documentation associée aux différentes implémentations d'une manière automatisée.

Le projet en question, dont le nom est **WoodConstitutiveLaws**, est un logiciel libre et opensource, qui sera bientôt publié sous une licence ouverte, dérivé d'un projet appelé MFrontGallery (Helfer, in publication) qui vise à capitaliser des lois de comportement écrites avec le logiciel MFront.

L'ensemble des lois constitutives de base applicables au bois sont les suivantes :

  - Élasticité orthotrope, avec la possibilité de la rapporter à des coordonnées cylindriques
  - Plasticité orthotrope
  - Viscoélasticité orthotrope
  - Viscoplasticité orthotrope

Il est facile d'étendre chacune de ces formulations aux déformations finies.

Discussion

L'objectif de cet article était de présenter un projet opensource concernant une méthode alternative, efficace, fiable et performante pour l'écriture de lois constitutives pour le bois. Comme tout projet opensource, une base solide d'utilisateurs est nécessaire pour son développement : c'est ce que nous voulons réaliser, susciter l'intérêt de la communauté scientifique à son égard.

En effet, une faiblesse inhérente à de nombreuses études sur les lois constitutives est qu'elles restent souvent confinées dans le cadre d'une thèse ou d'un doctorat sans être ensuite exportées dans le domaine de l'industrie ou en tout cas vers une utilisation plus massive. L'implémentation des lois de comportement devient d'autant plus précieuse qu'il existe une possibilité de les utiliser dans des solveurs complexes, par exemple dans le contexte de l'analyse structurelle en génie civil. On peut également envisager de les coupler à des méthodes complexes telles que les simulations multiphysiques, les sous-structures ou les contacts non linéaires avec frottement.

Un autre aspect à ne pas sous-estimer est le besoin de transparence dans le secteur. Le bois devient de plus en plus important comme matériau de construction pour les bâtiments stratégiques (écoles, hôpitaux, etc.). En outre, il joue un rôle fondamental dans le patrimoine culturel, dont la préservation est de première importance. Il est donc essentiel que toutes les lois constitutives utilisées dans la simulation et la conception soient vérifiables par une large communauté, que leurs résultats soient reproductibles dans le temps, et utilisables dans tous les solveurs d'intérêt. D'autres secteurs, comme ceux de l'énergie et du nucléaire par exemple ou

les géo-sciences, ont déjà emprunté cette voie dans le passé, d'où le développement de codes opensource totalement transparents, tels ques code_aster, Cast3M, MFront, Syrthes, code_saturne et bien d'autres, dont les simulations peuvent être reproduites par n'importe qui. Nous pensons que, pour certains domaines des sciences du bois, cette ligne de conduite pourrait apporter de la valeur au secteur à l'avenir.

References

Helfer T., Michel B., Proix J.M., Salvo M., Sercombe J., Casella M. (2015) Introducing the open-source mfront code generator: Application to mechanical behaviours and material knowledge management within the PLEIADES fuel element modelling platform, Computers and Mathematics with Applications. 70 (2015) 994–1023. https://doi.org/10.1016/j.camwa.2015.06.027.

Architecture et développement territorial soutenable en Auvergne-Rhône-Alpes : le cas de la filère bois local (HaDEcoT-Bois)

RODRIGUES-SOARES David, JOFFROY Thierry, SIEFFERT Yannick

AE&CC-ENSAG-UGA, 3SR
soares.d@grenoble.archi.fr

Mots clefs : architecture ; construction ; soutenabilité ; filière locale ; bois

Contexte et objectif

Comment mieux valoriser l'usage du bois d'œuvre local dans une logique de soutenabilité et de transition socio-écologique ?

Le projet HaDEcoT-Bois lancé début 2020, porte sur la filière bois de construction comme potentiel de développement économique des territoires d'Auvergne-Rhône-Alpes, riches en ressources forestières et possédant déjà un tissu entrepreneurial dans ce secteur. Ce projet est porté par le Laboratoire Architecture, Environnement et Cultures Constructives (AE&CC) de l'École Nationale Supérieure d'Architecture de Grenoble (ENSAG), membre de l'Université Intégrée UGA, lauréat de l'appel à projet Pack Ambition Recherche de la Région Auvergne Rhône Alpes. Ce projet est réalisé en partenariat avec le laboratoire Sols Solides Structures Risques (3SR) (CNRS/G-INP/UGA), et avec de nombreux acteurs déjà impliqués à différents niveaux de la réflexion autour de la filière : institutionnels, organismes représentants les milieux professionnels et des acteurs socio-économiques de la filière.

Le caractère environnemental du bois dans le bâtiment, bien que positif, nécessite un regard fin sur les processus de transformation de la ressource naturelle en matériaux et sur les transports qui impactent son bilan carbone, conduisant alors à un regain d'intérêt pour les circuits courts. Mais force est de constater que malgré les efforts faits par nombre d'institutions créées en appui à la filière, l'usage des bois locaux en circuit court reste confidentiel (Buclet 2011, Pecqueur et Nadou, 2018, Courtonne 2016, Lenglet et al. 2017). La question reste donc posée de l'amplification des initiatives existantes encore trop marginales.

L'objectif de ce travail de recherche est de comprendre les différentes formes possibles de montage de projet et les différentes options de systèmes constructifs permettant l'usage des bois locaux, dans une logique de valorisation soutenable des ressources. Au-delà de la question de la mise en œuvre, ce travail questionne également les modes de gestion des forêts, les outils de la transformation et les stratégies de développement de la filière bois construction.

Matériel et méthode

Le principe fondamental adopté pour ce projet de recherche est un travail itératif réalisé à partir des questionnements des acteurs socio-économiques partenaires en adéquation avec la demande sociale, pour explorer les besoins d'acquisition de connaissances et de savoir-faire.

L'axe principal d'investigation porte sur une analyse comparée des cultures constructives et des dynamiques au sein de trois territoires régionaux possédant des filières bois avec différents niveaux de développement, part de marchés, nombre et échelles d'entreprises : l'Isère, l'Ardèche et le Puy-de Dôme.

Des axes secondaires sont développés sur la caractérisation mécanique, sur l'empreinte carbone et l'analyse du maillage territorial.

Un post-doctorant est associé à ce travail pour une comparaison des dynamiques de la région Auvergne-Rhône-Alpes avec celles d'autres régions en France et en Europe (Mazel, 2020).

Résultats et discussion

Dans un contexte d'accélération exponentielle du dérèglement climatique et de disparition massive d'espèces (Barrau, 2019), un regard rétrospectif a été réalisé afin de mieux appréhender le lien entre la gestion des ressources, l'évolution des outils, les systèmes constructifs, les réseaux d'acteurs mobilisés dans l'acte de construire et l'incidence des choix sur notre environnement.

De la main au silex, jusqu'aux outils assistés par ordinateur, les modes de transformation de la matière brute jusqu'aux produits ligneux de construction ont considérablement évolué et ce de manière exponentielle au cours du dernier siècle.

Un regard croisé sur le perfectionnement des outils à travers les périodes charnières de l'Histoire permet d'identifier des liens entre les modes de gestion des forêts, les systèmes constructifs, les stratégies de développement. Les premiers résultats observés peuvent nous aider à éclairer les choix des concepteurs et des maîtres d'ouvrages, afin de renforcer un maillage territorial des acteurs du secteur de la construction bois, tout en favorisant un développement soutenable.

A l'heure où l'énergie grise, les circuits courts, l'impact des processus d'exploitation, de transformation et de transport pèsent sur l'équilibre environnemental, les « bénéfices carbone » des constructions bois sont à considérer finement au regard de l'évolution des outils.

L'industrialisation récente n'est pas totalement satisfaisante. Le modèle industriel a causé une partie des problèmes que nous essayons de résoudre aujourd'hui (Troussard, 2022). Même si l'industrialisation permet de nouvelles choses, nous ne pouvons pas nous limiter à cela.

Il existe aujourd'hui un important potentiel de complémentarités entre les divers outils de la filière bois construction. La question des échelles de récolte et de production est centrale et avec elle des intérêts qui répondent à la diversité des marchés. Des produits standardisés issus des grandes unités de production aux découpes sur liste ou à façon, permises par des unités mobiles au plus proche des chantiers, la filière dispose d'un panel d'outils qu'il convient fort probablement de renforcer et non pas d'uniformiser.

Conclusion

L'équilibre économique, social et environnemental dépend de notre capacité future à mettre en œuvre « les bons bois aux bons endroits » en fonction des besoins de chaque cas particulier qui seront matérialisés par un acte architectural. Le niveau de transformation des bois nécessaire à l'accomplissement d'un ouvrage, implique un certain processus, mobilise des ressources matérielles, humaines et naturelles différentes. La constitution de connaissances partagées entre les acteurs de la filière bois construction, les maîtres d'ouvrage et les équipes de maîtrise d'œuvre, est nécessaire pour retrouver un équilibre entre les outils, l'architecture et l'environnement.

L'essentiel des bois d'œuvre aujourd'hui utilisé dans la construction sont des résineux, issu d'un modèle économique, allant de la gestion forestière, à la transformation et à la mise en œuvre, alors que les résineux restent minoritaires dans les forêts. Ce modèle développé jusqu'aujourd'hui, trouve ses limites dans les plantations mono-spécifique qui sont plus sensibles au réchauffement climatique et à ces incidences (Morin et al., 2018).

Il est donc nécessaire et urgent de favoriser le développement d'un nouveau modèle socio-économique soutenable, intégrant plus de diversité dans la gestion des ressources, qu'elles soient naturelles, matérielles ou humaines et d'encourager l'innovation autour d'une architecture utilisant une plus grande diversité de bois et si possible moins transformé. L'innovation est nécessaire à la fois sur, les modes de gestion des forêts et de récoltes, les outils de transformation, afin qu'ils soient aussi bien adaptés aux résineux qu'aux feuillus et aux gros bois et enfin au niveau de l'ingénierie et de l'architecture qui nécessite de retrouver une adéquation avec la diversité des ressources locales.

Bibliographie

Barrau A. (2019) Le plus grand défi de l'histoire de l'humanité : Face à la catastrophe écologique et sociale, éd. Michel Lafon, 213 p. ISBN 978-2-7499-4058-8

Buclet N. (2011) Écologie industrielle et territoriale : stratégies locales pour un développe-ment durable. Villeneuve d'Ascq, France : Presses universitaires du Septentrion, 2011. 309 p. ISBN 978-2- 7574-0331-0.

Courtonne J.Y. (2016). Evaluation environnementale de territoires à travers l'analyse de filières : la comptabilité biophysique pour l'aide à la décision délibérative [en ligne]. http://www.theses.fr/2016GREAG004 (Consulté le 11 octobre 2022).

Lenglet J., Courtonne J.Y., Caurla, S., (2017). « Material flow analysis of the forest- wood supply chain: A consequential approach for log export policies in France ». In: Journal of Cleaner Production. 1 août 2017. Vol. 165, p. 1296 - 1305. DOI 10.1016/j.jclepro.2017.07.177.

Morin X., Fahse L., Jactel H., Scherer-Lorenzen M., Garcia-Valdés R., Bugmann H. (2018) Long-term response of forest productivity to climate change is mostly driven by change in tree species composition. Nature Scientific Reports. 8, 5627.

Mazel Y. (2020) Reproductibilité des projets architecturaux en bois local dans les territoires vosgiens : édifices exemplaires et modalités de reproduction de l'approvisionnement en grumes et des procédés constructifs, Actes des 9èmes Journées Annuelles du GDR3544 Sciences du bois, 18-20.11.20, Grenoble (à distance), p. 188-191.

Pecqueur, B., Nadou, F. (2018) Dynamiques territoriales et mutations économiques : transition, intermédiation, innovation. Paris, France : L'Harmattan. 290 p. ISBN 978-2-343-14304-0.

Troussard, X. (2022) Le nouveau Bauhaus européen, Culture et Recherche n°142, 45-46.

Charcoal And Wooden Artefacts In Archaeological Assemblages

DEBORAH Roversi[1,2]

[1] Department of Chemistry, University of York, YO10 5DD, UK
[2] Université Côte d'Azur, CNRS, CEPAM, UMR 7264, 06300 Nice, France
deborah.roversi@york.ac.uk

Keywords: Archaeological wood; preservation; conservation; charcoal

Context and objectives

Although wood is in itself a very durable organic material, deposition within the ground for a considerable amount of time challenges its survivability (Florian 1989). For these reasons, archaeological wooden remains are quite rarely discovered, evidenced also by their rarity in museums. However, some burial environments, such as waterlogged conditions, characterised by relatively low temperatures and limited oxygen concentrations, are able to prevent or reduce the action of most degrading agents such as bacteria and fungal colonies (Blanchette 2000). These particular burial conditions have allowed timber and wooden objects to survive for considerable periods of time (López-Bultó and Piqué Huerta 2018, Ramseyer and Vonlanthen 1987). Some of the oldest wooden archaeological artefacts recovered and conserved in museums originate from such environments, which can range from wet soil underground (High 2014) to deep-sea shipwrecks (Fors et al. 2011). As long as the wood remains in that aqueous environment, the cavities are filled with water, aiding the physical preservation of the structure (Kaye 1995). Once archaeological wood is exposed to air, the subsequent water evaporation can lead to the collapse of the wood cavities, with drastic three-dimensional changes, structural distortions and cracking as a result (Babiński et al. 2019)

The chemical and physical state of archaeological wood may vary from near normal to disintegration. This may depend on a number of factors, such as wood species (Vecchio et al. 2006), the history and use and fabrication, the time buried, and the burial environment (High 2014, Björdal and Nilsson 2008). In this context, the development of conservation treatments aiming to preserve the wood structure represents an important research field for safeguarding precious archaeological finds. Conservation science has developed over the last century to optimise methods to enable the preservation of wooden artefacts, as well as enable their display. With advances in the understanding of wood decay processes and materials development, it has been possible for conservation treatments to evolve, providing more suitable and even more adaptable materials for the conservation of degraded wood (Broda and Hill 2021).

Today, one of the most widespread protocols for preserving waterlogged archaeological wood is polyethylene glycol (PEG) treatment followed by freeze-drying (Grattan and Clarke 1987). Nevertheless, this conservation strategy suffers from serious drawbacks, including handling costs and moisture sensitivity, which makes the monitoring of preservation conditions crucial (Glastrup et al. 2006). Furthermore, the extraction of archaeologically relevant information can be impacted once the artefact has been treated (Bruhn et al. 2001, Brock et al. 2018). For these reasons, only a small proportion of the waterlogged wood artefacts found are actually excavated and exhibited, and *in situ* preservation chosen in the majority of cases (Caple 1994, Broda and Hill 2021).

One of the aims of this PhD project is to investigate the degradation processes of waterlogged wood to assist in the design of possible conservation treatment. Testing new generation materials and evaluating how they react along with wood to the surrounding environment.

Material and methods

Materials. In this first year, some reference materials were collected from the surrounding area of York (UK); wood taxa collected: ash, beech, birch, chestnut, cherry, lime, oak, pine, poplar, willow. These samples will be used to construct a database to be kept for comparison with archaeological sample data. To detect how the degradation affects different species the reference would be analysed with different techniques such as ATR-FTIR and morphologically characterized by SEM. Other techniques would be applied if it is deemed necessary.

Some experimental charcoal samples were also collected from CEPAM. These comprise: charcoal obtained from different taxa and charring temperature, charcoal obtained from wood previously attack by different fungal species; charcoal subjected to successive freeze-thaw and wet-dry cycles.

Archaeological samples: wood from timbers and artefacts recovered from the wrecks of the London (Thames Estuary; sank in AD 1665) and the Rooswijk (Goodwin Sands; sank in AD 1740)

ATR-FTIR. Samples were first oven dried at 90°C for 24 hours and allowed to cool to room temperature, with no further preparation. Analysis was carried out directly on the surface of the sample using a Perkin Elmer Spectrum 100 FTIR instrument equipped with a DTGS detector, with an Attenuated Total Reflectance (ATR) diamond-ZnSe crystal accessory. Spectra were recorded at a resolution of 4 cm^{-1} between 650 and 4000 cm^{-1}, using an averaged 64 scans with automatic background subtraction. Data were processed using Spectragryph version 1.2 open-access software. Spectra were first individually baseline corrected using an adaptive baseline, and then normalised such that the intensity of the highest peak was 1.

Principal component analysis; PCA. Unsupervised pattern recognition analysis of ATR spectral data was performed by principal component analysis (PCA, Nipals algorithm) on the observation matrix from in the range of 3600-800 cm^{-1}. Different data treatments were experimented. The software used was XLSTAT 6.0 (Addinsoft, Paris, France).

SEM and EDX. The imaging was performed with Hitachi TM3000 Scanning Electron Microscope (SEM).The characterization was realized by ESEM Microscope-type coupled to an X-ray microanalyzer "EDAX" and equipped with a secondary electron detector (SED), a backscattered electron detector (BSED)

First results / expected results

ATR-FTIR. In Fig. 1, some historical (The London and Rooswjik shipwrecks) archaeological (Bronze age Must farm boat) and fresh samples (oak) are compared. Tab. 1 reports some of the bands considered to assess the preservation status.

Loss or depletion of cellulose is evident for all the archaeological samples since the loss or decreasing of the 1156cm^{-1} band due to cellulose breakdown. Severe loss of the methoxy group typical of lignin plus the lack of the 1506 cm^{-1} band suggests a severe lignin degradation for the *London_3297*.

Moreover, the simultaneous occurrence at about 1400 cm^{-1} and 1587 cm^{-1} is associated with the vibration of carboxylates. Sound wood does not usually show signals associated with these groups. This suggests that these compounds containing carboxylate groups are constituted by altered cellulose.

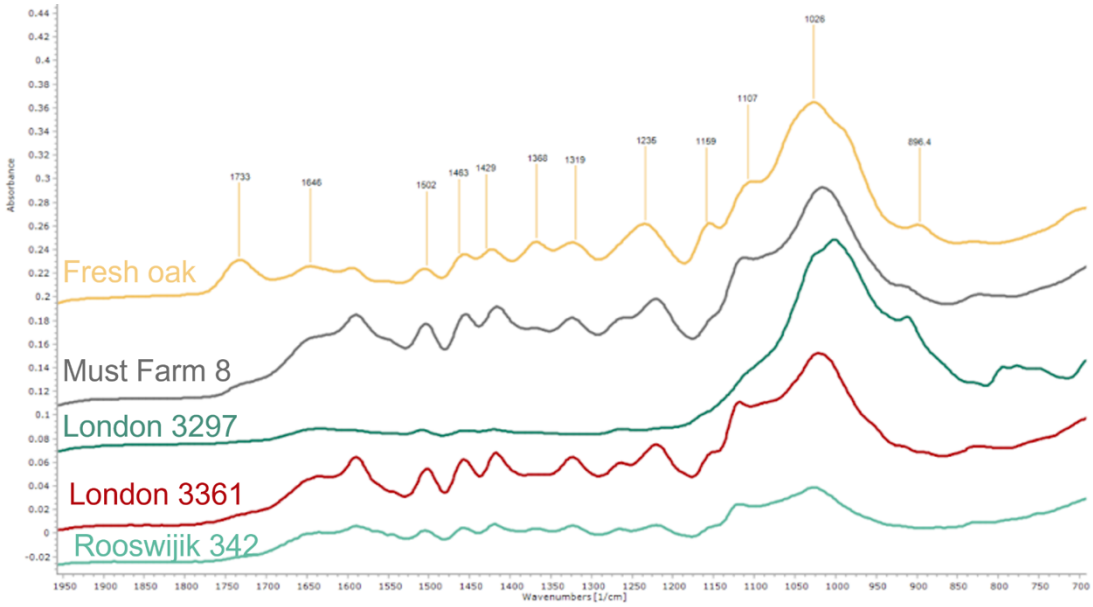


Fig. 1: Comparison of ATR spectra of sound oak wood (yellow), wood from Mustfarm boat(grey); *the London* (teal and red) and *Rooswijk* (green) shipwreck.

Tab. 1 : Main bands considered for assessing the preservation status of the wood remains

Band cm^{-1}	Assignment	Fresh oak	London 3297	London 3361	Rooswijk 342	Mustfarm boat 8
1733	C=O, hemicellulose, acetyl	x	/	/	/	/
1593+1412	Conjugated C=O	x (s)	/	x	/	x
1506	C=C, lignin	x	/	x	x	x
1368	C-H, cellulose	x	/	/	x	/
1235+1265	O-CH_3, lignin	1236	/	x	x(s)	x
1156	C-O-C, cellulose and lignin	x	/	x	/	x
1026	C-O	x	x	x	x	x
895	C-H, lignin	x	x	/	/	/

x:present; **x(s)**:present but small; /: absent

Conclusion and perspectives

Conservation Studies: After characterizing the chemical composition of the archaeological wood including the characterisation of possible contaminants species (e.g metal compounds or bacterial colonies). The aim of the second part of the project would be to try out some of the new-generation materials for wood treatment (such as chitosan, 2-ethyl cellulose…) characterizing their chemical behaviour after exposure to different environmental stresses (e.g., UV light, the rise of %RH and temperature etc.) to identify the strengths and the potential weakness of each material. Ideally, that would need different types of wood in terms of taxa

and degree of degradation in order to assess whether some materials are more suitable for a specific situation than others are.

Charcoal analysis: Currently, analysis of archaeological charcoal is based mostly on characterisation at the morphological level, anyway, some information remains hidden. For this project, I'll try to apply some molecular characterization to this material to understand if any and what information could be gained.

References

Babiński L., Fabisiak E, Zborowska M., Michalska D., Prądzyński W. (2019) Changes in oak wood buried in waterlogged peat: shrinkage as a complementary indicator of the wood degradation rate. European Journal of Wood and Wood Products 77 (4): 691–703.

Björdal C.G., Nilsson T. (2008) Reburial of shipwrecks in marine sediments: a long-term study on wood degradation." Journal of Archaeological Science 35 (4): 862–72.

Blanchette R.A. (2000) A review of microbial deterioration found in archaeological wood from different environments." International Biodeterioration & Biodegradation 46 (3): 189–204.

Brock F., Dee M., Hughes A., Snoeck C., Staff R., Bronk Ramsey C. (2018) Testing the effectiveness of protocols for removal of common conservation treatments for radiocarbon dating. Radiocarbon 60 (1): 35–50.

Broda M., Hill C.A.S. (2021) Conservation of waterlogged wood—Past, present and future perspectives. Forests, Trees and Livelihoods 12 (9): 1193.

Bruhn F., Duhr A., M. Grootes P.M., Mintrop A., Nadeau M.-J. (2001) Chemical removal of conservation substances by "Soxhlet "-type extraction. Radiocarbon 43 (2A): 229–37.

Caple C. (1994) Reburial of waterlogged wood, the problems and potential of this conservation technique. International Biodeterioration & Biodegradation 34 (1): 61–72.

Florian M.-L. E. (1989) Scope and history of archaeological wood. In Archaeological Wood. Advances in Chemistry. American Chemical Society. 225:3–32

Fors Y., Jalilehvand F., Sandström M. (2011) Analytical aspects of waterlogged wood in historical shipwrecks. analytical sciences: The International Journal of the Japan Society for Analytical Chemistry 27 (8): 785–92.

Glastrup J., Shashoua Y., Egsgaard H., Nordvig Mortensen M. (2006) Degradation of PEG in the warship Vasa. Macromolecular Symposia. 238 (1): 22–29.

