

THESE

PRESENTEE A

L'UNIVERSITE BORDEAUX 1

ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE
L'INGENIEUR

Par Thibaud SURINI

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPECIALITE : SCIENCES DU BOIS

**ANALYSE DYNAMIQUE DE LA BIODEGRADATION DU
BOIS ET DES COMPOSITES A BASE DE BOIS ET
FIBRES VEGETALES**

Soutenue le : Lundi 5 Octobre 2009

Après avis de :

MM. Pascal TRIBOULOT, Professeur, ENSTIB, Epinal
Joris VAN ACKER, Professeur, Université de Gand

Rapporteurs

Devant la commission d'examen formée de :

MM. Gérard VALENTIN, Professeur, Université Bordeaux 1
Pascal TRIBOULOT, Professeur, ENSTIB, Epinal
Joris VAN ACKER, Professeur, Université de Gand
Patrick CASTERA, Chargé de recherche 1, INRA
Bertrand CHARRIER, Maître de Conférences,
IUT de Pau et des Pays de l'Adour, Sylvadour
Stéphane GRELIER, Professeur, Université Bordeaux 1

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur

Examineur
Examineur

*A celle qui a fait de moi,
« cet homme [qui] marchait pur loin des sentiers obliques,
vêtu de probité candide et de lin blanc. »*

Remerciements

Cette thèse est l'aboutissement de 3 ans de travail que l'on peut qualifier de collectif. Je remercie tout d'abord l'INRA ainsi que la Région Aquitaine, pour le financement de cette étude. Cependant, l'idée originale est venue de mes encadrants, M. Patrick Castéra et le Prof. Stéphane Grelier que je remercie avant tout pour leur confiance. Bien qu'encadrant non officiel, j'associe le Prof. Gérard Valentin, avec qui j'ai pu avoir des discussions scientifiques toujours riches en enseignements. Je remercie également les Professeurs Pascal Triboulot et Joris Van Acker, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse.

Les différentes études ont aussi été réalisées grâce à l'aide et aux conseils de personnes extérieures au laboratoire. Pour ce qui est de l'approvisionnement, je remercie la scierie Beynel Manustock et la scierie Lesbats et Fils pour le pin maritime, la scierie Delord pour le chêne, la scierie Pomarède pour mes baguettes de douglas. Concernant les « manips », je remercie le CREMEM et particulièrement Mme Elisabeth Sellier pour ses très jolies photographies, Mme Sylvie Niollet de l'Unité TCEM, ainsi que l'IUT Génie Civil, d'où sont sortis les composites Bois/ciment. Je voudrais remercier M. Ghislain Simo d'avoir essuyé les plâtres sur le traitement thermique, ce qui m'a permis un gain de temps pour mon travail expérimental sur le four. Je n'omettrai pas celui sans qui les essais de fissuration n'auraient pas été possible : M. Xavier Basile, de la société Zwick/Roell, qui a accepté de nous prêter une machine d'essai adapté à nos éprouvettes, et m'a formé sur la prise de mesure avec le logiciel TestXpert II. Merci !

Les collaborations ne s'arrêtent pas là, car, même des projets scientifiques ont vu le jour grâce au soutien d'autres unités de recherche. Je pense tout d'abord à Olivier Pignolet, Jérôme Peydecastaing et à M. Carlos Vaca-Garcia, du LCA (ENSIACET-Toulouse), qui m'ont permis d'étudier de nouveaux traitements chimiques élaborés par leur soin. Je pense aussi à Mme Marie-France Thévenon et Mme Christine Baudassé du CIRAD, ainsi qu'à Mme Fatima Charrier et M. Bertrand Charrier et Amine Moubarik de Sylvadour, que je remercie vivement pour leurs précieux conseils et leur disponibilité. C'est aussi grâce à eux que j'ai, entre autres, appris à compter... des termites !

J'en reviens à mes collègues bordelais, en remerciant tout d'abord toute l'équipe de la Capitale. S'il serait trop long de citer tous les membres du laboratoire, je voudrais remercier le Chef Info, Jean-Marc Sibaud, d'avoir partagé cette grande pièce qu'est la salle informatique, et Stéphane Morel pour ses précieux conseils quotidiens. Au premier étage, je penserai à l'équipe de l'Institut du Pin, qui m'a initié au p'tit chimiste : je pense à Eric Virol, Gérard Dimier, Patricia Grandinot, Mélanie Bousquet et l'excellent Jean-Michel Lasnier. Merci de m'avoir fait oublier les difficultés liées au travail !

Je voudrais remercier tout particulièrement l'équipe de banlieusards du labo. Je pense tout d'abord à la bande à Fifi, Sylvain et l'électron libre Jean-Louis (évidaban !). Philippe Taris, qui m'a confectionné des bâtis résistants à toute épreuve. Je remercie Bernard, qui a toujours été là quand il s'agissait de m'aider dans mes essais mécaniques, ainsi que Jérôme pour ses conseils toujours avisés et sa disponibilité. Je n'oublie pas « Jeff » Dumail et je remercie aussi l'esbien Jean-Luc Coureau, pour son aide et son humour qu'il allie à la perfection avec le sérieux de son travail. Et je remercie tout naturellement le documentaliste, menuisier, cuistot,... M. Michel Chassagne, de m'avoir donné envie de travailler le matériau.

Je pense logiquement aux buveurs de thé : l'ami Nafa, pour le rayon de soleil qu'il nous apporte, et je remercie Mesdames Martine Cosson, Françoise Rodriguez, pour leur bonne humeur quotidienne. Sans oublier la formidable Myriam (« Mme Chaplain » pour les stagiaires ;)), pour tout ce qu'elle m'a appris, et il est normal que je souligne ici sa sympathie, sa présence, son professionnalisme et toutes ses qualités qui font d'elle une chercheuse hors pair.

Après le thé, les thé...sards (actuels et anciens) bien sûr ! Je remercie ainsi Régis, Marie, Joseph, Maodo, Ricky, Kamal, Thibaut (avec un T ;), Christophe, Mohamed, Arnaud, Théoneste, Rachid, Emmanuel, Nicolas, Elise, sans oublier Marcel qui m'a initié aux champignons. Je remercie aussi Agnès pour la joie de vivre qu'elle a apportée au labo et Marion Carrier, de l'ICMCB, pour ses précieux conseils.

Enfin, un grand merci à tous ces proches qui savent à quel point ils me sont chers. Amis, parents, il n'est pas lieu ici de détailler qui ils sont ni tout ce qu'ils m'ont apporté. Qu'ils sachent que c'est grâce à eux que j'en suis arrivé à un niveau où je me sens tout bonnement épanoui et heureux.

Résumé

L'endommagement mécanique est utilisé pour comprendre et quantifier la biodégradation du bois. Il apparaît que le bois, et notamment le pin maritime, est sensible à une attaque fongique, faisant baisser sa résistance (en compression ou en fissuration) avant même la constatation d'une perte de masse. Cette observation oblige à développer des outils de détection précoce, comme la relaxométrie RMN, pour détecter l'apparition d'un pathogène sur des structures bois de plus en plus encouragées. Par ailleurs, l'emploi de composites à base de bois s'avère justifié pour rendre durable le matériau, et présente un avantage écologique, grâce au recyclage des éléments comme le plastique. Cet argument « vert » est d'une importance grandissante et requiert le développement de nouveaux procédés de préservation du bois. Ainsi, cette thèse étudie aussi le comportement à plus ou moins long terme des bois imprégnés d'anhydrides et d'huile d'origine végétale, ou encore du bois traité thermiquement. Des domaines autres que la mécanique sont abordés, afin d'expliquer l'ensemble des phénomènes intervenant durant une dégradation et comprendre les axes d'amélioration dans cette discipline « vivante ».

Mots-clés : Biodégradation ; Détection précoce ; Endommagement ; Pin maritime ; Préservation.

Abstract

The mechanical damage is used in order to understand and quantify the biodegradation of wood. This material, and especially maritime pine, is sensitive to a fungal attack that causes a decrease of its strength (compression or fracture resistance), before a weight loss occurs. This requires developing or ameliorating the tools of early detection, such as NMR relaxometry, in order to detect the appearance of a pathogen in wooden structures that are more and more appreciated. Besides, wooden composites are a good alternative to make the material more durable, and are ecologically interesting, as they permit to recycle some element, like plastics. This “green” effect is of main importance, which implies a development of new ways in wood preservation. This thesis, led in a short as well as in a long term scale, also studies the behaviour of wood, impregnated with anhydrides or oils from a vegetal origin, or even heat-treated wood. Not only mechanics is described, so that many phenomena are explained and perspectives are clarified.

Keywords : Biodegradation ; Damage ; Early detection ; Maritime pine ; Preservation.

Table des Matières

<i>Introduction générale</i>	1
1 ^{er} Chapitre : Un sujet largement abordé, mais qui reste à étudier...	3
I. Introduction.....	4
II. Les causes de la biodégradation.....	4
2.1. Le bois, un matériau appétant ...	4
2.1.1. Constitution	4
2.1.2. Organisation.....	6
2.2. ... pour de nombreux prédateurs	7
2.2.1. Menace animale.....	7
2.2.2. Menace bactériologique	9
2.2.3. Menace fongique	10
2.2.3.1. Les peu nuisibles.....	10
2.2.3.2. Les pourritures	11
2.2.4. Conditions de développement.....	13
2.3. « Biodégradation » ne se résume pas à « dégradation biologique »	14
2.3.1. Des relations de Causes à Effets	14
2.3.1.1. De la molécule... ..	14
2.3.1.2. ... au tissu ligneux	15
2.3.1.3. De la chimie à la mécanique	17
2.3.2. La perte de masse : l'arbre qui cache la forêt	18
2.3.3. Pertinence des essais.....	18
III. La durabilité naturelle	19
3.1. Les normes en vigueur	19
3.2. Les différences entre individus	21
3.2.1. Variabilité inter-espèce	21
3.2.2. Variabilité intra-arbre.....	21
3.3. Les composites.....	22
3.3.1. Les panneaux.....	22
3.3.2. Le Bois/Plastique.....	25
3.3.2.1. Usages et fabrication.....	25
3.3.2.2. De multiples intérêts	26
3.3.2.3. Durabilité	27
3.3.3. Le Bois/Ciment	28
3.3.3.1. Un matériau pas toujours « compatible »	28
3.3.3.2. ... mais très souvent durable.....	30
IV. Préservation.....	31
4.1. Traitements préventifs	31

4.1.1.	<i>Modifications sur bois massif...</i>	31
4.1.1.1.	... par imprégnation de produits chimiques	31
•	Comment fixer le cuivre ?	32
•	Le bore	33
•	Traitements divers	33
4.1.1.2.	... par modifications de la paroi cellulaire	34
•	L'estérification	34
•	L'acétylation	34
•	L'éthérification	35
4.1.1.3.	... par traitements thermiques	36
•	Principe et intérêts	36
•	Paramétrage	37
•	Propriétés du matériau	38
•	Préservation	40
•	Procédés brevetés	41
4.1.2.	<i>Traitements des composites</i>	42
4.2.	Traitements curatifs	42
4.2.1.	<i>Traitements</i>	42
4.2.2.	<i>Détection précoce</i>	43
4.2.2.1.	Méthodes chimiques	43
4.2.2.2.	Méthodes hygroscopiques	43
4.2.2.3.	Méthodes physiques	44
2 ^{ème}	Chapitre : Des outils pour la détection précoce	46
I.	Introduction	47
II.	Les dégâts encourus	47
2.1.	Au sein d'une poutre	47
2.2.	Entre différentes essences de bois	49
2.2.1.	<i>Protocole de la dégradation fongique</i>	49
2.2.1.1.	Choix des essences et échantillonnage	49
2.2.1.2.	Préparation du milieu de culture	50
2.2.1.3.	Dégradation des éprouvettes	51
2.2.2.	<i>Observations anatomiques</i>	52
2.2.2.1.	Préparation des échantillons	53
2.2.2.2.	Phénomènes observés	53
2.2.2.3.	Discussion	55
2.2.3.	<i>Conséquences mécaniques</i>	56
2.2.3.1.	Protocole	57
2.2.3.2.	Endommagement dynamique	58
2.2.3.3.	Discussion	61
2.2.3.4.	Limites de l'étude	62
III.	Emploi de critères mécaniques pertinents	63
3.1.	Mécanique de la fissuration	63
3.1.1.	<i>Un essai (fra)cassant</i>	63
3.1.2.	<i>Méthode</i>	64

3.1.2.1.	Echantillonnage.....	64
3.1.2.2.	Une dégradation contrôlée	67
3.1.2.3.	Essai de fissuration	68
3.1.3.	<i>Résultats</i>	71
3.1.3.1.	Efficacité de l'échantillonnage.....	71
3.1.3.2.	Conséquences de la dégradation	72
3.1.4.	<i>Discussion</i>	75
3.2.	L'analyse vibratoire : une perspective intéressante	77
3.2.1.	<i>Théorie</i>	77
3.2.2.	<i>Un protocole à envisager</i>	77
IV.	La relaxométrie	78
4.1.	Principe théorique	78
4.2.	Applications au bois.....	79
4.3.	Protocole utilisé	80
4.3.1.	<i>Impacts de la biodégradation</i>	80
4.3.2.	<i>Le relaxomètre et séquences utilisées</i>	81
4.3.3.	<i>Influence des extractibles</i>	82
4.4.	Résultats.....	83
4.5.	Discussion.....	86
4.6.	Pertinence de la méthode et limites	88
V.	Conclusion	88
3 ^{ème}	Chapitre : Les traitements de « nouvelle génération »	90
I.	Introduction.....	91
II.	Etude des Anhydrides Alkényles Succiniques (ASA).....	91
2.1.	Présentation des molécules	91
2.1.1.	ASAM.....	92
2.1.2.	ASABu.....	93
2.2.	Le protocole	93
2.2.1.	<i>L'imprégnation</i>	94
2.2.2.	<i>Des essais mécaniques consécutifs</i>	95
2.2.2.1.	Deux méthodes complémentaires de flexion	95
2.2.2.2.	Compression	97
2.2.3.	<i>Résistance fongique</i>	97
2.3.	Résultats.....	98
2.3.1.	<i>Influence physique du traitement</i>	98
2.3.2.	<i>Homogénéité des propriétés entre deux extrémités</i>	100
2.3.3.	<i>Comportement à la diffusion</i>	101
2.3.4.	<i>Efficacité antifongique</i>	101
2.4.	Discussion.....	102

III.	Les traitements thermiques	104
3.1.	Les effets sur la chimie du bois	104
3.1.1.	<i>Protocole de dosage de l'alpha-cellulose, hémicelluloses et lignine</i>	104
3.1.1.1.	Étapes préparatoires	104
3.1.1.2.	Dosage et distinction des polysaccharides	105
3.1.1.3.	Dosage de la lignine de Klason	105
3.1.2.	<i>Résultats et discussion</i>	106
3.2.	L'originalité de traiter sous-vide	108
3.2.1.	<i>Intérêts et matériel utilisé</i>	108
3.2.2.	<i>La préparation du bois</i>	109
3.2.3.	<i>Les traitements envisagés</i>	109
3.2.4.	<i>Les tests de caractérisation du bois torréfié</i>	110
3.2.4.1.	Résistance à la flexion	110
•	Protocole	110
•	Résultats	110
3.2.4.2.	Stabilité dimensionnelle	112
•	Cycle de mesure	112
•	Résultats	114
3.2.4.3.	Durabilité face aux termites	115
•	Protocole	115
•	Résultats	116
3.3.	Le traitement thermique est-il réellement non polluant ?	118
3.3.1.	<i>Analyse par GC/MS des substances extraites lors du traitement</i>	118
3.3.1.1.	Protocole	118
3.3.1.2.	Résultats	118
3.3.2.	<i>Analyse de cycle de vie</i>	119
3.4.	Discussion sur le bois traité thermiquement	120
IV.	Les composites	122
4.1.	Le Bois/Plastique	122
4.1.1.	<i>Protocole</i>	122
4.1.2.	<i>Résultats et interprétation</i>	122
4.2.	Le Bois/ciment	124
4.2.1.	<i>Intérêts de l'essai</i>	124
4.2.2.	<i>Protocole</i>	124
4.2.2.1.	Confection des éprouvettes	124
4.2.2.2.	Biodégradation	125
4.2.2.3.	Test de compression	126
4.2.3.	<i>Résultats</i>	126
4.2.3.1.	Avant dégradation	126
4.2.3.2.	Après dégradation	128
4.2.4.	<i>Discussion</i>	131
V.	Conclusion	132
4 ^{ème}	Chapitre : La durabilité à long terme	133

I.	Introduction.....	134
II.	Vieillissement naturel	134
	2.1. Rappels bibliographiques.....	134
	2.2. Protocole	136
	2.2.1. Préservation	136
	2.2.2. Vieillissement naturel	137
	2.2.2.1. Pourquoi un vieillissement naturel ?	137
	2.2.2.2. L'exposition	137
	2.2.2.3. L'échantillonnage	137
	2.2.3. Les mesures	138
	2.3. Caractérisations du vieillissement	139
	2.3.1. Analyse des données météorologiques	139
	2.3.1.1. Protocole	139
	2.3.1.2. Analyse des données	139
	2.3.2. Rugosimétrie.....	142
	2.3.2.1. Protocole	142
	• Mesures des profils 2D	142
	• Comment traiter les données ?	143
	2.3.2.2. Résultats.....	145
	2.3.2.3. Discussion et limites de la méthode.....	148
	2.3.3. Colorimétrie	151
	2.3.3.1. Principe théorique	151
	2.3.3.2. Protocole	152
	2.3.3.3. Résultats.....	152
	2.3.3.4. Discussion.....	155
	2.3.4. Analyse physico-mécanique.....	157
	2.3.4.1. Impacts du traitement préalable	157
	2.3.4.2. Impacts du vieillissement.....	158
	• Sur la masse	158
	• Sur les données mécaniques	160
	2.4. Essais de biodégradation, post-vieillissement	163
	2.4.1. Protocole	163
	2.4.2. Résultats	163
	2.5. Discussion et limites	164
III.	Des perspectives à envisager... ..	167
	3.1. La durée de vie.....	167
	3.2. Le changement d'échelle	168
IV.	Conclusion	169
	<i>Conclusion générale</i>	170
	<i>Bibliographie</i>	XI
	<i>Listes : Abréviations, Figures, Tableaux, Equations, Annexes</i>	XXXIV
	<i>Annexes</i>	XLII

Introduction générale

Qu'il soit chêne ou sapin, massif ou reconstitué, d'ici ou d'ailleurs, sec ou vert, blanc ou rouge, le bois peut être sujet à des attaques de nature biologique. Divers prédateurs convoitent ce matériau qui constitue tantôt un noble repas, tantôt un nid douillet pour le développement des larves. Hormis les insectes (capricornes, termites, ...), des individus microscopiques comme les bactéries ou les champignons peuvent coloniser le bois pour s'en nourrir. Les dégâts causés par un organisme vivant, quel qu'il soit, sont concentrés dans un seul vocable qu'est la « Biodégradation ».

Si le bois utilisé dans nos maisons est *a priori* protégé de ces attaques, il suffit d'une infiltration et de conditions confinées pour voir apparaître une mэрule, pourriture lignivore la plus fréquemment rencontrée dans nos pays. N'est-il pas nécessaire de tout faire pour éviter la présence de moisissures, qui a coûté plusieurs millions de dollars au système de santé nord-américain ? Qu'en est-il des termites qui ravagent discrètement les maisons d'une région, voire d'un pays entier ? Ces recherches s'inscrivent dans une volonté d'améliorer la prévention et la guérison de ces désagréments bien plus répandus que ce que l'on croit. De même, un bois initialement résistant ne l'est pas nécessairement après de nombreuses années d'utilisation. Ainsi, la conservation des bâtiments anciens, classés ou non au patrimoine, constitue une des priorités de lutte contre la biodégradation.

Ce domaine de recherche est caractérisé par la pluridisciplinarité des études qu'il faut effectuer : la chimie intervient dans le processus de dégradation, l'évolution de la composition du bois ou bien encore dans les méthodes de préservation du matériau ; la biologie est requise pour l'identification et la connaissance des espèces pathogènes, l'anatomie du bois et la résistance qu'elle peut conférer ; la physique en raison du comportement hygroscopique du bois ou bien les conséquences d'une dégradation sur la résistance du matériau.

Cette variété implique des relations de causes à effets perpétuelles, à l'origine de la complexité de la biodégradation. En revanche, cette diversité constitue autant de pistes à approfondir pour empêcher ou enrayer les problèmes d'attaques. De nombreux chercheurs ont jusque là apporté des réponses concrètes à ces questions multiples, qui seront détaillées dans le premier chapitre, mais, le Progrès mène à de nouvelles perspectives qui se doivent d'aller dans le sens de l'évolution des mœurs. Ainsi, l'utilisation du bois est à privilégier ; la protection du bois à renouveler, en raison de la prise de conscience écologique ; les outils de caractérisation doivent être affinés, ...

Si chacun de ces thèmes est abordé dans cette thèse, le fil conducteur concerne la mécanique du bois. Etant un matériau structurel par excellence, le bois est soumis à des efforts, des contraintes, et requiert des propriétés mécaniques adaptées à son usage. Au cours du temps, ces caractéristiques peuvent décliner, se traduisant par un endommagement. Or, si les phénomènes météorologiques ou l'usure du matériau liée au temps peuvent en être une cause, peut-on considérer que la biodégradation est une source d'endommagement mécanique, et, si oui, dans quelle mesure ?

Cette quantification se fera dans un deuxième chapitre, dont les résultats prouvent la nécessité d'une détection précoce qui sera alors abordée. Les indicateurs mécaniques s'avèrent aussi plus sensibles à une biodégradation que d'autres données couramment utilisées, comme la perte de masse. Des essais originaux (notamment en mécanique de la rupture), montrent à la fois les dégâts encourus et la sensibilité de ces méthodes dès l'initiation d'une attaque. En complément, une étude innovante s'appuyant sur la relaxométrie RMN est envisagée, pour détecter la présence d'une pourriture par la modification de l'hygroscopie du bois infesté.

Au vu de l'abaissement de la résistance mécanique lors d'une attaque, l'effort de recherche est porté dans une troisième partie sur la protection du bois par des moyens encore peu usités. Malgré leur efficacité maintes fois prouvée, de nombreux produits d'imprégnation comme le CCA ont récemment été soumis à une législation stricte en matière d'environnement, limitant ainsi leur utilisation. La préservation s'est donc tournée vers la chimie verte dont les performances restent à améliorer. Entre le bore facilement lessivé et d'autres composés moins efficaces, l'étude se concentre ici sur des anhydrides d'origine végétale. De même, le traitement thermique, salué pour son caractère non-polluant, présente encore un inconvénient majeur en terme de résistance mécanique. La caractérisation d'un traitement innovant effectué sous vide correspond ici à notre volonté d'améliorer les propriétés du matériau, tant physiques que sa durabilité face aux termites. Enfin, protéger le bois peut aussi consister à le mêler à d'autres matériaux plus durables, aboutissant ainsi à la formation de composites. Que ce soit le bois/plastique ou le bois/ciment, leurs usages nouveaux requièrent des recherches approfondies.

Ces matériaux ainsi protégés des pathogènes doivent cependant montrer une résistance à toute épreuve. L'étude de la durabilité doit donc se faire à long terme, après que le temps a fait son effet, étude qui est menée dans un quatrième et dernier chapitre. Les conditions météorologiques sont pour beaucoup dans la modification du bois, alors altéré jusque dans les méandres de sa chimie constitutive. Un essai de vieillissement, caractérisé par un changement de couleur et de rugosité, est entrepris avant des essais de durabilité sur des bois traités ou non.