Grattan, D.W., Clarke R.W. (1987) 9 - Conservation of waterlogged wood. in conservation of marine archaeological objects, Colin Pearson (ed), 164–206. Oxford: Butterworth-Heinemann.

High K. (2014) Fading star: understanding accelerated decay of organic remains at star carr." Phd, University of York.

Kaye B. (1995) Conservation of waterlogged archaeological wood. Chemical Society Reviews 24 (1): 35.

López-Bultó O., Piqué Huerta R. (2018) Wood procurement at the early neolithic site of La Draga (Banyoles, Barcelona). Journal of Wetland Archaeology 18 (1): 56–76.

Ramseyer D., Vonlanthen D. (1987) Archaeology and waterlogged wood. Museum International 39 (1): 18–25.

Vecchio S., Luciano G., Franceschi E. (2006) Explorative kinetic study on the thermal degradation of five wood species for applications in the archaeological field. Annali Di Chimica 96 (11-12): 715–25.

Tensio-bioactifs xylo-sourcés : hémisynthèse, caractérisations physico-chimiques et biologiques

RUIZ Maria-Celeste[1], BLIN Jean-Luc[2], GERARDIN-CHARBONNIER Christine[1]

[1]Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMaB), Faculté des Sciences et Technologies, Université de Lorraine, Boulevard des Aiguillettes, BP 70239,54506 Vandoeuvre-lès-Nancy cedex, France
[2]Laboratoire Lorrain de Chimie Moléculaire (L2CM), Faculté des Sciences et Technologies, Université de Lorraine, Boulevard des Aiguillettes, BP 70239,54506 Vandoeuvre-lès-Nancy cedex, France
maria-celeste.ruiz@univ-lorraine.fr

Mots clefs : polyphénols ; extractibles du bois ; hémisynthèse ; autoassemblages ; propriétés antibactériennes ; antibiorésistance

Contexte et objectifs

L'émergence de la résistance des bactéries aux antibiotiques avec une fréquence croissante dans les hôpitaux et la communauté en général est un problème de santé publique mondial. Ce phénomène a été associé à l'utilisation intensive d'agents antimicrobiens et à l'interruption des traitements tant chez l'homme que chez l'animal (Mora-Pale et al 2015). Depuis plus de quinze ans, les scientifiques mettent en garde contre l'apparition d'une résistance cliniquement significative, ce qui rend nécessaire la recherche de nouveaux médicaments pour combattre la génération actuelle de pathogènes résistants (Clardy et al 2006).

Par ailleurs, les industriels utilisant des composés issus de la pétrochimie, sont intéressés par la sécurité et la diversification de plus en plus de leurs sources d'approvisionnement, ce qui a entraîné depuis quelques années un intérêt croissant des acteurs du secteur à rechercher des solutions alternatives (Appert et Alario 2013). Dans ce contexte la recherche en chimie du bois est en plein essor depuis un peu plus de 5 ans. Son but est d'obtenir des molécules qui puissent devenir des nouveaux matériaux, des outils biotechnologiques ou être utilisées dans l'industrie, et donc être valorisées (Tisserand 2020), en mettant l'accent sur l'utilisation de sous-produits ou de déchets du bois, ce qui permettrait une valorisation à plus haute valeur ajoutée.

Parmi les composés du bois qui peuvent être valorisés se trouvent les extractibles. Leur quantité dans le bois peut varier de 1 à 20 % selon les espèces et la position à l'intérieur de l'arbre (Walker 2006, Kebbi-Benkeder 2015). Un type d'extractible d'intérêt particulier sont les polyphénols ou composés phénoliques, les principaux métabolites secondaires des plantes. Ils se caractérisent par la présence d'au moins un cycle aromatique avec un ou plusieurs groupes hydroxyles, les rendant très diversifiés, structurellement et fonctionnellement (Thompson et Collins 2013). Les polyphénols naturels possèdent de nombreuses activités importantes, telles que les propriétés antioxydantes, cardioprotectrices, anticancéreuses, anti-âge, anti-inflammatoires et antimicrobiennes.

Concernant les propriétés antibactériennes, la(s) position(s) et le nombre de groupes phénoliques des polyphénols sont liés à la toxicité qu'ils provoquent sur les micro-organismes (Coppo et Marchese 2014). Un grand nombre d'auteurs s'accordent à dire qu'ils provoquent soit une altération des protéines cellulaires soit une inhibition des enzymes de la membrane et une perturbation de la membrane bactérienne liée aux changements physiologiques et morphologiques, ce qui produit une fuite des composés intracellulaires (Yi et al 2014, Chen et

al 2017, Fei et al 2018, Yang et Zhang 2019, Scicutella et al 2021). Ils présentent aussi une activité synergique avec des antibiotiques traditionnels, ce qui peut renforcer leur efficacité, diminuer leur dose et donc réduire leurs effets indésirables (Li et al 2014).

La catéchine et l'acide gallique (Fig. 1) sont deux polyphénols qui se trouvent en quantité importante dans les extraits du bois et qui possèdent une notable activité antibactérienne. La catéchine peut inhiber la croissance bactérienne en utilisant différents mécanismes tels que l'inhibition de la synthèse des acides nucléiques et l'inhibition des fonctions de la membrane cytoplasmique (Coppo et Marchese 2014). Ceci peut être dû à sa liaison aux protéines extracellulaires (Scicutella et al 2021) ou à une altération des protéines cellulaires (Chen et al 2017). L'acide gallique provoque élargissement cellulaire et rupture de la paroi cellulaire et de la membrane bactérienne (Thompson et Collins 2013).

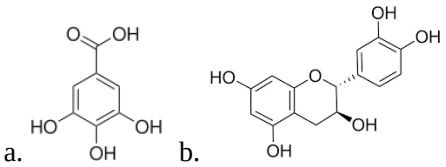


Fig. 1 : Structures chimiques de : a) acide gallique et b) catéchine

Malgré tous les avantages que les polyphénols possèdent, de nombreuses études ont démontré que leur biodisponibilité est faible, ce qui est un défi à relever. Ce terme fait référence à la fraction de la quantité des polyphénols dans l'organisme qui est capable d'exercer ses effets bénéfiques (D'Archivio et al 2010). Une stratégie pour l'améliorer est la modification chimique de leur structure de base pour obtenir une forme ayant une cinétique favorable dans l'organisme (Galanakis 2017).

L'objectif général de ce projet est tout d'abord d'étudier la réactivité de ces polyphénols et de les modifier sélectivement afin d'obtenir des composés polyfonctionnels s'auto-assemblant (Fig. 2) et permettant ainsi d'exacerber leurs propriétés biologiques tout en leur conférant des propriétés de transporteur au sein des organismes.

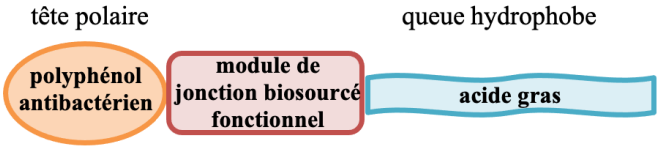


Fig. 2 : Structure modèle du composé polyfonctionnel

Matériel et méthode

On commencera par la modification chimique de l'acide gallique et de la catéchine pour obtenir des composés amphiphiles capables de s'auto-assembler. L'hémisynthèse sera réalisée par réactions traditionnelles de chimie organique. La caractérisation des produits de départs, intermédiaires et finaux va se réaliser par spectroscopie ^{1}H-RMN, ^{13}C-RMN et IR. Ensuite, la formation de structures telles que des liposomes, sera essayée en utilisant différentes techniques, telles que la sonication. Finalement, les propriétés d'autoassemblage seront évaluées ainsi que les propriétés antibactériennes.

Remerciements

Les auteurs remercient l'Université de Lorraine et le Ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche (MESR) pour le Contrat Doctoral. Le LERMaB bénéficie d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence n° ANR-11-LABX-0002-01 (Laboratoire d'Excellence ARBRE).

Références

Appert O., Alario F. (2013) Vers une chimie biosourcée. Annales des Mines - Réalités industrielles, Février 2013(1), 44-53. doi:10.3917/rindu.131.0044

Chen M. Zhao Z., Meng H., Yu S. (2017) The antibiotic activity and mechanisms of sugar beet (*Beta vulgaris*) molasses polyphenols against selected food-borne pathogens. LWT - Food Science and Technology, 82, 354–360. doi:10.1016/j.lwt.2017.04.063

Clardy J., Fischbach M.A., Walsh C.T. (2006) New antibiotics from bacterial natural products. 24(12), 1541–1550. doi:10.1038/nbt1266

Coppo E., Marchese A. (2014) Antibacterial activity of polyphenols. Current Pharmaceutical Biotechnology, 2014, 15, 380-390. doi:10.2174/1389201015041408251211 42

D'Archivio M., Filesi C., Varì R., Scazzocchio B., Masella R. (2010) Bioavailability of the polyphenols: status and controversies. International Journal of Molecular Sciences, 11(4), 1321–1342. doi:10.3390/ijms11041321

Fei P., Ali M.A., Gong S., Sun Q., Bi X., Liu S., Guo L. (2018) Antimicrobial activity and mechanism of action of olive oil polyphenols extract against *Cronobacter sakazakii*. Food Control, 94, 289–294. doi:10.1016/j.foodcont.2018.07.022

Galanakis C.M. (2017) Nutraceutical and functional food components. Effects of innovative processing techniques. Londres, Royaume-Uni. Academic Press

Kebbi-Benkeder Z. (2015) Biodiversité interspécifique et intraspécifique des extractibles nodaux. Sylviculture, foresterie. AgroParisTech, 2015. Français.

Li A., Li S., Zhang Y., Xu X., Chen Y., Li H. (2014) Resources and biological activities of natural polyphenols. Nutrients, 6(12), 6020–6047. doi:10.3390/nu6126020

Mora-Pale M., Bhan B., Masuko S., James P., Wood J., McCallum S., Linhardt R.J., Dordick J.S., Koffas M.A.G. (2015) Antimicrobial mechanism of resveratrol-trans-dihydrodimer produced from peroxidase-catalyzed oxidation of resveratrol. Biotechnology and Bioengineering, 112(12), 2417–2428. doi:10.1002/bit.25686

Scicutella F., Mannelli F., Daghio M., Viti C., Buccioni A. (2021) Polyphenols and organic acids as alternatives to antimicrobials in poultry rearing: A review. Antibiotics 2021, 10, 1010. https://doi.org/10.3390/antibiotics10081010

Thompson M.A., Collins P.B. (2013) Handbook on gallic acid. New York, Etats-Unis. Nova Science Publishers.

Tisserand F. (2020) Woodchem 2019 : les différents visages de la chimie du bois et de ses filières. Bois international, 11-13.

Walker J.C.F. (2006) Primary wood processing. Principles and practice. 2e éd. Dordrecht, Pays-Bas. Springer.

Yang Y., Zhang T. (2019) Antimicrobial activities of tea polyphenol on phytopathogens: A review. Molecules, 24(4), 816–. doi:10.3390/molecules24040816

Yi S., Wang W., Bai F., Zhu J., Li J., Li X., Xu Y., Sun T., He Y. (2014) Antimicrobial effect and membrane-active mechanism of tea polyphenols against *Serratia marcescens*. World Journal of Microbiology and Biotechnology, 30(2), 451–460. doi:10.1007/s11274-013-1464-

Flexible, thermoplastic, and translucent film from solvent-free myristic acid esterified spruce sawdust

SEJATI Prabu Satria[12], OBOUNOU AKONG Firmin[1] TORLOTING Camille[3], FRADET Frédéric[3], GERARDIN Philippe[1]

[1]LERMAB, INRAE, Université de Lorraine, 54000 Nancy, France
[2]Research Center for Biomass and Bioproducts, National Research and Innovation Agency (BRIN), 16911 Bogor, Indonesia
[3]PLASTINNOV, IUT de Moselle-Est, Université de Lorraine, 57500 Saint-Avold, France
prabu-satria.sejati@univ-lorraine.fr

Key words: spruce wood; myristic acid; esterification; solvent free; thermoplastic; translucent

Context and objectives

High demand plastic utilization has driven global environmental pollution especially from non-degradable petro-based plastic. This encourages the replacement of petro-based plastic polymer to renewable biomass. Most of bioplastic produce nowadays are derived from agricultural crops that compete with food supplies and uses up large land areas, water, and nutrients. Utilization of lignocellulosic material especially from forestry sector, becomes enormous potential alternative to provide sustainability without interrupting agricultural feedstock. This research was conducted to provide new alternative of wood based flexible, thermoplastic, and translucent materials through spruce esterification using myristic acid and TFAA as impelling agent without any solvent.

Materials and method

Wood Esterification

Extractive free sawdust (18 mesh) of spruce wood (*Picea abies*) was used in this research. Solution of equimolar proportions of myristic acid and TFAA was prepared for form mixed anhydride. A varied proportion of oven dried of wood mass (m_0) than the solution was then added to the mixed anhydride at room temperature in a closed tube for a duration varied between 30 minutes to 10 hours. Esterified samples were successively rinsed with ethanol and water followed by Soxhlet with ethanol for 24 h and Soxhlet with water for 48 h, changing water every 24 h. Treatment of 1:4 mass ratio of wood and TFAA and 4 hour of reaction was selected for the further characterization. For comparison, a series of reactions was also carried out in CH_2Cl_2 as solvent for 24 h at 50°C. The sample was then dried at 103°C for 24 h to obtain the final mass (m_1) and the weight percent gain (WPG) and the ester content based on the molecular mass of myristic acid grafted to the wood. Esterified spruce sawdust was placed in 2 x 3 x 0.1 cm^3 mold between two parchment papers then hot pressed using laboratory at 120-200°C under 10 MPa of pressure for 10 minutes to obtain a transparent sheet or film.

Characterization

Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), cross-polarization/magic angle spinning nuclear magnetic resonance (CP/MAS ^{13}C NMR), and X-Ray diffraction (XRD) analysis were performed to confirm the chemical changes of spruce sawdust before and after esterification. Thermal properties of esterified wood was observed by thermal properties by thermo gravimetric analysis (TGA) and differential scanning calorimetric (DSC) analysis for spruce

sawdust and thermo mechanical analysis (TMA) for the film. In order to confirm the thermoplastic and translucent properties of wood delivered by myristic acid esterification, visual inspection was performed by scanning electron microscope (SEM). Contact angle measurement by water droplet of pressed spruce film before and after esterification was conducted to understand the surface properties.

Results and discussion

Treatment without solvent resulted in higher ester content than treatment in CH_2Cl_2 in all of quantity of reactive used (Tab. 1). Higher quantity of reactive leads to higher ester content which tends to stabilize for ratio of 1:4 wood and TFAA/FA resulting in 214.7% of WPG when no solvent was used in the reaction. The same WPG was obtained using 1:10 ratio of wood and TFAA/FA in CH_2Cl_2. This indicated that the maximum hydroxyl group variable for esterification has reacted leading to 10.17 mmol ester/g of wood. This maximum ester content was reached in lower quantity of TFAA/FA when no solvent used in the reaction than those reaction in CH_2Cl_2 solvent. After one hour of reaction, 7.05 mmol ester/g of wood have grafted to the wood and started to stabilize after four hours of reaction and reached maximum ester content after 24 hours by 11.34 mmol ester/g of wood.

Tab. 1 : WPG and ester content of esterified wood without solvent and in CH_2Cl_2

Ratio wood : TFAA/FA	Without solvent		In CH_2Cl_2	
	WPG (%)	Ester content (mmol ester/g of wood)	WPG (%)	Ester content (mmol ester/g of wood)
1 : 0.5	6.67	0.3159	-8.00	0
1 : 1	39.33	1.8641	-10.67	0
1 : 2	120.67	5.7188	102.00	4.8342
1 : 4	214.67	10.1738	136.00	6.4455
1 : 6	212.00	10.0474	174.00	8.2555
1 : 10	208.67	9.8894	209.33	9.9222

As presented in Fig. 1, before modification, the absorption the O-H stretching vibration band (3500 – 3300 cm^{-1}) was obvious and almost disappeared after modification. In esterified wood there are three new strong bands recorded; first at 1744 cm^{-1} which corresponds to the adsorption of C=O carbonyl ester groups, second at 2921 cm^{-1} and 2851 cm^{-1} which is associated to symmetric and asymmetric aliphatic chain (–CH_2–) respectively from myristic acid ester, and third at 720 cm^{-1} which is characteristic of at least four linearly connected –CH_2– groups that correlated that myristic acid has been directly grafted onto wood by an ester junction (Wu et al 2004, Hanabusa et al 2018, Pei et al 2020, Duchatel-Crepy 2020). These observations revealed that the method used successfully substitute hydroxyl group of wood with acyl group of myristic acid. CP/MAS ^{13}C NMR and XRD analysis also confirm the chemical change structure of hemicellulose, lignin, and decrystallization of the crystalline cellulose.

Myristic acid esterified wood showed higher thermal stability by TGA and DSC, and delivered several softening temperature observed by TMA. Thermoplastic and translucent films were obtained after pressing at high temperature (Fig. 2). Scanning electron micrograph revealed that pressed esterified wood at high temperature showed the complete disappearance of fibrous structure to smooth and homogenous surface indicating that thermal fluidity was achieved during pressing. Myristic acid esterified sample exhibit drastic improvement of contact angle from 96° at the beginning of measurement and 93° after 60 second, while non-modified film showed only 4° of contact angle right after water drop.

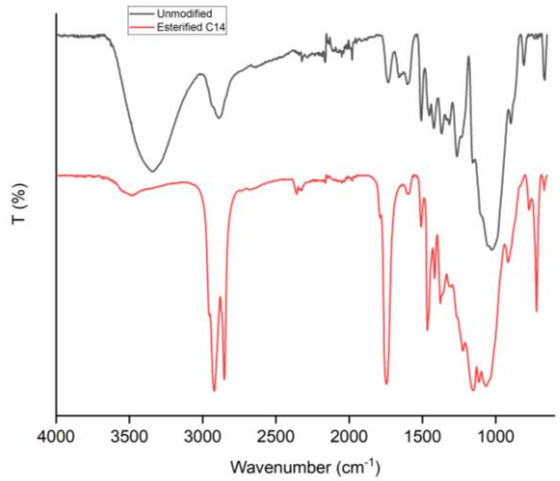


Fig. 1: FTIR spectra of wood sawdust before and after esterification

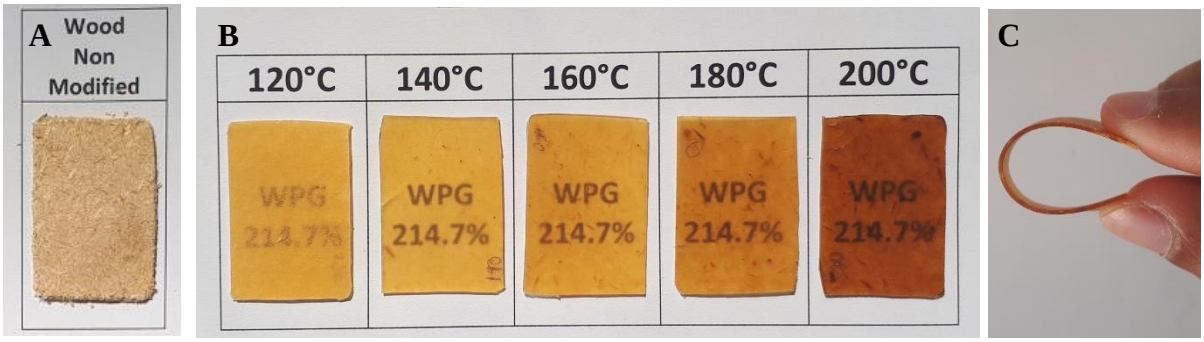


Fig. 2: Visual appearance of pressed spruce sawdust before esterification (A), after esterification pressed at different press temperature (B), and flexible when bent (C)

Conclusion and perspectives

A series of experiments have been carried out to graft myristic acid, chose as fatty acid model onto spruce sawdust using trifluoroacetic anhydride (TFAA) as impelling agent without any solvent. The reaction was performed rapidly leading to high ester content. Most of the hydroxyl groups in wood structure reacted with myristic acid as demonstrated by FTIR and CPMAS 13C NMR. XRD measurement indicated decrease of wood crystallinity. Myristic acid esterified wood showed higher thermal stability by TGA and DSC, and delivered several softening temperature observed by TMA. Thermoplastic and translucent films were obtained after pressing at high temperature. Scanning electron micrograph revealed that pressed esterified wood at high temperature showed the complete disappearance of fibrous structure to smooth and homogenous surface indicating that thermal fluidity was achieved during pressing. Esterified sawdust film also showed surface hydrophobicity by contact angle measurement.

References

Duchatel-Crépy L., Joly N., Martin P., Marin A., Tahon J.F., Lefebvre J.M., Gaucher V. (2020) Substitution degree and fatty chain length influence on structure and properties of fatty acid cellulose esters, Carbohydr. Polym, 234, 115912.

Hanabusa H., Izgorodina E.I., Suzuki S., Takeoka Y., Rikukawa M., Yoshizawa-Fujita M. (2018) Cellulose-dissolving protic ionic liquids as low cost catalysts for direct transesterification reactions of cellulose, Green Chem, 20, 1412–1422.

Pei M., Peng X., Shen Y., Yang Y., Guo Y., Zheng Q., Xie H., Sun H. (2020) Synthesis of water-soluble, fully biobased cellulose levulinate esters through the reaction of cellulose and alpha-angelica lactone in a DBU/CO_2/DMSO solvent system, Green Chem, 22, 707–717.

Wu J.H., Hsieh T.Y., Lin H.Y., Shiau I.L., Chang S.T., Properties of wood plasticization with octanoyl chloride in a solvent-free system, Wood Sci. Technol, 37, 363–372.

Optimisation des conduites de séchage industriel du bois selon des critères de durée, de qualité et de consommation énergétique

STÉPHAN Antoine[1], L'HOSTIS Clément[2], PERRÉ Patrick[3], RÉMOND Romain[1]

[1]Université de Lorraine, LERMAB, 27 rue Philippe Séguin, 88051 Épinal, France
[2]FCBA, 10 rue Galilée, 77420 Champs-sur-Marne, France
[3]LGPM, Université Paris Saclay, Centrale Supélec, 91190 Gif-sur-Yvette, France
antoine.stephan@univ-lorraine.fr

Mots clefs : séchage du bois ; simulation numérique ; optimisation probabilistique ; consommation énergétique ; durée du séchage ; qualité du séchage

Contexte et objectifs

Le séchage du bois est une opération énergivore dans les industries de 1ère et 2e transformation du bois. Elle requiert jusqu'à 3 kWh par kg d'eau évaporée, et représente ainsi le premier poste de dépense énergétique dans les entreprises de ce secteur. Le contrôle et la réduction de cette consommation permettrait de limiter l'impact environnemental et le coût financier du séchage du bois. Des travaux (Bjoerkman et al. 2005) ont été menés pour réduire la durée de cette opération, qui peut immobiliser des quantités importantes de sciages pendant plusieurs semaines. La réduction de sa consommation énergétique a aussi été étudiée (Salin 2001, Bjoerkman et al. 2005, Perré et al. 2007), et certaines de ces études proposent la variation de la vitesse des ventilateurs au cours du séchage ou une intermittence et une inversion de ceux-ci au sein des séchoirs pour amoindrir le besoin en énergie. L'intégration d'énergies renouvelables ou de récupérations réduirait la dépendance du séchage aux énergies fossiles ainsi que son impact environnemental. Mais l'optimisation du séchage est difficile car les contraintes de séchage dépendent de tout l'historique du procédé. Une vision de l'état actuel, des conditions passées et une projection sur le futur sont donc nécessaires pour l'optimisation des conduites. Afin de réguler le séchage avec des sources énergétiques fluctuantes, le développement d'un automate a été entrepris. La première approche, proposée dans ce travail, consiste à tout d'abord optimiser la conduite traditionnelle pour répondre à des exigences utilisateurs contrastées sur les critères de durée, de qualité et de consommation énergétique.

Matériel et méthode

Tables de séchage – Conduite empirique

Trois essences sont étudiées : l'épicéa, le hêtre et le chêne. Elles sont fréquemment séchées en France et requièrent des conduites de séchage contrastées. Les conduites de séchages de ces trois essences ont été relevées dans différentes publications techniques s'adressant aux praticiens du séchage (Joly et al. 1980, Aléon 2012, Paradis et a.l 2015). Toutes indiquent comment faire évoluer la température sèche dans le séchoir et l'humidité relative de l'air, ou humidité d'équilibre du bois (EMC) via les isothermes de sorption, selon l'humidité moyenne mesurée de la charge de bois. La température augmente au cours du séchage et les conditions de séchage se durcissent en abaissant l'EMC au fur et à mesure du séchage.

Réduction de la table de séchage par une fonction « trajectoire »

L'optimisation des tables traditionnelles nécessiterait d'étudier de nombreux paramètres. Par exemple le choix d'une liste des couples température – EMC à associer à des teneurs en eau de transition, mesurées sur la charge de bois, comporte 12 paramètres dans le cas le plus simple

du séchage de l'épicéa selon la table de Paradis et al (2015). Afin de réduire le nombre de paramètres à optimiser tout en augmentant le nombre de points de contrôle possibles dans la conduite, les tables traditionnelles ont été simplifiées en interpolant les conditions proposées par des fonctions continues. Cette réduction des tables de séchage est réalisée par deux fonctions « trajectoires » qui définissent l'évolution de la température sèche (T_{db}) et de l'humidité d'équilibre du bois (EMC) en fonction de l'humidité moyenne de la charge de bois (MC). La fonction est définie sur le domaine d'humidité commençant à partir de la deuxième ligne des tables de séchage de la littérature, soit à la valeur MC_{start}, jusqu'à une humidité proche de l'état anhydre. MC_{start} se situe souvent autour de 35%, valeur définie en général par la limite de précision des sondes résistives utilisées pour la mesure de l'humidité de la charge de bois.

Une fonction respectant les conditions suivantes a été recherchée : (i) interpoler les courbes d'évolution de T_{db} et de EMC des conduites de séchage proposées dans la littérature, (ii) le nombre de paramètres à ajuster pour décrire ces trajectoires doit être faible, (iii) les valeurs aux limites du domaine sont définies ainsi :

$$EMC(MC = 0) = EMC_{min} \qquad T_{db}(MC = 0) = T_{db,min} + \Delta T_{db}$$
$$EMC(MC = MC_{start}) = EMC_{min} + \Delta EMC \qquad T_{db}(MC = MC_{start}) = T_{db,min}$$

A partir de ces considérations, les expressions mathématiques suivantes ont été utilisées dans ce travail :

$$T_{db}(MC) = T_{db,min} + \Delta T_{db} \cdot \left(1 - k_2 \cdot \tan^{-1}\left(\alpha_1 \cdot \left(\frac{MC}{MC_{start}}\right) \mp \beta_1\right) + k_1\right) \qquad (1)$$

avec α_1, β_1 les paramètres ajustables et k_1, k_2 les variables permettant le respect de la condition (iii) et définis ainsi :

$$k_1 = \tan^{-1}(\alpha_1 \cdot \beta_1)$$
$$k_2 = \left(\tan^{-1}\left(\alpha_1 \cdot (1 - \beta_1)\right) + \tan^{-1}(\alpha_1 \cdot \beta_1)\right)^{-1}$$

et

$$EMC(MC) = EMC_{min} + \Delta EMC \cdot \left(k_4 \cdot \tan^{-1}\left(\alpha_2 \cdot \left(\frac{MC}{MC_{start}}\right) - \beta_2\right) + k_3\right) \qquad (2)$$

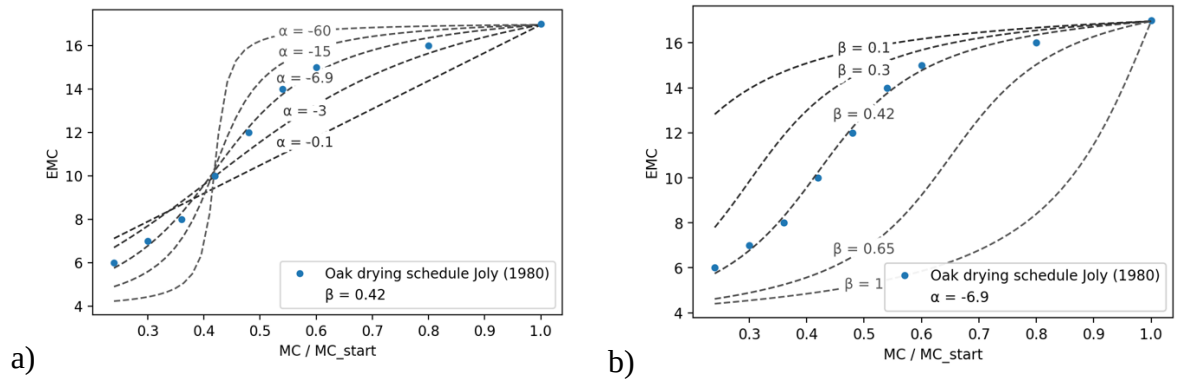
avec α_2, β_2 les paramètres ajustables et k_3, k_4 les variables permettant le respect de la condition (iii) et définis ainsi :

$$k_3 = \tan^{-1}(\alpha_2 \cdot \beta_2)$$
$$k_4 = \left(\tan^{-1}\left(\alpha_2 \cdot (1 - \beta_2)\right) + \tan^{-1}(\alpha_2 \cdot \beta_2)\right)^{-1}$$

Les points de la Fig. 1b donnent l'exemple de la trajectoire de la table de séchage du chêne proposée par Joly et al. (1980). La modification du seul paramètre β permet bien de couvrir un large domaine d'évolution possible de EMC. Ce paramètre β correspond graphiquement à l'abscisse du point d'inflexion de la fonction arctan.

De la même façon, la modification du seul paramètre α en Fig. 1a permet de couvrir un large domaine de la vitesse d'évolution possible de EMC.

La variation des paramètres α_1 et β_1 de l'équation (1) et α_2 et β_2 de l'équation (2), soit 4 paramètres, par le processus d'optimisation permet d'explorer un ensemble étendu et réaliste de possibilités de conduites.



a) b)

Fig. 1 : Trajectoires de séchage données par Joly et al (1980) (points) ou modélisées selon l'équation (2) (courbes avec tirets) : (a) pour différentes valeurs du paramètre α ; (b) du paramètre β ; avec EMC_{min}, ΔEMC, k_1 et k_2 constants. L'axe des abscisses donne l'humidité de la charge de bois divisée par la constante MC_{start}, ici égale à 50%.

Modélisation du séchage industriel

Le séchage de piles de planches a été simulé par le code numérique *TransPore* dans sa version multi-échelles planche-pile-séchoir (Perré et al. 2007). Le code simule le séchage de chaque planche du lit, le couplage entre elles via l'écoulement d'air – effet pile – et calcule les transformations – chauffage, déshumidification, etc. – que doit subir la masse d'air en sortie de pile pour revenir aux conditions de consignes en entrée de pile. Les caractéristiques du séchoir et de la charge de bois ainsi que les déperditions thermiques à travers les parois sont prises en compte dans ce calcul. La consommation énergétique à l'échelle du séchoir, le temps de séchage et la qualité des bois séchés ont été obtenus pour chaque conduite préconisée par les guides techniques et servent de références à l'optimisation future. La qualité du bois séché correspond ici à la déformation moyenne issue de la simulation du test *Slicing Test* (XP CEN/TS 14464) réalisé sur l'ensemble des planches simulées. Ce test, réalisé en fin de séchage, consiste à libérer les contraintes résiduelles de séchage dans la planche et en estime l'importance selon la courbure résultante. La configuration étudiée est celle d'un séchoir de volume intérieur de 76,5 m^3, avec une charge de bois à sécher de 40,6 m^3, composée de planches de hêtre de 27 mm d'épaisseur, passant de 60% à 12% d'humidité moyenne. Le calcul se fait ici sur un lit de 30 planches pour diminuer le temps de calcul ; un facteur permet ensuite d'extrapoler au volume de bois précisé précédemment. Les propriétés des milieux poreux étudiés – épicéa, hêtre et chêne – ont été relevées dans les travaux de De La Cruz Sanchez (2012), Perré and Karimi (2002) et Perré and Turner (1999). Les paramètres mécaniques de ces essences sont issus de Guitard (1987) et Paradis et al (2015).

Optimisation des trajectoires

Un métamodèle en Python a été développé : il contient un algorithme d'optimisation, la méthode du recuit simulé (Xiang et al 2013), qui appelle le code déterministe *TransPore* multi-échelles, développé en Fortran, par l'intermédiaire du module F2PY (Peterson 2009). Le code numérique *TransPore* fournit les valeurs des variables objectives que sont la durée (DT_{test}), la qualité (Q_{test}) et la consommation énergétique (EC_{test}) pour chaque jeu de paramètres (α_1, β_1, α_2, β_2) des équations (1) et (2), définissant ainsi une trajectoire de conduite de séchage. La fonction objective globale est une moyenne pondérée de ces trois variables objectives :

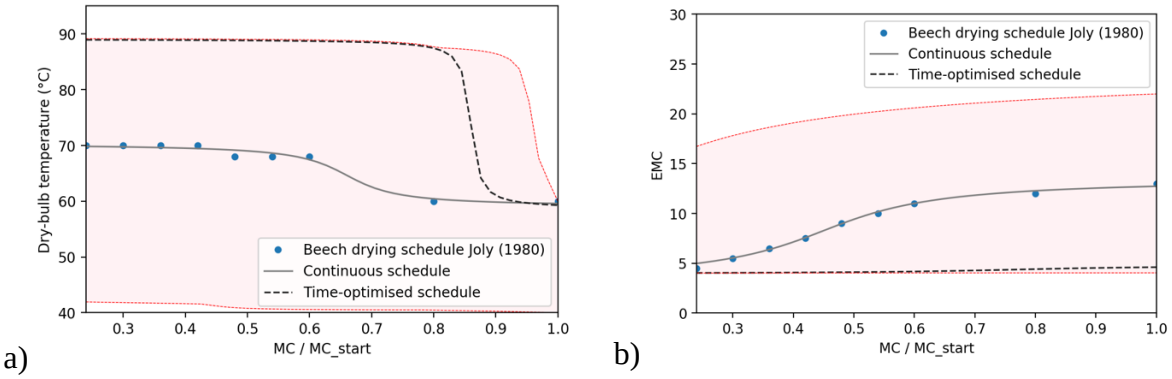
$$f_{obj} = \gamma_1 \cdot \frac{DT_{test}}{DT_{std}} + \gamma_2 \cdot \frac{Q_{test}}{Q_{std}} + \gamma_3 \cdot \frac{EC_{test}}{EC_{std}}$$

où DT_{std}, Q_{std} et EC_{std} sont respectivement la durée de séchage, la qualité et la consommation énergétique obtenus avec la conduite traditionnelle préconisée par un guide technique, ici Joly et al. (1980). Cette normalisation des critères facilite leur comparaison. Ainsi γ_1, γ_2 et γ_3 sont les coefficients de pondération de chaque critère, pondérations choisies par l'opérateur. Elles respectent l'équation suivante :

$$\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3 = 1 \quad (3)$$

Résultats et discussions

Dans ce travail une configuration simple est présentée, prenant pour hypothèse le souhait d'une entreprise de sécher vite, sans contrainte sur la qualité et la consommation. Une conduite optimisée sur la durée, donc avec $\gamma_1 = 1$, a été obtenue après 1000 itérations et représentée en Fig. 2. Elle réduit la durée de séchage du hêtre selon Joly et al. (1980) de 83,3 heures à 41,8 heures, soit une réduction de 49,8%.



a) b)

Fig. 2 : Consignes en température sèche (Fig. 2a) et humidité d'équilibre (Fig. 2b) optimisées (tirets) selon le critère de durée. La zone rose couvre le domaine parcouru par le code d'optimisation.

Le code propose une montée en température rapide et maximale, qui part de la consigne la plus élevée possible (60 °C) à MC = MC_{start}. La température élevée permet d'accélérer les transferts d'humidité dans la planche, notamment par la thermo-activation de la diffusion et la réduction de la viscosité du liquide. En parallèle, une faible valeur de EMC est demandée sur la totalité du séchage : ceci impose un fort gradient d'humidité au sein de la planche, terme moteur de la diffusion, et contribue ainsi au séchage rapide du bois. Ce séchage sévère accentue cependant les contraintes de séchage et réduit la qualité.

Les trajectoires recherchées par le code couvrent bien un vaste de domaine de consignes potentielles. Le code propose ici une conduite optimisée qui est compréhensible et attendue.

Conclusion et perspectives

Un programme d'optimisation a été développé dans ce travail pour proposer des conduites de séchage adaptées aux contraintes d'un industriel en termes de qualité, durée et consommation énergétique, et prenant en compte les caractéristiques de la charge de bois à sécher. Les conduites optimisées proposées par le modèle pour des configurations simplifiées (planches initialement identiques, optimisation sur une unique variable objective) sont globalement celles attendues. La prise en compte de l'hétérogénéité initiale d'une charge de bois et de plusieurs variables objectives combinées est la prochaine étape du développement. Un automate de

régulation dans lequel ce programme serait encapsulé faciliterait le choix des conduites de séchage en industrie. Aussi, l'intégration dans cette régulation du retour de capteurs d'un séchoir est visée afin d'adapter les conduites au cours du séchage et selon la disponibilité énergétique, potentiellement fluctuante dans le cas d'énergies renouvelables.

Remerciements

L'ADEME et FCBA financent cette thèse et sont ici remerciés pour leur soutien.

Références

Agence française de normalisation (2010) Sawn timber – Method for assessment of case-hardening. XP CEN/TS 14464

Aléon D. (2012) Séchage des bois d'œuvre : De la théorie à la pratique / Daniel Aléon (Première édition 2012). FCBA.

Björkman E., Ericsson S. (2006) Method for drying wood. CA2602085. CIPO

De la Cruz Sanchez C.M. (2012) Utilisation de conduites de séchage oscillantes pour réduire les contraintes liées au retrait du bois. AgroParisTech, 242.

Guitard D., El Amri F. (1987) Modèles prévisionnels de comportement élastique tridimensionnel pour les bois feuillus et les bois résineux. Annales des Sciences Forestières 44.3. 335–358.

Joly P. (1980) Théorie, pratique et économie du séchage des bois / par Patrice Joly et François More-Chevalier. H. Vial

Paradis S., Guibal D., Gérard J., Beauchêne J., Brancheriau L., Cabantous B., Châlon I., Daigremont C., Détienne P., Fouquet D., Langbour P., Lotte S., Méjean C., Parant B., Thévenon M.-F., Thibaut A., Vernay M. (2015) Tropix 7.5.1 : Caractéristiques technologiques de 245 essences tropicales et tempérées. CIRAD-PERSYST

Perré P., Karimi A. (2002) Fluid migration in two species of beech (fagus silvatica and fagus orientalis) : a percolation model able to account for macroscopic measurements and anatomical observations. Maderas, Ciencia y tecnología, 4(1), 50-68

Perré P., Rémond R., Aléon D. (2007) Energy saving in industrial wood drying addressed by a multiscale computational model : board, stack, and kiln. Drying Technology, 25(1), 75-84

Perré P., Turner I.W. (1999) Transpore : a generic heat and mass transfer computational model for understanding and visualising the drying of porous media. Drying Technology, 17(7-8), 1273-1289.

Peterson P. (2009) F2PY : a tool for connecting Fortran and Python programs. International Journal of Computational Science and Engineering, 4, 296-305.

Salin J.-G. (2001) Determination of the most economical drying schedule and air velocity in softwood drying. European COST Action E15 : Advances in the drying of wood

Xiang Y., Gubian S., Suomela B., Hoeng J. (2013) Generalized simulated annealing for global optimization : the GenSA package. R J, 5-13.

Modélisation des contraintes de croissances dans les branches : comparaison de différentes stratégies de maintien postural

VAN ROOIJ Arnoul[1,2], BADEL Eric[2], BARCZI Jean-François[3] , CARAGLIO Yves[3] , ALMERAS Tancrède[4], GRIL Joseph[1,2]

[1] Université Clermont-Auvergne, CNRS, Institut Pascal, F-63000, Clermont-Ferrand, France
[2]Université Clermont-Auvergne, INRAE, PIAF, F-63000, Clermont-Ferrand, France
[3]AMAP, Univ Montpellier, CIRAD, CNRS, INRAE, IRD, Montpellier, France
CIRAD, UMR AMAP, F-34398 Montpellier, France
[4]LMGC, CNRS, Université of Montpellier, Montpellier, France
arnoul.van-rooij@inrae.fr

Mots clefs : biomécanique, branches, dimensionnement, contrainte

Contexte et objectifs

Pour maintenir leur orientation, les troncs et branches d'arbres mettent en place des contraintes tout au long de leur croissance (Fournier et al. 1994), en réponse à l'augmentation du poids et à la maturation des cellules (rigidification due au processus de polymérisation des composants) (Alméras et Clair 2016). Une tige dispose de deux moyens de contrôler son orientation ; soit en créant une asymétrie dans la distribution des contraintes de maturation entre les faces opposées, soit en créant une asymétrie circonférentielle de croissance que l'on appelle « excentricité ».

Les deux stratégies ont été largement observées chez des troncs inclinés comme des branches. L'objectif de ce travail est de déterminer leur efficacité respective pour le maintien postural de branches. Pour cela, un modèle semi-analytique a été développé, intégrant les deux leviers. Ce modèle a été appliqué à des branches issues de maquettes numériques d'arbres.

Matériel et Méthodes

Modèle numérique

Les branches ayant généralement un profil élancé et une variation lente de leur diamètre, la mise en équation du problème a été faite dans le cadre de la théorie des poutres. Le modèle développé est un calcul incrémental semi-analytique effectué au niveau de la section droite pour une position axiale donnée sur l'axe : à chaque pas de temps (correspondant à la création d'un nouveau cerne), l'équilibre des contraintes entre les efforts extérieurs (chargement dû au poids) et intérieurs (maturation des cellules et réaction suite à cette maturation) s'écrit :

$$\begin{cases} \int_0^S \delta\sigma dS + \int_0^{\delta S} \sigma_0 dS = \delta N \\ \int_0^S \delta\sigma x dS + \int_0^{\delta S} \sigma_0 x dS = -\delta M \end{cases} \quad (1)$$

avec S la section, δS l'incrément de section, $\delta\sigma$ l'incrément de contrainte dans le bois déjà formé, σ_0 la contrainte de maturation générée dans le nouveau bois, δN et δM les incréments en poids et en moment de flexion dus à l'apparition de nouveau bois en aval de la position axiale considérée, et x la position verticale dans la section droite. Les deux leviers de redressement ont été modélisés comme suit :

- *Excentricité :* chaque section est un disque circulaire dont le centre géométrique peut être décalé par rapport au centre précèdent d'une fraction du rayon actuel, que l'on nommera excentricité :

$$O(t) = \int_0^{R(t)} e(r)dr = \bar{e}R(t) \quad (2)$$

avec O la position du centre géométrique à l'instant t, R le rayon final à l'instant t, e(r) l'excentricité quand la section avait un rayon r, et $\bar{e}$ l'excentricité moyenne (intégrant l'ensemble des excentricités précédentes). Dans ce formalisme, une excentricité de 0 correspond à une croissance symétrique centrée, -1 à une croissance dite 'épitrophique' avec tout le bois créé du côté supérieur, 1 à une croissance 'hypotrophique' avec tout le bois créé du côté inférieur.

- *Gradient de maturation :* la dissymétrie des contraintes de croissance a été modélisée par une loi sinusoïdale comme on le trouve assez usuellement dans la littérature (Alméras et Fournier 2009, Hung et al. 2010) :

$$\sigma_0(\theta) = \alpha + \beta\cos(\theta) \quad (3)$$

avec σ_0 la contrainte de maturation, θ la position circonférentielle de l'élément, α la contrainte de maturation moyenne et β le gradient de maturation. Ces facteurs sont différents selon que l'arbre est un résineux ou un feuillu. Dans le cas d'un feuillu, le bois sur le côté supérieur sera plus tendu, on l'appelle bois de tension (BT). Pour un résineux, le bois sur le côté inférieur est comprimé, on l'appelle bois de compression (BC). Dans chacun des deux cas, le bois du côté opposé est appelé le bois normal (BN). En appelant σ_{BT} (resp. σ_{BC}, σ_{BN}) la contrainte dans le BT (resp. BC, BN), on obtient :

$$\begin{cases} \text{Feuillu: } \alpha = \dfrac{\sigma_{BT} + \sigma_{BN}}{2}, \beta = \dfrac{\sigma_{BT} - \sigma_{BN}}{2} \\ \text{Résineux: } \alpha = \dfrac{\sigma_{BN} + \sigma_{BC}}{2}, \beta = \dfrac{\sigma_{BN} + \sigma_{BC}}{2} \end{cases} \quad (4)$$

La résolution du système (1) permet l'obtention du champ de contraintes sur toute la section. Pour alimenter ce modèle, deux données, assez complexes à obtenir expérimentalement, sont nécessaires : l'évolution de l'effort normal $N(r)$ et du moment de flexion $M(r)$ tout au long de la croissance de la branche.

Données réalistes de croissance

Deux maquettes issues du logiciel de développement AmapSim (Barczi et al 2007) nous ont été fournies par l'UMR AMAP : un résineux *Pinus pinaster* et un feuillu *Prunus avium ;* tous deux sur une durée de croissance de 50 ans (Fig. 1). Ces maquettes sont constituées d'axes, décomposés en une suite d'unités de croissance (UC) chacune représentée par un tronçon de cône. Chaque année, de nouvelles UCs apparaissent (croissance primaire) et les UCs existantes augmentent de diamètre (croissance secondaire).

Pour identifier le chargement subit par une UC *n* à une position et un temps donnés, la somme des chargements subis par les unités *k* « descendantes » de cette UC *n* (qui l'accompagnerait dans sa chute si elle venait à rompre) ainsi que la moitié de son propre poids, est effectuée. Puis l'évolution des chargements en fonction du rayon moyen *R* de chaque UC a été calculé et approximé sous la forme de lois allométriques :

$$\begin{cases} N = \lambda_N R^{\nu_N} \\ M = \lambda_M R^{\nu_M} \end{cases} \quad (6)$$

Fig. 1 : Maquettes des deux arbres à 50 ans : gauche, *Pinus pinaster* ; droite, *Prunus avium*

Scénarii envisagés

Basé sur une étude de chacune des branches directement fixées sur le tronc, un profil type de branche a été réalisé pour chaque essence. Différents scénarii de croissance ont ensuite été envisagés. Pour chacun d'entre eux, la croissance de la branche est supposée stationnaire (pas de variation de courbure). Assurer un contrôle postural revient donc à maintenir la branche droite. Nous avons étudié l'impact individuel de chacun des stratégies: 1. pas d'excentricité, seul le différentiel de maturation assure le maintien postural, 2. pas de différentiel de maturation, seule l'excentricité assure le maintien postural. Ensuite, des stratégies couplées ont été simulées, en fixant l'un des deux leviers de maintien à une valeur fixe tout au long de la croissance de la branche.