1^{er} Chapitre : Un sujet largement abordé, mais qui
reste à étudier...

« Il est bien plus beau de savoir quelque chose de tout que de savoir tout d'une chose. »
B. Pascal

I. Introduction

Le bois étant un matériau ancestral, et largement utilisé par l'Homme, il fait l'objet de nombreuses recherches pour en connaître et améliorer les propriétés. De plus, sa composition ou ses utilisations le rattachent à des domaines très vastes : sa caractéristique de « produit végétal » ouvre une porte de la Biologie, alors que son utilisation en charpente, par exemple, nécessite des connaissances en Mécanique. La Recherche sur le bois est donc déjà entamée, mais loin d'être bouclée, et les perspectives d'utilisation du matériau sont nombreuses : c'est le cas de la bioraffinerie, qui développe des biocarburants à partir des éléments chimiques constitutifs du bois.

La biodégradation est un de ces sujets pluridisciplinaires qui ont depuis longtemps préoccupé les chercheurs. Les soucis d'une telle détérioration nécessitaient la compréhension des phénomènes en jeu, pour éviter tout problème grave. Ainsi, des rapports écrits de la première moitié du XX^{ème} siècle ^[47] peuvent être retrouvés ; cette étude montre déjà l'impact d'un champignon lignivore sur les propriétés mécaniques du frêne *Fraxinus excelsior* (L.).

Aujourd'hui, des études continuent d'être menées pour affiner la connaissance et améliorer les compétences, en termes de produits ou de préservation.

Ce chapitre vise donc à rassembler des méthodes couramment employées en la matière, certains résultats étonnants, ou bien quelques conclusions déjà avérées. Cela permettra d'orienter les recherches menées durant cette thèse, afin de ne pas reproduire ce qui a déjà été scientifiquement prouvé.

II. Les causes de la biodégradation

2.1. Le bois, un matériau appétant...

2.1.1. Constitution

Le bois est un matériau issu d'un individu vivant qu'est l'arbre. Ses parois cellulaires sont composées de quatre types de molécules particulières, plus ou moins attractives pour les individus hétérotrophes ^[169]:

✓ La cellulose : Constituant majoritaire de la matière ligneuse, elle représente environ 40% du matériau. Cette macromolécule est en fait une chaîne de cellobioses, eux-mêmes composés de deux unités anhydroglucoses aboutées (cf. Fig. 1). La matière première étant donc

un sucre, il s'agit d'un polysaccharide. Il existe une distinction entre la cellulose amorphe et la cellulose cristalline, qui, elle, est organisée spatialement. La longueur de sa chaîne, appelée degré de polymérisation (DP), varie d'une essence à l'autre, mais sa composition reste la même. Cette molécule très hydrophile, linéaire et non ramifiée assure principalement le rôle de soutien mécanique ;

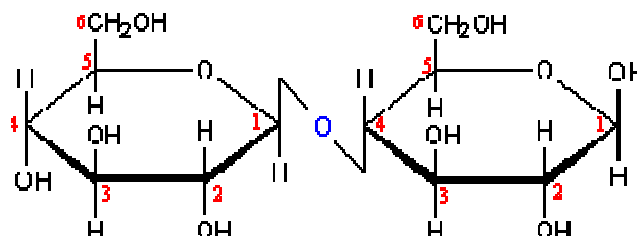


Figure 1 – Le cellobiose, unité de base de la cellulose

✓ Les hémicelluloses : Polysaccharides plus courts que la cellulose, ramifiés, amorphes, et présentant également un caractère hydrophile. Ces molécules représentent environ 30% du bois, et sont constitués de différents sucres (xylose, galactose, mannose,...). Leur composition, donnant différentes familles de molécules (xylanes, galactanes ou encore mannanes, selon la nature des sucres qui les constituent majoritairement)(cf. Annexe 1), varie entre les essences : les feuillus sont majoritairement composés de xylose alors que chez les résineux, les hémicelluloses ont une proportion de galactoglucomannanes plus importante ^[160];

✓ La lignine : Molécule représentant 20 à 40% de la matière ligneuse, elle assure le rôle de liant entre la cellulose et les hémicelluloses. En effet, la lignine est le deuxième polymère naturel après la cellulose de par son abondance et elle est toujours associée à cette dernière dans les parois cellulaires. Sa biosynthèse à partir de trois motifs de base, l'alcool coumarylique (ou parahydroxyphényle), l'alcool coniférylique (ou guaïacyle) et l'alcool sinapylique (ou syringyle) (cf. Fig. 2), conduit à de nombreuses structures moléculaires dont les proportions vont dépendre de la plante et de son écosystème. Les lignines varient donc selon les essences : les résineux ont des monomères de type guaïacyle uniquement, alors que les feuillus ont en plus des monomères de type syringyle ^[74]. La lignine a des propriétés hydrophobes et antioxydantes et est principalement responsable de la photocoloration ^[211].

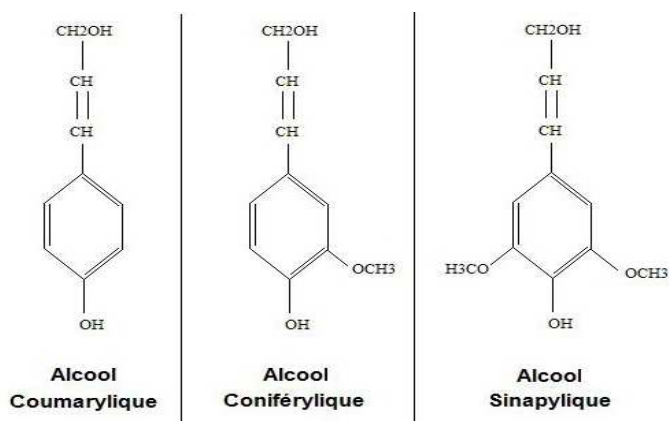


Figure 2 – Monomères de la lignine

✓ Les extractibles : Molécules de faible poids moléculaire, elles sont de diverses natures : les terpènes, les tanins (hydrolysables ou condensés). Il est possible de déterminer leur présence, par des techniques comme la chromatographie en phase gazeuse ^[83] ou bien par relaxométrie ^[158]. Cette dernière fera l'objet d'une partie de ce mémoire.

2.1.2. Organisation

Toutes ces molécules sont organisées spatialement dans la paroi cellulaire, elle-même décomposée en plusieurs couches (cf. Fig. 3).

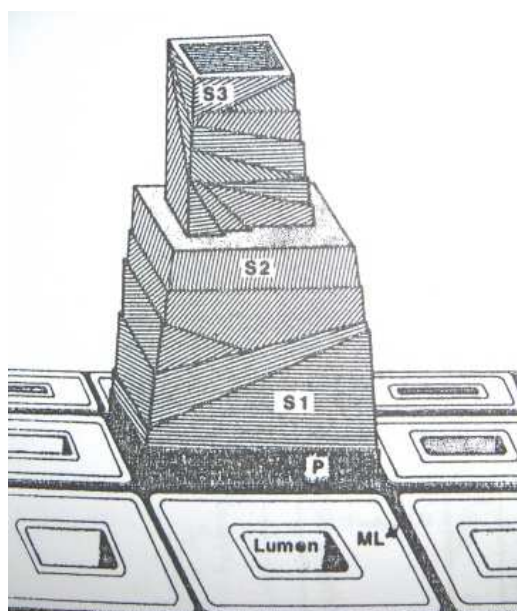


Figure 3 – Découpage de la paroi cellulaire

Si la lamelle moyenne (ML), très riche en lignine, délimite la frontière entre 2 cellules mitoyennes, la paroi cellulaire est constituée d'une paroi primaire (P) et d'une paroi secondaire (S), plus interne. Le creux cellulaire interne est appelé « Lumen ».

La paroi primaire est constituée d'éléments désorganisés. En revanche, la paroi secondaire se divise elle-même en trois couches, S1, S2, S3. Leur composition est donnée par le tableau I, d'après Keller (1994) ^[144].

Tableau I – Organisation de la cellulose dans la paroi secondaire

	<i>Proportion de cellulose</i>	<i>Angle des microfibrilles</i>
Couche S1	5 à 10%	60 à 80°
Couche S2	85%	5 à 30°
Couche S3	5 à 10%	60 à 90°

L'angle des microfibrilles définit l'angle que la cellulose forme avec la verticale. Plus il est petit, plus les molécules sont verticales. Ainsi, S2, en plus d'être riche en cellulose, a une disposition favorisant le soutien de l'arbre sur pied. C'est pourquoi cette couche est très importante pour la résistance mécanique.

D'une manière générale, les sucres, qui sont majoritaires dans le matériau, représentent une source de nourriture conséquente pour les insectes ou champignons. Ainsi, les variations de composition chimique expliquent pourquoi certains bois sont préférés à d'autres et pourquoi certaines couches cellulaires sont les cibles privilégiées des prédateurs.

2.2. ... pour de nombreux prédateurs

2.2.1. Menace animale

Si les cervidés ou autres animaux peuvent occasionner des dégâts sur les bois sur pied, le bois d'œuvre utilisé par la suite n'est pas pour autant à l'abri de nombreux animaux. Ainsi, des agents marins, appelés térébrants (crustacés, mollusques), peuvent apparaître, bien que restant des agresseurs minoritaires. La figure 4 montre ainsi les effets de crustacés qui ont creusé des galeries.

(Photo : Anne-Geneviève Bagnères)



Figure 4 – Galeries de *Limnoria* creusées en surface

Dans un secteur comme la construction marine, certaines essences sont à privilégier, car naturellement protégées ^[36]. Cependant l'usage de bois peut nécessiter un traitement préalable ^[62; 216], car ces individus se nourrissent de tous ses constituants.

Tout comme le bois massif, les panneaux ne sont pas à l'abri de tels désagréments. Ainsi, les panneaux LVL, bien que plus résistants que le bois massif, nécessitent un traitement de préservation afin d'avoir une qualité suffisante ^[100]. L'auteur préconise une concentration en CCA de 16 kg.m⁻³ de bois pour éviter tout risque.

Pour déterminer la gravité de l'attaque par ces agents marins, la norme NF EN 275 (1992) ^[3] a défini plusieurs classes de résistance que l'on retrouve dans l'étude de Larsson Breid *et al.* (2000) ^[161].

Mais, ces agents pathogènes ne sont pas majoritaires ; ce sont principalement les insectes qui se nourrissent de bois ou le colonisent pour se développer.

Le premier, de l'ordre des Coléoptères, est le Capricorne des maisons *Hylotrupes bajulus* (L.), dont la larve se développe dans le bois (cf. Fig. 5). Ainsi, à maturation, l'insecte creuse le bois pour en sortir, laissant derrière lui des trous d'environ 1 cm de diamètre. D'autres coléoptères engendrent ce type de désagréments : c'est le cas des Vrillettes ou encore des Lyctus. Les hyménoptères ont également des représentants, comme la guêpe des bois *Urocerus gigas* (L.), qui se développent sur des résineux fraîchement coupés, ou laissés dans des conditions humides.

(Photos d'après Anne-Geneviève Bagnères)



Figure 5 – Capricorne des maisons, aux états larvaire et adulte

Il semble tout de même évident d'évoquer l'insecte qui cause le plus de ravages, en matière de bois ; il s'agit bien sûr du termite, membre actif de l'ordre des Isoptères (cf. Fig. 6), qui peut dégrader les sucres du bois grâce à son activité symbiotique microbienne intervenant durant la digestion ^[244].

(Photo : Thibaud Surini)



Figure 6 – Soldat Termite

Les genres de termites sont nombreux, et, chaque espèce attaque préférentiellement certains bois plutôt que d'autres, dans des conditions d'humidité variables. Il existe alors des termites dits « de bois secs » et des termites qui attaquent un bois en contact avec le sol ^[124]. Si le bois est ingéré dans sa globalité, un tri s'opère dans leur système digestif au profit de la cellulose qui est leur nourriture privilégiée, avant les hémicelluloses ^[143]. De même, ils ne s'attaquent qu'à des parties peu denses, comme le bois de printemps, comparé au bois d'été ^[59; 70].

Le bois massif n'est même pas la seule cible de l'insecte, puisque les panneaux reconstitués sont aussi sujets à des attaques. Après 12 semaines de test, l'OSB non traité peut ainsi perdre près de 8% de sa masse initiale à cause de cette biodégradation ^[19]. Les panneaux de fibres sont même plus sensibles que le bois massif, et leur perte de masse atteint 44% en moyenne pour des panneaux à base de pin, après seulement 4 semaines d'attaque ^[140].

Ces animaux restent des prédateurs visibles, mais des individus microscopiques peuvent également occasionner de grands dégâts.

2.2.2. Menace bactériologique

Si la menace bactériologique est d'actualité depuis quelques années, ce n'est pas forcément dans le domaine du bois. Et pourtant, elle existe !

Dans des conditions quasi-anaérobies, les bactéries sont les plus à même de se développer et s'attaquer au bois. Elles représentent une source de problème pour les vestiges archéologiques, entre autres ^[259]. Björdal *et al.* (1999) ^[26] et Blanchette (2000) ^[28] distinguent des bactéries érosives, qui ont un impact limité mais réel sur la couleur et la surface du bois, des bactéries de cavitation et des bactéries qui creusent des galeries. Selon l'auteur, le processus de dégradation est lent mais elles peuvent s'attaquer aux constituants du bois. Les hémicelluloses sont dégradées dans les phases initiales ^[96]. Pour des traitements de pâte à papier, la souche *Pseudomonas* spp. s'est même montrée plus efficace que les pourritures blanches pour dégrader

la lignine ^[256]. En effet, la perte de masse constatée sur du Mélèze a atteint 26,8%, après 60 jours de traitement. Ainsi, si les pourritures blanches sont largement utilisées dans le domaine papetier avec les feuillus, les bactéries sont une belle alternative avec des fibres de résineux. Ces actinomycètes engendrent cependant une légère dégradation des propriétés mécaniques du bois. Cela résulte en des modules de rigidité légèrement inférieurs aux modules de pin sylvestre non traité, et une perte de masse de l'ordre de 2% après 2 mois de dégradation ^[235].

Cependant, même si le développement de ces organismes microscopiques est peu probable dans des conditions naturelles, leur présence favorise l'apparition d'individus bien plus agressifs ^[26].

2.2.3. Menace fongique

Les champignons sont responsables de nombreuses pathologies, que le bois soit sur pied ou non. Si certaines associations peuvent être de nature symbiotique (comme les mycorhizes), la plupart des champignons se nourrissent des éléments du bois, provoquant des dégradations certaines. S'agissant du bois sur pied, on peut simplement évoquer la graphiose de l'orme *Ophiostoma ulmi* (Buisman) ou bien le Fomès *Heterobasidion annosum* (Fr.) qui occasionne des dégâts sur les résineux. Cependant, ces problèmes appartiennent à la Pathologie forestière, domaine qui ne saurait être abordé dans ce document.

Les bois d'œuvre, utilisé au quotidien par l'Homme, sont également soumis à de nombreuses spores fongiques, qui ne demandent qu'à se développer. Ainsi, des champignons très divers peuvent apparaître sur des bouts de bois d'intérieur, sans que tous soient réellement dangereux pour l'intégrité du matériau ^[246].

2.2.3.1. Les peu nuisibles

Les agents les plus visibles ne sont pas nécessairement les plus dangereux. Ainsi, le champignon de bleuissement provoque une coloration à la surface du bois. Les souches qui peuvent en être à l'origine sont *Aureobasidium pullulans* (de Bary) ^[51] ou encore *Sclerophoma pityophila* (Corda) ^[193]. En revanche, les conséquences sont seulement esthétiques, puisque la structure même du bois n'est pas affectée par le mycélium ^[299]. Les propriétés mécaniques restent donc intactes, malgré cet aspect bleu généralement déprécié (cf. Fig. 7).

(Photo : www.merules.com)



Figure 7 – Bleuissement sur charpente

Par ailleurs, on peut évoquer les moisissures, de l'embranchement des Ascomycètes, dont les genres *Aspergillus* ou *Penicillium* sont fréquemment rencontrés sur du bois d'intérieur^[59]. Selon ce même auteur, les Etats-Unis ont dépensé pas moins de 2,8 milliards de dollars en 2002 pour prévenir et guérir ces moisissures. En revanche, ces agents ne se développent que dans les couches externes du bois, pour ne pas dire à la surface, ce qui n'engendre pas de conséquences structurales^[299]. Une légère biodégradation a tout de même été constatée sur l'eucalyptus puisque une perte de masse de 2,2% est mesurée après 40 jours de dégradation par la souche *Fusarium oxysporum* (Schltdl.)^[74]. Ce type de souches préfère attaquer les polysaccharides alors que l'attaque de la lignine est négligeable.

Il existe malheureusement d'autres souches bien plus virulentes. Ce sont elles qui feront l'objet d'une étude approfondie dans ce mémoire...

2.2.3.2. Les pourritures

Les champignons lignivores sont communément appelés pourritures. Il en existe plusieurs catégories, différenciées par leur processus de dégradation et donc par les dégâts qu'elles occasionnent sur le bois :

✓ La pourriture brune : Aussi appelée pourriture cubique, elle appartient à l'embranchement des basidiomycètes. Les principaux représentants de cette catégorie sont la Mérule *Serpula lacrymans* (Wulfen), le Coniophore des caves *Coniophora puteana* (Schumach.), ou encore *Poria placenta* (Fr.) et *Gloeophyllum trabeum* (Pers.)...

Elle s'attaque essentiellement aux polysaccharides du bois (cellulose et hémicelluloses), alors que la lignine est peu affectée par ces organismes^[126; 233]. Le bois ainsi dégradé est donc bruni, de par la couleur de la lignine, et sa structure devient polyédrique (cf. Fig. 8).

(Photo : Heino Lepp)

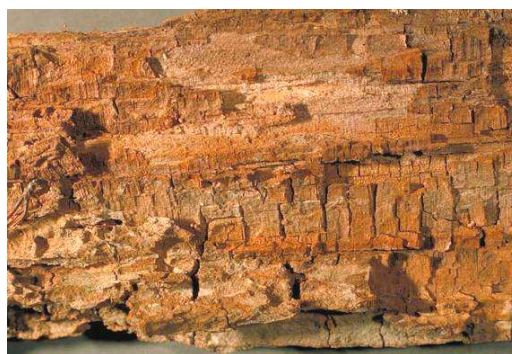


Figure 8 – Structure cubique après une attaque de pourriture brune

Les sucres sont ainsi dépolymérisés par des enzymes (exoglucanases, endoglucanases) alors que des agents chimiques non sélectifs seraient responsables du début de la biodégradation ^[125]. Ainsi, des radicaux hydroxyles $\cdot\text{OH}$ seraient produits suite à des réactions de Fenton, et causeraient la dégradation de la cellulose ^[79; 145]. De l'acide oxalique est aussi produit, favorisant la dépolymérisation des hémicelluloses ^[282]. Hormis les hémicelluloses, c'est la cellulose amorphe qui est préférentiellement dégradée, tandis que la cellulose cristalline résiste davantage ^[212; 289].

De par un processus de dégradation spécifique, la mérule est même considérée comme une pourriture sèche. Elle utilise en effet le calcium Ca^{2+} pour neutraliser l'excès d'oxalate, qui inhibe normalement l'activité du champignon ^[245]. Par ailleurs, le coniophore des caves produit la laccase, une enzyme qui dégrade la lignine. La dégradation qu'il occasionne au niveau de la lamelle moyenne riche en lignine, en fait un individu à part dans cette catégorie de pourriture ^[163].

✓ La pourriture blanche : Il s'agit de la pourriture fibreuse, qui doit son nom à l'aspect qu'elle laisse au bois, après dégradation. Ses représentants, comme *Coriolus versicolor* (L.), ou *Phanerochaete chrysosporium* (Burds.), appartiennent également aux basidiomycètes. Il existe deux types de pourritures blanches : une pourriture dite sélective, va dégrader la lignine et les hémicelluloses, alors qu'une pourriture non-sélective va s'attaquer à tous les constituants du bois – y compris la cellulose – sans réelle préférence et à vitesse équivalente ^[27; 191; 212]. Cette dernière va alors provoquer un amincissement de la paroi, du lumen jusqu'à la lamelle moyenne ^[102]. Les pourritures sélectives présentent un intérêt dans la confection de pâte à papier chimique, qui ne présente plus de lignine mais uniquement de la matière cellulosique ^[27; 90; 129; 283]. La dégradation de la lignine par une pourriture blanche a été décrite par Leonowicz *et al.*(1999) ^[167].

Les principales enzymes qui le permettent sont la ligninase, la Mn peroxydase ou encore la laccase, selon le mode de dégradation du champignon ^[88; 166; 278].

✓ La pourriture molle : S'agissant cette fois-ci d'ascomycètes ou de deutéromycètes, la pourriture molle ne se développe que dans des conditions très humides, contrairement aux pourritures brunes ou blanches. Elle peut apparaître lorsque le bois est mis en contact avec le sol, par exemple, là où l'oxygène est présent, mais limité ^[26].

Il existe deux types de pourritures molles ^[28]. Le premier type dégrade toutes les couches de la paroi cellulaire, en s'attaquant à tous les polymères. Le second s'intéresse aux polysaccharides de la paroi secondaire ^[191]. Dans les deux cas, la lamelle moyenne est peu touchée, sauf pour des attaques de longues durées.

Les dégradations sont généralement moindres qu'avec une autre pourriture ^[74] : comparée à une pourriture brune, la souche *Chaetomium globusum* (Kunze) engendre des pertes de masse 20 à 30 fois inférieures sur du Pin sylvestre ^[228]. Mais, la souche *Hypocrea sulphurea* (Schwein.) peut attaquer les tanins, et semble préférer la cellulose cristalline à la cellulose amorphe ^[281]. Selon cette même étude et toujours à une petite échelle, l'unité syringyle de la lignine peut également être la cible de cette souche, contrairement au monomère guaïacyle.

2.2.4. Conditions de développement

Quels que soient les pathogènes qui dégradent le bois, ils attaquent uniquement si certaines conditions leur sont favorables. En effet, il est bon de savoir qu'une attaque fongique ou animale ne survient pas innocemment. Il est donc possible de prévenir leur apparition, si leurs conditions de développement sont maîtrisées (si elles peuvent l'être). Les principales sont au nombre de six :

✓ La lumière : Les champignons se développent davantage dans des milieux sombres ;

✓ La température : Chaque pathogène va se développer plus ou moins rapidement selon la température ambiante. Ainsi, il y a des conditions optimales, spécifiques à chaque individu, qui leur permettent de se propager au plus vite. Globalement, les pourritures peuvent se développer entre 0 et 45°C, avec un optimum compris entre 20 et 30°C. La pourriture blanche *P. chrysosporium* a même son optimum à 40°C ^[129] ;

✓ L'oxygène : Les agresseurs ont généralement besoin d'oxygène pour vivre. C'est pourquoi une atmosphère aérobie est nécessaire à leur développement ^[88]. Puisqu'il est difficile de priver l'air de son oxygène, cela fait de cette condition une des moins faciles à contrôler. Cependant, une bonne ventilation permet aussi d'empêcher les spores de se fixer et est donc nécessaire pour limiter la diffusion du champignon ;

✓ L'humidité de l'air : Des conditions ambiantes très humides constituent généralement un optimum de développement. Comme la température, il existe des intervalles pour lesquelles les pourritures ou insectes causent plus de dégâts plus vite. Pour les pourritures brunes, Ritschkoff (1996) ^[233] parle d'un optimum situé au-delà de 95-98%, mais n'est que de 40 à 80% selon Blanchette *et al.*(1997) ^[28] ;

✓ La teneur en eau du bois : En-dessous de 20%, le bois ne peut être attaqué par les moisissures ^[59], et, *a fortiori*, par les champignons ^[299]. Or, toutes les pièces de bois d'intérieur sont normalement conditionnées à des teneurs en eau inférieures. Mais, si tant de biodégradations apparaissent, c'est parce que le bois est un matériau hygroscopique et qu'il peut atteindre de hautes teneurs en eau s'il est mis dans des conditions humides et fraîches, notamment lors d'une infiltration.