Résultats et discussion

Par souci de concision, seuls les résultats pour le feuillu sont représentés et discutés ici.

Chacune des deux stratégies isolées est efficace. Dans le cas de la stratégie 1 (Fig. 2, pas d'excentricité, seulement formation du BT), la contrainte dans le bois de tension ne dépasse pas 20 MPa, ce qui reste assez loin des seuils de rupture pour la branche.

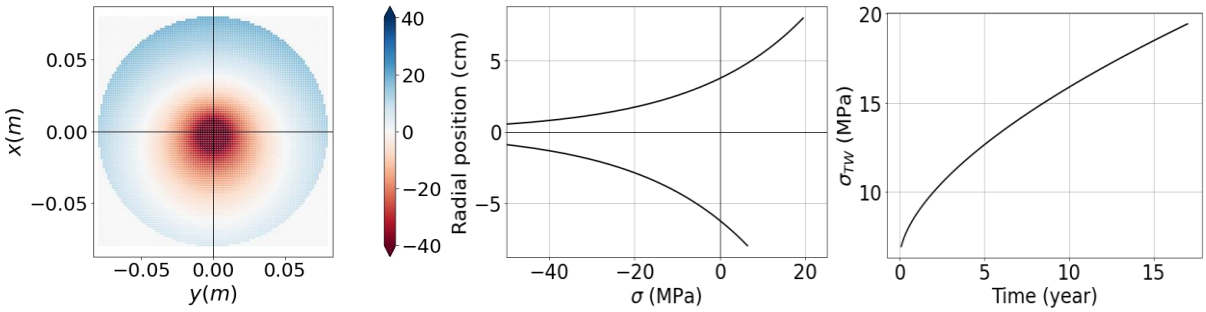


Fig. 2 : Distribution de contraintes lorsque seul le différentiel de maturation assure le maintien postural. Gauche : champs de contrainte sur toute la section. Milieu : distribution de la contrainte sur l'axe x=0. Droite : variation de la contrainte dans le BT en fonction du temps.

Dans le cas de la stratégie 2 (Fig. 3), le levier de redressement, l'excentricité, reste, elle aussi, dans une marge largement admissible, comprise entre 0 et 0,6. A titre de comparaison, il est commun de retrouver dans des observations des excentricités supérieures à 0,8 (surtout proche de l'insertion de branches).

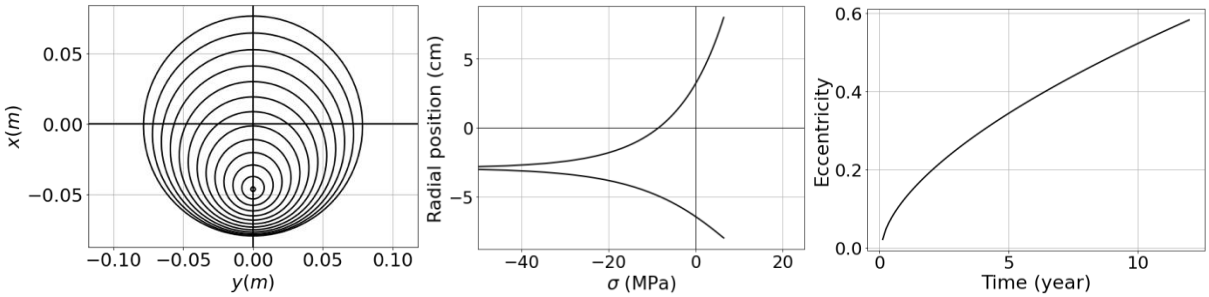


Fig. 3 : Distribution de contraintes lorsque seule l'excentricité assure le maintien postural. Gauche : Excentricité sur l'ensemble de la section. Milieu : distribution de la contrainte sur l'axe x=0. Droite : variation de l'excentricité en fonction du temps.

Dans le cas des stratégies combinées (non présentées ici mais présentées dans le poster), on remarque que plus il y a de place pour le bois de tension (et donc plus la croissance est excentrée sur la partie supérieure), moins le bois de tension a besoin d'être fort, et ce quelle que soit la stratégie utilisée. Ces deux leviers peuvent donc avoir un effet positif l'un sur l'autre. Le cas du résineux est quant à lui plus complexe du fait que σ_{BC} et σ_{BN} sont de signes opposés.

Conclusions et perspectives

Dans le cas du feuillu, nous avons donc vu que chacune des stratégies isolées permet d'assurer l'orientation de la branche. Dans la nature cependant, les deux stratégies sont très souvent associées, ce qui pose la question de la nécessité et du rôle mécanique relatif de chacun de ces leviers. Cela montre aussi que la mécanique liée au poids propre n'est pas le seul déterminant qui permet à une branche de se dimensionner, mais qu'il est important de prendre d'autres traits en compte (hydraulique, notion de biomasse, résistance aux sollicitations du vent, etc).

De plus, le modèle proposé trouve ses limites dans la loi de comportement choisie : une loi élastique homogène sur toute la section. Il pourrait être amélioré en prenant en compte les gradients de rigidité (qui sont différents entre le BT et le BN), ainsi qu'en imposant un seuil de déformation plastique pour les cellules.

Références

T. Alméras and B. Clair. Critical review on the mechanisms of maturation stress generation in trees.Journal of The Royal Society Interface, 13(122):20160550, 2016.

T. Alméras and M. Fournier. Biomechanical design and long-term stability of trees: Morphological and wood traits involved in the balance between weight increase and the gravitropic reaction. Journal of Theoretical Biology, 256(3):370–381, 2009. ISSN 0022-5193

J.-F. Barczi, H. Rey, Y. Caraglio, P. de Reffye, D. Barthélémy, Q. X. Dong, and T. Fourcaud. AmapSim:A Structural Whole-plant Simulator Based on Botanical Knowledge and Designed to Host External Functional Models. Annals of Botany, 101(8):1125–1138, 09 2007. ISSN 0305-7364

M. Fournier, H. Baillères, and B. Chanson. Tree biomechanics: growth, cumulative prestresses, and reorientations. Biomimetics, 2(3):229–251, 1994.

Y.-S. Huang, L.-F. Hung, and L.-L. Kuo-Huang. Biomechanical modeling of gravitropic response of branches: roles of asymmetric periphery growth strain versus self-weight bending effect. Trees, 24(6):1151–1161, 2010. ISSN 1432-228.

Vers une nouvelle filière d'huile essentielle d'Aquilaria « Agarwood » en Guyane ?

WAUQUIEZ Claire[1], ESTEVEZ Yannick[2], LEHNEBACH Romain[1], CHAIX Gilles[3], ZAREMSKI Alba[3]

[1]UMR EcoFoG - Écologie des Forêts de Guyane, CIRAD, Kourou, Guyane Française
[2] UMR EcoFoG - Écologie des Forêts de Guyane, CNRS, Cayenne, Guyane Française
[3]UMR Agap – Amélioration Génétique et Adaptation des Plantes Méditerranéennes et Tropicales, CIRAD, Montpellier, France métropolitaine
claire.wauquiez@gmail.com

Mots clefs : Aquilaria ; hydrodistillation ; huile essentielle ; agarwood ; Guyane française

Contexte et objectifs

Blessé ou contaminé, l'arbre *Aquilaria* de la famille des *Thymeleaceae* produit de l'agarwood. L'agarwood est un bois noir riche en oléorésine (Liu et al. 2017) dont l'huile essentielle, une fois extraite, est utilisée dans la parfumerie et vendue entre 5000 et 10000 USD le kilo (Zaremski 2020). En réponse à une demande de la communauté d'agriculteurs Hmong en Guyane Française originaires d'Asie du Sud-Est, le projet FEDER Aquil@Guyane-Phase3 vise la mise en place d'une filière de production d'huile essentielles issue de bois noir (agarwood) et de bois blanc (bois sain) d'*Aquilaria*.

L'hydrodistillation par cohobation est la méthode traditionnelle, applicable par les agriculteurs et efficace pour obtenir de l'huile essentielle à partir de bois d'*Aquilaria* (Yoswathana et al., 2012). L'objectif de cette étude est de développer et optimiser une méthode d'hydrodistillation de l'huile essentielle contenue dans le bois d'*Aquilaria* cultivé en Guyane afin de procéder à un changement d'échelle industrielle pour le montage d'une nouvelle filière « Agarwood » en Guyane.

Matériel et méthodes

Matériel végétal

Cette étude est réalisée sur 8 arbres de genre *Aquilaria sp*., âgés de 6 à 8 ans et plantés à Cacao et à Régina en Guyane française.

Inoculations

Sept arbres des 8 étudiés ont été inoculés 1 an, 2 ans et 4 ans avant leur abattage par le champignon *Coriolopsis polyzona*, et un arbre par le champignon *Gloeophyllum trabeum*. L'inoculation s'effectue par l'insertion d'éprouvettes de bois de hêtre contaminées ou de gélose de culture fongique dans des trous alignés verticalement ou en spirale sur le tronc ou les branches des arbres. Le bois sain a été collecté sur des arbres non inoculés, et au moins 30 cm au-dessus des blessures des arbres inoculés.

Préparation du bois

La partie inoculée (tronc ou branche) de l'arbre est abattue puis écorcée, coupée en rondelles de 3 cm à la scie à ruban. Le bois noir est séparé du bois blanc sain aux ciseaux à bois puis broyé au moulin à café jusqu'à obtenir des copeaux d'environ 5 mm de long sur 1 mm de large.

Deux granulométries de bois blanc sont testées : 1 mm au broyeur à bois puis environ 10 mm à la broyeuse agricole en copeaux.

Hydrodistillation

Le bois broyé est hydro-distillé dans de l'eau avec un montage de type *Clevenger*. Plusieurs paramètres d'hydrodistillation sont testés : pour le bois noir, un ratio bois : eau entre 1 : 10 et 1 : 20 selon la quantité de bois obtenue, un trempage de 0 à 7 jours et une distillation allant de 3 à 10 jours ; Pour le bois blanc un ratio de 1 : 10, soit 250 g dans 2,5 L d'eau, un trempage de 0 à 5 jours et une distillation allant de 24 h à 48 h. Le mélange bois : eau est chauffé à 100°C et le réfrigérant refroidi à 25°C.

Analyses spectroscopiques

Les huiles essentielles résultantes sont analysées par spectroscopie proche-infrarouge de 1000 à 2500 nm (MPA Brücker) et infrarouge de 2500 nm à 25000 nm (Tensor 27 Brüker).

Résultats et discussion

Du bois noir dans les arbres inoculés

En moyenne, 59 g de bois noir ont été récoltés dans les arbres étudiés. Cette quantité varie selon les individus. On remarque notamment plus de bois noir chez les arbres dont les blessures n'ont pas été cicatrisées (Fig. 1 et Fig. 2) avec en moyenne 3 g de bois noir par blessure cicatrisée contre 17 g par blessure non cicatrisée (Fig. 3).

Fig. 1 : Tronc avec du bois noir autour de blessures non cicatrisées après 1 an d'inoculation

Fig. 2 : Tronc sans bois noir autour de blessures cicatrisées après 1 an d'inoculation

Fig. 3 : Bois noir autour d'une blessure non cicatrisée après 1 an d'inoculation

Huile essentielle de bois blanc

L'hydrodistillation de copeaux de bois blanc de 10 mm sans trempage et avec trempage (3 ou 5 jours) donne des rendements respectifs de 0,056 % et de 0,064 % (v/m ; Tab. 1). Le trempage semble donc améliorer le rendement en huile de bois blanc mais reste inférieur au rendement théorique de 0,1% obtenu en Asie du Sud-Est (Zaremski 2020).

Tab. 1 : Rendements obtenus des hydrodistillations de bois blanc pendant 48 h

Distillation no	Granulométrie	Trempage	Rendement
D7, D7b, D7c	1 mm	non	Trop faible pour être mesuré
D17c ; D17r	10 mm	non	0,056 %
D11 ; D11c ; D17	10 mm	3 ou 5 jours	0,064%

L'huile essentielle extraite a un aspect de beurre avec une couleur variable de blanchâtre à rosée et une odeur fruitée.

Huile essentielle de bois noir

L'hydrodistillation du bois noir (Tab. 2) donne un rendement moyen de 0,29 ± 0,16 % (m/m) d'huile essentielle, soit un rendement en huile10 fois supérieur à celui du bois blanc.

Tab. 2 : Rendements et aspects des huiles essentielles des hydrodistillations de bois noir

Distillation	Durée d'inoculation	Trempage	Durée distillation	Aspect huile	Rendement
D21c	4 ans	Non	72 h	Orange clair	0,14 %
D22	4 ans	Non	72 h	Orange clair	0,47 %
D24	4 ans	Non	72 h	Jaune	0,13 %
D25	2 ans	Non	72 h	Jaune	0,23 %
D26	2 ans	Oui	72 h	Jaune	0,23 %
D27	2 ans	Oui	10 j	Jaune	0,57 %
D30	1 an	Non	7 j	Orange foncé	0,29 %

Le trempage semble améliorer le rendement d'hydrodistillation. Celui-ci est de 0,40± 0,24 % pour le bois trempé pendant 7 jours contre 0,25± 0,14 % pour le bois non trempé. Ce rendement est meilleur que celui de 0,2 % obtenu par Wetwitayaklung et al. en 2009 pour du bois noir trempé pendant 10 jours et distillé 7 jours . Il est cependant inférieur au rendement de 1% obtenu en Asie du Sud-Est (Zaremski 2020). Une étude de la cinétique de distillation sur une durée plus longue est en cours (D27, D30, Tab. 2).

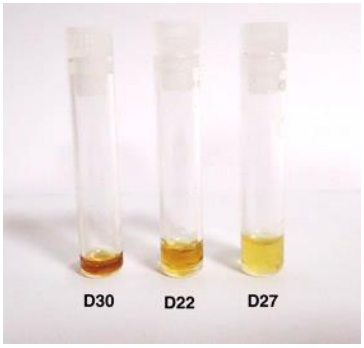


Fig. 4 : Aspect des huiles essentielles obtenues à partir de bois noir

Les huiles essentielles de bois noir obtenues présentent des couleurs plus ou moins foncées allant de jaune à orange foncé (Fig. 4) et une odeur boisée sucrée. Aucun lien entre l'aspect de l'huile et la durée d'inoculation, le trempage, ou la durée de distillation n'a été mis en évidence pour le moment.

Analyse spectroscopique des huiles essentielles

L'analyse spectroscopique des huiles essentielles obtenues présentée en Fig. 5 permet de discriminer les huiles essentielles obtenues de bois blanc et de bois noir. Celles-ci sont semblables aux huiles essentielles de référence issues du Laos. Le bois noir récolté sur les arbres d'*Aquilaria* infecté est donc bien de l'agarwood. L'analyse spectrale ne permet pas de mettre en évidence des différences significatives entre les huiles dont le bois a été trempé ou non, d'une couleur ou durée de distillation différente.

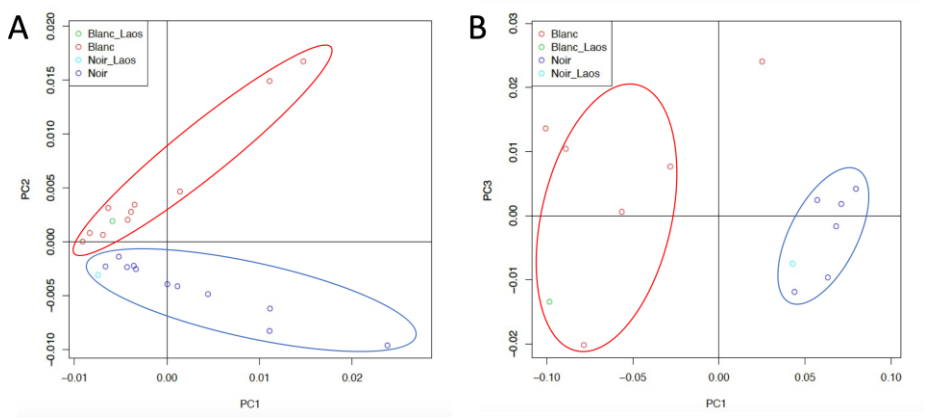


Fig. 5 : Analyse en Composantes Principales (ACP) des spectres des huiles essentielles de bois noir et de bois blanc dans le proche infrarouge (A : PC1 47% ; PC2 24%) et dans l'infrarouge (B : PC1 97,3% ; PC3 2,54 %) normalisées avec une dérivée 1. En rouge et bleu les huiles essentielles de bois blanc et noir respectivement.

Conclusions et perspectives

Cette étude nous a permis de déterminer les conditions nécessaires pour améliorer le rendement d'huile essentielle issue des bois noir et blanc d'*Aquilaria* en Guyane. Les meilleurs rendements obtenus sont de 0,064% pour le bois blanc avec des copeaux de 10 mm trempés 3 à 5 jours et distillés pendant 48h, et de 0,57% pour le bois noir avec des copeaux de 5 mm trempés 7 jours et distillés pendant 10 jours. Une analyse de la composition chimique des huiles résultantes par GC-MS permettra de sélectionner les huiles de meilleure qualité et d'en déduire les paramètres d'hydrodistillation optimaux. Ces paramètres peuvent d'ores-et-déjà être testés à l'échelle industrielle. La variabilité de l'aspect des huiles et de la quantité de bois noir par arbre restent inexpliqués et pourraient être explorés dans des études à venir.

Remerciements

Nous remercions Mr Hu YA, Mr Pierre TCHA et Didier TCHA pour leur aide sur le terrain, les inoculations des arbres et l'entretien des parcelles.

Cette étude a été réalisée dans le cadre du projet Aquil@Guyane-Phase 3 financé par le Fonds européen de développement régional ; Programme Opérationnel FEDER-FSE Guyane ; Convention de la Collectivité Territoriale de Guyane ; N° SYNERGIE : GY 0027282 ; N° Administratif du dossier : FEDER/2020/*N°472.

Références

Liu Y.Y., Wei J.H., Gao Z.H., Zhang Z., Lyu J.C..(2017) A Review of Quality Assessment and Grading for Agarwood, Chinese Herbal Medicines 9 (1): 22-30.

Wetwitayaklung P., Thavanapong N., Charoenteeraboon J. (2009) Chemical constituents and antimicrobial activity of essential oil (…) extraction, Science, Engineering and Health Studies, 25-33.

Yoswathana, Nuttawan, MN Eshiaghi, et K Jaturapornpanich. 2012. « Enhancement of essential oil from agarwood by subcritical water extraction and pretreatments on hydrodistillation ». International Journal of Chemical and Molecular Engineering 6 : 459-65.

Zaremski, Clara. 2020. « Pour une production contrôlée d'agarwood d'Aquilaria crassna Pierre ex Lecomte en Guyane. Approches métagénomique, biochimique et histologique ».

Impact of Potassium Impregnation coupled with Torrefaction on the Combustion of Wood

WOLFGRAM Jasmine [1,2], RICHA Larissa [1], COLIN Baptiste [1], PETRISSANS Anélie [1], QUIRINO Rafael [3], CHEN Wei-Hsin [4], PETRISSANS Mathieu [1]

[1] Université de Lorraine, INRAE, LERMaB, F-88000 Epinal, France
[2] Bettinger Department of Chemistry and Biochemistry, Ohio Northern University, Ada, OH-45810, USA
[3] Chemistry Department, Georgia Southern University, Statesboro, GA-30460, USA
[4] Department of Aeronautics and Astronautics, National Cheng Kung University, Tainan, 701, Taiwan
jasmine.wolfgram@gmail.com

Keywords: torrefaction, thermogravimetric analysis (TG), biomass energy, wood, impregnation, potassium, pyrolysis, combustion

Introduction

With the increasing environmental awareness of the public, government and industry seek to replace nonrenewable energy sources with renewable ones to lower greenhouse gas emissions. At the same time, energy demand continues to increase due to the development of industry and the exponential growth of the population (Ahmad et al. 2020). These concerns have the potential to be balanced with the use of wood as a fuel source. Wood is a sustainable, renewable and low-cost resource and unlike conventional fuel sources, wood effectively reduces the CO_2 emissions, thus the negative impact on the atmosphere (Himes et al. 2020). The thermal properties of wood in energy can be improved by torrefaction, which is thermal treatment carried out at 200-300 °C in an inert atmosphere (Lu et al. 2022). Thermochemical conversion processes are efficient methods to produce biofuels from biomass; of these methods, torrefaction has the lowest global warming potential (Chen et al. 2021). However, some treatments such as torrefaction are required to improve its physical and mechanical properties (Chen et al. 2021). Lignocellulosic biomass is composed of three main compounds: cellulose, hemicelluloses and lignin. From a chemical perspective, hydrogen bonding exists between the cellulose and lignin, as well as the cellulose and hemicellulose. Additionally, covalent linkages, mainly ether bonds, have been proposed to be present between cellulose and lignin (Jin et al., 2006). Torrefied biomass is known to have higher calorific values, higher bulk and energy densities, lower biological degradation, and higher hydrophobicity (Chen et al. 2021). Potassium (K) is a mineral naturally present in wood and responsible for the plant's growth. It is speculated that K cleaves the hydrogen bonds and glycosidic linkages in cellulose and promotes the char formation of hemicelluloses (Khazraie et al. 2016, Nishimura et al. 2009). Since it has a major role in the degradation of lignocellulosic biomass, it is of interest to see the effect of K impregnation on the torrefaction of wood blocks instead of powder. Samples from the surface and core of the wood were combusted using thermogravimetric analysis (TGA) to obtain TG and DTG profiles.

Materials and methods

Impregnation. The biomass chosen for this work was beech wood (*Fagus sylvatica*) to possibly valorize it in the French market. The wood blocks were stored in an oven held at 105 °C before impregnating the samples, stabilizing their masses though moisture removal. The 14 x 6 x 2 cm^3 (L x W x t) blocks of beech biomass was enriched with potassium through the chemical impregnation with potassium carbonate K_2CO_3 (*Sigma Aldrich, 99.99% purity*) (Khazraie et

al., 2016; Safar et al. 2019). Potassium solutions were prepared by mixing with deionized water according to the desired K_2CO_3 concentrations (0.004M, 0.008M and 0.012M) and are labeled accordingly. One impregnation was done purely with deionized water and labeled as "washed." To impregnate the samples with the respective potassium solution, they were placed in a sealed tank of 10 L of the impregnating solution under vacuum for 30 minutes at 2 bars. Afterwards, a pressure cycle was completed at 2 bars for 30 minutes. The blocks then underwent a two-phases drying process in which they were first air dried for 72 h and then oven dried for another 72 h.

Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES). Pre-torrefaction, atomic emission spectroscopy (ICP-AES) was used to check the diffusion of K throughout the wood block's thickness. It analyzed the samples impregnated with the 0.012 M solution of potassium carbonate.

Torrefaction. After the 144 hours process of drying (air and oven), the impregnated samples were placed in a cylindrical stainless-steel reactor containing a gas inlet to keep the atmosphere of the vessel inert. This outlet was linked to a water trap to remove tars and contained a nitrogen flow of 100 $mL.min^{-1}$. This reactor was then placed into a heating chamber which homogenizes the heat flow across the reactor via a fan. Once in the reactor, the samples were heated from room temperature (around 25) to 275 °C at a rate of 2 $°C.min^{-1}$. For four different torrefaction durations (5, 15, 30, 60 minutes), the temperature was held constant at 275 °C. The mass loss was calculated as according the following equation:

$$m_{loss} = 100 \times (m_0 - m_f)/m_0$$

where m_{loss} is the mass loss (wt%), m_0 is the dry weight of wood before thermal treatment (g db), and m_f is the wood's weight after torrefaction (g db).

Thermogravimetric analysis. The degradation of wood during combustion and pyrolysis was assessed by means of a thermogravimetric analysis (TGA). It relies on a precise thermal balance that registers the decrease of sample weight as a function of time and temperature. The thermal balance Mettler Toledo TGA-2 was run under an oxidative atmosphere for combustion using 100 $mL.min^{-1}$ of air and inert atmosphere for pyrolysis using 100 $mL.min^{-1}$ of N_2. The torrefied samples were grinded to powder and dried at 105 °C for 24 h prior to the experiments. Then 5 mg of the sample was introduced in the crucible and heated from 25 °C until 105 °C at a heating rate of 20 $°C.min^{-1}$. It was held for 15 min at this temperature to remove moisture. Then the sample was heated to 800 °C. The DTG was obtained as the derivative of each point of the TG curve as a function of time. To ensure the repeatability of the results, all TGA were duplicated, and the obtained difference was less than 2wt%.

Calculation of simulated TG. Based on the composition of beech from literature, the addition of the separate components is calculated to check if the equivalent curve overlaps with the experimental TG of beech. In order to do so, a component mass balance was applied which consists of considering that the sum of the mass of the beech's constituents (lignin, xylan and cellulose) should represent the behavior of beech wood. Therefore, the following mass formula is applied for each mass obtained in the TG:

$$m_{simulated} = \sum x_i \times m_i$$

Where, x_i is the mass fraction of component i (lignin, xylan or cellulose) with $0 \leq x \leq 1$, m_i is the mass percent of component *i* (in wt%) as obtained from the TGA.

Results

As mentioned previously, potassium (K) is an important element in catalyzing volatilization and char oxidation. As demonstrated in Tab. 1, ICP-AES analysis indicates a difference in the K content of the 0.012 M impregnated wood sample throughout the wood's thickness. While the complete sample is 0.207% K, the surface has a higher potassium content at 0.235%. Alternatively, the core has less potassium at 0.147%. This finding spurred interest into the examination of the effect of K and the thermal treatment between the wood block's surface and core.

Tab. 1 : Potassium (K) content for the surface, core, and complete sample of the 0.012 M impregnated samples.

0.012 M	K content (wt%)
Surface	0.235
Core	0.147
Complete sample	0.207

The combustion of a sample involves two distinct steps: volatilization and char oxidation (Fig. 1a). The volatilization step is indicative of the removal of volatiles, which are hemicellulose and cellulose (holocellulose). Removal of volatiles leads to a lower volatile matter content, which corresponds to the properties of the wood more closely mirroring those of coal. Essentially, the wood becomes a better source of energy when the volatile matter has been removed. Alternately, the char oxidation step lowers the potential toxic emissions of the wood through lower residence times in the combustion chamber. In other words, shifts to lower temperatures lead to a more complete combustion.

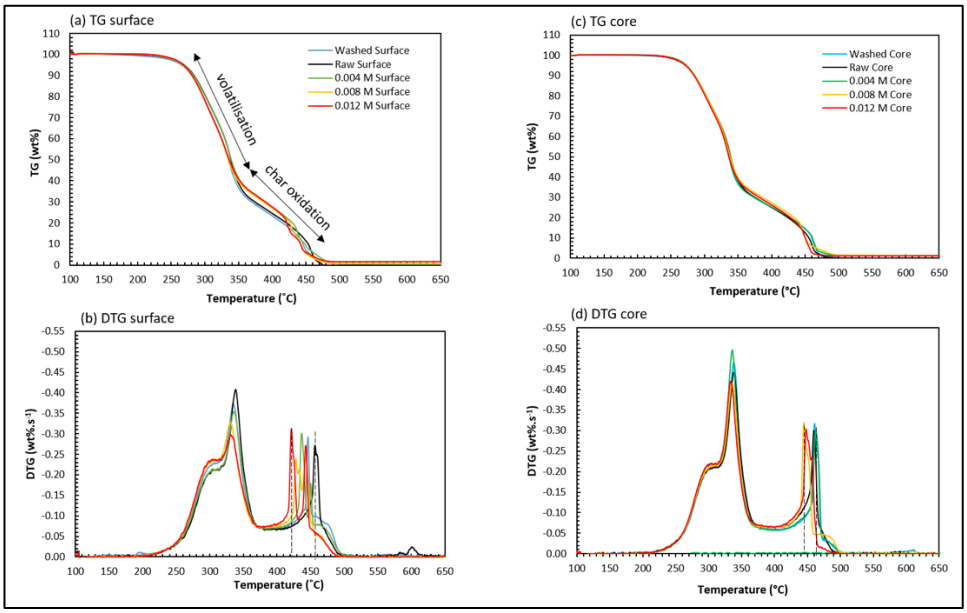


Fig. 1 : Analysis of the combustion of non-torrefied potassium impregnated beech via the TG of the surface (a) and the the core (c) as well as the DTG of the surface (b) and the core (d)

These distinctive steps are seen in both Figure 1a (surface) and 1c (core) in the analysis of TG data. In comparing the DTG data of the surface (Fig. 1b) and core (Fig. 1d), it is apparent that there is a shift to lower temperatures for that of the surface sample. Between the raw and 0.012 M sample, there is a maximum combustion temperature decrease of around 40 °C for the surface samples. When comparing the raw to 0.012 M samples of the core, there is only a 20 °C difference. The torrefaction results were not included in this paper but will be shown in the poster.

Conclusion

Beech wood blocks were impregnated with three different concentrations of potassium (0.004, 0.008, 0.012 M), torrefied at 275 at a variety of time intervals (5, 10, 30, and 60 minutes), and analyzed by ICP-AES. Both torrefied and non-torrefied samples were examined via TGA combustion. The combustion displayed differences in the thermal degradation profile between the core and surface of the non-torrefied wood samples. This finding is of interest as potassium catalyzed the volatilization and char oxidation steps, thus facilitating the combustion at a lower temperature. On the other hand, a catalyzed char oxidation led to a shift to lower maximum combustion temperatures and a consequent more complete combustion. This shift to a lower temperature was observed when comparing the raw to the 0.012 M sample as the surface experienced a much greater maximum combustion temperature decrease (40 °C) compared to that of the core (20 °C). The impact of this shift is associated with a decrease in the toxic emissions produced by an incomplete combustion of the fuel source, meaning that less toxic emissions might be associated with a higher potassium content in wood.

The samples shown in this paper were impregnated with K and were analyzed in combustion without a prior torrefaction. Torrefaction has been shown to upgrade the thermal properties of wood. Future results will demonstrate the differences present in the core and surface after torrefaction of the wood blocks. Consequently, after torrefaction an even greater difference in the volatilization and char oxidation step might be observed and the effect of potassium addition is expected to be accentuated.

Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge the financial support under the program ANR-11-LABEX-0002-01 (Lab of Excellence ARBRE) in France, and the financial support of I-CEMITURE [NSF-IRES 1952402], Georgia Southern University, and the Thomas Jefferson Fund of the Embassy of France in the United States and the FACE Foundation.

References

Ahmad T., Zhang D.D. (2020) A critical review of comparative global historical energy consumption and future demand: The story told so far. Energy Reports. 6, 1973-1991.

Chen W.H., Lin B.J., Petrissans M. (2021) Progress in biomass torrefaction: Principles, applications and challenges. Progress in Energy and Combustion Science. 82.

Himes A., Busby G. (2020) Wood buildings as a climate solution. Developments in the Built Environment. 4.

Jin Z., Katsumata K.S., Lam T.B.T., Iiyama K. (2006) Covalent linkages between cellulose and lignin in cell walls of coniferous and nonconiferous woods. Biopolymers, 83(2), 103-110.

Khazraie S.T., DeMartini N., Karlström O., Hupa M. (2016) Impact of organically bonded potassium on torrefaction: Part 1. Experimental. Fuel, 165, 544-552.

Lu, Xincheng, Xu, Ruting, & Zhang, Yanping. (2022). Study on the Effect of Torrefaction on Pyrolysis Kinetics and Thermal Behavior of Cornstalk Based On a Combined Approach of Chemical and Structural Analyses. ACS Omega. 7, 16, 13789-13800.

Nishimura, M., Iwasaki, S., & Horio, M. (2009). The role of potassium carbonate on cellulose pyrolysis. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, 40(6), 630-637.

Safar, M., Lin, B.-J., Chen, W.-H., Langauer, D., Chang, J.-S., Raclavska, H., Pétrissans, A., Rousset, P., & Pétrissans, M. (2019). Catalytic effects of potassium on biomass pyrolysis, combustion and torrefaction. Applied Energy, 235, 346-355.

Valorisation des produits connexes de l'exploitation forestière d'*Aucoumea klaineana* Pierre (Okoumé) : variabilité de la composition chimique, des composés phénoliques hydrosolubles et de la stabilité dimensionnelle du houppier, du tronc et de la souche

MOUKETOU BEUMO Steve Charnelle Iris[1], SAFOU TCHIAMA Rodrigue[1,2*]

[1] Laboratoire de Recherche et de Valorisation du Matériau Bois (LaReVa Bois). Groupe Thématique de Recherche N°3/USTM. Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technique. BP. 3989, Libreville, Gabon
2 Laboratoire des Substances Naturelles et de Synthèses Organométalliques. Université des Sciences et Techniques de Masuku. BP. 940, Franceville, Gabon
r.safou-tchiama@univ-masuku.org

Mots clefs : Okoumé ; extractibles ; composés phénoliques ; houppier, tronc, souche, stabilité dimensionnelle

Contexte et objectifs

Le Gabon connait une industrialisation soutenue depuis l'an 2010, année où le gouvernement a interdit l'exportation des grumes. La conséquence de cette mesure fut l'accroissement des unités de transformation du bois, avec une nette progression des activités de première, deuxième et troisième transformations qui consomment 3,7 millions de m^3 produit (en 2021), et génèrent entre 30 et 60% de déchets selon les segments de transformation. L'okoumé représente près de 31% du volume total de déchets (écorces, aubier et duramen) peu valorisés. Des résultats prometteurs ont montré la stabilité micromécanique et la bonne réactivité chimique des sciures d'okoumé utilisables comme dans le domaine des matériaux composites (Safou Tchiama et al. 2007). Ainsi, les adhésifs issus des tanins d'écorce et de xylème ont des propriétés de collage et thermomécaniques qui les situeraient dans la gamme d'adhésifs à haute valeur ajoutée (Engozogho Anris et al. 2020). Le xylème d'okoumé peut produire jusqu'à 19% de lignine éthanol Organosolv d'intérêt commercial, quand ses fibres de cellulose génèrent jusqu'à 12 Kg d'éthanol pour 100 Kg de matière première d'aubier (Ngwa Obame 2019). L'existence d'une variabilité de la structure moléculaire des hémicelluloses d'aubier et de bois de cœur (rondins de déroulage) a été démontrée ; ces différents hydrates de carbone obtenus par la technique d'explosion à la vapeur ont permis de produire des films à fort potentiel (Mougnala Moukagni 2020). Mais tous ces résultats ne concernent que le tronc de ce bois d'Afrique producteur de résine alors que d'autres déchets constitués de branches du houppier et des souches issus de l'exploitation forestière abandonnés en forêt constituent une biomasse au potentiel méconnu. Ainsi, l'objectif de ce travail est d'étudier la variabilité de la composition chimique, des concentrations en composés phénoliques ainsi que de la stabilité dimensionnelle du duramen du houppier, du tronc et de la souche d'okoumé, dans une perspective de valorisation de ces déchets dans le domaine de la chimie et la construction.

Matériel et méthodes

Dosage de la teneur en eau

La teneur en eau a été mesurée sur des sciures d'écorces, d'aubiers et de duramens prélevés sur les branches et les troncs de cinq arbres, et une souche d'okoumé d'une forêt primaire de la CFAD (Concession Forestière Sous Aménagement Durable) située à Lekey sur la route d'Akiéni, et appartenant à la société Rougier Gabon, située à Franceville, dans la province du

Haut Ogooué. Environ 1 g de sciure de chaque partie du bois a été séchée pendant 16 h dans une étuve réglée à 105 °C. La teneur en eau (TE) exprimée a ensuite été déterminée par l'équation :

$$TE\ (\%) = \frac{M_0 - M_s}{M_0} \times 100 \quad (1)$$

avec M_0, masse humide de l'échantillon ; M_s, masse anhydre de l'échantillon.

Dosage de la teneur en extractibles par la méthode de Soxhlet

La teneur en extractibles a été dosée par extractions successives de 10 g de sciure par des solvants à polarité croissante (acétone, éthanol, eau) chauffée dans un ballon de 200 ml surmonté d'un appareil de Soxhlet. La durée de chaque extraction est de 6h. Chaque dosage a été réalisé en triplicatas *(n=3)* sur un substrat biologique de chaque arbre (le nombre d'arbres varie de 1 à 5). La teneur en extractibles a ensuite été calculée à partie de l'équation (2).

$$Extractibles\ (\%) = \frac{M_s - M_s^i}{M_s} \times 100 \quad (2)$$

avec M_s, masse anhydre de l'échantillon ; M_s^i, masse anhydre de l'échantillon après extraction par le solvant i (acétone, éthanol ou eau) donnée.

Obtention des extractibles par macération à température ambiante

Les extraits utilisés pour les tests colorimétriques et le dosage des grandes familles des composés extractibles par criblage phytochimique ont été obtenus à partir de 30 g de sciure soumises à macération, à température ambiante pendant 3h dans un Erlenmeyer contenant 250 ml du solvant approprié. L'ensemble est maintenu sous agitation magnétique. Le mélange est filtré avec papier Wattman. Les extraits obtenus ont ensuite été lyophilisés, des poudres d'extraits secs de coloration variables ont été obtenues (Fig. 1)

Dosage des composés phénoliques

Le dosage des phénols totaux, des tanins, des flavonoïdes et des proanthocyanidines a été réalisé à partir d'une procédure publiée (Sima Obiang et al. 2021).

Contrôle de la stabilité dimensionnelle

30 blocs de bois de duramens, de dimensions 2*x*2*x*2*x* cm^3 suivant les directions radiales (R), tangentielles (T) et longitudinales (L) ont été prélevés dans les branches, les troncs et la souche d'okoumé. Ils ont ensuite subi cinq cycles de séchage pendant 16 h à 105 °C et immersion dans de l'eau pendant 24 h selon la norme EN NF 408 (2004). Les masses sèches, humides et les dimensions des blocs de bois ont été prélevés à chaque étape.

Résultats et analyse

Teneur en eau

Le contrôle de la teneur en eau a montré que les écorces de branches (21,39±8,65%) et de troncs (25,46±2,64%) d'okoumé ont une teneur en eau similaire ($p>0,05$). Celle des écorces de la souche (16,94±1,80%) est sont statistiquement identique à celle des branches ($p>0,05$) quoiqu'elle serait inférieure à celle du tronc. La teneur en eau des aubiers d'okoumé du bloc forestier étudié évoluerait comme suit : branches (20,71±5,61%) > troncs (9,78±1,98%) > souche (7,22±1,42%). Il a été observé que le duramen des branches aurait une teneur moyenne en eau de 20,82±21,63% avec de fortes variabilités intra et inter arbres, il est plus riche en eau que celui de la souche (12,22±2,19 %) ou des troncs (8,54±1,39%) dont les teneurs en eau présentent une plus forte homogénéité intra et inter arbres. Signalons que les fortes teneurs en

eau de l'écorce et de l'aubier d'okoumé comparativement à l'écorce (3,66±0,16%) et l'aubier (1,39±0,02%) du tronc de *Guibourtia tessmannii* (kévazingo) rapportées par Ngadjoussa (2020), pourraient expliquer en partie la forte susceptibilité du bois d'okoumé face aux attaques par les insectes xylophages qui colonisent rapidement et dégradent son écorce en particulier. Des différences de conservation de l'écorce et du bois d'okoumé prélevés sur le site de Lekey à des périodes différentes nous ont interpellé sur des possibles variations de la durabilité naturelle des bois d'okoumé sur le site de Lekey à Franceville (Fig. 1 et 2).

Fig. 1 : Ecorce de tronc d'okoumé du site de Lekey dégradée (prélevée en mars 2022)

Fig. 2 : Ecorce de tronc d'okoumé du site de Lekey bien conservée (prélevée en juillet 2021)

Teneur en extractibles

L'extraction au Soxhlet n'a pas présenté de différences significatives ($p>0,05$) entre les teneurs en extraits des écorces dans l'acétone, l'éthanol ou l'eau (Tab. 1). Il a été observé que la teneur en extraits acétonique semble plus élevée dans l'aubier de la souche (4,77±0,01%) que dans ceux des branches et des troncs. Une différence significative est apparue dans la teneur en extraits acétoniques des duramens ($p<0,05$), le duramen de la souche d'okoumé contiendrait plus d'extractibles (3,88±0,01%) que ceux des branches et des troncs. Aucune différence significative ($p>0,05$) n'a été observée entre les teneurs en extraits éthanoliques des écorces, ni entre ceux des écorces et l'aubier ($p>0,05$). Le duramen d'okoumé serait la partie la moins riche en extraits éthanoliques. L'absence de variabilité de la teneur en extractibles entre les écorces d'okoumé s'observe aussi chez les extraits hydrosolubles, ce qui qualifie les écorces des branches et des souches comme source quantitatives potentielles de molécules aux propriétés chimiques et biologiques à explorer. L'aubier de la souche serait le plus riche en extraits hydrosolubles (4,36±0,01%) ; avec celui des branches, ils se positionnent aussi comme des sources de composés organiques solubles dans l'eau.

Tab. 1 : Taux d'extractibles obtenus par la méthode de Soxhlet en utilisant l'acétone, l'éthanol et l'eau comme solvants. Les données sont exprimées en pourcentage de sciure d'écorce, d'aubier et de duramen sec au sein des branches (B) et des troncs (T) de cinq arbres, et d'une souche (S) d'*Aucoumea klaineana* Pierre (AKP).

Substrats	Teneurs en extractibles en fonction du solvant		
	Acétone (%)	Ethanol (%)	Eau (%)
Ecorce-AKP-B	7,22±2,26^{a,d}	3,26±0,47^{a}	4,95±1,82^{a,b}
Ecorce-AKP-T	8,10±1,79^{a}	3,23±1,26^{a}	6,52±1,49^{a,d}
Ecorce-AKP-S	7,58±0,17^{a}	3,06±2,09^{a}	6,28±0,01^{a,d}
Aubier-AKP-B	4,10±4,05^{c,d}	2,37±1,07^{a}	2,34±0,96^{c}
Aubier-AKP-T	2,04±1,02^{e}	nd	2,11±1,11^{e}
Aubier-AKP-S	4,77±0,01^{f}	nd	4,36±0,01^{f}
Duramen-AKP-B	2,50±1,08^{c}	0,76±0,08^{b}	13,34±8,68^{b,d}
Duramen-AKP-T	1,34±0,46^{g}	nd	3,12±1,21^{g}
Duramen-AKP-S	3,88±0,01^{h}	nd	4,75±0,01^{h}

Dans une colonne, les valeurs moyennes ayant la même lettre en indice ne présentent pas de différence significative à $\alpha=0,05$. nd : non déterminé.

Notons aussi que le duramen des branches est ultra-dominant en extraits hydrosolubles (13,34±8,68%) par rapport à ceux de la souche et des troncs. Ces résultats tendent à positionner

le houppier et les souches issues de l'exploitation forestière de l'okoumé comme réservoirs de molécules organiques dont il convient de contrôler la teneur composés phénoliques.

Dosage des composés phénoliques solubles dans l'eau

Le dosage des composés phénoliques par UV-Visible (Tab. 2) n'a pas mis en évidence des différences significatives ($p>0,05$) entre les extraits aqueux d'écorces du houppier, du tronc et de la souche. Les teneurs en polyphénols du xylème de ces trois parties d'okoumé seraient statistiquement différentes ($p<0,05$) ; l'aubier (12,38±2,63 µg EAG/mg) et le duramen (16,52±0,75 µg EAG/mg) des branches étant pratiquement deux fois plus riches en polyphénols que ceux du tronc et de la souche (Tab. 2). La teneur en tanins hydrosolubles ne présente pas de différence significative entre les écorces de branches, de troncs et de la souche ($p>0,05$). On observe toutefois de faibles écarts entre les teneurs en tanins des aubiers lorsque les duramens des branches (6,75±1,10 µg EAT/mg) et de la souche (4,62±0,09 µg EAT/mg) affichent des concentrations en tannins supérieures à celle du tronc (3,72±0,68 µg EAT/mg). Les résultats du Tab. 2 montrent que les écorces de la souche sont plus riches en flavonoïdes hydrosolubles celles des branches et du tronc qui ne présentent pas des écarts significatifs ($p>0,05$). Mais les concentrations en flavonoïdes hydrosolubles paraissent faibles dans les aubiers et duramens étudiés, aucune différence ne semble exister entre les troncs et la souche d'okoumé ($p>0,05$) quoique l'extrait aqueux du duramen des branches serait plus abondant en flavonoïdes (5,37±2,75 µg EP/mg). Les concentrations en proanthocyanidines (PAs) des écorces de branches et de troncs d'okoumé présentent de fortes variabilités intra et inter arbres, celles-ci n'ont pas d'écarts significatives avec celle de la souche ($p>0,05$) qui parait plus homogène (Tab. 2). Les extraits aqueux d'aubiers et de duramens de troncs et de la souche d'okoumé ont de faibles concentration en PAs (< 1 µg EP/mg), le xylème des branches pourrait contenir plus de PAs malgré les fortes variabilités intra et inter arbres constatées dans cette étude (Tab. 2).

Tab. 2 : Synthèse des teneurs moyenne en polyphénols, tanins, flavonoïdes et proanthocyanidines des extraits aqueux d'écorces, aubiers et duramens et de branches (B), de troncs (T), de la souche de l'arbre d'okoumé exprimées µg Equivalent acide gallique (EAG), acide tanique (EAT), quercétine (EQ) et pomme (EP)/milligramme de sciure sèche.