L'eau permet ainsi au champignon d'absorber les nutriments ou encore d'assurer son activité enzymatique ^[88]. Par ailleurs, certains insectes vont attaquer les bois frais (Ex : Grosse vrille *Xestobium rufovillosum* (de Geer)), alors que d'autres, comme le capricorne des maisons vont préférer les bois secs ^[205].

✓ La nature du bois : Enfin, certains individus vont préférer certains bois à d'autres. En effet, on considère que les pourritures brunes dégradent préférentiellement les résineux, alors que les feuillus sont plus sensibles aux pourritures blanches ^[223]. Un bémol doit cependant être apporté, car des résultats ont montré une sensibilité équivalente entre *Pinus radiata* (D.Don) (conifère) et *Eucalyptus grandis* (W.Hill) (feuillu) face à une même pourriture blanche ^[91].

Si ces conditions sont les principales à retenir, le pH a également son importance pour favoriser ou non l'attaque du pathogène ^[129]: un pH bas profite généralement au développement fongique ^[28]. De même, il peut y avoir des synergies entre les différents pathogènes. La présence d'un champignon ou insecte va favoriser l'apparition d'autres agents, et cette complémentarité aggrave l'état du bois attaqué ^[26].

2.3. « Biodégradation » ne se résume pas à « dégradation biologique »

2.3.1. Des relations de Causes à Effets

2.3.1.1. De la molécule...

Comme dit ci-dessus, le bois est premièrement dégradé par voie chimique ; pour se nourrir, les pathogènes cassent les molécules du bois, principalement grâce à l'action d'enzymes. Les effets d'une telle biodégradation peuvent être quantifiés.

Il y a tout d'abord une variation de la teneur en eau d'équilibre du bois, observable dès les phases initiales de la dégradation. Les insectes mènent également à une plus grande adsorption d'eau par le bois, favorisant ainsi l'apparition de microorganismes de dégradation^[241]. Cette eau va alors se fixer aux hémicelluloses, molécules les plus hydrophiles du bois^[287] ; le phénomène couplé est que les polysaccharides étant cassés, le nombre de liaisons possibles avec des molécules H₂O est augmenté^[289]. Cependant, il est aussi possible que l'humidité d'équilibre du bois diminue par rapport à un bois sain^[299]. Cela traduit une ingestion des sucres dégradés, ce qui limite la quantité de groupes hydroxyles disponibles.

De l'eau libre sera également présente, au-delà du point de saturation des fibres, détectée après 12 jours de dégradation du hêtre *Fagus sylvatica* (L.) par *C. puteana*^[200]. Cette caractéristique est davantage vraie pour une dégradation des sucres ; les pourritures brunes ont donc un effet plus visible que les pourritures blanches. Ainsi, après 12 semaines d'attaque sur du pin *Pinus* spp., la teneur en eau est de 40% avec une pourriture blanche (*Trametes versicolor* (L.)), mais plus de 100% avec la brune *G. trabeum*^[60].

Enfin, la dégradation des molécules, en plus d'être sélective pour certains individus, est ordonnée temporellement : pour les pourritures brunes, ce sont d'abord les hémicelluloses qui sont altérées, puis la cellulose^[125]. Plus précisément, *G. trabeum* attaque d'abord les molécules d'arabinanes et de galactanes avant les xylanes et les mannanes^[289].

Une fois dépolymérisés, les sucres peuvent être ingérés et disparaissent logiquement de la structure ligno-cellulosique.

2.3.1.2. ... au tissu ligneux

La dégradation revêt donc un aspect anatomique. Les parois cellulaires sont physiquement altérées, et une différence de perméabilité de la paroi secondaire peut être observée dès 2 semaines de dégradation^[27] : les ponctuations s'agrandissent et des plus grandes porosité des parois en résultent. Selon cette même étude, on remarque une présence d'hyphes plus importante à proximité des rayons ligneux. La lamelle moyenne, riche en lignine, ainsi que la couche S2 de la paroi secondaire sont les cibles privilégiées de la pourriture blanche étudiée, à savoir *Ceriporiopsis subvermispora* (Pilát). L'organisation de l'attaque, en plus d'être temporelle, est donc également spatiale.

Ainsi, l'altération d'éléments anatomiques aussi importants a des conséquences visibles à une échelle macroscopique. Il y a destruction du matériau et perte de matière, assimilables à des dégradations physiques. Le matériau subit une perte de masse et peut présenter des craquelures, visibles à l'œil nu (cf. Fig. 9).

(Photo : Thibaud Surini)

**Figure 9 – Fissure causée par *Poria placenta* sur *Pinus pinaster* (Ait.)**

C'est pourquoi la perte de masse est une donnée fréquemment employée pour caractériser une biodégradation. Mesurée à une teneur en eau fixe, la différence de masse permet de déterminer ce qui a été ingéré par le champignon ou l'insecte.

Le tableau II répertorie quelques valeurs obtenues dans différentes études :

Tableau II – Comparaisons de pertes de masse**a) Les résineux**

	Essence	Pin					Pin radiata		
Pathogène	Durée d'inoculation	4 sem.	8 sem.	12 sem.	12 sem.	4 sem.	6 sem.	45 j.	90 j.
Pourriture brune	<i>Coniophora puteana</i>				30%		22,75%		
	<i>Poria placenta</i>								
	<i>Poria cocos</i>							8,10%	9,40%
	<i>Gloeophyllum trabeum</i>	5%	50%	70%	40%				
Pourriture blanche	<i>Trametes versicolor</i>	2%	20%	30%	29%			10,8%	
Termite	<i>Reticulitermes flavipes</i> (Kollar)				44%				
Source		Clemons et Ibach (2002) ^[60]			Clausen et Yang (2007) ^[59]		Macchioni et al. (2007) ^[172]	Ferraz et al. (2000a) ^[89]	

b) Les feuillus

Pathogène	Essence	Eucalyptus			Hêtre
	Durée d'inoculation	45 j.	90 j.	40 j.	6 sem.
Pourriture brune	<i>Coniophora puteana</i>			3,90%	15,95%
	<i>Poria cocos</i>	2,40%	6,70%		
Pourriture blanche	<i>Phanerochaete chrysosporium</i>			5,8%	
	<i>Trametes versicolor</i>	15,5%	31%		
Source		Ferraz et al. (2000a) ^[89]		Del Rio et al. (2001) ^[74]	Macchioni et al. (2007) ^[172]

Avec ces quelques résultats, de grandes tendances se dégagent. Tout d'abord, la perte de masse augmente logiquement lorsque la durée d'inoculation augmente. De plus, il y a la confirmation que la pourriture brune dégrade plus le résineux que le feuillu, pour une même durée d'inoculation (en rouge et jaune). A l'inverse, la pourriture blanche attaque préférentiellement le feuillu (en orange). De même, le résineux est plus facilement dégradé par une pourriture brune que par une pourriture blanche (en bleu), alors que l'inverse est avéré pour

les feuillus (en mauve). Les termites occasionnent de sérieux dégâts dès les premières semaines d'infestation, alors que l'impact physique des champignons est plus limité après une même durée de 4 semaines d'inoculation (en vert).

Enfin, les données en turquoise montrent que les souches n'ont pas la même virulence. *G. trabeum* occasionne plus de perte de masse que *P. placenta*, alors qu'il s'agit de deux pourritures brunes. Il existe également une certaine variabilité dans les tests. Comparer deux études avec les mêmes souches et essences testées montre que les résultats sont bien différents (comparaison bleu/turquoise).

Dans tous les cas, ces pertes de masse sont loin d'être négligeables. Malheureusement, la dégradation ne s'arrête pas là...

2.3.1.3. De la chimie à la mécanique

L'apparition de microfissures évoquée ci-avant ne peut que faire penser aux conséquences mécaniques d'une altération du matériau. Le bois est fréquemment utilisé comme élément structurel, de par un rôle très important de renfort assuré par la cellulose. Ainsi, sa dégradation a des effets souvent désastreux, qu'il faut comprendre, quantifier, et empêcher, pour éviter tout problème grave sur les charpentes.

Ces phénomènes ont déjà été quantifiés par Cartwright *et al.* (1936) ^[47]. Le frêne est laissé 24 semaines au contact de la pourriture blanche *Polyporus hispidus* (Fr.) : pour une perte de masse de 8,5%, la résistance diminue de 15% en compression, de 26% en flexion et même de plus de 90%, concernant la résistance à l'impact. Cette dernière décroît même très fortement dès les premières semaines d'inoculation. Les résistances en compression sont même davantage réduites lorsque l'attaque est couplée : la présence de termites, en plus d'une pourriture blanche, augmente les risques ^[70].

Par ailleurs, l'augmentation de la teneur en eau a un impact sur la résistance du matériau. Ainsi, lorsqu'elle augmente de 1%, le module d'élasticité (MOE) diminue de 2%, tandis que le module de rupture (MOR) baisse de 4% ^[35]. Si les propriétés mécaniques sont moins bonnes lorsque l'humidité augmente, c'est parce que la présence d'eau liée diminue le nombre de liaisons hydrogène entre les polymères ^[34].

Il existe aussi un lien entre les hémicelluloses attaquées et les propriétés mécaniques. La disparition physique de l'arabinane et du galactane s'accompagne d'une chute du MOR de 60% sur du pin, dégradé par une pourriture brune ^[65]. Le même pin dégradé par une pourriture blanche ne subit « que » 30% de diminution du MOR, à perte de masse équivalente. Sur le douglas *Pseudotsuga menziesii* (Mirb.), la disparition des hémicelluloses (xylanes et mannanes)

s'accompagnent d'une diminution de 60 à 70% du MOE ^[289]. Les hémicelluloses sont donc bien plus responsables de la dégradation mécanique que la cellulose, attaquée plus tardivement.

2.3.2. La perte de masse : l'arbre qui cache la forêt

Concernant cette perte de masse, il n'est pas faux de dire que plus elle augmente, et plus les données mécaniques diminuent. L'évolution du ratio perte mécanique/perte de masse est même linéaire, selon Winandy et Morrell (1993) ^[289], avec une valeur comprise entre 3 et 4 d'après des tests de flexion sur du douglas.

De nombreux auteurs ont ainsi conclu à la forte diminution des données mécaniques avant même qu'une perte de masse ne puisse être observée ^[58; 223; 290]. Tandis que le MOE de l'épicéa commun *Picea abies* (Karst.) exposé à *G. trabeum* diminuait de 7,4% sans perte de masse observable ^[117], Winandy *et al.* (2000) ^[290] voient une baisse de 40% du MOR du pin. Ceci confirme que le module élastique ne diminue fortement que lorsque le glucane est atteint, soit à un stade bien plus avancé que le MOR ^[290].

Si la perte de masse n'est pas très visible, c'est selon lui à cause des molécules dégradées (arabinane et galactane) qui ne représentent que 8% de la masse du bois. C'est seulement lorsque le mannane et le xylane sont touchés que la perte de masse devient non négligeable. Ces hémicelluloses représentent en effet 18% de la masse ligneuse.

Les indicateurs mécaniques semblent donc plus fiables et précoces que la perte de masse. Malgré sa simplicité de mesure, elle n'est pas révélatrice de tout ce que le matériau subit.

2.3.3. Pertinence des essais

Différents tests mécaniques sont possibles, pour mesurer les modules élastiques ou autres contraintes mécaniques caractéristiques d'un matériau, dégradé ou non. Cependant, certains sont plus pertinents que d'autres.

Ainsi, un test d'écrasement est généralement fiable pour quantifier une dégradation mécanique ^[103; 130], alors qu'un test de flexion 3 points n'est pas spécialement adapté ^[289]. En effet, l'écrasement sollicite toute la structure dégradée alors que le test de flexion applique un état de contrainte variant d'un point à l'autre, qui n'est pas forcément la zone de dégradation proprement dite. La flexion et particulièrement la mesure du module de rupture semble cependant plus adaptée aux panneaux, comme les panneaux OSB ^[66].

Hormis les essais statiques, des tests mécaniques dynamiques sont aussi envisageables. En plus d'être plus rapides, ils sont non-destructifs ^[271]. C'est le cas des méthodes acoustiques ou bien de l'analyse vibratoire.

Avec de telles conséquences sur le matériau, une attaque biotique peut être catastrophique. Il est donc nécessaire d'envisager des solutions, pour prévenir ces risques.

III. La durabilité naturelle

La première initiative est de réfléchir au bois qu'il faut choisir selon l'utilisation prévue. Avec la diversité des essences (plusieurs milliers d'espèces commercialisées), certaines sont nécessairement plus adaptées que d'autres pour un usage donné. Vu la diversité d'essences qui existe et les conditions de croissance possibles, le bois est un matériau extrêmement hétérogène, ce qui définit la Variabilité de ses propriétés. Ce phénomène étudié ^[151; 173; 204; 294] peut être à l'origine de résistances de certains bois face à des pourritures. Ce degré de résistance définit la durabilité naturelle d'un bois et détermine sa capacité à être utilisé dans certaines conditions.

3.1. Les normes en vigueur

Plutôt que de comparer toutes les essences entre elles, un langage commun a été élaboré et fait l'objet de la norme NF EN 350-1 (1994) ^[5]. Cette norme définit les classes de durabilité naturelle du bois parfait, présentées ci-dessous. A ces catégories correspondent des durées de vie en extérieur, selon le climat que le bois subit ^[56].

Tableau III – Classes de durabilité naturelle face aux champignons lignivores

a) Définition (NF EN 350-1)

b) Durées de vie estimées (années)

<i>Classes</i>	<i>Description</i>	<i>Perte de masse absolue "x" (%)</i>	<i>Perte de masse relative "X" (%)</i>		<i>Milieu tempéré</i>	<i>Milieu tropical</i>
1	Très durable	$x \leq 5$	$X \leq 0,15$		Plus de 25	Plus de 10
2	Durable	$5 < x \leq 10$	$0,15 < X \leq 0,3$		15 à 25	5 à 10
3	Moyennement durable	$10 < x \leq 20$	$0,3 < X \leq 0,6$		10 à 15	Non attribué
4	Faiblement durable	$20 < x \leq 30$	$0,6 < X \leq 0,9$		5 à 10	2 à 5
5	Non durable	$x > 30$	$X > 0,9$		< 5	< 2

Ce classement est effectué en fonction d'une perte de masse « x » que subit le bois sur une période fixe. Quant au ratio « X », il est obtenu en divisant la perte de masse du bois que l'on teste par la perte de masse d'un bois non-durable témoin (pin sylvestre ou hêtre, selon la pourriture utilisée) ^[97]. Ainsi, selon le résultat, chaque bois se voit attribué la classe qui lui correspond. Lorsque les classes de durabilité ne sont pas les mêmes en fonction des champignons qui attaquent, c'est la classe obtenue après attaque de la pourriture la plus virulente qui est retenue ^[280].

Concernant la résistance du bois face aux termites, c'est la norme NF EN 117 (2005) ^[8] qui permet, dans des conditions de laboratoire, de mesurer la perte de masse et de classer visuellement l'état de dégradation, après 8 semaines d'exposition. Les durabilités de certains bois, résineux et feuillus de régions tempérées, sont listées en Annexe 2.

Par ailleurs, s'il est possible de définir la durabilité du bois, il est tout aussi important de définir les risques encourus lors d'une exposition : par exemple, un bois utilisé en extérieur ne subira pas les mêmes dégradations qu'un bois d'intérieur. Des classes d'emploi, également au nombre de 5 (cf. Tab. IVa), ont été normalisées pour le bois massif (NF EN 335-2 (2007) ^[9]).

Tableau IV – Classes d'emploi

a) Définitions des classes

Classes	Situation en service	Zone "sensible"	Risques biologiques
1	Bois sec, humidité toujours inférieure à 20%	2 mm	- insectes - termites, dans les régions infestées
2	Bois sec mais dont l'humidité peut occasionnellement dépasser 20 %.	2 mm	- insectes - champignons de surface - termites, dans les régions infestées
3	Bois à une humidité fréquemment supérieure à 20 %	Toute la partie humidifiable de la zone non durable naturellement.	- pourriture - insectes - termites dans les régions infestées
4	Bois à une humidité toujours supérieure à 20 %	Zone non durable naturellement.	- pourriture - insectes y compris termites
5	Bois en contact permanent avec l'eau de mer	Zone non durable naturellement.	- pourriture - insectes - térébrants marins

b) Exemples de bois utilisés par classe ^(*)

Feuillus et résineux	1	2	3*	4*
Douglas	oui	oui	oui	non
Mélèze	oui	oui	oui	non
Pin sylvestre	oui	oui	non	non
Sapin, épicéa	non	non	non	non
Red cedar	oui	oui	oui	non
Châtaignier	oui	oui	oui	non
Chêne	oui	oui	oui	non
Hêtre	non	non	non	non
Robinier	oui	oui	oui	oui
Ayous	non	non	non	non
Doussié	oui	oui	oui	oui
Iroko	oui	oui	oui	oui
Sipo	oui	oui	oui	non

* Les classes 3 et 4 sont considérées pour des bois purgés d'aubier.

La corrélation entre les deux tableaux permet de savoir quels bois peuvent être utilisés dans telle ou telle classe d'emploi. Il est donc assez simple de trouver le bois adapté à une utilisation précise (cf. Tab. IVb).

La variabilité inter-espèce est immense, ce qui rend toujours possible de choisir une essence durable pour un usage qui le requiert. Le choix d'un matériau adapté permet donc d'éviter l'utilisation de divers traitements, pas toujours nécessaires. Pour du mobilier d'intérieur, de nombreux bois pourront résister d'eux-mêmes à une attaque biologique. Cette capacité à être durable trouve diverses explications...

3.2. Les différences entre individus

3.2.1. Variabilité inter-espèce

La durabilité d'un bois réside essentiellement dans sa composition chimique. C'est tout particulièrement les extractibles qui en sont responsables ; ainsi, sur le pin sylvestre, *Pinus sylvestris* (L.), la concentration de pinosylvines et de phénols est corrélée à la résistance du bois ^[83; 112]. Une mesure de cette concentration constitue un outil de prédiction et donc de classement de la durabilité des bois ^[164]. Les termites sont également gênés par ces molécules, qui peuvent rendre le bois toxique. Diverses études ont conclu quant aux propriétés termiticides des extraits ^[177; 254], par exemple dans le duramen de Western Red Cedar *Thuja plicata* (Donn) ^[123]. On voit dans cette même étude que l'essence *Fagus crenata* (Blume) est bien plus résistante aux termites *Incisitermes minor* (Hagen) que ne l'est l'épicéa commun *P. abies*.

Comme les extractibles varient énormément en terme de quantité entre les essences, les différences de durabilité naturelle s'expliquent. De même, chaque essence possède des extraits qui lui sont propres, pas forcément commune avec les autres familles d'arbres. Des techniques innovantes comme la spectroscopie proche-infrarouge permettent cependant de déterminer la durabilité d'un bois (surtout les bois peu durables) de manière rapide, grâce à la relation existant entre la résistance du bois et les extractibles qu'il contient ^[269].

La composition anatomique peut aussi être une cause de la durabilité, car la quantité de cellules de parenchyme est positivement corrélée à la résistance face aux pourritures brunes ^[247].

3.2.2. Variabilité intra-arbre

Les extractibles sont généralement associés au duramen et à sa formation. En effet, le duramen est plus riche que l'aubier, en termes d'extraits. C'est donc pourquoi le bois parfait est

considéré plus durable que l'aubier ^[121]. Ce-dernier est donc préférentiellement purgé des produits bois, puisqu'il est une source de nourriture très attractive de par la sève qu'il renferme.

Par ailleurs, le bois de compression et le bois juvénile ont des comportements très différents. Par exemple, *P. placenta* va entraîner une très légère perte de masse du bois de compression (moins de 1%), alors que le bois juvénile subira une perte de masse d'environ 14%, pour une même durée d'inoculation ^[266]. Ceci s'explique par les différences chimiques tout d'abord : le bois de compression est bien plus riche en lignine que les autres types de bois ^[294]. La lignine n'étant pas dégradée par les pourritures brunes, la perte de masse est moindre.

Les propriétés anatomiques peuvent aussi être à l'origine de ces divergences : le bois de compression possède une texture plus grande. Avec plus de bois d'été, ce bois est aussi plus dense, et donc plus difficile à dégrader. Ainsi, les termites mangeant plus facilement le bois de printemps que le bois d'été, les dégâts seront moindres sur un bois à forte texture. Pour les mêmes raisons, les pourritures brunes sont également plus friandes du bois de printemps ^[247]. Enfin, le duramen peut présenter des thylles qui obstruent les vaisseaux et leurs ponctuations, rendant difficile la progression du mycélium ^[180].

Ceci confirme que le bois est un matériau hétérogène à tous points de vue. Cela constitue à la fois sa faiblesse et sa force, car, il est possible de sélectionner les meilleures parties de l'arbre pour faire du bois un produit naturellement durable.

3.3. Les composites

Obtenir du bois durable est tout à fait possible en gardant du bois massif. Des essences produisent du bois capable de résister aux attaques biologiques diverses. C'est le cas des bois exotiques appartenant à la classe 1 de durabilité naturelle comme le Doussié *Afzelia africana* (Sm.), le Moabi *Baillonella toxisperma* (Pierre) ou encore le Teck *Tectona grandis* (L.f.)...

Mais, ces espèces durables n'étant pas majoritaires, le bois d'oeuvre n'est généralement pas suffisamment armé pour résister aux biodégradations. Avant de penser aux traitements préventifs, d'autres produits à base de bois ou fibres végétales peuvent être une solution...

3.3.1. Les panneaux

Les panneaux de bois ont largement été développés durant les dernières décennies, et, encore aujourd'hui, de nouveaux produits apparaissent. A partir de fibres (panneau MDF), de

particules (panneau aggloméré), de plaquettes (panneau OSB) ou encore de placages complets (LVL, contreplaqué) (cf. Fig. 10), les panneaux sont sources de multiples avantages. Ils sont le moyen d'utiliser certains déchets de scierie, mais aussi le moyen de sélectionner du bois parfois sans défauts, afin d'obtenir un produit aux propriétés intéressantes et peu variables. Il est ainsi possible de palier à l'hétérogénéité du bois, souvent difficile à gérer.

(Photos : Thibaud Surini)



a) Panneau OSB



b) Panneau LVL

Figure 10 – Différents types de panneaux à base de bois

Au niveau durabilité, le panneau est également moins apprécié des pathogènes, mais pas entièrement protégé pour autant ^[64]. Le tableau V en montre plusieurs exemples.

Tableau V – Comparaison de produits suite à 12 semaines d'attaque de *T.versicolor* ^(*)

Produit	Essence utilisée	Perte de masse	Source
Panneau de particules	Feuilles de thé noir <i>Camelia sinensis</i>	12,10%	Yalinkilic et al. (1998) ^[293]
MDF	Pin	9,50%	Kartal et Green III (2003) ^[140]
MDF	Hêtre	29,60%	
MDF	Chêne	4%	
MDF	Pin (20%)+ Hêtre (40%)+ Chêne (40%)	10%	
Bois massif	Pin	12%	
Bois massif	Hêtre	45,60%	
Bois massif	Chêne	8,50%	
OSB	Tremble	16%	Ayrlimis et al. (2005) ^[19]

Si les panneaux de bois paraissent plus durables que le bois massif à partir duquel ils sont composés ^[140], c'est dû à la présence de liants qui font que le bois n'est pas le seul composant d'un panneau. Ainsi, l'imprégnation d'une résine de type phénol-formaldéhyde de

^{*} Les valeurs en rouge étant lues sur des histogrammes, elles restent approximatives.

faible poids moléculaire améliore nettement la durabilité de panneaux faits à base de fibres de kénaf *Hibiscus cannabinus* (L.)^[284].