Composés	Polyphénols (µg EAG/mg)	Tanins (µg EAT/mg)	Flavonoïdes (µg EQ/mg)	Proanthocyanidines (µg EP/mg)
Ecorce-AKP-B-EAU	65,49±19,34^{a,b}	100,95±77,12^{a}	08,64±3,44^{a}	148,45±112,79^{a,c}
Ecorce-AKP-T-EAU	85,86±6,51^{a}	113,59±84,29^{a}	21,74±14,12^{a}	261,68±181,32^{a,f}
Ecorce-AKP-S-EAU	75,21±0,01^{b}	67,62±0,01^{a}	39,21±0,01^{b}	103,50±0,01^{a}
Aubier-AKP-B-EAU	12,38±2,63^{c}	9,61±6,91^{b}	0,90±0,65^{c}	38,23±35,71^{c}
Aubier-AKP-T-EAU	5,15±1,95^{d}	5,32±2,12^{b,c}	1,19±1,39^{d}	0,59±0,35^{d}
Aubier-AKP-S3-EAU	7,00±0,11^{e}	4,48±0,17^{c}	1,84±0,07^{d}	0,42±0,03^{e}
Duramen-AKP-B-EAU	16,52±0,75^{f}	6,75±1,10^{d}	5,37±2,75^{e}	72,71±65,23^{f}
Duramen-AKP-T-EAU	5,67±1,87^{d}	3,72±0,68^{e}	1,84±3,14^{d}	0,40±0,35^{f}
Duramen-AKP-S-EAU	8,53±0,05^{g}	4,62±0,09^{f}	1,32±0,02^{d}	01,00±0,00^{g}

Dans une colonne, les valeurs moyennes ayant la même lettre en indice ne présentent pas de différence significative à $\alpha=0,05$, AKP: *Aucoumea klaineana* Pierre,

Contrôle de la stabilité dimensionnelle des duramens

Enfin, les tests préliminaires de stabilité dimensionnelle des éprouvettes de duramens de branches et de troncs et de la souche d'okoumé, effectués sur deux cycles immersion dans l'eau/séchage à 105 °C pendant 16 h ne présentent pas de différence significative ($p>0,05$) (Tab. 3). Ces données partielles suggèrent que les duramens du houppier et des souches d'okoumé

pourraient constituer une source de matériaux (planches, lattes, avivés divers) ayant une stabilité dimensionnelle équivalente à celle des bois débités dans le tronc.

Conclusions et perspectives

Tab. 3 : Variations dimensionnelles suivant la direction radiale (R), tangentielle (T) et longitudinale (L) des blocs de bois des duramens (D) des branches (AKP-B), des troncs (AKP-T) et de la souche (AKP-S) d'okoumé.

	Retrait après le séchage initial (i)			Retrait après le l[er] cycle immersion/séchage			Retrait après le 2[ème] cycle immersion/séchage		
Echantillons	$\frac{\Delta R_s^i}{R_h^0}$	$\frac{\Delta T_s^i}{T_h^0}$	$\frac{\Delta L_s^i}{L_h^0}$	$\frac{\Delta R_s^1}{R_h^0}$	$\frac{\Delta T_s^1}{T_h^0}$	$\frac{\Delta L_s^1}{L_h^0}$	$\frac{\Delta R_s^2}{R_h^0}$	$\frac{\Delta T_s^2}{T_h^0}$	$\frac{\Delta L_s^2}{L_h^0}$
D-AKP B	-3,4±1,1[a]	-4,6±2 [a]	-1±0,8 [a]	-3,5±0,8[a]	-4,2±1,8[a]	-0,6±0,7[a]	-3,3±0,9[a]	-4,2±1,9[a]	-1,1±0,5[a]
D-AKP-T	-3,8±0,4[b]	-4±0,8[a]	-1,2±0,5 [a]	-2,7±1,2[a]	-3±0,6[a]	-0,4±0,4[a]	-2,9±0,9[a]	-3,1±0,5[a]	-0,4±0,4[a]
D-AKP-S	-4,4±1,8[c]	-5,1±1,6[a]	-1,3±2,2 [a]	-4±2,5[a]	-4,2±2,8[a]	-0,6±2,5[a]	-4±2,1[a]	-4,6±2,2[a]	-0,3±1,8[a]

Dans une colonne, les valeurs moyennes ayant la même lettre en indice ne présentent pas de différence significative à α=0,05, AKP: *Aucoumea klaineana* Pierre,

Les résultats de cette étude ont permis de montrer le bon positionnement des écorces, aubiers et duramens du houppier et de la souche d'okoumé, souvent abandonnés en forêt après exploitation forestière, comme sources potentielles de composés organiques solubles dans les solvants polaires. Les écorces de ces deux parties du bois d'okoumé contiendraient des quantités équivalentes en polyphénols totaux, tanins, flavonoïdes et proanthocyanidines (PAs) hydrosolubles à celles du tronc. Le xylème des branches et de la souche serait plus abondant en polyphénols totaux et en tanins ; alors que l'aubier et le duramen du houppier d'okoumé seraient plus riches en tanins condensés (PAs). Les blocs de duramens du houppier et de la souche ayant une stabilité dimensionnelle équivalente à celle du tronc. Les données de cette étude renforcent l'idée de porter un regard nouveau sur les déchets non valorisés de l'exploitation forestière au Gabon ; ces biomasses abandonnées en forêt pourraient constituer une source de molécules d'intérêt, et de matériaux bois valorisables dans la construction ou l'ameublement qui nécessitent des études complémentaires dans les sciences connexes au matériau bois (chimie, physique, mécanique et microbiologie).

Remerciements

Les auteurs remercient la Société Rougier Gabon, du site Mbouma Oyali à Franceville pour son appui logistique dans les phases d'échantillonnage. Nos remercions aussi le Laboratoire de Recherche en Biochimie (LaRe Bio) de l'USTM pour la mise à disposition de son plateau technique pour les dosages des composés phénoliques. Le Groupe Thématique de Recherche N°3/USTM du Laboratoire de Recherche et de Valorisation du Matériau Bois (LaReVa Bois) ainsi que le Laboratoire des Matériaux de l'Ecole Polytechnique de Masuku trouveront ici l'expression de notre gratitude pour leurs appuis en consommables et appareils de contrôle de la stabilité dimensionnelle des échantillons.

Références

Engozogho Anris P.S., Bikoro Bi Athomo A., Safou- Tchiama R., Leroyer L., Vidal M., Charrier B. (2020) Development of green adhesives for fiberboard manufacturing, using okoume bark tannins and hexamine – characterization by 1H NMR, TMA, TGA and DSC analysis. Journal of Adhesion Science and Technology, 1-14.

Mougnala Moukagni E. (2020) Optimisation du prétraitement par explosion à la vapeur des coproduits de la transformation industrielle du bois d'okoumé : vers une valorisation des hémicelluloses. Thèse de Doctorat de l'Université de Lorraine.

EN NF 408 (2004) Bois de structure et bois lamellé collé. Détermination de certaines propriétés physiques et mécaniques. AFNOR

Ngadjoussa, N. (2020) Criblage phytochimique, contrôle des propriétés antioxydantes et du pouvoir collant des extraits d'écorce et d'aubier de *Guibourtia tessmannii*. Mémoire de Master Recherche en Science du Bois à l'Ecole National des Eaux et Forêts, Gabon.

Ngwa Obame S. (2019) Optimisation du prétraitement par explosion à la vapeur des coproduits de l'industrie du bois d'okoumé : vers une production d'éthanol cellulosique. Thèse de Doctorat de l'Université de Lorraine.

Safou-Tchiama R., De Jéso B., Akagah A.G., Sèbe G., Pétraud M. (2007) A preliminary survey of the interfacial bonding of some tropical hardwoods towards succinic anhydride and 2-octen-1-yl succinic anhydride molecules: Impact of lignin and carbohydrate polymers structure on the chemical reactivity. Industrial Crops and Products, 26, 173–184.

Sima Obiang C., Ngoua Meye Misso R.L., Ndong Atome G.R., Mbeng Obame R.B., Privat Ondo J.P., Obame Engonga L.C, Nsi Emvo E. (2021) Antimicrobial, antioxidant, anti-inflammatory and cytotoxic study of extracts of Guibourtia tessmanii (harms) J. Léonard from Gabon. Clinical Phytoscience, 7(45), 1-8

"Patine" biosourcée : valorisation de ressources locales et inspiration des vernis traditionnels

LEROYER Léo[1], CHARRIER Bertrand[1]

[1]Universite de Pau et des Pays de l'Adour, E2S UPPA, Mont de Marsan, France
leo.leroyer@univ-pau.fr

Mots clefs : revêtement de surface ; colophane ; gemmage ; vernis

Contexte et objectifs

Le gemmage, qui consiste à recueillir la résine de pin par incision de l'écorce de l'arbre, a généré une activité économique phare de la région des Landes Gascogne de la fin du XIXème à la fin du XXème siècle. Aujourd'hui, des collectivités locales et plusieurs entreprises ont la volonté de relancer cette activité. Dans ce contexte, plusieurs projets de recherche ont été initiés, dont le projet « Philogemme Recherche » : il s'appuie sur un partenariat entre l'Université de Pau et des Pays de l'Adour la société Holiste, et est soutenu par la Région Nouvelle aquitaine. Cette entreprise a développé une technologie innovante de gemmage en vase clos en utilisant un « activant » biosourcé pour leur permettre d'obtenir une résine biologique dont elle récupère la colophane et l'essence de térébenthine après distillation. Cette dernière est utilisée dans un appareil, le « bol d'air Jacquier », commercialisé par l'entreprise Holiste. Si les débouchés de la colophane sont nombreux, des travaux de valorisation sont encore nécessaires pour l'élargissement de ses marchés actuels.

Le mélange colophane/huile siccative, et notamment l'huile de lin, est connu depuis au moins le XVIIème siècle pour la fabrication de revêtements de surface, en particulier des vernis (Tirat 2017). Plusieurs luthiers continuent d'utiliser les recettes traditionnelles pour vernir leurs instruments (Gilles 2022, Echavidre 2022). Une thèse de doctorat (Francès 2019) inspirée des savoir-faire anciens du vernissage a récemment été soutenue dans l'équipe. Ce travail de recherche s'est déroulé dans le cadre du projet « Stradivernis », dont l'objectif était de développer de nouveaux vernis à base de colophane et susceptibles d'être industrialisés.

En réponse à un besoin d'un industriel (Applic'étains), et sur la base des travaux menés sur la colophane au sein du laboratoire, il a ainsi été développé un nouveau type de revêtement de surface utilisable sur des étiquettes en étain. L'objectif était de proposer un produit majoritairement biosourcé en utilisant au maximum les ressources locales, notamment la résine de pin maritime, tout en répondant aux contraintes techniques et esthétiques du cahier des charges. Un effort supplémentaire a été porté sur le choix des composants pour réduire l'exposition à des produits néfastes pour l'organisme, en particulier lors de l'application, en opposition aux produits utilisés actuellement par l'entreprise contenant de nombreux composés toxiques, en particulier des solvants aromatiques dont les effets cancérigènes sont reconnus.

Après plus d'un an de R&D, une formulation a été retenue, et ce à l'issue de plusieurs phases : texturation d'une encre de sérigraphie utilisée dans l'entreprise ; formulation d'une préparation à base d'huile siccative et de colophane ; optimisation en concertation avec l'entreprise. La formulation finale est actuellement commercialisée par le laboratoire pour une application sur des étiquettes à destination de bouteilles de champagne haut de gamme.

Matériel et méthode

Matières premières

La colophane et l'essence de térébenthine (ET) ont été fournies par la société Holiste, et plus précisément via leur programme « Biogemme ». L'huile de lin (cuite ou non), le talc, les graphites et les siccatifs ont été achetés chez la société « Mon Droguiste », tandis que le pigment « noir Spécial 4 » provient de la société « Safic-Alcan ». Les autres produits proviennent de fournisseurs de laboratoire (Fisher Scientific, Sigma-Aldrich). Le solvant TO/10-AR et l'encre de sérigraphie (Tampo) ont été fournis par l'entreprise Applic'étains.

La colophane a préalablement été traitée thermiquement selon la procédure recommandée par Nicolas Gilles et optimisée par Manon Francès.

Méthode de préparation des formulations

Phase 1 : Le protocole général a été le suivant : ajout des charges/texturants dans le solvant, puis addition de l'encre « Tampo » pour obtenir la patine. Cependant, le charbon, la terre d'ombre et la lignine ont été ajoutés directement à l'encre avant mélange avec le solvant.

Phase 2 et 3 : La colophane a été solubilisée à chaud dans l'huile de lin cuite avant l'incorporation des charges. L'ET a été ajoutée au mélange après homogénéisation. L'ensemble a été agité jusqu'à l'obtention d'une suspension opaque homogène.

Application

L'application a été faite après ajout du siccatif le cas échéant et agitation.

L'application de la patine a été effectuée avec des morceaux de « moquettes » fournies par l'entreprise. Après avoir appliqué la patine sur l'étiquette, une étape d'essuyage avec une autre éponge ou du papier essuie-tout a été réalisé.

Les étiquettes de différents modèles (« Armand de Brignac » (AB) et « Riesling ») et finitions (brut, vernis, métallisé) ont été fournies par l'entreprise.

Deux paramètres ont été évalués : l'aspect esthétique et le temps de séchage.

Résultats et discussion

Les références présentées dans les Fig. 1 à 4 ont servi de modèles pour la première phase. Trois produits étaient alors utilisés par l'entreprise : deux formulations « grasses » offrant une grande latitude d'application et dégradés mais ne séchant pas (« Tégu » et « Dimitri »), et une encre de sérigraphie (Tampo) séchant très rapidement mais ne permettant ni retouche ni dégradé.

Fig. 1 : Riesling, patine Dimitri

Fig. 2 : AB vernis, patine Dimitri

Fig. 3 : AB vernis, patine TEGU

Fig. 4 : AB vernis, encre Tampo

L'objectif était d'obtenir une formulation qui corresponde aux aspects souhaités par l'entreprise, mais qui soit également homogène, facile à appliquer, séchant rapidement et ne laissant aucune trace noire au touché.

Phase 1 : texturation d'une encre de sérigraphie utilisée dans l'entreprise

Une première phase a consisté à améliorer le comportement de l'encre « Tampo » pour l'application à la main : texture, viscosité, vitesse de séchage.

Dans un premier temps, un premier criblage de solvants, texturants et charges a été effectué. L'ET et le TO/10-AR se sont révélés miscible à l'encre, contrairement à l'éther de pétrole. Cependant, d'une manière générale, après l'essuyage, les formulations testées à base d'ET ont conduit à des résultats médiocres : peu de contraste et dépôt de matière insuffisant.

Dans un second temps, une optimisation du rendu esthétique a été effectuée avec les charges retenues à l'issue du premier criblage : terre d'ombre naturelle, terre d'ombre calcinée, charbon et 2 types de graphite de puretés différentes.

Enfin, une optimisation du temps de séchage a été entreprise. Pour ce faire, de nouveaux additifs ont été ajoutés dans les formulations : l'huile de lin cuite, la colophane et des siccatifs. Même si l'aspect des étiquettes ne correspondait pas à celui requis, en particulier à cause du geste de l'opérateur, ces essais ont permis plusieurs observations :

- L'huile de lin cuite a réduit le temps de séchage comparée à l'huile de lin crue
- Le choix du siccatif doit se faire en fonction de la cuisson ou non de l'huile de lin
- L'ajout de siccatif a permis d'améliorer le temps de séchage (<10 min.)
- L'ajout de colophane a permis d'améliorer l'aspect de finition mais a augmenté le temps de séchage de quelques formulations.
- L'augmentation importante de la proportion en charges dans les formulations a conduit à des résultats médiocres : d'une part, les formulations élaborées ont été très pâteuses, et d'autre part, l'essuyage conduit à l'effacement trop important de la patine.

Malgré de nombreux essais, aucune formulation n'a donné satisfaction : même celles nous paraissant encourageantes ont été écartées lors des essais de validation en entreprise. D'autres voies d'améliorations ont été imaginées, mais le principe de modulation des propriétés avec une base encre « Tampo » a montré ses limites et a été abandonné.

Phase 2 : Formulations biosourcées

Dans le but de maitriser au mieux les facteurs influençant les performances des patines, en termes de rendu final, de temps de séchage, mais aussi de maitrise des composants, des formulations à partir de composants simples ont été réalisées. Le principe a été de s'inspirer des vernis à base du mélange huile de lin/colophane élaborés par Manon Frances.

Le TO/10-AR a été utilisé pour les premiers essais mais a rapidement été remplacé par l'ET (d'autres solvants ont été évalués mais n'ont pas été retenus). De nouvelles charges ont également été intégrées : talc, pigment noir (Noir Spécial 4) en remplacement du charbon, tanin. Des formulations ont rapidement montré des performances encourageantes, que ce soit au niveau du rendu ou du temps de séchage, et plusieurs constatations ont pu être relevées :

- La base huile a permis d'obtenir une bonne viscosité pour une application à la main
- Un séchage de l'ordre d'1h30 a pu être obtenu avec certaines formulations
- Après séchage, aucune trace de doigt n'a été relevée
- Un excès de colophane a conduit à une brillance trop importante

Une optimisation a donc été conduite en étroite collaboration avec l'entreprise : des échantillons ont été régulièrement envoyés pour essais en interne. Une rationalisation de la composition a aussi été entreprise : certaines charges ont pu être écartées car conduisant à des résultats médiocres ou ayant un effet trop faible pour justifier la multiplication des composants (tanin,

lignine et terre d'ombre). Enfin, une optimisation fine concernant le temps de séchage (comparaison de plusieurs siccatifs) et le rendu (proportion des composants) a permis de valider une formulation satisfaisant les attentes de l'entreprise.

Phase 3 : validation et production

La formulation retenue selon les critères esthétiques et de vitesse de séchage a subi des essais en entreprise pour valider ses performances : résistance du film à l'éthanol, au froid (-20°C) et à l'eau (immersion). Une production en fut de 20 L a alors été mise en œuvre. Un système de gestion des déchets avec l'élaboration d'un ignifugeant a également été mis en place pour sécuriser la manipulation de cette composition à base d'huile de lin, dont l'auto-oxydation exothermique peut conduire à une auto-inflammation.

La « patine » est donc actuellement utilisée pour les étiquettes d'un champagne haut de gamme (Fig. 5).

Fig. 5 : bouteille de champagne Armand de Brignac revêtue avec des étiquettes Applic'étains utilisant la patine noire produite au laboratoire

Conclusion et perspectives

Cette étude a permis de valoriser des travaux universitaires issus d'une recherche académique sur les produits de la résine de pin pour aboutir en moins de deux années à une commercialisation d'un produit. Si aujourd'hui une seule entreprise utilise la nouvelle patine, plusieurs perspectives de développement de formulations sont en cours pour atteindre de nouveaux marchés en France mais également à l'étranger. Pour cela des développements complémentaires seront nécessaires afin de mieux contrôler notamment les vitesses de séchage et les mécanismes contrôlant la viscosité des mélanges.

Références

Echavidre T. (consulté le 12/10/2022) Tony Echavidre - Luthier du quatuor à cordes à Bordeaux, https://echavidre-luthier.com/

Francès M. (2019) Étude de la mise au point d'un vernis industriel à base de colophane et d'huile végétale. Polymères, thèse de doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour

Gilles N. (consulté le 12/10/2022) Nicolas Gilles - Luthier Villeneuvette Montpelier France, https://www.luthier-gilles.com/

Tirat S. (2017) Propriétés physico-chimiques et vieillissement des vernis huile de lin/colophane : de la technique du luthier à la conservation des instruments de musique vernis, thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise.

Patrimoine bois et problèmes de mécanique des structures : deux cas d'étude en restauration de mobilier bois.

COLMARS Julien[1], SIMMONDS Raphaëlle[2], BACHELET Élise[2], ROURE Thibault[3], GHILARDI Lisa[3], LE CONTE Sandie[4]

[1]Univ Lyon, INSA Lyon, CNRS, LaMCoS, UMR5259, 69621 Villeurbanne, France
[2]Élève INP, Département Restauration, Atelier Mobilier, 93300 Aubervilliers, France
[3]Élève INSA Lyon, Département Génie Mécanique, 69621 Villeurbanne, France
[4]Laboratoire de l'INP, 93300 Aubervilliers, France
julien.colmars@insa-lyon.fr

Mots clefs : patrimoine, restauration, conservation, mobilier, calcul de structures, calculs éléments finis, compression-set.

Introduction

Durant leur dernière année au département restauration de l'Institut National du Patrimoine (INP), les élèves mènent un projet de conservation-restauration autour d'un objet choisi avec l'équipe encadrante. En parallèle de l'étude historique et du travail de conservation-restauration, chaque élève réalise une étude technico-scientifique d'un objet choisi dans une collection patrimoniale publique. Certains de ces projets de restauration soulèvent des problématiques de mécanique des matériaux et des structures, parfois autour du matériau bois. C'est notamment le cas dans l'atelier restauration mobilier de l'INP.

Cette communication sous forme de retour d'expérience, propose de revenir sur deux structures bois restaurées récemment à l'atelier mobilier de l'INP. Autour de ces objets, c'est le travail collaboratif de quatre élèves (2 restauratrices et 2 ingénieur·e·s) qui sera présenté. Après une brève description des objets concernés, nous reviendrons sur les problématiques mécaniques posées par ces objets, et nous verrons comment la collaboration entre l'INP et l'INSA Lyon a été mise au service de leur restauration.

Maquette du Musée de la Marine

Présentation de l'objet

Le premier objet est une maquette en bois du Musée National de la Marine (Fig. 1), daté autour de 1800, et restauré par Élise Bachelet durant son année de diplôme (Bachelet 2021). Il représente les premières étapes de la mise en chantier d'un vaisseau. L'objet est constitué de plusieurs dizaines de poutre en bois de différentes essences (if, peuplier, noyer, tilleul) assemblées entre elles par des pointes métalliques, et fixées de la même manière sur un large plateau de résineux. Le constat d'état de cette œuvre avait mis en évidence des ruptures de certaines pièces, ainsi que des écarts importants entre l'état actuel et la configuration initiale (supposée) de la maquette ; la configuration actuelle de la maquette laissait supposer un état de contrainte interne important dans la structure. Un des objectifs de la restauration était de repositionner la maquette sur les différents points d'appui du support, afin d'atteindre un état mécanique avec moins de contraintes internes.

Fig 1 : Maquette 27 CN 47 avant restauration (vue de tribord)

Modèle mécanique et résultats

Une étude mécanique de la structure a été conduite dans le cadre du projet de fin d'étude de Thibault Roure, étudiant ingénieur à l'INSA de Lyon (Roure 2021). Une campagne de mesure avec un capteur laser de position (WIMESURE (LAR400 – 5V)) a permis de construire une maquette virtuelle du squelette (Fig. 2). À partir du nuage de points obtenu expérimentalement, un modèle éléments finis de poutres a été mis en place dans le logiciel Cast3m (voir Fig.3). Le modèle est constitué de 664 éléments de poutre de Bernoulli. Pour alimenter le modèle élément finis, une partie des paramètres matériau a été obtenue par des tests non-destructifs (Brancheriau 2002), et une autre partie a été recalée par des essais de chargement sur la maquette réelle. Le modèle élément fini a servi à simuler différents scénarios de repositionnement de la maquette. En analysant les niveaux de contrainte dans la structure, les calculs FEM ont permis d'arbitrer entre différents protocoles, et de justifier l'intervention de restauration qui a conduit à la relaxation de la maquette.

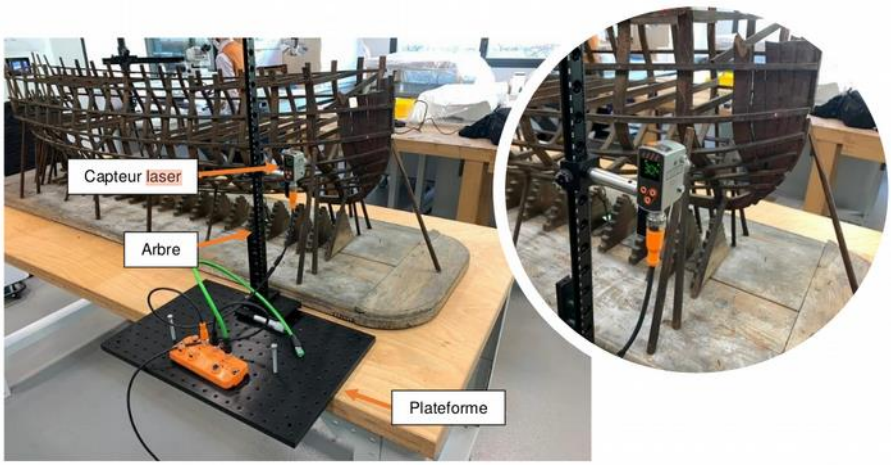


Fig.2 : relevé des points de la géométrie par capteur laser (Bachelet 2021)

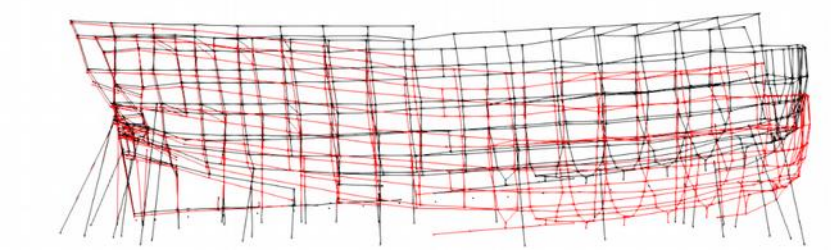
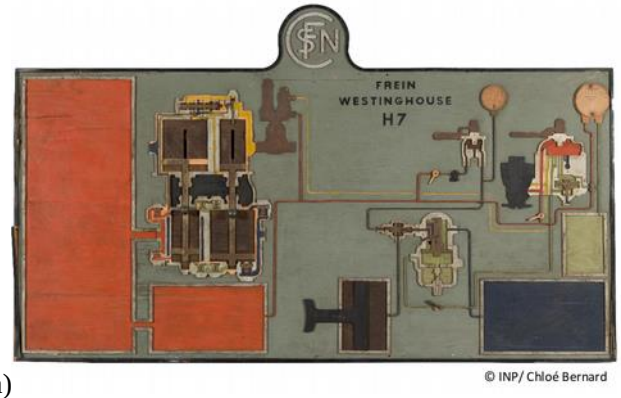


Fig. 3 : simulation par éléments finis de poutres d'un scénario de restauration, configuration initiale et déformée, d'après (Roure 2021)

Panneau pédagogique de la SNCF

Présentation de l'objet

Le second objet présenté ici est un panneau pédagogique de la SNCF, conservé au Musée National de l'Éducation à Rouen (Fig.3). Cet objet était utilisé dans la première moitié du XXe siècle pour la formation des mécaniciens au modèle de frein Westinghouse. Il a été restauré par Raphaëlle Simmonds durant son année de diplôme (Simmonds 2022). L'objet est constitué d'un large panneau de contreplaqué de hêtre sur lequel des éléments rapportés ont été cloutés pour constituer la maquette du système de freinage (Fig. 4a). Le constat d'état a mis en évidence des décollements des plis du contreplaqué, et des déformations résiduelles (courbures, fissures, allongements, Fig. 4b). L'objectif de la restauration était une remise à plat des plis du contreplaqué.

(a) 

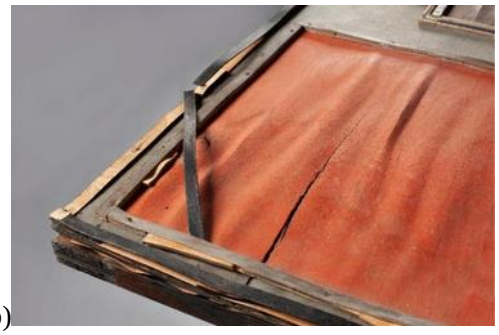
(b) 

Fig.4 : panneau pédagogique du musée de la SNCF (a) vue générale (b) décollement des plis du contreplaqué, d'après (Simmonds 2022).

Protocole de remise à plat et remise à la longueur

Lors du constat d'état, il a été noté que les différents plis de contreplaqués, originellement collés ensemble, n'avaient plus des dimensions compatibles. Les élongations résiduelles de ces plis ont été imputés à des effets de couplages hygromécaniques, plus particulièrement au *compression-set* (Mazzanti 2014). Durant la partie technico-scientifique de (Simmonds 2022), il a été décidé de ramener tous les plis à la même longueur lors de la mise à plat et avant collage, en utilisant une nouvelle fois le phénomène de *compression-set*. Le protocole de restauration envisagé a été testé au travers d'une campagne d'essais en atmosphère contrôlée. Plusieurs chambres climatiques ont été construites avec des films pare-vapeur et des solution salines, le tout placé dans l'atmosphère contrôlée en température de l'atelier mobilier de l'INP.

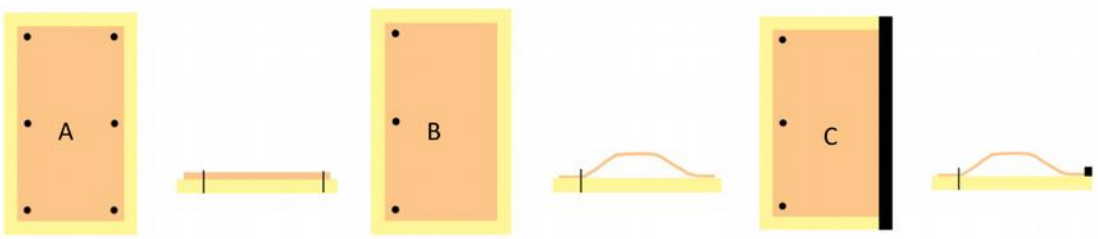


Fig. 5 : échantillons de placage placés sous cycles hydriques avec différentes conditions aux limites.

Des tests de flambement ont été réalisés sur des éprouvettes de placage soumise à des cycles d'humidification contrôlés et différentes conditions aux limites (encastrement par clous, retrait empêché) (Fig. 5) représentatives des configurations présentes sur l'objet d'étude. Les courbures résiduelles des échantillons ont été caractérisées par des mesures par scan laser

(Einscan pro 2X). Les données de courbure ont servi à recaler des modèles éléments finis de coque multicouches mis en place dans (Ghilardi 2022).

Les échantillons ainsi obtenus ont été utilisés pour tester un protocole de remise à plat et de correction des longueurs par *compression set*. Les niveaux de *compression set* observés sur les échantillons témoins ont permis d'optimiser le cycle d'humidité à faire subit au panneau lors de la restauration (Fig. 6). Le protocole ainsi déterminé a permis une remise à plat du panneau et un rattrapage des longueurs

Fig. 6 : dispositif de remise à plat avec retrait contrôlé (compression set) sur l'objet d'étude, d'après (Sim2022)

Conclusion et Perspectives

Les deux cas de restauration présentés ici montrent le rôle déterminant que joue la mécanique dans l'état de conservation et dans la restauration de ces œuvres en bois. Dans un cas (maquette de bateau), la simulation par éléments finis couplée à des essais sur la structure réelle a permis d'étayer le choix d'un protocole de restauration. Dans le second cas (panneau de contreplaqué), c'est un travail de modélisation des couplages hygromécaniques et une campagne expérimentale qui ont permis de proposer une méthode originale pour la remise à plat d'un contreplaqué. Dans les deux cas, la collaboration entre école d'ingénieur (laboratoire de recherche et département d'enseignement) et institut de conservation-restauration (laboratoire et école) s'est avérée extrêmement intéressante, tant sur le plan scientifique que sur le plan pédagogique.

Références

Bachelet E. (2021) Étude et conservation-restauration d'un modèle de vaisseau de 80 canons en construction (Arsenal de Toulon, XVIIIe siècle, Paris, Musée National de la Marine) Modélisation mécanique avec simulation par éléments finis d'une maquette, comme outil de réflexion pour la réintégration d'éléments détachés, Mémoire de master en conservation-restauration, INP

Brancheriau L., Bailleres H. (2002) Natural vibration analysis of clear wooden beams: a theoretical review. Wood Science and Technology 36, 347–365.

Ghilardi, L., Étude numérique d'une maquette de frein à air comprimé (musée SNCF), Mémoire de projet de fin d'étude, INSA Lyon (2022).

Mazzanti P., Colmars J., Gril,J., Hunt D. Uzielli L (2014). A hygro-mechanical analysis of poplar wood along the tangential direction by restrained swelling test. Wood Science and Technology. Vol. 48, no 4, p. 673-687.

Roure T. (2021) Suivi numérique de la restauration d'une maquette de bateau du Musée de la Marine, Mémoire de projet de fin d'étude, INSA Lyon.

Simmonds R. (2022) « Pour ou contreplaqué ? ». Étude et conservation-restauration d'un panneau pédagogique « Frein Westinghouse H7 » provenant des formations d'apprentis SNCF (1937-1957, Rouen, Musée national de l'Éducation) Étude des déformations sous contrainte du bois de hêtre déroulé ; recherche et mise en œuvre d'une méthode de remise à plat., Mémoire de master en conservation-restauration, INP.

Rétro-analyse du comportement d'une travée de charpente traditionnelle

KAUFFMANN Lawrence[1], COINTE Alain[2], GALIMARD Philippe[2], COUREAU Jean-Luc[2]

[1] CNRS - Centre national de la recherche scientifique
[2] I2M - Institut de mécanique et d'ingénierie
lawrence.kauffmann@u-bordeaux.fr

Mots-clés : Travées de ferme ; Monitoring ; Rétro-analyse, Assemblage

Contexte et objectif

On se propose d'étudier plusieurs sources de déformations possibles d'une réplique de la charpente traditionnelle de Notre Dame réalisée en bois vert. En collaboration avec le Lycée Professionnel des Métiers du Bâtiment de Felletin, la travée N°9 de la charpente composée des fermes N°4 et 5 de la nef a été reproduite à l'échelle réelle sur le site de l'établissement. Cet objet représente une étude de cas précieuse dans le cadre de la modélisation numérique des structures du patrimoine et le suivi de ces ouvrages anciens. Une simulation par éléments finis est donc élaborée en parallèle d'une campagne expérimentale (jumeau numérique) afin de permettre une analyse approfondie de la sensibilité du comportement structural aux propriétés mécaniques des poutres et des assemblages. Ce travail est utile à l'analyse du risque de ces charpentes. L'objectif est de développer une modélisation fine de la charpente capable de mieux rendre compte du comportement à long terme lié aux connaissances physiques et mécaniques du bois et au mode constructif de cette structure médiévale.

Matériel et méthodes

Monitoring de la réplique

La réplique de la structure à l'échelle 1:1, Fig. 1a, nous offre la possibilité d'adopter deux stratégies de suivi, une basée sur les mesures prises au court de l'année en continu suite à l'édification et une autre à court terme basée sur des séries d'essais statiques (chargement instantané maîtrisé). Les deux sont réalisées sur site et demandent une logistique de mesures complexe compte tenu de l'échelle de l'objet étudié.

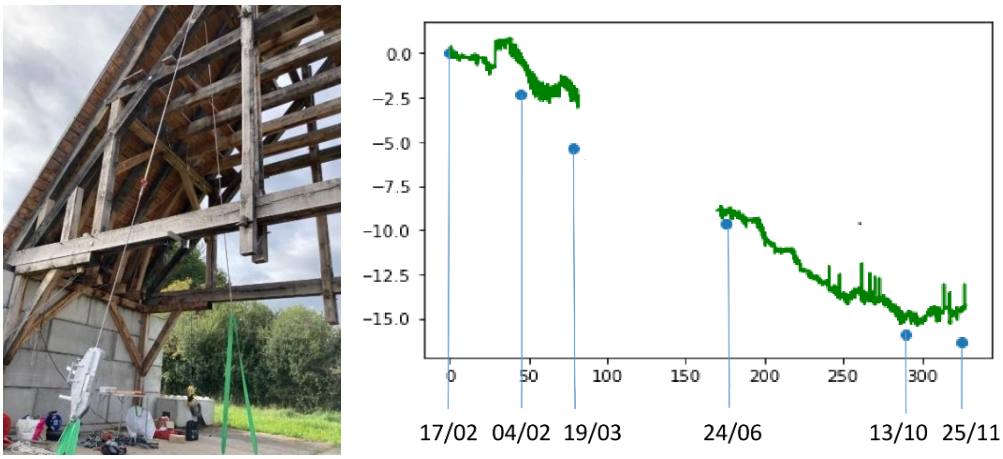


Fig. 1 : (a) Essai instantané ; (b) Mesure de la flèche de l'entrait de la ferme N°4 en 2022

La Fig. 1a représente le dispositif de chargement et de mesure mis en place pour des essais de caractérisation de la raideur élastique de la structure. Les points d'application des charges

ponctuelles sont reliés à une dalle béton au sol. Un capteur de force est placé sur un brin du tirefort de sollicitation pour mesurer l'effort appliqué par une poulie et un mouflage au niveau de la charpente (Fig. 1a). Cet essai a pour but d'effectuer une rétro-analyse avec un modèle numérique élastique (jumeau numérique) dépendant principalement des raideurs d'assemblage et de la rigidité des éléments.

Deux méthodes de surveillance de la travée ont été proposées et l'agrégation de ces mesures renseigne ce même jumeau numérique au cours du temps (long terme) :

- une station de monitoring fait l'acquisition en continu de données de déplacements avec 14 capteurs positionnés sur la réplique et deux voies supplémentaires relèvent la température et l'humidité ambiante du site comme le montre la Fig. 1b,
- une série de relevés réalisés au tachéomètre permet de mesurer de façon ponctuelle les déplacements de 40 cibles réparties sur les deux pignons de la travée (Fermes 4 et 5). L'utilisation de cibles réfléchissantes, permet une mesure globale des déplacements de la structure tous les trois mois environ avec une précision de 1mm.

Ces dernières viennent compléter le monitoring et permet de mieux appréhender le comportement tridimensionnel de la charpente dans le temps. La Fig. 1b représente la flèche absolue mesurée sur une année d'un entrait principal (à mi-portée sous le poinçon)) de la ferme 4.

Résultats

Exploration expérimentale

Parmi les applications faites des mesures prises au tachéomètre, on a pu mettre en évidence sur la première année l'allongement et le retrait longitudinaux des composants (Fig. 2). Compte tenu de la précision de ±1mm, on s'intéresse aux variations dimensionnelles des poutres les plus longues de la ferme N°4 qui sont celles des arbalétriers extérieurs et de l'entrait principales, respectivement de 11 et 13m. On observe que les poutres se sont allongées d'une dizaine de millimètres, soit environ 0.1% entre décembre et mars. En mars 2021, l'humidité en surface est de l'ordre de 24%. Le retrait apparait alors dans les poutres. Au total, on relève 25mm de retrait entre mars et décembre 2021, date à laquelle les bois sont passé à 15% d'humidité en surface.

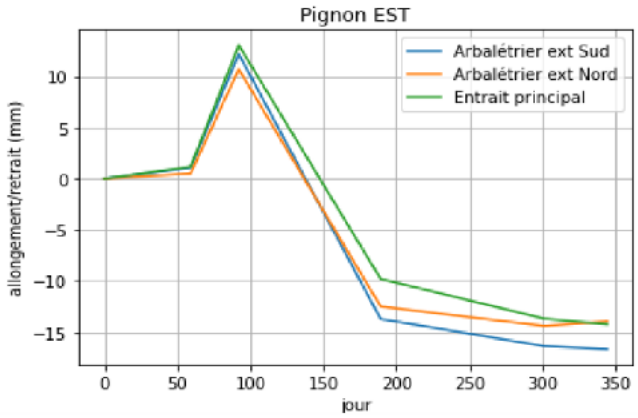


Fig. 2 : retrait longitudinal des poutres observé sur la première année

On s'intéresse ensuite aux résultats des essais instantanés, Fig. 3. On évalue, les déplacements verticaux de deux points distincts de la ferme durant un même cycle de chargement à 20 kN. La charge est ponctuelle verticale descendante est située à la droite de la ferme 4 à l'intersection du faux-entrait et du Chevron (Fig. 1a). On est donc en mesure d'estimer des raideurs de la

structure pour cette configuration de chargement selon deux localisations. Ces dernières sont identifiées à partir de la déformée numérique présenté Fig. 3a. Le point 3 se situe sur l'entrait principal, au droit de la charge appliqué (Fig. 3a), tandis que le point 4 se situe au centre de l'entrait sous le poinçon (point d'inflexion). `

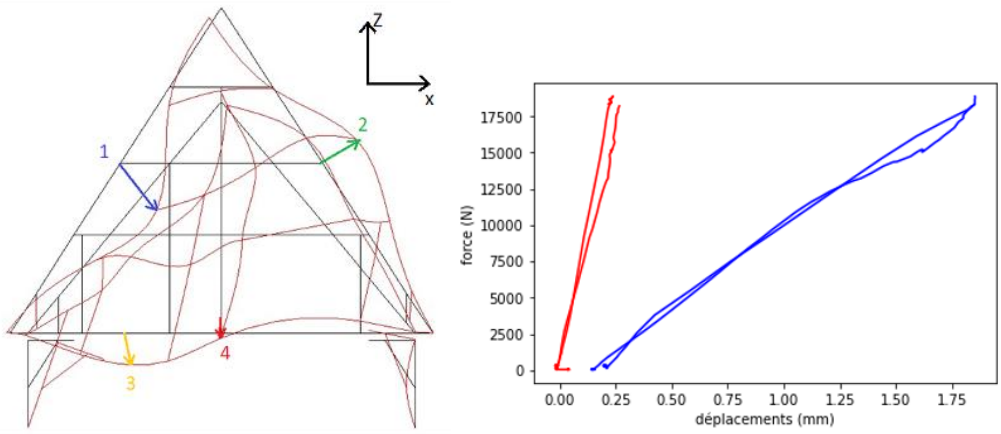


Fig. 3 : (a) Déformée de la charge sous charge ponctuelle ; (b) Courbes force/déplacement (point 3 bleu-point 4 rouge)

En parallèle, deux autres points de mesures ont été réalisés avec le tachéomètre sous chargement instantané, afin d'en estimer les flèches. Le point 1 est situé au droit de la charge sur le second faux entrait et le point 2 est son symétrique par rapport au poinçon (Figure 3a). Les données récapitulatives de deux cycles sont présentées dans le Tab. 1 par leur valeur moyenne à la charge de 20 kN. On observe des déplacements de signes opposés (selon Z) entre les deux points comme illustré Fig. 3a, ce qui est dû à la dissymétrie de chargement

Tab. 1 : Tableau des déplacements des extrémités du second faux-entrait à 20 kN.

Flèche Point 1	Flèche Point 2
-3,0 mm	2,5mm

Modèle numérique 2D

En première approximation et sur la base d'une hypothèse de demi-bande de chargement, on simule la ferme N°4 en 2D par la méthode des éléments finis. Le modèle développé sur Cast3M tient compte des raideurs assemblages, du retrait longitudinal du bois et du module d'élasticité longitudinal, on impose :

- des raideurs d'assemblage isotropes en hypothèse initiale et une raideur de rotation nulle,
- un coefficient retrait/gonflement du chêne avec une diminution de 10% d'humidité (en première approximation, suite à l'analyse du retrait longitudinal),
- une variation du module d'élasticité longitudinal.

De manière à appréhender de façon découplée les effets en lien avec le retrait, la qualité des assemblage et l'élasticité du bois, des simulations de Monte-Carlo sont proposés avec des valeurs proposées dans le Tab. 2. Les résultats de la flèche sous le poinçon sont donnés en conséquence.

On applique à la simulation le poids propre de la structure ainsi que celle de la couverture puis on génère aléatoirement 1000 fermes 4 de la charpente de Notre Dame de Paris. Les propriétés dans chaque barre suivent une loi normale en première hypothèse. La Fig. 5 (a) représente la

gaussienne représentative de la variabilité admise du module d'élasticité du bois D30 (FCBA 2015).

Tab. 2 : Paramètres d'entrée et de sortie du modèle en fonction de la dispersion de propriété adoptée sous poids propre.

Sources	Raideur d'assemblage		Coefficient de retrait		Module d'élasticité	
Entrée/sortie	K (N/m)	Flèche(mm)	α (%/%)	Flèche(mm)	E (MPa)	Flèche(mm)
Moyenne	1e7	-5.9	1e-2	-9.8	1e4	-5.5e-1
Ecart-type	2.5e6	9.1e-1	8e-4	2.3	1.e3	8.1e-2
COV (%)	25%	15,5%	8%	24%	10%	15%

On obtient ainsi les fréquences cumulées de la flèche maximum de l'entrait principale en fonction de la variabilité des phénomènes implémentés. La part de la flèche du au module d'élasticité est environ dix fois moins importante que celle due aux raideurs d'assemblages, elle-même 2 fois inférieure à celle due au retrait longitudinal. Il ressort que le retrait longitudinal du bois et la raideur des assemblages gouvernent principalement la flèche de la Ferme 4. La Fig. 5b montre la sensibilité de la réponse de la structure sous charge propre. Le module d'élasticité du bois présente peu d'influence sur la réponse globale en comparaison, ce qui est intéressant en ce qui concernant le choix de la qualité du chêne.

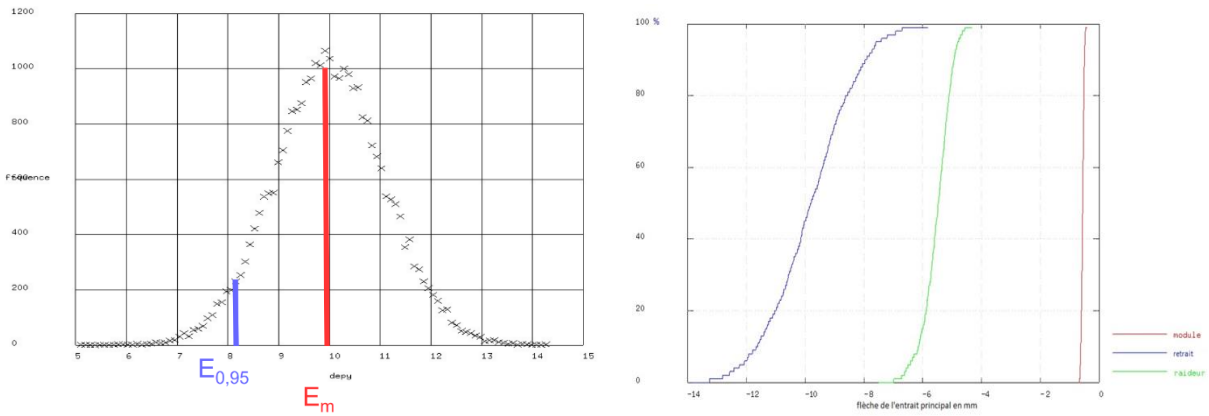


Fig. 4 : (a) Distribution gaussienne du module d'élasticité ; (b) Fréquences cumulés de la flèche en fonction des paramètres

Le Tab. 2 résume les moyennes, écart-types de la variabilité des paramètres d'entrée du modèle (dans les unités respectives) et des déplacements en sortie (en mm). L'incertitude des propriétés des données sur les assemblages et le retrait longitudinal sont donc à étudier plus précisément. Les essais instantanés menés sur la structure peuvent aider à mieux caler l'ordre de grandeur. Pour le retrait longitudinal une campagne expérimentale de suivi au séchage est en cours sur des poutres de structures de grosses sections et de grandes longueurs.