Il est également possible d'augmenter la durabilité durant la fabrication. En effet, plus un panneau est dense, meilleure est sa résistance face aux champignons^[293]. Cependant, selon cette même étude, cette densité ne semble pas avoir d'impact sur la perte de masse occasionnée par les termites.

De même, l'essence qui compose le panneau a forcément un impact déterminant sur la résistance du panneau. Ainsi, des MDF élaborés avec des fibres de chêne pédonculé sont plus durables que ceux de hêtre et de pin, face à *G. trabeum*^[140]. Après 12 semaines d'inoculation, les pertes de masse respectives sont de 11,3%, 28% et 22%. Avec cette étude, l'intérêt de mélanger les essences pour faire un même produit est bien visible : lorsque les fibres de hêtre, pin et chêne sont mêlées, le panneau obtenu est plus résistant que les MDF de hêtre : la perte de masse dans les mêmes conditions n'est que de 13,6%. Les mêmes conclusions sont montrées avec la pourriture blanche *T. versicolor* (cf. Tab. V).

C'est l'apport des extractibles de certaines essences qui peuvent permettre d'améliorer la durabilité d'un produit, diminuant la perte de masse occasionnée par une pourriture. Même l'écorce contient des extractibles intéressants, puisque des panneaux d'aulne ont été rendus plus résistants suite à un apport de ces extraits^[203]. L'auteur en a même conclu que plus leur concentration était élevée et plus la perte de masse diminuait. Une concentration de 5% suffit même à faire passer les panneaux de la classe 5 (non durable) à la classe 4 (faiblement durable).

D'autres provenances de fibres peuvent présenter un réel intérêt, grâce aux extraits qu'elles contiennent. C'est le cas de feuilles de thé, dont Yalinkilic *et al.* (1998)^[293] ont confectionné un panneau. Ils ont ainsi démontré que la perte de masse était inférieure à celle des panneaux de bois étudiés par d'autres équipes. Après 3 semaines d'attaque de termites, le panneau n'a perdu que 16% de sa masse initiale, tandis que la mortalité moyenne des insectes dépassait les 65%. Ces valeurs révèlent un produit bien plus durable que des bois massifs.

Si les panneaux constituent des produits de bois reconstitué, généralement lié par des résines thermodurcissables, d'autres composites mêlent différents matériaux pour tenter de ne garder que les avantages de chacun d'entre eux.

La complexité vient de la multitude de configurations possibles, sachant que des alliances sont préférables à d'autres. Ainsi, des questions se posent sur la nature du matériau utilisé (quelle essence ou quel polymère utiliser?), la proportion respective de chaque composant ou bien encore les paramètres du procédé d'élaboration du produit (temps, température, pression, ...).

L'objectif est bien sûr d'obtenir des matériaux performants, appréciés, et qui présentent des intérêts que les matériaux d'origine n'ont pas. Ainsi, de nombreuses études ont été menées sur ces innovations, y compris sur la durabilité.

3.3.2. Le Bois/Plastique

3.3.2.1. Usages et fabrication

Les Bois/Plastique sont des produits développés, étudiés et commercialisés depuis une vingtaine d'années. Ces composites permettent l'utilisation de fibres de bois et de plastiques dans une matrice thermoplastique, et constituent ainsi une possibilité de recyclage de ces matériaux ^[46]. Les utilisations sont multiples tant en intérieur (revêtements de sol, ornement, ...), qu'en extérieur (terrasses, toitures, bardage, ...) ^[60; 147; 263]. Désormais, le marché est en pleine expansion, avec pas moins de 500000 tonnes de bois/plastique utilisés en tant qu'éléments de construction en Amérique du Nord en 2006 ^[199].

La fabrication consiste en l'imprégnation du bois par des monomères (suivie d'une polymérisation, engendrée par un chauffage ^[298] ou une irradiation), ou bien par des polymères (résines thermodurcissables, thermoplastiques) ^[185]. La formation du produit peut se faire par extrusion, injection ou compression ^[265]. Plus le degré de polymérisation est important, plus le produit est cohérent et résistant. La réussite de cette étape est liée au type de plastique, à sa quantité initiale, celle de l'agent de gonflement (comme le méthanol), l'irradiation, ainsi que la densité du bois imprégné ^[20]. Ainsi, selon cet auteur, moins le bois est dense et meilleure est la polymérisation. L'imprégnation est également meilleure si le temps de trempage est allongé ^[120]. La figure 11 montre un aspect possible du produit final.

(Photo : Thibaud Surini)



Figure 11 – Surface d'un composite Bois/Plastique 60/40%

Par ailleurs, si la méthode d'imprégnation sous-vide est très largement répandue dans l'industrie, elle n'est pas forcément la plus rentable, ni la plus efficace : dans des conditions normales de température et de pression, plus d'échantillons peuvent être fabriqués plus facilement, avec de plus grandes dimensions et l'ajout d'un simple additif permet d'obtenir des propriétés équivalentes aux produits obtenus sous-vide ^[120].

Cet apport d'additifs chimiques peut améliorer la polymérisation ainsi que la stabilité colorimétrique, mais parfois aux dépens des propriétés mécaniques finales ^[21]. Si cette étude trouve des intérêts à mettre 1% de Lithium Li⁺ lors de l'imprégnation, l'ajout d'acide sulfurique, lui, décroît la résistance en traction du produit ^[119]. Cela s'explique par une dépolymérisation de la cellulose, qui affecte la résistance mécanique, tout en augmentant cependant le nombre de liaisons possibles avec les monomères. D'autres additifs, comme ceux à base de carboamides, renforcent la résistance en traction des produits, parfois de 20 à 45% ^[120].

3.3.2.2. *De multiples intérêts*

Si le développement de ce produit est aussi rapide, c'est que le matériau final présente de nombreux intérêts. Ainsi, au niveau mécanique, la concentration de monomères est positivement corrélée à la résistance en compression : sur un composite à base de trachéides de pin maritime, cette résistance augmente de 17 à 75% selon le taux de monomères imprégnés, par rapport à la résistance du pin massif ^[298]. Selon cette même étude, les taux sont encore plus flagrans sur un composite à base de peuplier, avec une hausse de 22 à 107% de cette résistance. L'ajout de plastique permet d'augmenter la résistance non seulement en compression mais aussi à l'abrasion, ainsi que la dureté ^[298]. Le comportement au cisaillement est aussi meilleur, comparé à du bois ^[46]. Les fibres végétales, elles, causent une amélioration de la rigidité ^[116] ainsi que la résistance au fluage et à la traction ^[248]. Il s'agit donc bien d'un composite, où chacun des matériaux d'origine se retrouve renforcé.

Cependant, la présence de fibres de bois dans le plastique diminue sa résistance au feu ^[300]. Et, selon l'auteur, si certaines propriétés sont parfois affectées, c'est à cause de l'incompatibilité entre le bois, hydrophile, et le plastique, hydrophobe. Ainsi, il n'y a pas de transmission de contrainte entre la matrice et les fibres.

L'avantage est que le plastique inhibe le comportement hydrophile du bois, et rend ainsi le matériau plus stable, dimensionnellement parlant ^[21]. Ceci est dû à une moindre absorption d'eau, ce qui améliore donc le comportement physique mais aussi électrique du matériau ^[267].

Mais c'est surtout la durabilité qui est logiquement accrue, grâce à une teneur en eau plus faible et plus stable que celle du bois. Cependant, si la matrice plastique protège le bois des prédateurs xylophages, le matériau n'est pas complètement à l'abri des attaques.

3.3.2.3. Durabilité

Le matériau est réputé durable, contre les termites et les pourritures. L'avantage par rapport à un bois traité est qu'aucun produit chimique n'est nécessaire pour protéger le matériau et qu'il permet au contraire de recycler certains matériaux plastiques. Ne pas avoir besoin de produit inhibe aussi tout risque de lessivage en extérieur, ce qui représente deux atouts environnementaux ^[46]. Cependant, en usage extérieur, il est nécessaire de protéger le composite face aux UV, puisque le plastique y est particulièrement sensible ^[46; 156]. Il est conseillé d'appliquer des vernis contenant des photostabilisateurs ^[147; 199; 264].

Ainsi, laissé dans des conditions naturelles, le Bois/Plastique n'est pas entièrement immunisé. Après 4 ans d'exposition en extérieur, la présence de pourritures brunes et blanches a été identifiée ^[194]. Le vieillissement à long terme du matériau est donc à étudier, pour connaître la réelle durabilité de ce composite.

C'est pourquoi des études ont quantifié ces phénomènes, qui ne se limitent donc pas au matériau bois. Après 12 semaines d'inoculation en laboratoire, avec pourriture brune et blanche, la teneur en eau du bois plastique a atteint 12-13% ^[60]. Cependant, si cette teneur du matériau entier est inférieure aux 20% nécessaires au développement fongique, les fibres de bois ont tout de même atteint une teneur en eau de 25%. Ainsi, il y avait une perte de masse de 3%, certes bien inférieure à celle du bois solide, mais bien réelle. Ceci s'accompagne d'une baisse de la résistance en flexion du matériau, de l'ordre de 5%, attribuée essentiellement à l'augmentation de la teneur en eau. Des composites à base d'érable ont montré une perte de masse (jusqu'à 8,5% avec *P. placenta*) mais uniquement sur des matériaux ayant plus de 60% de bois ^[218]. Malgré la bonne protection du plastique, ces résultats après 12 semaines incitent à raisonner sur des échelles de temps plus grandes...

D'après Yildiz *et al.* (2005) ^[298], une exposition de 16 semaines à une pourriture brune et blanche entraîne des pertes de masse bien plus importantes. Plus il y a de polymères, plus le matériau est durable, mais, la durabilité d'un composite riche en bois est moins bonne qu'un bois solide traité. Ces résultats justifient l'intérêt des traitements existants pour protéger les matériaux.

De manière générale, l'aspect composite est tout de même une bonne alternative face à un bois sensible aux biodégradations. Il est donc intéressant de ne pas se limiter aux Bois/Plastique, mais de voir les performances offertes par d'autres composites.

3.3.3. Le Bois/Ciment

Les Bois/Ciment font partie de ces nouveaux produits qu'il est nécessaire d'étudier, dont l'intérêt peut être le recyclage des fibres de bois ^[224]. Ils sont apparus récemment et se développent sur tous les continents, leurs utilisations principales étant le bardage et la toiture ^[251].

Ces matériaux mêlant des fibres de bois dans une matrice inorganique présentent de nombreux avantages, comme une meilleure résistance au feu, une meilleure durabilité et il s'agit également d'un matériau moins hygroscopique que le bois ^[251; 286]. En comparaison au béton pur, la résistance en compression des bois/ciment est moins bonne, mais la résistance en flexion et la rigidité sont accrues ^[29].

3.3.3.1. Un matériau pas toujours « compatible » ...

La difficulté réside certainement dans la conception d'un tel matériau, afin de rendre compatibles les fibres de bois et le ciment. Différents paramètres, cités par Jorge *et al.* (2004) ^[132], sont ainsi à prendre en compte pour obtenir le meilleur matériau possible :

✓ Les ratios : Le matériau se composant de bois, de ciment, et d'eau, les proportions respectives donnent des produits plus ou moins cohérents. Ainsi, pour obtenir un produit qui soit un bon isolant, et ayant une résistance en compression acceptable, il ne faut pas dépasser les 35% de bois ^[12]. L'auteur précise que plus il y a de bois, moins le composite est dense, ce qui a une influence négative sur les propriétés mécaniques. La présence de bois augmente également la porosité, qui conduit aussi à une baisse de résistance. En général, un composite à forte proportion de bois est moins résistant mécaniquement, mais aussi moins cassant, ce qui est un avantage ^[12]. L'augmentation de cette quantité de bois permet aussi d'améliorer les modules de rupture en flexion, par une concentration de contraintes plus diffuse ^[215]. L'aspect en est aussi naturellement modifié (cf. Fig. 12).

Tout dépend ensuite de la propriété à améliorer. La proportion d'eau, elle, a l'effet le plus grand sur le degré de carbonatation du matériau, qui accélère le durcissement et améliore la compatibilité : pour que cette donnée soit la plus élevée possible, un ratio eau/ciment de 0,5 est optimal ^[225].

(Photo : Thibaud Surini)



Figure 12 – Composites avec 20%, 40% et 60% de fibres de bois

- ✓ Le type de ciment : Il peut y avoir des réactions chimiques entre le ciment et le bois, entraînant une dégradation de la cellulose, rendant solubles les glucides dégradés ^[132; 217] ;
- ✓ Le temps d'hydratation : Plus ce temps augmente, meilleure est la résistance en compression ^[217]. En revanche, selon Wei *et al.* (2000) ^[286], le temps d'accès à la température maximale d'hydratation doit être court si l'on veut augmenter les forces de liaisons internes ;
- ✓ La température d'hydratation : Plus la température maximale d'hydratation est élevée et meilleures sont les propriétés mécaniques ^[217; 286] ;
- ✓ La taille des particules : Al Rim *et al.* (1999) ^[12] parle d'une taille maximale de copeaux de 20 mm ;
- ✓ L'ajout de produits chimiques : Selon Jorge *et al.* (2004) ^[132], la compatibilité est améliorée par l'utilisation de particules de bois, traitées au CCA. Ce traitement chimique aurait une influence positive sur le matériau. Pehanich *et al.* (2004) ^[217] ont conclu à l'influence des ions potassium K, sodium Na, et silicium Si. Selon la propriété qu'il faut améliorer, il est préférable ou non de traiter les fibres avec certains de ces ions. La concentration de ces produits est également à prendre en compte. Ainsi, d'après Blankenhorn *et al.* (2001) ^[29], un traitement acrylique des fibres doit avoir une concentration inférieure à 30%, pour augmenter la résistance en flexion. Une concentration supérieure diminuera cette propriété, même si la rigidité, elle, est corrélée positivement à cette teneur en acrylique ;
- ✓ La nature du bois : Le bois a une influence considérable sur le matériau final. Tout d'abord, la nature des fibres utilisée est à considérer : des fibres kraft, plus larges et grandes que d'autres fibres, augmentent la surface de contact avec le ciment ; la rigidité s'en trouve donc

meilleure ^[217]. A l'inverse, d'autres fibres plus petites et nombreuses peuvent avoir un impact positif sur la résistance en flexion ^[29].

L'essence de bois d'origine est aussi très importante. Les feuillus sont ainsi moins compatibles que les résineux ^[132; 217; 286]. Tant les dimensions des fibres que leurs compositions chimiques ont une influence sur la compatibilité. De même, selon ces auteurs, il est préférable d'utiliser de l'aubier, moins riche en extraits que le duramen. Ceci s'explique par le caractère inhibiteur de certains extractibles, tant sur leur aspect qualitatif que quantitatif ^[132]. L'auteur préconise donc l'emploi de particules de bois initialement extraites. Les sucres du bois ont également un rôle inhibiteur ^[208; 274], mais pas la lignine ^[286]. C'est pourquoi, Blankenhorn *et al.* (2001) ^[29] concluent à des différences significatives entre des fibres de pâtes à papier mécanique et chimiques, vu que leurs compositions respectives varient. Par ailleurs, Wei *et al.* (2000) ^[286] conseille même le mixage de plusieurs essences pour améliorer la compatibilité ;

✓ Le procédé : Enfin, le procédé de fabrication a son importance dans le résultat final. Le procédé le plus couramment utilisé est le procédé Hatschek, mais, celui-ci utilise beaucoup d'eau qui sera finalement gâchée ^[251]. L'auteur a ainsi étudié un autre processus – celui de l'extrusion – qui permet de donner une orientation précise aux fibres de bois. Les résultats s'en sont trouvés équivalents, voire meilleurs que ceux des composites Hatschek. Par ailleurs, l'injection de CO₂ permet de diminuer le temps de fabrication du composite, tout en améliorant sa compatibilité ^[224]. Il est également possible de rajouter un additif pour améliorer le processus. Le composé MgCl₂ semble ainsi le plus efficace ^[132].

Ce matériau est donc extrêmement variable, tel le bois, ce qui le rend difficile à appréhender. Chaque paramètre est ainsi à prendre en compte pour optimiser le produit final.

Au niveau des propriétés, Shao *et al.* (2000) ^[251] ont calculé une masse volumique de 1380 kg.m⁻³, pour une résistance en flexion de 25 MPa. Quant aux modules élastiques mesurés en flexion statique, ils oscillent entre 6740 MPa et 8520 MPa, selon la nature du produit et les conditions expérimentales ^[271].

3.3.3.2. ... mais très souvent durable

La présence de ciment permet de protéger les fibres végétales, normalement sujettes à des attaques de tout type. Ces composites sont donc réputés durables.

En effet, en plus de la présence physique du ciment qui limite l'accès aux fibres par les pathogènes, la fixation du béton engendre une augmentation du pH du bois ^[132]. Puisque les

pourritures se développent idéalement dans un milieu acide, ce changement brutal est mal apprécié. Même si l'alcalinité du milieu n'inhibe pas complètement le développement fongique, les conséquences d'une telle attaque sur le matériau sont un gain de masse ^[72; 98], et non pas une perte de masse, comme le bois en accuse habituellement. Ainsi, ce gain est de l'ordre de 2 à 4% sur des bois/ciment aux fibres de cyprès ^[208] et de fibres d'hévéa ou d'eucalyptus ^[207]. Ceci s'explique par des réactions de carbonatation ^[214], qui engendrent la formation de calcite à la surface des pores cellulaires.

Les composites sont donc une alternative, mais ne remplaceront jamais les pièces de bois massif utilisées au quotidien. Il faut donc chercher à protéger ces bois avant utilisation.

IV. Préservation

4.1. Traitements préventifs

Comme la majorité des essences de nos régions tempérées donne du bois qui n'est pas assez durable naturellement, il est nécessaire de le traiter avant utilisation. Ainsi, de nombreuses techniques existent, tant par les produits utilisés que par les procédés inventés.

De même, depuis la fin du XX^{ème} siècle, une ère environnementale a poussé les chercheurs à développer des produits moins polluants ou des procédés plus respectueux de l'environnement. Détailler chaque possibilité de préservation nécessiterait le temps d'une thèse, mais, ce chapitre propose de passer en revue quelques solutions courantes et/ou innovantes pour améliorer la durabilité.

4.1.1. Modifications sur bois massif...

4.1.1.1. ... par imprégnation de produits chimiques

En remplissant le bois, la durabilité conférée est due à un effet toxique de certaines molécules composant le produit d'imprégnation, à une réduction de la fixation de l'eau sur les parois cellulaires et à un bois rendu impropre à la consommation. D'autres études ont montré l'intérêt d'imprégner des chélateurs de métaux, pour limiter l'accès des ions métalliques nécessaires à l'activité enzymatique des champignons ^[76; 79].

Cependant, des traitements chimiques efficaces se sont révélés polluants et sensibles au lessivage. Ainsi, le CCA (à base des sels métalliques Chrome, Cuivre, Arsenic) ^[169] ou encore la créosote (goudron) ont fait l'objet de strictes réglementations (directive des Produits Biocides, 1998), d'abord en Europe, puis aux Etats-Unis en 2003. Un produit comme le CCA est donc interdit, à l'exception de quelques utilisations, soumises à une autorisation

préalable ^[115]. Ce traitement peu onéreux permettait d'obtenir des durabilités excellentes, bien que certaines souches fongiques pouvaient parfois apparaître ^[148], occasionnant de faibles pertes de masse ^[175]. L'impact mécanique du traitement, lui, a été jugé négligeable dans des conditions d'utilisation du bois ^[260]. De nouveaux produits sont donc développés pour donner au bois des propriétés fongicides et insecticides équivalentes, sans risques pour la santé ou la planète.

● Comment fixer le cuivre ?

La substance active du CCA étant le cuivre, des solutions sont recherchées pour l'imprégner dans le bois. Des expérimentations ont montré l'intérêt de divers produits pour fixer le cuivre : c'est le cas des résines écologiques ^[197]. Par ailleurs l'utilisation de substances végétales comme le soja est envisageable et efficace, permettant de diminuer les coûts de production, ce produit étant récupéré de l'industrie agro-alimentaire ^[11]. De même, Humar *et al.* (2006) ^[117] ont envisagé le couplage avec l'éthanolamine, qui s'est avéré efficace face à *G. trabeum*.

Cette alliance cuivre-éthanolamine est à l'origine de traitements à base d'azole de cuivre, qui s'avèrent très prometteurs. Il existe une formulation avec 49% de cuivre et 49% de bore (notée CBA-A), et un azole de cuivre type B noté CA-B, avec 96% de cuivre et 4% de tébuconazole ^[92]. Hormis l'usage d'un procédé de traitement spécifique, les rétention et pénétration minimales requises pour l'application de ces bois au contact du sol ne sont pas atteintes ^[127; 296]. Ainsi, le bois traité puis mis au contact du sol n'est pas à l'abri d'un développement de pourriture ^[99]. Cependant, pour un usage hors sol, ce produit, commercialisé sous le nom de Tanalith®, est efficace face aux champignons lignivores et confère une résistance au vieillissement ^[113].

Un autre produit d'usage désormais courant est le cuivre alcalin quaternaire, noté ACQ en anglais. Il existe plusieurs types d'ACQ : l'ACQ-B est avec un cuivre ammoniacal ; l'ACQ-C est formulé avec un ammoniac ou une amine, alors que l'ACQ-D l'est avec une amine ^[92]. Ainsi, un traitement à l'ACQ-C montre une durabilité accrue du pin face à *G. trabeum*, quelle que soit la rétention ^[252]. La fixation du cuivre dans ce traitement a été étudiée par Tascioglu *et al.* (2009) ^[268], tandis que le comportement au lessivage est abordé par Miyauchi *et al.* (2008) ^[190].

Il est bon de noter que les propriétés mécaniques suite à une imprégnation de Tanalith® E-3491 ne sont pas altérées significativement par rapport à des bois non traités ^[23; 297]. La même conclusion a été tirée du traitement ACQ ^[22]. En revanche, ces traitements ne sont pas parfaits, puisque certaines souches sont résistantes au cuivre : c'est le cas d'*Antrodia vaillantii* (DC.), qui

a le même comportement sur bois traités ou non ^[117]. Il est donc nécessaire de penser à d'autres substances actives.

● Le bore

Si la formulation CBA-A est aussi efficace, c'est aussi parce qu'elle mêle le cuivre à un second élément connu pour ses propriétés de préservation : il s'agit du bore, qui est très peu toxique et non polluant, qui, lui, vient à bout d'*A. vaillantii* ^[118].

Ainsi, une concentration d'acide borique de 1% permet d'obtenir des pertes de masse d'environ 1% après exposition à *C. puteana* et *P. placenta* pendant 8 semaines ^[273]. De même, *T. versicolor* est moins résistant au bore que ces pourritures brunes car son inhibition est totale, même à une faible quantité de bore ^[118]. Les termites sont aussi réfractaires à manger un bois traité au bore, avec seulement 6,1% de perte de masse après une exposition de 4 semaines ^[59]. Cette efficacité est confirmée par Lyon *et al.* (2007) ^[170]. Autre intérêt : une telle imprégnation n'altère pas les propriétés d'adhésion ^[210].