En faisant varier par décade l'ordre de grandeur de la raideur isotrope des assemblages qui relient les éléments de barre, on est en mesure de représenter leur impact sur les déplacements de la ferme 4, lors de l'essai de chargement statique que l'on a reproduit numériquement. Les déplacements mesurés peuvent être reportés sur le diagramme de sensibilité. Plus la raideur des liaisons augmente plus le système se rigidifie et plus on observe une diminution de la flèche jusqu'à atteindre une valeur asymptotique égale à la valeur obtenue avec des liaisons parfaitement rigides (>=1e ^{8} N/m).

A l'aide de ces courbes, on est en mesure d'évaluer l'ordre de grandeur global des raideurs d'assemblage en fonction des données expérimentales. Les raideurs des points de l'entrait

principal obtenues expérimentalement (Fig. 1b), pour une charge appliquée équivalente au modèle, donnent des déplacements de 0.31mm au point 4 et 2.26mm au point 3, ce qui correspond à des raideurs comprises entre 65.10^5 et 169.10^5 N/m. Le point d'inflexion au poinçon est moins appréciable au sens de la mesure car il est bien plus faible.

Les déplacements relevés au tachéomètre montrent aussi cet ordre de grande, mais la précision de la mesure avec ce type de relevé (erreur au 1mm), ne permet pas de conclure : on obtient un spectre de raideur compris entre 80.10^5 et 320.10^5 N/mm. Ces résultats montrent que les assemblages ne peuvent pas être considérés comme des articulations pour lesquelles les raideurs axiales atteignent asymptotiquement la valeur de 1000.10^5 N/mm.

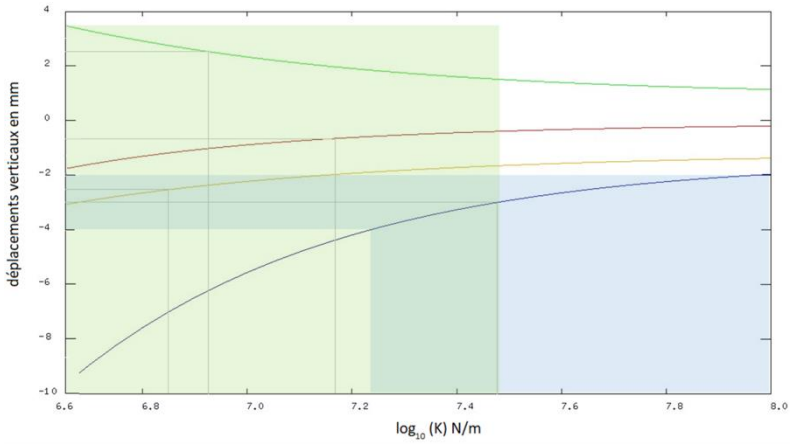


Fig. 5 : Flèches fonction des raideurs exprimées en décade (essai statique)

Conclusions et perspectives

L'étude montre que les assemblages bois sur bois ne peuvent pas être considérées comme des articulations parfaites. A partir des nouvelles données numériques, on peut estimer l'ordre de grandeur des raideurs d'assemblage comprises entre 65 et 320.10^5 N/m. Ces écarts peuvent s'expliquer par les types de liaisons, le montage et les techniques médiévales de tailles. Par ailleurs, le retrait longitudinal des poutres de chêne impacte la cinétique de déformation de la charpente. On souhaite pouvoir procéder à une meilleure estimation des coefficients de retrait du chêne à l'état vert et de l'humidité des poutres sur site. Des capteurs d'humidité et de température ont été placés au cœur des poutres pour affiner l'estimation de l'humidité. Par ailleurs une campagne d'essai en salle climatique et sur des poutres de grandes dimensions sont en cours de réalisation afin de mieux connaître de coefficient de retrait/gonflement qu'il faut appliquer à du bois de construction. De plus des essais de caractérisation d'assemblage traditionnel est en cours de traitement pour affiner les données d'entrée.

L'étude propose des techniques de suivi et de sollicitation douce de structure permettant de mieux évaluer les composantes nécessaires à la modélisation de ces anciennes charpentes, en vue d'évaluer des fonctions de défaillance des composants et des assemblages.

Références

Lhuillier P. (?) Précision des mesures, théorie des erreurs , BTS métiers du géomètre[…], p, 13/23.

Courde P., Gatuing B. (?) Base de la topographie, IUT de bordeaux, p 19-32/86.

Allais M., Kupferle F., Rossi F. (2015) Dimensionnement à froid des assemblages traditionnels bois, CODIFAB, C4ci.

FCBA, IRABOIS (2015) Fiche ABC , p 11-14/111.

Thibaut B., Caré S., Maurin E. (2022) Oak beams in medieval frameworks: Constraints and advantages for restoration. Journal of Cultural Heritage, 56, 108-117.

Suzuki Y., Maeno M. (2006) Structural mechanism of traditional wooden frames by dynamic and static tests, The Official Journal of the International Association for Structural Control and Monitoring, 13(1):508-522.

Jorissen A.J.M, den Hamer J., Leijten A.J.M. (2014) Traditional timber frames. In 2014 World Conference on Timber Engineering, p. 1/9.

Liste des participants

NOM Prénom	Labo/organisme, ville (pays)	email
ABDOULKADRI ABDOULAYE Ali	Agap, Montpellier	alikbayama@gmail.com
AFOUTOU Jérôme	GC2D, Egletons	jerome.afoutou@unilim.fr
AGUILAR Kyle	Lermab, Nancy	kyle.aguilar@univ-lorraine.fr
AHMADI Peyman	Biowooeb, Montpellier	
AL FAY Alaa	UM-msb, Montpellier	alaa.m.fay@hotmail.com
ALMÉRAS Tancrède	LMGC, Montpellier	tancrede.almeras@umontpellier.fr
ARNAUD Charlène	Amap, Montpellier	charlene.arnaud30@gmail.com
ARNAUD Maelle	UM-msb, Montpellier	maelle.arnaud01@etu.umontpellier.fr
ARNOULD Olivier	LMGC, Montpellier	olivier.arnould@umontpellier.fr
ASSEKO ELLA Martian	Pascal, Clermont-Fd	Martian.ASSEKO_ELLA@etu.uca.fr
AUDIARD Benjamin	Cepam, Nice	benjamin.audiard@cepam.cnrs.fr
AZADEH Elham	Lermab, Epinal	
BADEL Eric	PIAF, Clermont-Fd	eric.badel@inrae.fr
BARDET Sandrine	LMGC, Montpellier	sandrine.bardet@umontpellier.fr
BÉGEOT Carole	Chrono-environnement, Besancon	carole.begeot@univ-fcomte.fr
BELLONCLE Christophe	LIMBHA, Nantes	christophe.belloncle@esb-campus.fr
BERTIN Ingrid	Cepam, Nice	ingrid.bertin@palaeome.org
BERTRAND Gael	UM-msb, Montpellier	gaelbertrand1992@outlook.fr
BOIRON Robin	UM-msb, Montpellier	robin.boiron@gmail.com
BOIVIN Juliette	Labomap, Cluny	juliette.boivin@ensam.eu
BOLES Geroge	I2M, Bordeaux	george.boles@u-bordeaux.fr
BONTEMPS Arthur	Pascal, Clermont-Fd	arthur.bontemps@uca.fr
BORDAGE Romain	3SR COMHET, Grenoble	romain.bordage@grenoble-inp.org
BOURCHANIN Matteo	UM-msb, Montpellier	matteo.bourchanin@etu.umontpellier.fr
BOURSAT Thomas	LMGC, Montpellier	tboursat.pro@gmail.com
BOUSSAROQUE Ludwig	UM-msb, Montpellier	ludwig.boussaroque@etu.umontpellier.fr
BRANCHERIAU Loïc	Biowooeb, Montpellier	loic.brancheriau@cirad.fr
BRÉMAUD Iris	LMGC, Montpellier	iris.bremaud@umontpellier.fr
BREMAUD Laure	Peirene, Limoges	laure.bremaud@unilim.fr
BRIHIEZ Joseph	MNHM, Paris	jbrihiez@gmail.com
BULTEAU Lucie	UM-msb, Montpellier	luciej.bulteau@gmail.com
CAILLEAUD Chloe	UM-msb, Montpellier	chloe.cailleaud@etu.umontpellier.fr
CAILLER Mathilde	UM-msb, Montpellier	mathilde.cailler31@gmail.com
CAVAGNY Thomas	Cepam, Nice	thomas.camagny@gmail.com
CATHELINEAU Paul	UM-msb, Montpellier	paul.cathelineau01@etu.umontpellier.fr
CATHELOUX Claire	UM-msb, Montpellier	claire.catheloux@etu.umontpellier.fr
CHAMBRY Matisse	UM-msb, Montpellier	matisse.chambry@etu.umontpellier.fr
CHAPLAIN Myriam	I2M, Bordeaux	myriam.chaplain@u-bordeaux.fr
CHARBONNIER Antoine	UM-msb, Montpellier	
CHARRIER EL BOUHTOURY Fatima	Iprem, Pau	fatima.charrier@univ-pau.fr
CHAUTARD Marie-Amandine	Cepam, Nice	maridine.chautard@outlook.com
CHEVALIER Romain	Gascogne Bois, Bordeaux	rchevalier@gascognebois.com
CHIN Yi Hien	Pascal, Clermont-Fd	yi_hien.chin@uca.fr
CLAIR Bruno	LMGC, Montpellier	
CIANO Juliette	LMGC, Montpellier	juliette.ciano@hotmail.fr
CLECH Yann	UM-msb, Montpellier	Yannclech@hotmail.fr
COLMARS Julien	INSA, Lyon	julien.colmars@insa-lyon.fr
CONSTANT Thiéry	Silva, Nancy	thiery.constant@inrae.fr
CORDIER Francois	LEKO Labs, Luxembourg (LU)	s.bruno@lekolabs.com
COSNEFROY Marion	Cepam, Nice	marion.cosnefroy@etu.unice.fr
COSTA Guy	Peirene, Limoges	guy.costa@unilim.fr
COSTA Pauline	Cepam, Nice	pauline.costa@etu.unice.fr
COSTE Emma	Cepam, Nice	emma.coste.13@orange.fr
CUVEILLIER Paul	UM-msb, Montpellier	paul.cuveillier@gmail.com

NOM Prénom	Labo/organisme, ville (pays)	email
DA COL Xavier	UM-msb, Montpellier	dacolxavier@gmail.com
DA COSTA Daniele	LIMBHA, Nantes	danielecristina.dacosta@etu.esb-campus.fr
DAMAY Jérémie	Biowooeb, Montpellier	jeremie.damay@cirad.fr
DÉJARDIN Annabelle	BioForA, Orléans	annabelle.dejardin@inrae.fr
DELHON Claire	Cepam, Nice	claire.delhon@cepam.cnrs.fr
DEMOULIN Leyne	Labomap, Cluny	leyne.demoulin@ensam.eu
DENAUD Louis	Labomap, Cluny	louis.denaud@ensam.eu
DIAZ Léa	Iprem, Pau	lea.diaz@sfr.fr
DIJOUX Rebecca	UM-msb, Montpellier	rebecca.dijoux@etu.umontpellier.fr
DORINI FALAVINHA Joao Vitor	Lermab, Nancy	
DUBOIS Frédéric	GC2D, Egletons	frederic.dubois@unilim.fr
DUCRUET Romain	UM-msb, Montpellier	romain.ducruet@gmail.com
DUFOUR Antonin	UM-msb, Montpellier	antonin.dufour.ad@gmail.com
DURET Elsa	IPREM, Pau	duretelsa@hotmail.fr
DUSSOL Lydie	Cepam, Nice	lydie.dussol@cepam.cnrs.fr
EFHAMISISI Davood	Univ.Tehran, Téhéran (IR)	davod.efhami@gmail.com
EID Georges	Lermab, Nancy	georges.eid@univ-lorraine.fr
EKOMY ANGO Serge	LaReVa Bois, Libreville (GA)	ekomyango@yahoo.fr
ELACHACHI Sidi-Mohammed	I2M, Bordeaux	sidi-mohammed.elachachi@u-bordeaux.fr
ENGONGA EDZANG Arnauld	PIAF, Clermont-Fd	arnauld.engonga-edzang@inrae.fr
ESPINOSA Luis	ICA, Tarbes	luis.espinosa@iut-tarbes.fr
EYMA Florent	ICA, Tarbes	florent.eyma@iut-tarbes.fr
FLOREZ Daniela	Lermab, Epinal	daniela-carolina.florez-parra@univ-lorraine.fr
FOURNELY Eric	Pascal, Clermont-Fd	eric.fournely@uca.fr
FRECHARD Victor	Lermab, Nancy	victor.frechard@nancy.archi.fr
GAUVIN Cécilia	SMACH, Sainte-Cécile-Les-Vignes (NL)	cecilia.gauvin@gmail.com
GÉRARDIN Christine	Lermab, Nancy	Christine.Gerardin@univ-lorraine.fr
GÉRARDIN Pauline	Lermab, Nancy	pauline.gerardin@univ-lorraine.fr
GÉRARDIN Philippe	Lermab, Nancy	philippe.gerardin@univ-lorraine.fr
GHORBANI Maryam	Univ. Sari, Sari (IR)	ghorbani_mary@yahoo.com
GILLOT Isabelle	Cepam, Nice	Isabelle.gillot@unice.fr
GIRARD Victor	Lermab, Nancy	victor.girard@univ-lorraine.fr
GIRARDCLOS Olivier	Chrono-Environnement, Besancon	olivier.girardclos@univ-fcomte.fr
GIRARDON Stéphane	Labomap, Cluny	Stephane.Girardon@ensam.eu
GOBERT Pol	UM-msb, Montpellier	polgobert@gmail.com
GOEBEL Peter	Cepam, Nice (US)	petergoebel01@gmail.com
GREFFIER Guilhem	Institut Clement Ader, Tarbes	greffier.guilhem@gmail.com
GRIL Joseph	Pascal, Clermont-Fd	joseph.gril@cnrs.fr
HEIM Lucie	Labomap, Cluny	lucie.heim@ensam.eu
HENIN Jean-Marc	LTB, Gembloux (BE)	j.henin@cra.wallonie.be
HENRY Auréade	Cepam, Nice	aureade.henry@cepam.cnrs.fr
HSIEH Tai-Yun	LMGC, Montpellier	tai-yun.hsieh@umontpellier.fr
JAILLET Maelys	UM-msb, Montpellier	maelys.jaillet@etu.umontpellier.fr
JAMES Axelle	Cepam, Nice	axelle.james@outlook.fr
JANOT Dorian	3SR, Grenoble	dorian.janot@univ-grenoble-alpes.fr
JOSEPH-JULIEN Anaelle	Cepam, Nice	josephjulien.anaelle@gmail.com
JULLIEN Delphine	LMGC, Montpellier	Delphine.Jullien@umontpellier.fr
KAHN Josephine	LMGC, Montpellier	josephine.kahn@agroparistech.fr
KAUFFMANN Lawrence	I2M, Bordeaux	lawrence.kauffmann@u-bordeaux.fr
KIENY Emma	UM-msb, Montpellier	kieny.emma@gmail.com
KIMPE Berenice	Xylofutur, Gradignan	berenice.kimpe@xylofutur.fr
LAETHIER Solene	UM-msb, Montpellier	solene.laethier@outlook.fr
LANVIN Jean-Denis	FCBA, Bordeaux	jean-denis.lanvin@fcba.fr
LAVALETTE Anne	Alt-RD, Orléans	Anne.lavalette@live.fr
LE COURBE Arnaud	UM-msb, Montpellier	lecourbea@gmail.com
LEBRETON Flore	LIMBHA, Nantes	flore.lebreton@esb-campus.fr
LECOMTE-SCHMITT Blandine	Inrap-IdF, Pantin	blandine.lecomte-schmitt@inrap.fr

NOM Prénom	Labo/organisme, ville (pays)	email
LEHNEBACH Romain	Ecofog, Kourou	lehnebach.romain@hotmail.fr
LEROY Meava	Ecofog, Kourou (GF)	maeva.leroy@cnrs.fr
LEROYER Léo	Iprem, Pau	leo.leroyer@univ-pau.fr
LI Xiaolin	Labomap, Cluny	xiaolin.li@ensam.eu
MAGNANOU Elodie	BIOM, Paris	elodie.magnanou@obs-banyuls.fr
MANGIN Floriane	Lermab, Nancy	floriane.mangin@univ-lorraine.fr
MARC Caroline	Labomap, Cluny	caroline.marc@ensam.eu
MARTHA Resa	Lermab, Nancy	resa.martha@univ-lorraine.fr
MARTIN Corinne	Silva, Nancy	corinne.martin@agroparistech.fr
MARTIN Corinne	UM-msb, Montpellier	corinne@burette.tv
MASSELIN Elorry	UM-msb, Montpellier	elorrymass@live.fr
MATHIEU Florence	UM-msb, Montpellier	florence.roux@etu.umontpellier.fr
MAUREL Anais	Cepam, Nice	anais.maurel@gmail.com
MAURIN Emmanuel	CRC, Champs-s-M	emmanuel.maurin@culture.gouv.fr
MAURY Louison	Cepam, Nice	louisonmaury@outlook.com
MAZEL Ivan	ENSAG-AE&CC, Grenoble	ivan.mazel@gmail.com
MENDES Hugo	UM-msb, Montpellier	hugo-mendes@hotmail.fr
MICHAUD Franck	LIMBHA, Nantes	franck.michaud@esb-campus.fr
MOHD AZANI Nur Fatin Silmi	UM-msb, Montpellier	fatinsilmi2@gmail.com
MONTERO Cédric	LMGC, Montpellier	cedric.montero@umontpellier.fr
MOUTOU PITTI Rostand	Pascal, Clermont-Fd	rostand.moutou_pitti@uca.fr
NARCY Alma	Navier, Champs-s-M	alma.narcy@cstb.fr
NAUDIN Youri	UM-msb, Montpellier	naudinyouri@gmail.com
NISHIYAMA Yoshiharu	Cermav, Grenoble	yoshi@cermav.cnrs.fr
OBOUNOU AKONG Firmin	Lermab, Nancy	firmin.obounou-akong@univ-lorraine.fr
OLIVIER Maelis	UM-msb, Montpellier	Maelisolivier4732@gmail.com
OSWALD Apolline	Xylofutur, Bordeaux	apolline.oswald@xylofutur.fr
OUDJENE Marc	Lermab, Laval	marc.oudjene@gci.ulaval.ca
PASSO Ulfrid	Pascal, Clermont-Fd	ulfrispasso10@gmail.com
PENVERN Helene	Labomap, Cluny	helene.de_sauvage@ensam.eu
PETLITCKAIA Svetlana	SPE, Corte	petlitckaia_s@univ-corse.fr
PHAN Nhat Tung	Pascal, Clermont-Fd	pntung2610@gmail.com
PHILIPPON Eliott	UM-msb, Montpellier	eliott.philippon7@gmail.com
PIERREJEAN Isabelle	Ecofog, Kourou (GF)	isabelle.pierrejean@univ-guyane.fr
PILATE Gilles	BioForA, Orléans	gilles.pilate@inrae.fr
POGGI Simon	Cepam, Nice	poggisimon98@gmail.com
POT Guillaume	Labomap, Cluny	guillaume.pot@ensam.eu
PUECH Elysandre	Cepam, Nice	elysandre.puech@cepam.cnrs.fr
QUISTIN Paul	Anco, Guadeloupe	pquistin@anco971.fr
RAMAUX Johan	Lermab / LRGP, Nancy	johan.ramaux@univ-lorraine.fr
RAOBELINA Andry Clarel	ESSA, Tananarive (MG)	andryclarel@gmail.com
RASOAMANANA Patricia	ESSA, Tananarive (MG)	patriciarasoamanana@gmail.com
REBHI Amal	I2M, Bordeaux	amal.rebhi@u-bordeaux.fr
RIPARBELLI Lorenzo	Dagri, Florence (IT)	lorenzo.riparbelli@unifi.it
RODRIGUES-SOARES DAVID	ENSAG-AE&CC, Grenoble	soares.d@grenoble.archi.fr
ROLLE Jecolia	UM-msb, Montpellier	jecolia.rolle@etu.umontpellier.fr
ROUGER Frédéric	FCBA, Champs-s-M	frederic.rouger@fcba.fr
ROVERSI Deborah	Cepam, Nice	deborah.roversi@york.ac.uk
RUELLE Julien	Silva, Nancy	julien.ruelle@inrae.fr
RUIZ Maria Celest	Lermab, Nancy	celesteruiz@gmail.com
SAFOU TCHIAMA Rodrigue	USTM, Franceville (GA)	r_safoutchiama@yahoo.fr
SAFRI Nahla	IAE, Nice	safrinahla@gmail.com
SARRAUTE Jean -Baptiste	UM-msb, Montpellier	je.sarraute@outlook.fr
SAUVAT Nicolas	GC2D, Egletons	nicolas.sauvat@unilim.fr
SEJATI Prabu Satria	Lermab, Nancy	prabu-satria.sejati@univ-lorraine.fr
SIEFFERT Yannick	3SR, Grenoble	yannick.sieffert@3sr-grenoble.fr
STÉPHAN Antoine	Lermab, Epinal	antoine.stephan@univ-lorraine.fr
THEILLERE Manon	UM-msb, Montpellier	manon.theillere@etu.umontpellier.fr

NOM Prénom	Labo/organisme, ville (pays)	email
THÉRY-PARISOT Isabelle	Cepam, Nice	isabelle.thery@cepam.cnrs.fr
THÉVENON Marie-France	Biowooeb, Montpellier	marie-france.thevenon@cirad.fr
THIBAUT Bernard	LMGC, Montpellier	bernard.thibaut@umontpellier.fr
TOUBLAN Lucile	UM-msb, Montpellier	lucile.toublan@gmail.com
TOURNADRE Quentin	UM-msb, Montpellier	quentin.tournadre@gmail.com
VAN ROOIJ Arnoul	PIAF, Clermont-Fd	vanrooij.arnoul@gmail.com
VAN-ACKER Joris	Wood Technology Lab, Gent (BE)	Joris.VanAcker@UGent.be
VIAL Estelle	FCBA, Champs-s-M	estelle.vial@fcba.fr
VIDAL Marcia	0, Lyon	vidal.marcia@gmail.com
VIGUIER Joffrey	Labomap, Cluny	Joffrey.viguier@ensam.eu
VINCENT Marc	Xylofutur, Bordeaux	marc.vincent@xylofutur.fr
VINCENT Doriane	Cepam, Nice	doriane.vincent.t@gmail.com
VIRETTO Amandine	Biowooeb, Montpellier	amandine.viretto@cirad.fr
WAUQUIEZ Claire	Ecofog, Kourou (GF)	claire.wauquiez@gmail.com
WOLFGRAM Jasmine	Lermab, Nancy	jasmine.wolfgram@gmail.com
YAICH Mariem	Labomap, Cluny	Mariem.YAICH@ensam.eu
ZAREMSKI Alba	Agap, Montpellier	alba.zaremski@cirad.fr