Le souci vient de sa fixation car le bore, très soluble dans l'eau, est très facilement lessivé. Ainsi, Temiz *et al.* (2008) ^[273] prouve que l'efficacité face aux champignons est remise en cause après lessivage, où les pertes de masse sont de l'ordre de 40%. Il est donc nécessaire de trouver un moyen de le fixer, que ce soit par une émulsion de silicone ^[142], l'imprégnation d'huiles végétales ^[171], de résines ^[197], ou encore de produits issus de l'agro-alimentaire, intéressants pour leur faible coût ^[11].

● Traitements divers

D'autres procédés peut être moins courants peuvent présenter de bons résultats de préservation.

C'est le cas de l'imprégnation de plastiques, où le but de l'étude était de protéger le bois, et non pas de faire un composite Bois/Plastique à proprement parler ^[227]. L'imprégnation de polystyrène s'avère ainsi plus efficace qu'un plastique biodégradable.

De même, hormis l'imprégnation, un traitement de surface est souvent utile pour éviter une humidification du bois, menant au développement d'agents biologiques ^[182]. Par ailleurs, il est possible d'appliquer un traitement à base d'ultrasons, pour éviter une colonisation de termites ^[139].

4.1.1.2. ... par modifications de la paroi cellulaire

Ce paragraphe concerne le changement de la composition chimique de la paroi cellulaire, dû à un traitement. Les procédés mis en jeu sont largement explicités par Hill (2005) ^[115] ou encore Rowell (2005) ^[239], d'où le caractère succinct de cette partie.

● L'estérification

Le procédé général, à l'origine de modifications courantes est l'estérification. Il est issu de la capacité de réaction entre les groupes hydroxyles OH de la paroi cellulaire et un anhydride (cf. Fig. 13), afin d'en faire un matériau stable et durable. Hormis les anhydrides, il est possible d'estérifier le bois avec des isocyanates, des acides carboxyliques, de l'acide chlorhydrique, ..., mais tous ne présentent pas que des avantages ^[115].

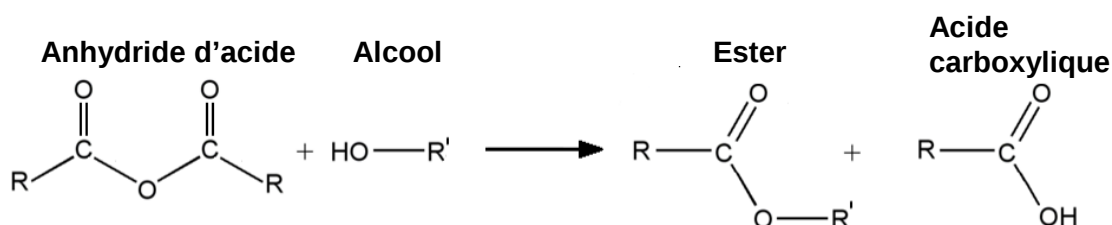


Figure 13 – Réaction Anhydride-Alcool

Cependant, la nature de l'anhydride est variable, ce qui offre de nombreuses configurations. Ainsi, on peut greffer de l'anhydride propionique, butyrique, valérique, hexanoïque, heptanoïque, ... comme il a été fait dans l'étude de Hill et Jones (1996) ^[114]. Les propriétés ainsi conférées sont assez similaires quel que soit le produit greffé, avec un meilleur taux anti-gonflement corrélé au gain de masse dû à la modification.

Il y a également l'anhydride maléique, qui, sur du peuplier tremble *Populus tremula* (L.) a réduit la perte de masse de 61,8% à 20,6%, après 12 semaines d'exposition à *C. versicolor* ^[275].

Mais, l'estérification la plus connue et la plus prometteuse est probablement l'acétylation du bois.

● L'acétylation

Dans ce cas, c'est un anhydride acétique qui réagit avec le bois pour former un ester et un acide acétique CH_3COOH , comme sous-produit.

Le premier intérêt concerne la stabilité dimensionnelle. L'acétylation provoque un gonflement dû au greffage de l'anhydride, ce qui résulte aussi en un gain de masse, selon la quantité réellement greffée. Mais, une fois acétylé, le bois est moins sensible aux variations dimensionnelles qu'un bois non traité. Ceci est vrai à la fois pour le bois massif, mais aussi pour des panneaux ^[54]. Une étude fondée sur des panneaux de fibres de kénaf ^[55] montre aussi le second intérêt du bois acétylé : l'augmentation de la durabilité.

Le bois acétylé est ainsi plus résistant aux souches fongiques, que ce soit après des essais de laboratoire ou bien après plusieurs années en extérieur ^[161]. Le taux de groupement acétyles diminue peu avec le temps et ne souffre donc pas de lessivage. Cette étude montre aussi la meilleure durabilité face aux bactéries. Mais, l'efficacité face aux termites et aux térébrants marins n'est pas prouvée, à cause de résultats d'études contradictoires ^[115].

Cependant, concernant les propriétés mécaniques, l'acétylation engendre des baisses non négligeables de résistance. Les propriétés de flexion sont fortement réduites, ce qui est d'autant plus vrai sur les panneaux. On observe une diminution de MOE, MOR et de la résistance en traction ^[54], tandis que sur des bois aboutés, le MOE passe de 9860 à 6045 MPa et le MOR de 59 à 34 MPa après acétylation ^[213]. Hill (2005) ^[115] relativise en expliquant que ces pertes peuvent être dues à la formation d'acide acétique et à la température exercée lors de la modification. De même, il référence plusieurs études où les pertes mécaniques ne sont pas aussi significatives.

Pour éviter la production d'acide acétique pouvant favoriser la dépolymérisation des hémicelluloses, il est possible de pratiquer une acétylation avec un cétène, qui est à l'état gazeux dans les conditions de traitement ^[258]. Si aucun sous-produit n'est formé de cette réaction, le cétène est toxique, explosif et la qualité de la modification est moins bonne, tout comme les propriétés résultantes ^[115].

● L'éthérification

Une réaction d'éthérification peut aussi mener à une amélioration de la stabilité et de la durabilité du bois. Dans ce cas, la réaction du bois se fait par exemple avec des époxydes, pour former des liaisons éther et de nouveaux groupements hydroxyles OH.

Après réaction avec de l'éther d'isopropyle et de glycidyle, la perte de masse d'érable est passée de 25% à 3% après attaque de pourriture brune durant 60 jours et de 19% à 2% avec une pourriture blanche ^[50]. Le coefficient anti-gonflement atteint même 60%, donnée corrélée au gain de masse constaté après éthérification.

Il est aussi possible de traiter un bois par les deux techniques combinées. Une synergie s'opère entre une estérification et une éthérification, ce qui donne des résultats tout aussi intéressants ^[275].

La modification chimique s'avère donc efficace pour de nombreux produits de préservation. Cependant, certains bois peuvent présenter des réticences à l'imprégnation (cf. Annexe 3). Cette méthode n'est donc pas la seule solution à envisager.

4.1.1.3. ... par traitements thermiques

● Principe et intérêts

Le traitement thermique, notamment développé à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, est étudié depuis les années 80. Ce processus de modification du bois, qui consiste à le chauffer entre 160 et 260°C ^[187] pour en améliorer certaines propriétés, n'utilise aucun produit chimique ; il présente donc un caractère « non polluant », si les rejets gazeux et liquides sont maîtrisés ^[198].

A ces températures, le bois subit des modifications chimiques : les polysaccharides sont dépolymérisés, entraînant une augmentation du taux de lignine, moins sensible à la température ^[18]. Le matériau résultant est ainsi plus hydrophobe, et donc plus stable dimensionnellement, plus durable, tandis que la couleur brunit (cf. Fig. 14).

(Photo : Thibaud Surini)



Figure 14 – Pin maritime traité thermiquement

En revanche, les propriétés mécaniques sont généralement altérées, surtout lorsque le traitement est sévère. Ainsi, les utilisations du bois traité thermiquement sont généralement autres que structurales. Son hydrophobicité en font cependant un matériau adapté aux usages

extérieurs, car résistant au vieillissement naturel ^[206] : bardage, portes et fenêtres, terrasses de piscine, ... Les usages intérieurs sont également possibles (sols de cuisine et salle de bain, plafonds, ...) ^[152; 184], car l'émission de composés organiques volatiles (COV) est limitée ^[176]. Même après usage, le bois traité peut être brûlé, car la combustion n'est pas toxique et le pouvoir calorifique est plus grand que celui d'un bois non-traité ^[198].

● Paramétrage

Si l'intérêt du traitement est d'augmenter la stabilité et la durabilité du matériau, le résultat va dépendre de nombreux paramètres :

✓ L'atmosphère : Afin d'éviter une carbonisation du matériau, l'oxygène est l'élément à proscrire durant un traitement à haute température. Une oxydation donnerait une dégradation trop importante, réduisant davantage les propriétés mécaniques résiduelles ^[154; 295]. Pour chauffer sans détruire le matériau, il faut remplacer l'air par de l'azote (gaz inerte), de l'huile, ou bien encore de la vapeur d'eau. Cependant, cette-dernière engendre des réactions d'hydrolyse, qui favorise la reprise en eau du bois ainsi traité, et altère donc le caractère hydrophobe pourtant recherché ^[198]. De même, une forte humidité lors du traitement rendra le matériau plus sensible à la température ^[37; 221].

✓ La température finale : Plus la température est élevée, meilleures seront la stabilité et la durabilité ^[237]. Cependant, les conséquences sur les propriétés mécaniques seront néfastes.

✓ La durée : Si la durée peut aller de plusieurs heures à quelques jours, il s'agit d'un paramètre moins influent que la température sur les propriétés finales du matériau ^[188]. En revanche, elle semble affecter particulièrement les propriétés de flexion ^[93].

✓ Les paliers : Il faut distinguer des traitements à une phase et des traitements à plusieurs phases ^[33]. En effet, le respect de certains paliers est généralement nécessaire, avant d'atteindre la température maximale. Par exemple, dans le procédé breveté PLATO®, une première phase dite d'hydro-thermolyse permet d'éviter au maximum le risque de collapse du bois ^[31]. Un palier à 100°C permet aussi d'enlever l'eau liée restante, qui pourrait aggraver la dégradation à des températures plus élevées ^[292].

✓ La vitesse d'atteinte des températures : Cette variable peut aussi avoir des conséquences sur le matériau, puisqu'une vitesse de montée en température trop rapide peut empêcher une

bonne homogénéité du traitement ^[221]. De même, concernant le refroidissement, il peut être choisi brutal ou bien lent.

✓ La pression : La pression durant le traitement peut atteindre 8 bars (Procédé PLATO®) ^[32], mais le traitement sous-vide est aussi envisageable, afin d'extraire l'air et son oxygène.

✓ Le bois : Enfin, il est évident que le bois va conditionner le paramétrage du traitement, selon l'essence, le volume des débits à traiter, ou bien encore leurs teneurs en eau initiales. Le volume va ainsi avoir un effet sur le gradient de température à l'intérieur du bois, et donc sur l'homogénéité du traitement.

● Propriétés du matériau

✓ Sur le plan chimique : Le chauffage induit directement une modification des constituants de la paroi cellulaire. Ce sont avant tout les hémicelluloses qui sont dépolymérisées, car ces molécules sont rendues plus sensibles par leur configuration non linéaire, leur degré de polymérisation moindre par rapport à la cellulose et leur caractère amorphe ^[37; 291]. Ainsi, il apparaît une diminution d'hémicelluloses dès 120°C ^[30]. De plus, leur dégradation engendre la formation d'acide acétique qui catalysent cette destruction ^[18; 37; 153]. Ceci est à l'origine d'une diminution du pH, confirmée par Windeisen *et al.* (2007) ^[291]. Des produits de la décomposition sont aussi responsables de l'apparition de substances extractibles ^[110].

Par ailleurs, la cellulose est dégradée ultérieurement (vers 280°C selon Böhnke (1993) ^[30]), à commencer par la zone amorphe. Une partie de cette cellulose amorphe parvient même à cristalliser sous l'effet de la température ^[153]. Tout ceci induit une augmentation de la cristallinité, constatée par Andersson *et al.* (2005) ^[14]. Cette dégradation de la cellulose est corrélée à la perte de masse du bois observée ^[189]. Une étude de Brito *et al.* (2008) ^[42], montre qu'à des températures élevées, la cellulose se décompose même deux fois plus vite que la lignine. Malgré cela, les procédés de traitements thermiques vont à des températures inférieures à la dégradation du glucose, ce qui fait que le taux de cellulose a tendance à augmenter suite à un traitement thermique.

La lignine est donc la molécule la moins sensible aux traitements thermiques. Si la cellulose se rétracte, la lignine, elle, se dilate et subit une déformation plastique ^[146]. La structure des lignines est modifiée entre 230 et 240°C ; les liaisons sont recombinaées (diminution des liaisons β -O-4 au profit de liaisons carbone-carbone) ^[238; 279; 288], mais les

lignines ne disparaissent pas. C'est pourquoi, au cours du traitement, leur taux augmente, de par la disparition des hémicelluloses.

✓ Sur le plan hygroscopique : Les changements de composition chimique influent naturellement sur la capacité d'absorption d'eau par le bois. C'est ce qui est à l'origine de la meilleure stabilité dimensionnelle, conférée par le traitement thermique. Ainsi, il y a plusieurs effets de la torréfaction du bois ^[104] : comme moins de groupes hydroxyles OH sont présents, de par la dépolymérisation des sucres initialement très hydrophiles, moins de molécules d'eau peuvent se fixer au bois. Par ailleurs, la cinétique de reprise en eau est ralentie, le point de saturation des fibres est plus faible, tout comme l'humidité d'équilibre ^[292].

Hakkou *et al.* (2005) ^[109; 110] trouvent aussi un changement soudain de mouillabilité du bois, entre 130 et 160°C. Ainsi, ce phénomène ne semble pas être lié à la dégradation des sucres, puisque la perte de masse devient effective à partir de 200°C. L'auteur conclut au rôle de la plastification de la lignine et au réarrangement des composés ligno-cellulosiques.

Ce caractère hydrophobe pose cependant un problème concernant l'application de colles et de vernis ^[250]. En effet, les performances offertes par les colles qui adhèrent à l'eau sont moins bonnes après traitement. La diminution du pH est aussi responsable d'une moins bonne adhésion. Mais, l'emploi d'adhésifs autres ne semble pas poser de baisse de résistance suite à un traitement.

✓ Sur le plan colorimétrique : Le traitement thermique donne des bois brunis, sombres, qui peut conférer un aspect esthétique recherché. Ainsi, plus la température augmente, plus la luminance va décroître ^[10; 84]. En effet, le changement est dû aux produits de dégradation des hémicelluloses, aux extractibles et à la formation de quinones ; il y a donc une forte corrélation entre la composition chimique du bois et le changement de couleur ^[84]. Tout dépend cependant de l'essence qui est traitée. Sous azote, une décoloration significative de l'épicéa commun intervient lorsque la température dépasse les 160°C ^[133]. De même, la composante rouge après traitement sur l'épicéa augmente tandis qu'elle diminue pour le hêtre et l'eucalyptus, à cause des différences chimiques entre feuillus et résineux ^[10].

✓ Sur le plan mécanique ^(*) : L'inconvénient majeur du traitement thermique réside dans les propriétés mécaniques du matériau sortant. Ainsi, les modules de rupture obtenus en flexion peuvent diminuer de manière drastique ^[38; 155; 165]. La résistance en compression chute aussi de 39% après un traitement d'épicéa à 200°C pendant 6 heures ^[295], et de 27% sur du pin noir ^[104].

* La quantification des pertes mécaniques est donnée pour une essence et un paramétrage spécifique aux études mentionnées, et ne peuvent ainsi faire l'objet de vérités générales.

De même, la résistance en traction de l'eucalyptus diminue de 26% ^[242]. Boonstra *et al.* (2007) ^[34] notent une baisse de cette résistance en traction de 39% sur du pin sylvestre et constate que la résistance à l'impact est sérieusement affectée. Les propriétés de fissuration sont également fortement réduites ^[292].

Les différentes études mentionnées concluent que ces pertes mécaniques apparaissent lorsque la perte de masse devient mesurable, c'est-à-dire lorsque les hémicelluloses sont dégradées. Poncsak *et al.* (2006) ^[221] constate cette chute à partir de 200°C, la température étant le facteur le plus influent. Par ailleurs, Joščák *et al.* (2007) ^[133], ne constate aucune baisse des propriétés en-dessous de 180°C. De même, la cellulose cristalline est plus cassante et moins flexible que la cellulose amorphe ^[34]. Comme son taux augmente, cela peut parfois expliquer la fragilité du bois thermo-traité, même si l'auteur met plutôt en cause le réarrangement des liaisons covalentes entre les constituants.

Cependant, le module élastique apparaît moins sensible au traitement thermique que le module de rupture ^[221; 253]. Pour une même perte de masse, Mburu *et al.* (2008) ^[179] note une baisse de 10% du MOE, pour une baisse de 50% sur le module de rupture. Des études ont même montré une augmentation notable du module élastique après traitement ^[34; 242; 253]. La dureté est également améliorée par le traitement ^[34; 253].

Si toutes les propriétés ne sont pas plus faibles après traitement, des alternatives permettent d'empêcher une trop forte dépréciation des produits torréfiés. Ainsi, l'utilisation de bore pendant le traitement permet de diminuer l'impact négatif sur les propriétés mécaniques ^[17; 18]. Mais, sa présence augmente l'absorption d'eau et altère donc la qualité première du bois torréfié, bois réputé hydrophobe ^[141].

Préservation

L'autre qualité recherchée par le traitement thermique est la durabilité conférée. En effet, la torréfaction cause bel et bien une amélioration de la résistance fongique ^[276]. Cependant, pour une efficacité prouvée, il faut que le traitement soit sévère : Frühwald (2007) ^[93] rappelle qu'il faut rester pendant plus de 3 heures à 200°C. De même, la durabilité est d'autant meilleure que la perte de masse due au traitement est élevée ^[178].

La bonne durabilité est liée à la dégradation des hémicelluloses et au changement de la composition chimique, plus qu'au caractère hydrophobe du bois ^[111]. Les lignines sont rendues plus efficaces car davantage présentes, tandis que leur modification chimique empêche les enzymes fongiques de casser les molécules ^[279].

Cependant, plusieurs bémols sont à apporter. En effet, un bois thermo-traité ne peut être utilisé au contact direct du sol (classe d'emploi 4) ^[136]. Par ailleurs, le bois traité thermiquement n'est pas résistant face aux termites. Ainsi, des échantillons non traités de pin sylvestre se sont révélés plus durables que des éprouvettes torréfiées (10,3% et 33,6% de pertes de masse respectives, après 4 semaines aux termites). En effet, ce traitement altère et enlève des composants chimiques qui jouent un rôle dans la durabilité naturelle face aux termites ^[252].

Tous ces paramètres sont à prendre en compte et rendent difficile l'obtention et la reproductibilité d'un produit ayant de bonnes propriétés. C'est pourquoi de nombreuses recherches concernent l'optimisation ^[78; 231], tandis que certaines ont abouti à des brevets industriels.

● Procédés brevetés

De ces brevets industriels ont découlé des procédés usuels. Ces procédés mentionnés ci-après sont largement détaillés dans la littérature ^[15; 187; 229; 231; 236; 292] et ne feront ici que l'objet d'une très brève énumération non exhaustive (cf. Tab. VI) :

Tableau VI – Paramétrage des principaux procédés de traitement thermique ^(*)

<i>Procédé</i>	<i>Durée d'un cycle</i>	<i>Phases</i>	<i>Atmosphère</i>	<i>Température atteinte (°C)</i>	<i>Durée (heures)</i>
Perdure®	7 à 16 heures	Préchauffage	Air chauffé	100 à 120	4 à 7
		Séchage (1er palier)	Air chauffé	100 à 120	2 à 3
		Palier final	Vapeur d'eau	200 à 240	1 à 5
		Refroidissement	Aspersion d'eau		0,25 à 0,75
OHT (Oil Heat Treatment)	6 à 8 heures	Chauffage	Huile végétale	220	1
		Palier final			3 à 4
		Refroidissement		20	2
Rétification®	8 à 13 heures	Séchage	Azote	80	
		2ème palier		160	
		Palier final		240 à 250	
		Refroidissement			
PLATO® (Providing Lasting Advanced Timber Option)	6 à 9 jours	Hydro-thermolyse	Vapeur d'eau	160 à 190	4 à 5
		Séchage		50 à 60	72 à 120
		Durcissement	Vapeur d'eau	170 à 180	14 à 16
		Conditionnement			48 à 72
ThermoWood®	3 jours	Chauffage rapide	Vapeur d'eau	100	Variable
		Chauffage lent	Vapeur d'eau	130	Variable
		Palier final	Vapeur d'eau	185 à 215	2 à 3
		Refroidissement	Aspersion d'eau	80 à 90	5 à 15

* Les durées sont données à titre indicatif, car elles varient entre autres selon le volume de bois et son humidité initiale. Pour le procédé OHT, la durée du cycle est donnée pour une section de 50 x 100 mm² mais la durée atteint 18 heures pour des bois de section 100 x 100 mm².

4.1.2. Traitements des composites

Si les composites permettent d'augmenter la durabilité des fibres de bois, il peut s'avérer nécessaire de les protéger au même titre que le bois qu'ils contiennent.

Concernant les panneaux de bois, l'incorporation du bore est possible dans la résine urée-formaldéhyde servant à confectionner les contreplaqués ^[61]. Cette présence ne diminue pas les propriétés de flexion et de cisaillement, mais diminue l'émission de formaldéhydes. Dans un souci environnemental, le traitement des placages de bois au bore est aussi réalisable et les lier ensuite par des adhésifs écologiques, à base d'amidon et de tannins, pour faire des contreplaqués ^[195]. La perte de masse suite à une exposition de *C. puteana* passe de 27,3% à 9,3% pour les panneaux témoins et panneaux traités respectivement. Les tannins contenus dans l'adhésif sont aussi responsables de la durabilité conférée à ces panneaux.

Les panneaux OSB peuvent aussi être traités chimiquement, et cela améliore la durabilité du panneau, même si les propriétés mécaniques en pâtissent ^[19].

Pour les composites Bois/Plastique, le borate de zinc est préconisé, même s'il est très sensible au lessivage ^[150]. L'efficacité du zinc est avérée et plus grande que celle d'un traitement à base d'argent, face à des souches ascomycètes, et contre la décoloration ^[69].

Comme le bois est la source de dégradation, l'autre possibilité est de recycler du bois déjà traité, pour confectionner les composites. Des particules de bois traité au CCA ont donc été incorporées dans un Bois/plastique. Leur présence a montré une meilleure adhésion avec le plastique, un gonflement moindre ainsi qu'une meilleure durabilité et un meilleur comportement face aux rayons UV ^[137]. Les données mécaniques MOE et MOR sont également améliorées.

4.2. Traitements curatifs

4.2.1. Traitements

Malgré tous les efforts faits pour éviter l'apparition d'agents de dégradation, il est toujours possible qu'ils se développent. Des traitements curatifs sont donc nécessaires pour enrayer les problèmes existants.

Les moisissures constituent une des plus grandes sources de développement fongique dans les intérieurs de bâtiments. Pour palier à cela, le blanchiment est le traitement adéquat, pour diminuer la surface de bois recouverte de moisissures. Si la concentration n'a pas d'effets conséquents, un tel traitement diminue cette surface de 40 à 50% sur du douglas moisi ^[270].

Cependant, les spores ne sont pas entièrement détruites ; il est donc nécessaire d'appliquer dans la foulée un traitement fongicide supplémentaire, afin d'éviter un développement ultérieur.

Ce blanchiment est aussi la meilleure arme contre les champignons de bleuissement. Le traitement à l'hypochlorite de sodium s'avère être le plus efficace ^[86], même s'il y a une légère dénaturation de la couleur originelle du bois.

Hormis les traitements chimiques, d'autres souches fongiques comme des actinomycètes peuvent détruire le bleuissement qui a envahi le bois. C'est ce qui est développé par Bézert *et al.* (1996) ^[25]. Aussi, la teneur en eau du bois, en partie responsable de la présence de champignons, peut être diminuée ^[246]. Sans parler de traitements thermiques, l'utilisation des radiofréquences permet de chauffer le bois à 60-70°C durant des temps de l'ordre d'une minute, suffisants pour éliminer les spores ^[277].

Enfin, pour se débarrasser des insectes ayant colonisé les bois, il existe plusieurs alternatives : des insecticides injectés localement, un traitement par CO₂ ou azote liquide, ou bien encore par micro-ondes ou hautes tensions électriques, comme il est mentionné par Karsulovic *et al.* (2007) ^[139].

Telle une maladie, une biodégradation sera d'autant plus facile à enrayer qu'elle est détectée rapidement. Pour répondre à l'adage « Mieux vaut prévenir que guérir », il est donc nécessaire de développer des outils de détection rapides et performants.

4.2.2. Détection précoce

4.2.2.1. Méthodes chimiques

Il existe des techniques de laboratoire qui permettent de mesurer l'évolution des composants du bois ayant subi une dégradation : c'est le cas de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR ^[89; 212; 287]. En effet, l'activité fongique fait évoluer leurs taux, selon ce qu'ils attaquent préférentiellement. L'apparition de micropores due au champignon est aussi une donnée fiable : c'est ce que mesure la méthode d'absorption de vapeur d'eau, détaillée par Chirkova *et al.* (2006) ^[53]. L'activité enzymatique est également mesurable ^[166]. Il semble cependant difficile d'appliquer cela *in situ*, sans détruire une partie du matériau.

4.2.2.2. Méthodes hygroscopiques

Des techniques d'Imagerie par Résonance Magnétique (IRM) permettent de constater la présence d'eau libre dans le bois ^[200]. En effet, un bois utilisé en intérieur a normalement un taux d'humidité inférieur à 15% et n'est ainsi pas censé contenir de l'eau libre. Si tel est le cas

lors de l'observation, alors le bois est au-delà de son point de saturation des fibres, soit vers 30% de teneur en eau, ce qui pourrait favoriser une biodégradation. Mais, l'attaque peut intervenir sans eau libre, dès 20% d'humidité du bois, d'où la limite de cette technique.

La relaxométrie, qui consiste à mesurer les interactions eau-bois, s'avère donc tout aussi intéressante pour caractériser un matériau dégradé. En effet, le taux d'humidité du bois évolue durant une dégradation, et sa mesure pourrait révéler la présence d'une pourriture. Cette technique est aussi non-destructive et permet de repérer une telle attaque avant qu'une perte de masse ne soit observable ^[201]. Ces recherches prometteuses nécessitent davantage d'investigations, développées dans le chapitre suivant...

L'eau est de nouveau l'élément à cibler sur des bois de structure en application. Reliées à des données météorologiques, il est possible de savoir si les conditions de température et d'humidité sont réunies pour permettre le développement d'un champignon. Ainsi, le collage d'électrodes sur les bâtiments peut permettre d'observer cette évolution et signaler ainsi toute anomalie ou risque ^[40].

4.2.2.3. Méthodes physiques

L'imagerie peut de nouveau être appliquée pour constater la diminution de la densité, autre conséquence de la dégradation ^[172] : les rayons X permettent ainsi une mesure de microdensitométrie. De même, la présence de termites peut être détectée par imagerie, que ce soit par ondes millimétriques ^[94], infrarouge ou encore rayons X ^[139].

Enfin, comme les propriétés mécaniques sont fortement affectées avant même l'observation d'une perte de masse, il est possible de se servir de ce critère comme outil de détection précoce.

Une technique appelée « High-Energy Multiple Impact » (HEMI) permet de mesurer la résistance au broyage par impact, donnée fortement corrélée à la perte de masse causée par un champignon ^[39; 41]. L'intégrité du matériau mesurée décline alors, avant qu'une perte de masse ne soit constatée et constitue une méthode intéressante de détection précoce.

L'analyse vibratoire peut aussi s'avérer intéressante par son côté non-destructif. Si le principe est plus longuement développé ci-après, le module élastique mesuré en flexion est aussi plus sensible que la perte de masse, tandis que la mesure peut être prise sur site. Elle permet de rendre compte de l'élasticité du matériau, grâce à la bonne corrélation existant entre modules

dynamiques et modules statiques ^[174]. C'est une technique à développer, et qui s'avère même adapté aux bois traités ^[175].

Des tests de compression révèlent aussi une augmentation de l'émission acoustique suite à une dégradation, même lorsqu'une pourriture molle, peu virulente, engendre une perte de masse de l'ordre de 1% ^[228]. Cette mesure acoustique peut permettre une détection rapide, y compris *in situ* ^[285].

L'intérêt de cette détection précoce est donc d'éviter la dégradation des propriétés du bois, qui, elle aussi, est très précoce dès l'apparition d'un pathogène. C'est pourquoi la recherche est en plein développement pour améliorer ces outils, et surtout les adapter aux bois en application. C'est donc l'objet du chapitre qui suit...

2^{ème} Chapitre : Des outils pour la détection précoce

« L'expérience est le nom que chacun donne à ses erreurs. »
O. Wilde

I. Introduction

De nombreuses études mentionnées ci-dessus ont abordé la question de la durabilité des bois. Si certaines se fondent sur la perte de masse, nous avons vu que des critères mécaniques comme les tests de compression s'avèrent plus pertinents. Sachant que les normes de durabilité utilisent cette perte de masse, est-il vrai de dire qu'un bois durable ne subit aucune baisse de propriétés mécaniques ?

Par ailleurs, il faut analyser ces propriétés mécaniques de manière dynamique, pour voir comment le matériau se comporte à des stades différents de biodégradation. Ainsi, dans les premiers stades, ces mesures mécaniques sont-elles un moyen de détection précoce plus efficace et est-ce applicable à tous les bois ? L'évolution des propriétés au cours du temps sera étudiée, pour comprendre en quelle mesure elles diminuent.

Ce chapitre concerne tout d'abord les mesures mécaniques appliquées à des bois non traités qui subissent une biodégradation, que ce soit par des essais de compression, ou bien des essais de fissuration. De même, ces données seront reliées à des observations anatomiques, pour comprendre le processus de dégradation, expliquant l'endommagement constaté. Enfin, pour éviter cet endommagement mécanique, un outil de détection précoce à proprement parler sera abordé, fondé sur le comportement hygroscopique du bois biodégradé.

II. Les dégâts encourus

2.1. Au sein d'une poutre

En raison d'une hétérogénéité existant sur le diamètre d'un tronc d'arbre, les pièces de bois massif ne sont pas forcément constituées d'un bois possédant les mêmes propriétés. C'est ce qu'on appelle la variabilité intra-arbre. Des différences majeures existent entre aubier/duramen, bois juvénile/bois mature, ou bien encore par la présence ou non de bois de réaction (cf. Fig.15).

(Photo : Marie Genet)

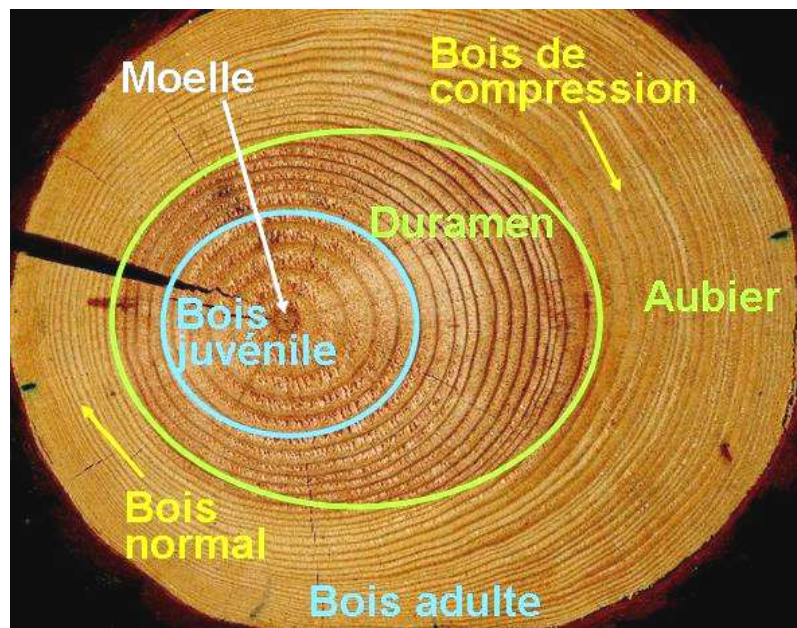


Figure 15 – Les différents types de bois sur une souche de Pin maritime

Ces différences de propriétés entraînent une inégalité de durabilités. Si l'aubier est généralement purgé des pièces structurales, et le bois de réaction banni de ces utilisations, le rapport de Surini (2006) ^[266] étudie et quantifie les résistances de ces types de bois suite à une biodégradation.

Il en ressort que, pour une perte de masse de 1%, la résistance en compression tangentielle du pin maritime diminue en moyenne de 29% avec *Poria placenta* (cf. Fig. 16) et de 17% avec *Coriolus versicolor*, tous types de bois confondus.

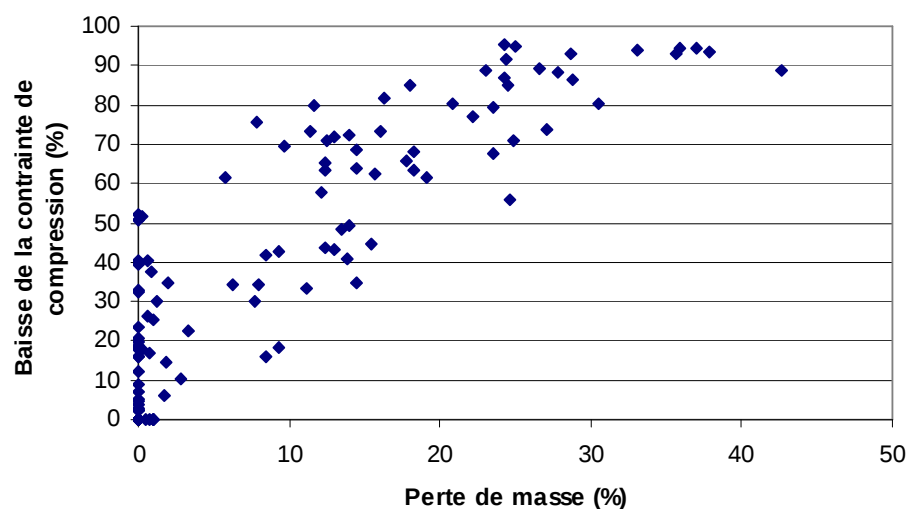


Figure 16 – Evolution de la baisse de résistance mécanique en fonction de la perte de masse, suite à une attaque de *P. placenta*

Malgré des propriétés initialement plus faibles, le bois de compression s'avère le plus durable, grâce à sa forte proportion de bois d'été et donc de lignine. A l'inverse, le bois juvénile accuse une baisse de contrainte de 59% en moyenne, pour une perte de masse de 1%.

Au travers de cette étude, les essais de compression ont montré leur sensibilité à la pourriture. Si la variabilité intra-arbre a bien été révélée, il devrait en être de même pour la variabilité inter-espèce.

2.2. Entre différentes essences de bois

Cette première expérimentation a pour but de comparer les effets d'une dégradation fongique sur des bois plus ou moins durables, afin de prendre en compte la variabilité existant entre les essences. Par ailleurs, les mécanismes de dégradation doivent être compris dès leur origine, pour être mieux anticipés. Est-il ainsi possible d'assimiler une biodégradation à un endommagement mécanique, même pour des essences *a priori* durables ? En ce sens, le test de compression s'avère-t-il pertinent pour détecter précocement une pourriture, quelle que soit l'essence attaquée ? Les bois seront soumis à deux pourritures, et des prélèvements réguliers permettront de suivre l'évolution des propriétés anatomiques et mécaniques au cours du temps.

2.2.1. Protocole de la dégradation fongique

2.2.1.1. Choix des essences et échantillonnage

Trois essences, le pin maritime *Pinus pinaster* (Ait.), le hêtre *Fagus sylvatica* (L.) et le chêne pédonculé *Quercus robur* (L.) sont choisies pour l'étude. Concernant la durabilité, le duramen du pin maritime appartient à la classe 3 à 4 de durabilité naturelle, tandis que le hêtre est réputé non durable (classe 5) et le chêne durable (classe 2) (cf. Annexe 2). Avec 1 résineux, 2 feuillus et différentes classes de durabilité, l'échantillonnage permet d'étudier les effets de la variabilité inter-espèce.

Le pin maritime est le résineux le plus produit en France, sur le massif des Landes. Ce pin pousse ainsi sur 1 million d'hectares, ce qui en fait le plus grand massif européen monospécifique. Le chêne et le hêtre sont aussi les 2 feuillus les plus rencontrés dans nos forêts françaises, et sont à l'origine de nombreux produits bois.

Les éprouvettes sont ainsi prélevées dans le bois parfait, afin d'avoir plusieurs durabilités (l'aubier appartient à la classe 5, quelle que soit l'essence), mais aussi parce que c'est le type de bois qui est utilisé *in situ*. Cette étude est donc plus représentative de la réalité, bien que les essais soient effectués dans des conditions de laboratoire. De la même façon,

aucune extraction n'est pratiquée, afin que les durabilités obtenues soient représentatives du matériau.

La découpe des échantillons se fait dans des plateaux provenant de scierie, puis séchés au laboratoire. Le pin maritime est issu de la scierie et fabricant de palettes Beynel Manustock, tandis que le hêtre vient des Pyrénées et le chêne de la scierie Delord en Dordogne. Les dimensions finales sont de $40 \times 8 \times 8 \text{ mm}^3$ (LxRxT) (cf. Fig. 17).



Figure 17 – Echantillons de hêtre et de pin de dimensions $40 \times 8 \times 8 \text{ mm}^3$

Si ces éprouvettes ne sont pas normalisées, c'est pour qu'elles soient adaptées à de multiples mesures et essais, envisagés par la suite. De même, cela permet de limiter le volume de bois requis : les échantillons de chaque essence sont prélevés dans un même plateau, ce qui limite l'hétérogénéité des propriétés initiales, et permet une comparaison plus juste des résultats. Enfin, ce petit volume permet de réduire la quantité nécessaire de bocaux de culture fongique.

Concernant le nombre d'éprouvettes, des prélèvements hebdomadaires durant 16 semaines de test sont prévus. Par ailleurs, il y a 4 répliquas par essence, tandis que 2 pourritures sont comparées. Ainsi, 384 éprouvettes sont testées, sans compter les témoins non-biodégradés (soit 12 échantillons supplémentaires).

2.2.1.2. Préparation du milieu de culture

Puisqu'il y a un résineux et deux feuillus, leur comportement respectif est étudié face à 2 pourritures. La pourriture blanche est *Coriolus versicolor* (L.) (notée CV par la suite), tandis que la pourriture brune est *Poria placenta* (Fr.) (notée PP). Ces deux souches sont particulièrement virulentes et couramment employées dans les essais de biodégradation du bois. Par ailleurs, *C. versicolor* est une pourriture non-sélective, qui dégrade tous les composants du bois ^[191], alors que *P. placenta* ne peut dégrader la lignine, comme la majorité des pourritures

brunes. Ce choix est justifié par le fait que cette dernière apparaît plus représentative des pourritures brunes que *Coniophora puteana* (Schumach.) qui dégrade aussi la lignine.

Le mode de préparation des bocaux de culture est conforme à la norme NF EN 113 (1996) ^[6]. La dissolution du malt-agar (BD Difco 224100 - Bioblock 2009) se fait dans de l'eau distillée (concentration de 45 g.l⁻¹), répartie ensuite dans chaque bocal à hauteur de 50 ml. Les bocaux sont fermés par du coton cardé, qui permet une aération sans laisser passer les agents de contamination. Ce milieu est ensuite stérilisé dans un autoclave, à 121°C pendant 20 minutes. Les bocaux sont ensuite couchés, sous une hotte à flux laminaire, laissant le milieu refroidir et se solidifier. Il suffit alors de déposer un morceau de mycélium sur le milieu, avant de déposer les bocaux dans une enceinte climatique réglée à 22°C et 70% d'humidité. 2 semaines suffisent alors pour que le mycélium recouvre entièrement le milieu, après quoi le test de dégradation du bois peut débuter.

2.2.1.3. Dégradation des éprouvettes

Avant la mise en culture, les éprouvettes sont séchées à 103°C +/-2°C afin de déterminer leur masse anhydre initiale (si certains extractibles du bois sont détruits ou modifiés par cette température ^[196], la comparaison des résultats reste possible, car toutes les éprouvettes subissent ce régime). Puis, elles sont mises dans une enceinte de conditionnement à 20°C et 65% d'humidité de l'air, jusqu'à stabilisation. Ces conditions permettent d'atteindre une teneur en eau théorique de 12%. Cette humidité est déterminée précisément au début du test (cf. Eq. 1), car les éprouvettes sont pesées au moment de la mise en contact avec les pourritures, puis stérilisées sous rayonnement UV.

$$H\% = \frac{(M - M_s)}{M_s} \times 100 \quad (1)$$

Avec M, la masse de l'échantillon en g ; M_s, sa masse anhydre en g.

Une fois stériles, les éprouvettes sont disposées conformément à la figure 18.

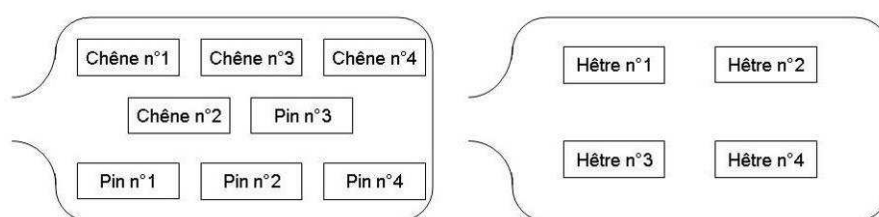


Figure 18 – Disposition des éprouvettes pour 1 semaine de test et 1 pourriture

Ayant besoin de 2 bocaux par semaine de test, cela nécessite la préparation de 64 bocaux de culture. Avec des éprouvettes normalisées, de dimensions 50x25x15 mm³ selon la norme NF EN 113, seules 4 éprouvettes auraient pu être mises par bocal ; il aurait donc fallu 96 bocaux, ce qui n'était pas possible en termes de temps et de moyens disponibles.

Par ailleurs, il aurait été idéal de ne pas mélanger les essences dans un même bocal, afin d'éviter la diffusion de certains extractibles qui peuvent inhiber l'activité fongique. Cette mesure est principalement à respecter en présence de produits de préservation, et, pour la même raison que précédemment, seuls 64 bocaux de culture sont préparés. Les effets de diffusion sont ici jugés négligeables. L'essence la moins durable est tout de même placée dans un bocal à part, pour ne pas la mettre en présence d'essences plus durables.

Chaque semaine, 24 éprouvettes sont prélevées (12 par pourriture), pesées, puis stérilisées afin de stopper l'activité fongique. Elles sont ensuite mises à l'étuve à 103°C, pour déterminer la masse anhydre après dégradation et calculer ainsi la perte de masse (PM) (cf. Eq. 2) :

$$PM = \frac{(M_{Si} - M_{Sf})}{M_{Si}} \times 100 \quad (2)$$

Avec M_{Si} , la masse anhydre initiale en g ; M_{Sf} , la masse anhydre finale en g.

L'étuvage est préféré avant essai mécanique, car les extraits n'ont pas d'influence sur les propriétés mécaniques mesurées en compression axiale ^[101]. De plus, ces essais étant destructifs, ils rendraient difficile la mesure de la masse anhydre après test. Enfin, cet étuvage est aussi la garantie de stopper le développement du champignon, car cette température est trop chaude et les spores qui pourraient survivre aux UV ne pourraient se développer sur un bois sec.

Après étuvage, les éprouvettes sont de nouveau mises dans l'enceinte de conditionnement, avant tout test de caractérisation de la dégradation.

2.2.2. Observations anatomiques

Quelques semaines de dégradation auront suffi au champignon pour recouvrir le volume entier des éprouvettes. Cette constatation macroscopique s'accompagne sans doute de conséquences au niveau cellulaire. Des photographies prises au microscope électronique vont permettre de comprendre la dégradation qui a eu lieu.

2.2.2.1. Préparation des échantillons

L'analyse microscopique par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) est réalisée au CREMEM (Centre de Ressources en Microscopie Electronique et Microanalyse) de l'Université Bordeaux 1. Toutes les illustrations prises ci-après au microscope sont réalisées par le Dr. Sellier.

Une éprouvette de chaque essence, dégradée par chacune des pourritures, est observée après des temps de 3, 6, 9, 12 et 15 semaines de test, tandis que des échantillons non dégradés constituent les témoins. Au préalable, les éprouvettes sont rompues (et non pas sciées)^(*), afin d'obtenir un cube approximatif de 8 mm de côté, ayant une surface de rupture observable.

Ces échantillons sont ensuite métallisés au palladium (cf. Fig. 19), puis disposés par 8 sur une plaque métallique. Le tout est placé dans un microscope de la marque Zeiss, modèle Evo 50.



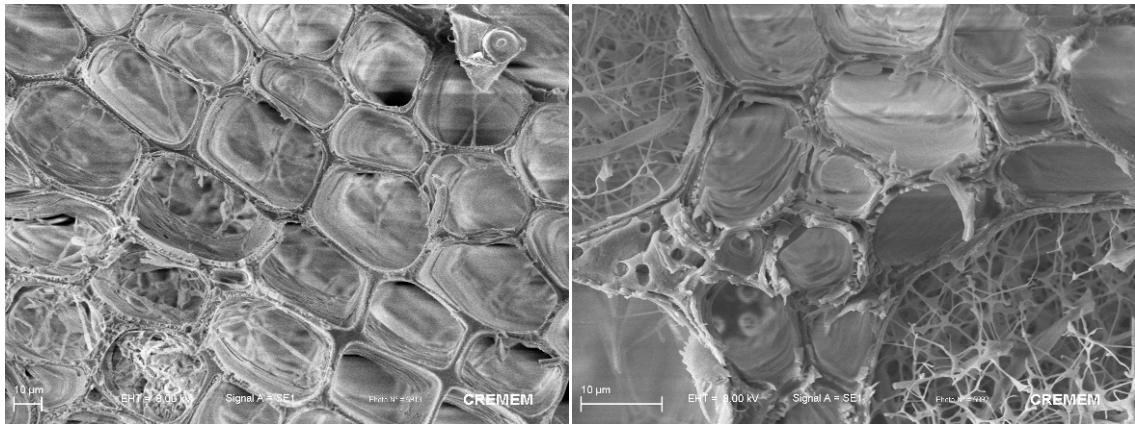
Figure 19 – Echantillons observés par MEB

2.2.2.2. Phénomènes observés

Pour chaque échantillon, plusieurs zones sont observées afin de s'assurer de la représentativité des résultats. Divers phénomènes sont ainsi constatés, suite à la dégradation fongique, en comparaison avec les éprouvettes témoins.

✓ Présence de mycélium : Des filaments sont facilement observables dans les pores du bois, que ce soit dans les trachéides des résineux ou bien dans les vaisseaux ou fibres des feuillus (cf. Fig. 20). Cette présence traduit la colonisation fongique, et prouve que le champignon ne s'est pas arrêté en surface, et a bien pénétré le matériau dans son volume.

^{*)} Le sciage engendre en effet un lissage des parois cellulaires, qui rend impossible l'observation des cellules du bois.



a) Pin maritime

b) Hêtre

Figure 20 – Présence de mycélium dans les éléments anatomiques du bois

✓ Affinement des parois : Si les champignons se nourrissent des constituants du bois, il est logique qu'il y ait des conséquences sur la paroi cellulaire. Ainsi, on peut observer un amincissement de celle-ci.

✓ Décollement des parois : Il est possible de constater un décollement entre les différentes couches de la paroi cellulaire (cf. Fig. 21), traduisant une attaque localisée et spécifique.

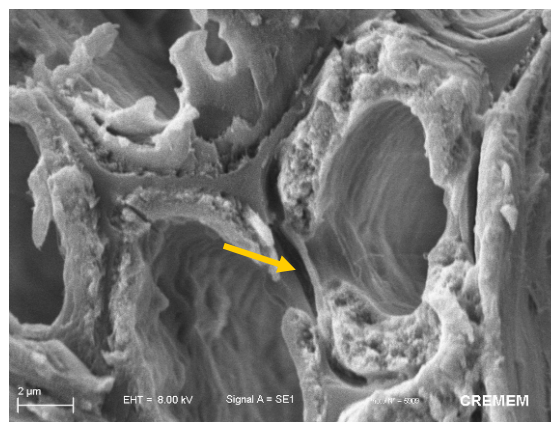
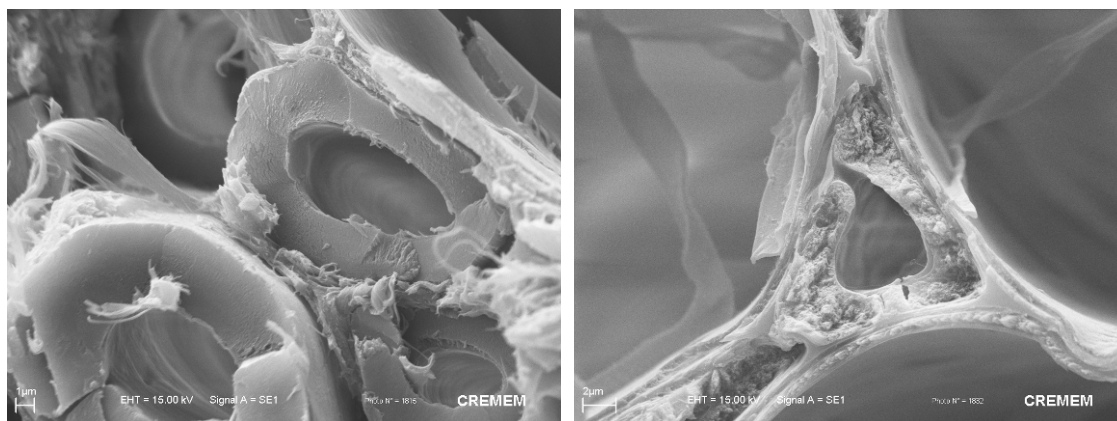


Figure 21 – Décollement de paroi

✓ Fragilisation des parois : Enfin, l'aspect des parois peut révéler la présence d'un champignon. En effet, un aspect friable est souvent observé, qui donne le sentiment d'une dégradation partielle, mais suffisante pour fragiliser toute la structure. De même, de nombreuses perforations (à ne pas prendre au sens anatomique du terme) peuvent traduire l'augmentation de la porosité du bois dégradé. Si les parois ont naturellement des ponctuations permettant les échanges entre les cellules, nous émettons l'hypothèse que certains perçages sont causés par la pourriture et facilitent ainsi la progression des hyphes (cf. Fig. 22).



a) Paroi non dégradée

b) Paroi d'aspect friable sur une fibre de hêtre



c) Progression des hyphes dans les percages des parois

Figure 22 – Dégradation des parois

Les phénomènes cités ci-dessus ne sont pas observables dans tous les cas étudiés. Ainsi, le tableau VII indique s'ils ont été constatés, et, dans l'affirmative, à partir de quand :

Tableau VII – Date d'apparition des phénomènes observés ^(*)

<i>Essence</i>	<i>Pourriture</i>	<i>Mycélium</i>	<i>Parois affinées</i>	<i>Parois décollées</i>	<i>Parois friables</i>	<i>Parois perforées</i>
<i>Chêne</i>	<i>PP</i>	6 sem.	-	-	-	-
	<i>CV</i>	6 sem.	12 sem.	12 sem.	6 sem.	12 sem.
<i>Hêtre</i>	<i>PP</i>	3 sem.	9 sem.	9 sem.	3 sem.	9 sem.
	<i>CV</i>	3 sem.	6 sem.	6 sem.	3 sem.	3 sem.
<i>Pin maritime</i>	<i>PP</i>	3 sem.	9 sem.	-	6 sem.	-
	<i>CV</i>	9 sem.	12 sem.	12 sem.	12 sem.	-

2.2.2.3. Discussion

Ces résultats confirment premièrement certaines affirmations connues : ainsi, le hêtre apparaît plus sensible que les deux autres essences, et cela, quelle que soit la nourriture. Le

^(*) « - » désigne un phénomène non observé.

chêne montre une meilleure durabilité, surtout face à la pourriture brune. Cette dernière est connue pour attaquer préférentiellement les résineux. De même, sur le pin, on sait que *P. placenta* est plus virulent que la pourriture blanche.

Concernant le mycélium, une augmentation de sa densité est constatée en fonction de la durée d'attaque, ce qui fut particulièrement visible sur les échantillons de hêtre (cf. Annexe 4). Cela montre que la progression est continue dans le volume de l'échantillon. Pour des essences peu durables, la colonisation est possible, puisque les parois cellulaires ne constituent pas une barrière physico-chimique suffisante pour arrêter ce développement. Les hyphes passent par les ponctuations naturelles du bois pour passer de cellule à cellule. Cependant, l'aspect perforé attribué à l'attaque fongique est essentiellement visible avec la pourriture blanche. En effet, comme celle-ci attaque la lignine, elle peut perforer la lamelle moyenne et favoriser sa progression. Mais, si le résineux ne semble pas touché, c'est tout d'abord parce que la pourriture blanche est moins virulente, et aussi car la composition en lignine n'est pas la même. Le motif syringyle, qui n'est pas présent chez le pin, est donc plus facilement dégradé que le motif guaïacyle.

Cette pourriture blanche est aussi à l'origine du décollement des parois. Ce décollement apparaît entre la lamelle moyenne et la paroi à proprement parler. La lamelle moyenne, grâce à la lignine, est le liant entre les cellules, mais, étant dégradée par *C. versicolor*, cette liaison est altérée. Il est possible que la paroi soit elle aussi touchée, car cette souche attaque également les sucres, accentuant ainsi le phénomène de décollement. Cela explique aussi pourquoi la pourriture brune peut engendrer un tel décollement, mais sur le hêtre uniquement.

Mais l'aspect friable et aminci observé découle de la dépolymérisation des biopolymères par les deux souches. Si la consommation des molécules fait naturellement « fondre » la paroi, la dépolymérisation initiale engendre des éléments rompus, petits, qui ne sont plus liés ensemble et confère une fragilité observable.

Ces conséquences sur les parois cellulaires ont forcément un impact sur la résistance du matériau, qu'il est nécessaire de quantifier.

2.2.3. Conséquences mécaniques

Des tests d'écrasement sont envisagés pour quantifier les pertes de résistances occasionnées.

2.2.3.1. Protocole

Ces essais sont réalisés dans la direction longitudinale, c'est-à-dire parallèlement aux fibres du bois. Tous les échantillons ne sont pas testés, puisque 2 répliquas sont sélectionnés pour subir cet essai. De même, seuls les échantillons dégradés pendant des semaines paires sont étudiés, ce qui représente 96 essais à pratiquer. Quatre éprouvettes non dégradées (témoins) de chaque essence sont également testées.

La machine utilisée est un banc de compression « Adamel » avec un capteur de force 500 daN. La vitesse d'avance de la traverse est fixée à 0,5 mm.min⁻¹. D'autre part, la disposition d'une feuille de téflon aux extrémités de l'éprouvette permet de limiter les effets de cisaillement.

On mesure premièrement la contrainte maximale $\sigma_{\max}$ (ou module de rupture), donnée en MPa par la relation 3 :

$$\sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{S} \quad (3)$$

Avec $F_{\max}$, la force maximale en N ; S, la section de l'éprouvette en mm².

Afin de déterminer le module d'élasticité, des capteurs « HBM » sont disposés de part et d'autre de l'échantillon, tandis que le plateau d'écrasement choisi est un plateau rotulé (cf. Fig. 23).

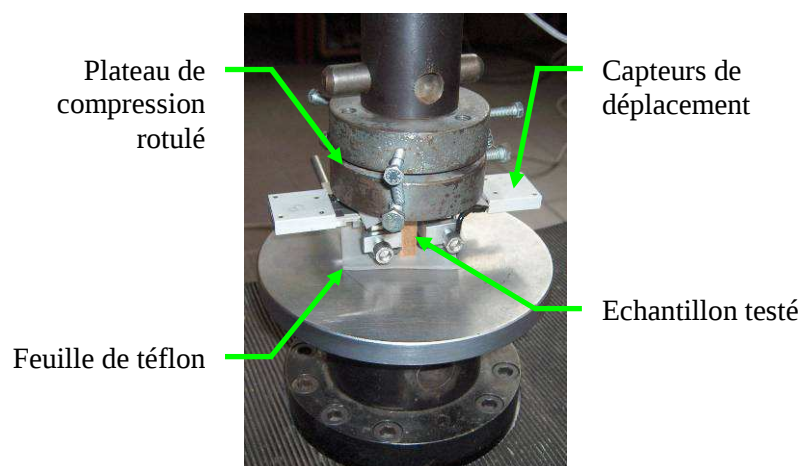


Figure 23 – Configuration du test de compression longitudinale

En connaissant la distance initiale entre les capteurs et leurs courbes d'étalonnage, il est possible de convertir l'acquisition initiale (Volts) en déplacement millimétrique. Ce

déplacement rapporté à la distance initiale donne la déformation ε , sans unité. Grâce à la loi de Hooke (cf. Eq. 4), il est possible de déterminer le module de Young E (ou module élastique), en MPa.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (4)$$

Ce module correspond ainsi au coefficient directeur de la courbe contrainte/déformation dans le domaine élastique.

2.2.3.2. Endommagement dynamique

L'évolution des modules de rupture en fonction du temps de dégradation traduit bien des différences de durabilité (cf. Fig. 24).

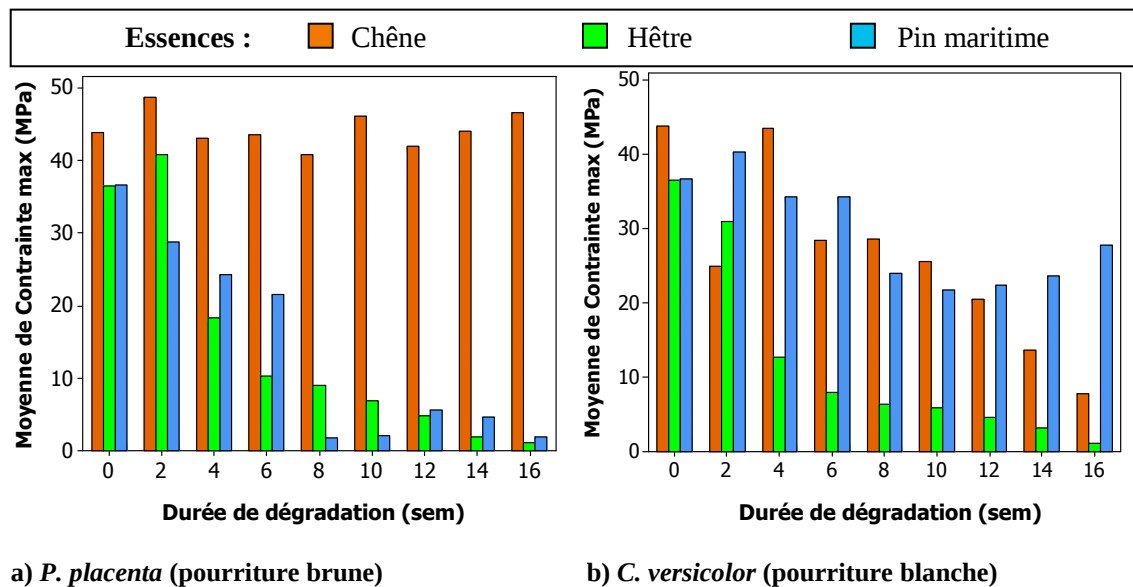


Figure 24 – Evolution de $\sigma_{\max}$ en fonction du temps de dégradation

Le hêtre subit une diminution globale de la résistance, quelle que soit la pourriture. De même, le pin soumis à la pourriture brune est bien plus fragilisé qu'avec la pourriture blanche, tandis que la tendance inverse est constatée avec le chêne. Les bois les moins durables sont donc les plus sensibles aux effets mécaniques. Le tableau VIII quantifie ces baisses de contrainte au cours du temps.

Tableau VIII – Diminution moyenne des propriétés selon les conditions de dégradation

a) Chêne

Durée de dégradation (semaines)	<i>P. placenta</i>				<i>C. versicolor</i>			
	Baisse de résistance (%)		Perte de masse (%)		Baisse de résistance (%)		Perte de masse (%)	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
2	-11,1	0,2	0,6	0,8	43,1	13,4	2,1	0,5
4	1,8	3,6	0,3	0,4	0,9	0,2	4,5	1,9
6	6,5	5,8	0	0,0	35,1	29,2	5	1,1
8	6,7	12,9	1,7	1,5	35	15,4	4,6	0,4
10	-5,4	7,6	1,2	0,0	41,6	2,2	9	3,0
12	4,2	18,8	1,9	0,4	53,5	0,0	10,6	2,2
14	-0,5	14,8	2,2	0,1	69	15,2	13,8	0,3
16	-6,2	2,8	2	0,5	82,4	12,1	44,7	21,3

b) Hêtre

Durée de dégradation (semaines)	<i>P. placenta</i>				<i>C. versicolor</i>			
	Baisse de résistance (%)		Perte de masse (%)		Baisse de résistance (%)		Perte de masse (%)	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
2	-12,0	2,9	3,2	0,5	15,4	12,4	6,1	1,4
4	49,8	6,0	19,3	0,5	65,3	3,9	15,5	9,4
6	71,6	14,9	25,2	8,3	78,2	7,6	39,1	4,3
8	75,5	4,0	36,9	0,1	82,4	2,6	51,3	2,3
10	81,1	4,7	45,3	3,1	84,1	13,0	38,2	5,5
12	86,8	4,4	49,6	5,1	87,6	5,8	55,5	8,3
14	94,8	-	57,9	-	91,1	4,6	67,5	6,2
16	96,8	-	54,7	-	97,0	0,2	70,8	7,5

c) Pin maritime

Durée de dégradation (semaines)	<i>P. placenta</i>				<i>C. versicolor</i>			
	Baisse de résistance (%)		Perte de masse (%)		Baisse de résistance (%)		Perte de masse (%)	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
2	21,6	50,4	1,9	0,7	-10,2	10,3	0,8	0,1
4	33,7	11,6	8,7	8,8	6,4	50,9	1,3	0,9
6	41,2	11,6	10,7	12,7	6,5	0,0	4,1	1,7
8	95,2	0,0	28,9	5,0	34,5	24,0	3,0	0,6
10	94,2	1,7	41,0	0,9	40,8	6,6	2,7	0,9
12	84,8	0,8	32,0	1,3	39,0	29,1	6,2	1,3
14	88,9	2,1	29,2	9,7	35,3	41,3	12,1	3,0
16	94,5	3,9	29,4	16,9	24,4	7,7	10,2	2,9

Quelques essais montrent des déviations importantes, à cause de problèmes d'échantillonnage qui seront discutés dans la partie suivante.

Pour les éprouvettes subissant une perte de masse prononcée, il existe une corrélation entre cette perte de masse et l'évolution de la résistance. Ainsi, pour le hêtre, le coefficient de corrélation de Pearson entre ces deux variables est de -0,87. S'il est négatif, c'est pour signifier que plus la perte de masse augmente, plus la contrainte diminue, et la proximité avec la valeur absolue « 1 » confirme cette idée. Pour des éprouvettes plus durables, cette corrélation n'est plus vraie. Si le coefficient atteint -0,82 avec du pin mis au contact de la pourriture brune, il

chute à -0,39 avec l'autre souche fongique. Ainsi, après exclusion des échantillons de pin dégradés par CV et ceux de chêne dégradés par PP (soit les éprouvettes durables), la régression devient intéressante (cf. Fig. 25).

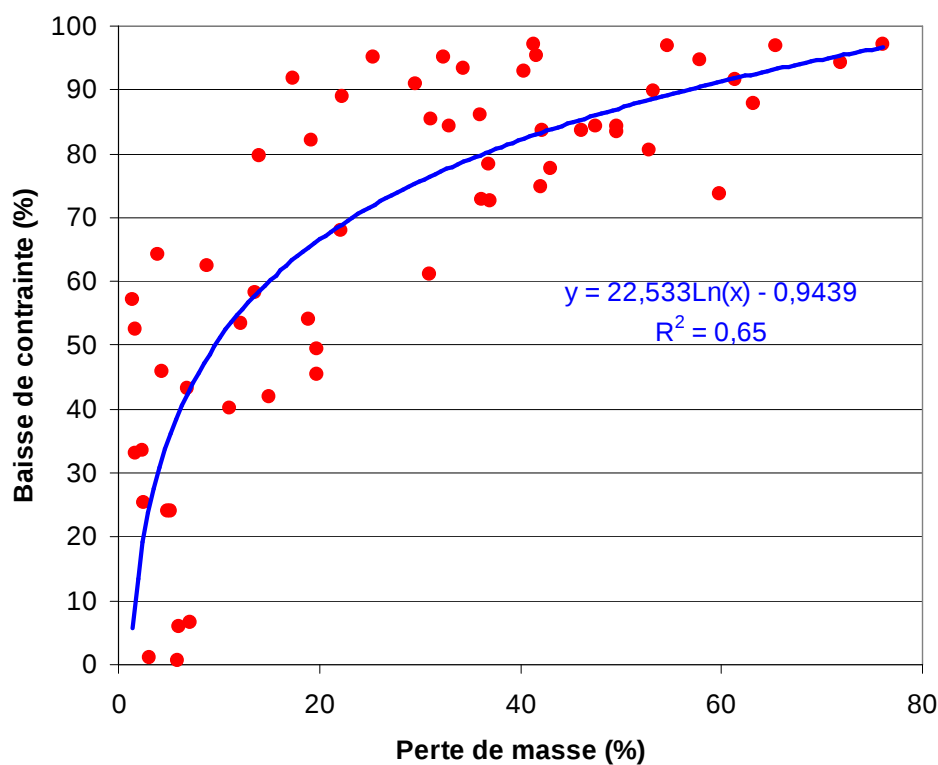


Figure 25 – Relation entre la perte de masse et la baisse de résistance pour les bois peu durables

La diminution de la contrainte est plus rapide que celle de la perte de masse, dans les premiers stades de dégradation. En six semaines, la contrainte a ainsi diminué de près de 80% pour le hêtre, et la chute atteint 90% pour le pin dégradé 8 semaines (cf. Tab. VIII). La contrainte en compression est donc sensible à la biodégradation, mais ceci est surtout valable pour des essences peu durables.

Concernant les modules élastiques, les conséquences visibles sont voisines de celles observées avec la résistance (cf. Fig. 26). Ceci est lié à la forte corrélation entre le module et la contrainte qui atteint 0,830 après exclusion des éprouvettes les plus durables (voir ci-dessus), et *a fortiori* entre ce module et la perte de masse (coefficient de corrélation = -0,901).

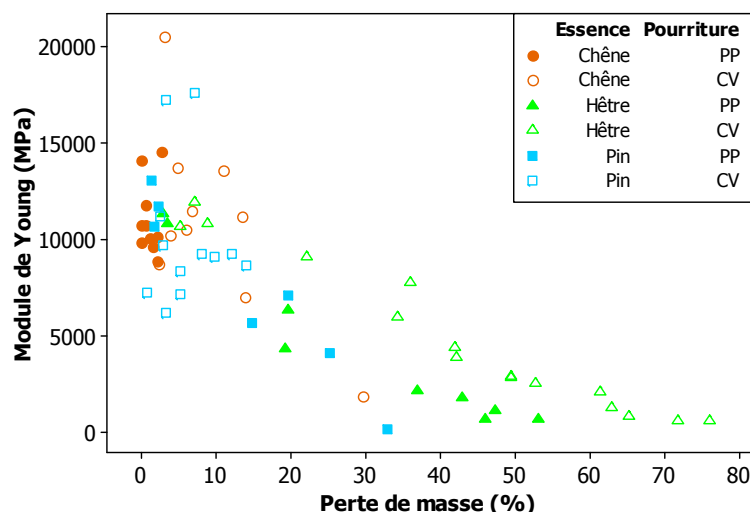


Figure 26 – Evolution par essence du module élastique par rapport la perte de masse

Les bois les plus durables conservent un module stable tandis que la chute est nettement visible pour le hêtre ou encore le pin dégradé par la pourriture brune. Cette chute est cependant moindre que pour la contrainte car, pour le hêtre dégradé par CV, cette baisse est de 8,9%, 19,5%, 53% et 78% après 2, 4, 6 et 8 semaines respectivement. En comparaison, les baisses de contrainte (cf. Tab. VIIIb) sont supérieures pour les mêmes durées d'attaque.

2.2.3.3. Discussion

L'évolution des données mécaniques caractérise bien la durabilité des matériaux. Ce sont bien les essences les moins durables qui accusent une chute mécanique critique, alors que le chêne résiste bien face à la pourriture brune. De même, la résistance mécanique est plus pertinente que le module élastique bien que leurs tendances évoluent de la même façon. Cette évolution est bien plus critique que celle de la perte de masse, et indique que ces tests seraient un bon élément de détection précoce.

Mais, si cette étude a permis de quantifier l'attaque, et de montrer l'évolution souvent catastrophique de la résistance d'un bois dégradé, elle n'était pas adaptée en l'état à une détection précoce. Dans nos conditions d'essais, les pertes de masse sont visibles, dès les premières semaines, ce qui rend inutile de faire un essai mécanique pour détecter une dégradation. Seules les éprouvettes de chêne dégradées par la pourriture brune ont des pertes de masse relativement faibles et stables (entre 1 et 2%, même après 16 semaines de dégradation). Cependant aucune dégradation mécanique n'est constatée sur ce lot, en raison de la stabilité de la résistance, équivalente au lot témoin. Il est toutefois impossible de généraliser puisque les données sur une seule essence et une seule pourriture sont insuffisantes pour conclure quant à la validité de la méthode pour de la détection précoce.

Une corrélation est toutefois possible avec les observations anatomiques : c'est l'aspect friable des parois qui semble être le critère le plus pertinent, car, c'est lors de ce changement d'allure que la contrainte diminue fortement. Seules les éprouvettes de pin attaquées par *PP* ont un aspect friable qui anticipe (de peu) la réelle chute de contrainte en compression. Ainsi, cette diminution peut être attribuée à la dépolymérisation des sucres, qui assurent normalement le soutien mécanique. Ces sucres ne sont pas nécessairement métabolisés par les moisissures mais leur cassure suffit à faire chuter la résistance du bois. S'ils sont cassés sans être consommés dans l'immédiat, cela explique pourquoi la contrainte est visible sans qu'une perte de masse ne soit constatée.

A l'inverse, le décollement des parois ne semble pas avoir d'effets sur la résistance mesurée. En effet, le test d'écrasement permet de tester le matériau dans son intégralité, et ne peut réellement appliquer un effort localisé. De même, le sens longitudinal du test ne permet pas de rendre critique ce décollement. Ce-dernier serait donc probablement perçu par un essai qui teste le matériau au niveau cellulaire et non pas macroscopique. Le test de compression ne permet pas de rendre compte de cet état.

2.2.3.4. *Limites de l'étude*

Cette étude aura aussi permis de répertorier les points à améliorer. Tout d'abord, l'échantillonnage avait des défauts : avoir 4 répétitions d'essai « uniquement » est à l'origine de variations parfois importantes. Avec un matériau aussi hétérogène que le bois, il est difficile de contrôler la variabilité avec aussi peu d'éprouvettes, malgré leur proximité dans les plateaux de bois initiaux. Leurs dimensions, adaptées aux essais anatomiques, de dégradation et de relaxométrie (cf. partie IV de ce chapitre), l'étaient moins du point de vue mécanique. Avec un élancement de 5 (au lieu de 3 dans des conditions normalisées), les éprouvettes avaient une tendance au flambement, lors de l'écrasement. Cela fausse premièrement les valeurs obtenues. De même, de si petites dimensions rendent difficile la prise de mesure de déformation par les capteurs, ce qui pourrait expliquer certaines valeurs étonnantes.

Par ailleurs, de si petites dimensions occasionnent une dégradation très avancée au bout de quelques semaines. Ceci a engendré des déformations, favorisant le flambement et empêchant la pose des capteurs. Les échantillons sont devenus tellement fragiles (au sens commun du terme), qu'il était difficile de les manipuler, et d'avoir une mesure efficace. Ceci explique l'absence de résultats nombreux concernant les modules élastiques.

Enfin, si les résultats sont aussi alarmants, il n'est pas possible de les transposer dans la réalité, en l'état. Il est nécessaire de pratiquer un changement d'échelle, ou de modéliser la biodégradation, pour connaître l'endommagement mécanique réel sur des éléments de dimensions bien supérieures.

Cette étude montre cependant que les dégâts encourus peuvent être immenses si une biodégradation n'est pas détectée rapidement. Elle ne remplit pas vraiment son objectif de détecter au plus vite une pourriture, mais elle prouve que la mécanique a des choses à apporter en la matière. Pour envisager une expérimentation de détection précoce, il faut déjà limiter la biodégradation. Pour cela, il est nécessaire d'étudier les essences plus durables, et aussi de faire des prélèvements plus rapprochés : c'est en effet dès les premiers jours qu'il faut s'attendre à des résultats. Par ailleurs, d'autres essais mécaniques sont à envisager, afin d'améliorer la sensibilité du test. Des critères permettent de solliciter le matériau à l'échelle cellulaire, localisée, et pourraient être plus adaptés à la détection précoce. C'est donc tout l'objet de la partie suivante.

III. Emploi de critères mécaniques pertinents

3.1. Mécanique de la fissuration

3.1.1. Un essai (fra)cassant

Un essai de fissuration permet d'observer et de mesurer l'évolution d'une fissure initiée. Il présente un caractère localisé car c'est ce fond de fissure qui doit avant tout résister à l'effort appliqué. C'est donc précisément la rupture à cet endroit précis qui intéresse l'expérimentateur, c'est-à-dire le comportement d'une épaisseur fine de cellules, et non pas l'intégralité du matériau. Ce test pourrait donc être plus adapté et pertinent pour détecter rapidement une biodégradation, ce qui constituera l'objectif de cette étude.

Il existe plusieurs modes de rupture possibles. Une éprouvette peut être rompue en ouvrant la fissure (mode I), en la faisant glisser (mode II) ou en la déchirant (mode III) (cf. Fig. 27). Seul le mode d'ouverture I sera étudié par la suite...

(Source : Broeke (1991) ^[43])

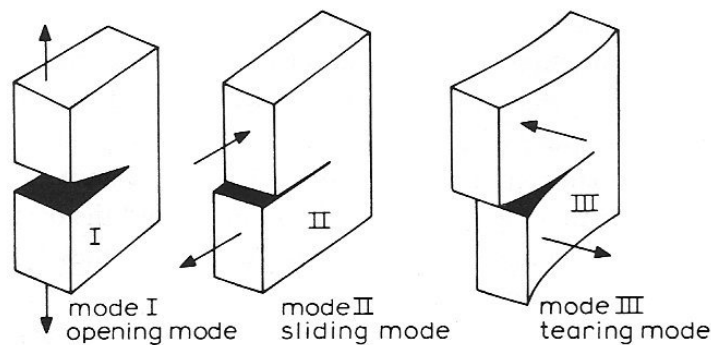


Figure 27 – Les différents modes de fissuration

A partir d'une courbe typique de fissuration, deux grands phénomènes se distinguent. Le premier correspond à l'ouverture de la fissure, caractérisée par une évolution linéaire de la courbe force/déplacement. La courbe atteint ensuite un pic, au voisinage duquel la fissure commence à se propager, ce qui cause une diminution plus ou moins rapide de la force tandis que le déplacement croît (cf. Fig. 28).

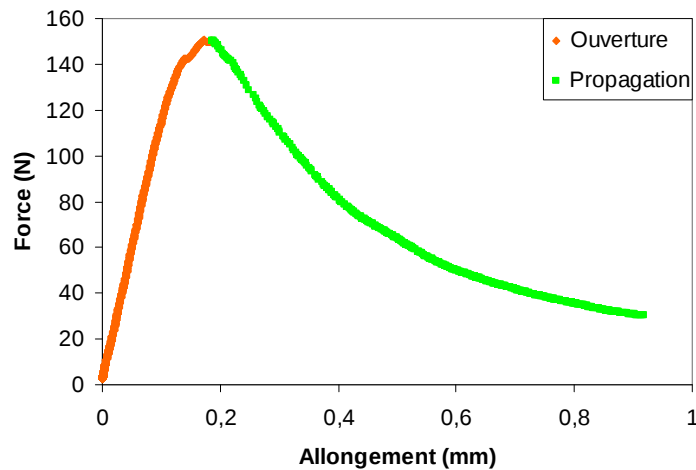


Figure 28 – Les deux phases de la fissuration

Pour caractériser la zone d'initiation de la fissure, le facteur d'intensité de contrainte, (aussi appelé ténacité) noté K_{IC} , et mesuré en $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ est couramment employé. En revanche, pour parler de la propagation de la fissure, c'est l'énergie de rupture, notée G_f et mesurée en $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$, qui est souvent employée. Cette énergie correspond à l'aire sous la courbe, rapportée à la surface de fissuration.

Ces outils ont déjà été appliqués au bois. Ainsi, les résistances du matériau non traité sont connues ^[168; 262], tandis que les modifications comme l'acétylation ont aussi fait l'objet d'investigations ^[230]. Par ailleurs, le chauffage induisant une fissuration des parois, ce test est particulièrement adapté pour mesurer les conséquences mécaniques d'un traitement thermique ^[261]. Ce-dernier a ainsi montré des conséquences néfastes sur le matériau, altérant les propriétés de l'épicéa de 50 à 80% ^[230], ce qui a été confirmé sur d'autres essences ^[292].

3.1.2. Méthode

3.1.2.1. Echantillonnage

Pour cette étude, l'échantillonnage est réalisé sur deux essences résineuses que l'on rencontre à la fois dans nos forêts locales et qui sont fréquemment utilisées en matériau de structure. Aucun feuillu n'est étudié afin qu'une seule souche fongique soit nécessaire. La dégradation se veut donc similaire, ce qui permettra de noter les réelles différences existant entre les essences.

C'est pourquoi le pin maritime est de nouveau étudié, car c'est l'essence que nous cherchons à valoriser dans toute la région Aquitaine. En parallèle, une essence comme le douglas *Pseudotsuga menziesii* (Mirb.) présente une durabilité intéressante. Cette réputation de bois imputrescible est à relativiser : s'il appartient à la classe d'emploi 3, le duramen est aussi durable que celui du pin maritime (moyennement à faiblement durable) concernant les classes de durabilité. Mais il fait partie des résineux les plus durables existants et il représente la première essence de reboisement en France. Ceci justifie son choix, aux dépens du résineux durable par excellence, le Thuya géant (*Thuja plicata* (Donn.)), plus communément appelé Western Red Cedar. En effet, cette essence n'est que faiblement produite sur notre territoire, ce qui contredit la volonté de privilégier les essences locales.

Pour ne pas reproduire les erreurs passées, la biodégradation fongique ne dure que 6 semaines, et les prélèvements se font 2 fois par semaine (ces douze prélèvements correspondant chacun à une durée de dégradation sont notés P1, P2, ..., P12 dans la figure 29). Les dates de prélèvement correspondent donc aux durées de dégradation suivantes : 4, 7, 11, 14, 18, 21, 25, 28, 32, 35, 39 et 42 jours. De même, 12 lots (répliquas) ayant subi les mêmes conditions sont cette fois envisagés, ce qui représente 144 échantillons (et 12 témoins) par essence.

Ces éprouvettes sont de type CT (Compact Tension), inspirées de la norme de fissuration des aciers ASTM-E399 (1990) ^[16]. Les dimensions sont cependant réduites pour obtenir des cubes de 24 mm de côté, adaptées à l'ouverture des bocal de culture. Ces cubes sont fissurés sur la moitié de leur longueur (12 mm) et ont deux perçages de 3 mm de diamètre.

Pour tenir compte de la variabilité, les éprouvettes d'un même lot, dégradées selon les 12 périodes définies, sont choisies voisines (cf Fig. 29). En raison de singularités sur les tronçons d'origine et d'une déviation des cernes suite à la première transformation, l'usinage de cubes de 100 mm de côté est préféré à celui de baguettes, comme montré ci-après. Enfin, pour éviter que les efforts mécaniques mesurés ne soient biaisés, seules les éprouvettes ayant des cernes parallèles aux arêtes du cube sont retenues.

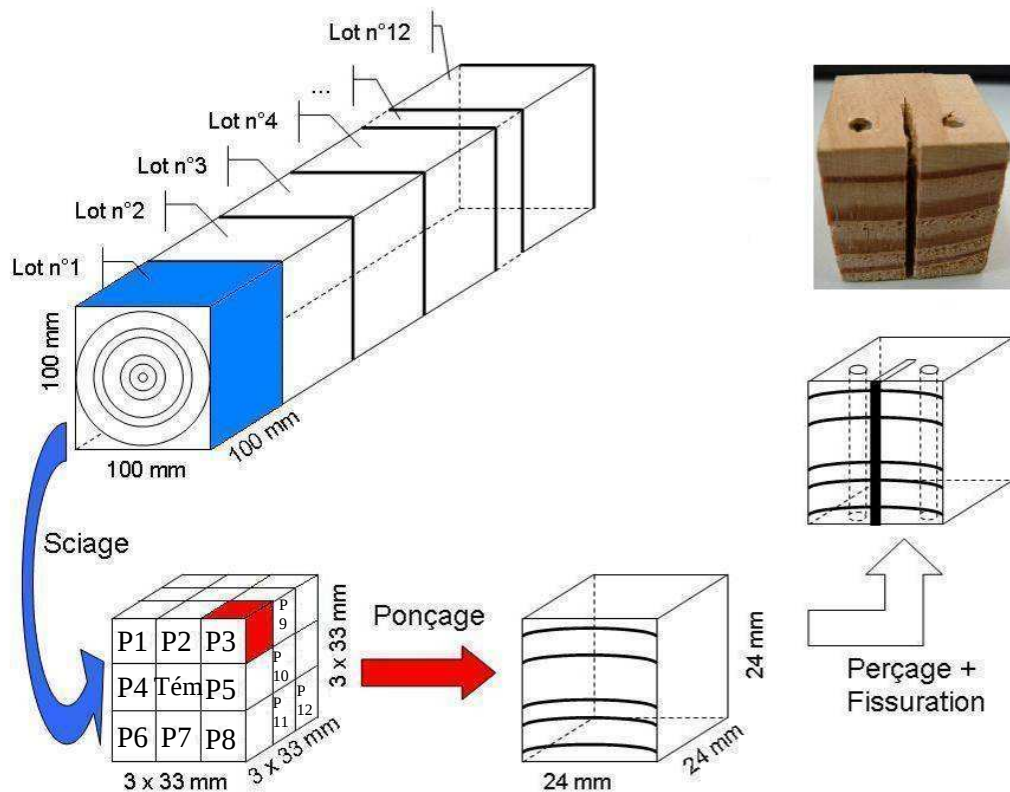


Figure 29 – Schéma d'usinage des éprouvettes

La dernière étape consiste à entailler le fond de la fissure à l'aide d'un cutter. En effet, si la fissure est initiée à l'aide d'une scie à ruban, l'épaisseur de la lame est trop importante (environ 1 mm d'épaisseur) pour s'assurer d'un bon essai mécanique. L'entaille au cutter permet d'avoir une zone très peu épaisse, d'où se propagera assurément la fissure lors de l'essai mécanique.

Avant dégradation, les éprouvettes sont scannées, sur la face non fissurée ayant les cernes apparents. Il est alors possible de déterminer par analyse d'image la proportion de bois d'été, que l'on appelle communément la texture du bois. Un programme Labview a été développé au laboratoire, pour déterminer le ratio « Largeur Bois d'été » / « Largeur totale de l'éprouvette ».

Les éprouvettes sont ensuite séchées à 60°C, pesées, puis conditionnées à 20°C et 65% d'humidité. Le séchage moins intensif à 60°C qu'à 103°C permet de conserver les extractibles qui peuvent jouer un rôle dans la durabilité, et d'éviter les contraintes de séchage et les déformations au niveau de la fissure. Après stabilisation, elles sont de nouveau pesées, mesurées puis stérilisées 2 heures sous rayonnement UV. Ces données permettent de déterminer la densité ρ , selon l'équation 5 :

$$\rho_{12\%} = \frac{M}{V \times 1000} \quad (5)$$

Avec M, la masse de l'échantillon en kg ; V, son volume en m³ ; 1000, la masse volumique de l'eau en kg.m⁻³.

Les cubes n'étant pas pleins, le volume est corrigé en retranchant 2 volumes de cylindre de rayon 1,5 mm (correspondant aux perçages) et le volume de la fissure (parallélépipède de 12 mm de long, 24 mm de large et d'épaisseur 1 mm).

3.1.2.2. Une dégradation contrôlée

Si le protocole de préparation des milieux de culture est similaire à celui du paragraphe 2.2.1.2., quelques différences sont à noter : tout d'abord, la seule pourriture brune *P. placenta* est étudiée, car elle est la plus virulente sur les résineux.

Malgré un milieu de culture recouvert de mycélium, cette configuration d'éprouvette permet d'envisager une dégradation localisée. En effet, le test mécanique qui s'en suivra testera la résistance du matériau en son fond de fissure déjà initiée. C'est pourquoi l'inoculation se fait essentiellement dans cette zone, à l'aide d'un scalpel recouvert de mycélium fongique, déposé ensuite dans ce fond de fissure (cf. Fig. 30).

Afin de limiter l'attaque sur le volume de l'éprouvette, celle-ci est recouverte sur ces côtés d'un film plastique de type Parafilm, pour empêcher une progression fongique trop importante. Ainsi, la dégradation devrait avoir lieu principalement en fond de fissure, tandis que la perte de masse devrait être amenuecée. Ceci répond à l'enseignement tiré de la précédente expérimentation : avec des pertes de masse limitées, le test mécanique montrera si oui ou non, il est réellement un bon moyen de détection précoce, répondant ainsi à l'objectif de l'étude.

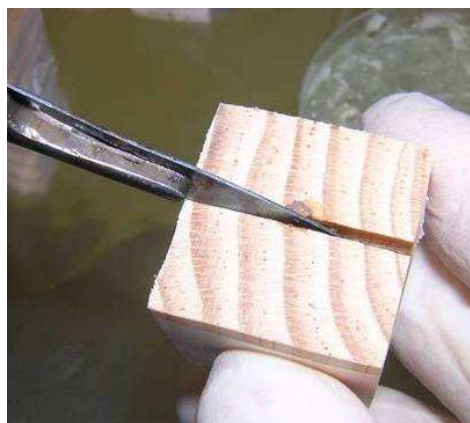


Figure 30 – Inoculation en fond de fissure

La conservation d'un milieu de culture inoculé apparaît cependant nécessaire : le milieu permet au bois de gagner de l'eau, requise pour l'initiation de l'attaque fongique. De même, si le champignon recouvrant le milieu n'est *a priori* pas nécessaire, il s'est avéré que son absence favorisait une contamination non désirée des échantillons. En effet, la stérilisation UV des éprouvettes de bois a ses limites, dans le sens qu'elle ne stérilise qu'en surface. Avec un volume important, des individus peuvent survivre et se développer, une fois dans l'enceinte climatique. En revanche, la présence d'une pourriture inhibe ce développement, probablement par un phénomène d'antagonisme.

Concernant leur disposition, 3 cubes de douglas et 3 cubes de pin sont alternativement posés dans chaque bocal. La présence de la pourriture impose de poser les échantillons du côté opposé à l'ouverture de la fissure (cf. Fig. 31). Ainsi, la pourriture dégrade la partie qui sera testée en fissuration uniquement, sans s'attaquer aux autres points faibles, notamment les perçages.



Figure 31 – Disposition des éprouvettes de fissuration

Il faut donc 4 bocaux par prélèvement, pour les deux essences. Une fois prélevées, les éprouvettes sont pesées, puis stérilisées après leur avoir ôté le Parafilm. Elles sont reconditionnées sans étuvage préalable, afin que leur teneur en eau se stabilise autour de 12%. C'est à cette teneur que les essais mécaniques pourront être réalisés.

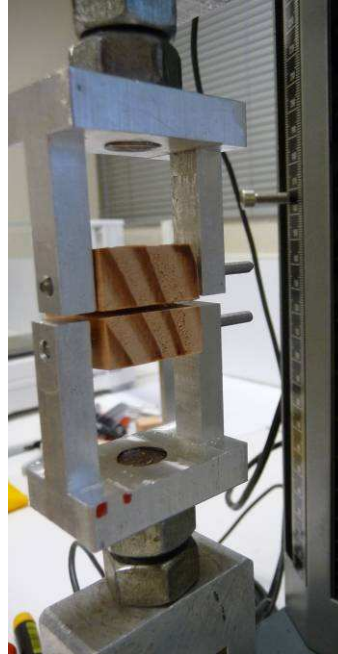
3.1.2.3. Essai de fissuration

L'essai de fissuration choisi est en mode I, ce qui correspond à une ouverture de fissure, suite à un effort de traction. De même, le test est selon une orientation TL, ce qui signifie que la direction de propagation de la fissure est dans le sens longitudinal (L), tandis que la normale à cette fissure est dans la direction tangentielle aux cernes d'accroissement (d'où la lettre T en première position). Cette orientation est plus représentative du matériau car la fissure se propage sur plusieurs cernes. Une telle importance justifie pourquoi les éprouvettes doivent avoir des cernes parallèles aux arêtes.

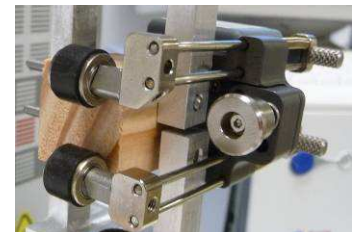
La machine de traction utilisée est prêtée par la société Zwick/Roell, tout comme le capteur de force de 50 daN (cf. Fig. 32a). Ce capteur est adapté aux forces maximales attendues. Les fixations de l'éprouvette sur la machine sont montrées par la figure 32b. L'ouverture de la fissure est mesurée grâce à un extensomètre, dont l'écartement initial est fixé à 20 mm, pour pouvoir se fixer de part et d'autre de la fissure (cf. Fig. 32c). C'est cette mesure que l'on appelle allongement, qui définit l'axe des abscisses de la courbe de la figure 28.



a) Machine de traction



b) Fixation de l'éprouvette



c) Extensomètre

Figure 32 – Matériel utilisé en fissuration

Avant essai, les éprouvettes sont pesées et mesurées. On détermine aussi la longueur initiale « a » de la fissure, définie par la distance entre le fond de fissure et le centre des perçages (cf. Fig. 33).

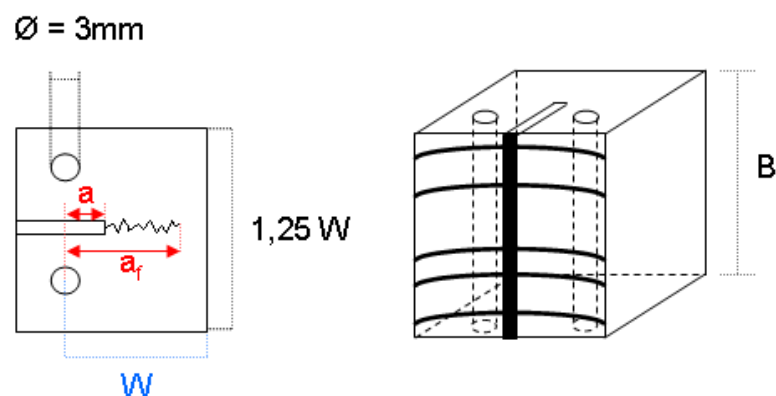


Figure 33 – Côtes utilisées dans les essais de fissuration

Après l'essai, la propagation de la fissure « a_f » est mesurée, sachant qu'en cas de rupture de l'éprouvette, on a $a_f = W$. Ensuite, les éprouvettes sont d'abord mises à 60°C, puis à 103°C pour déterminer avec exactitude la masse anhydre finale et la teneur en eau à 60°C. Cette dernière permet de calculer la masse anhydre initiale théorique, selon l'équation 6 :

$$M_{Si} = \frac{M_i}{\left(1 + \frac{H\%}{100}\right)} \quad (6)$$

Avec M_{Si} , la masse anhydre initiale théorique (à 103°C) ; M_i la masse initiale (ici mesurée à 60°C) ; $H\%$ la teneur en eau du bois (ici à 60°C).

Cette correction permet d'estimer les masses anhydres avant dégradation, pour déterminer la perte de masse réelle engendrée par une pourriture.

Le logiciel d'acquisition est TestXpert® II, version 3.0, développé par Zwick/Roell. Il pilote l'essai de traction à une vitesse de 0,5 mm.min⁻¹, tandis que 10 points sont enregistrés par seconde. La machine arrête l'essai lorsque la force maximale a diminué de 80%, ce qui n'a pas toujours mené à rupture. Le temps global de l'essai est d'environ 3 minutes.

Ainsi, pour chaque essai, le logiciel calcule entre autres les résultats suivants : la longueur W , la densité, le facteur d'intensité de contrainte $K_q^{(*)}$, ainsi que l'énergie de rupture. Il effectue également une analyse statistique de ces résultats, pour chaque période de dégradation. L'interface de ce logiciel est présentée en Annexe 5.

Le K_q est en effet donné par l'équation 7 :

$$K_q = \frac{F_{\max}}{B\sqrt{W}} \times f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (7)$$

$$\text{Avec } f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\left(2 + \frac{a}{W}\right)\left(0,886 + 4,64\frac{a}{W} - 13,32\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14,72\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5,6\left(\frac{a}{W}\right)^4\right)}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}}$$

De même, l'énergie de rupture est donnée par la relation 8 :

^{*} On parle plus ici de K_{IC} , mais de K_q car ce-dernier est calculé à partir de la force maximale obtenue, alors que K_{IC} est fondé sur une force décalée de 5% sur la courbe.

$$G_f = \frac{1}{B(a_f - a)} \int_0^{\delta_{\max}} F(\delta) d\delta \quad (8)$$

Avec $B(a_f - a)$, la surface fissurée en m^2 ; δ , l'allongement en m ; F , la force en N.

Cette énergie correspond à l'aire sous la courbe, mesurée en Nm, rapportée à la surface fissurée en m^2 .

3.1.3. Résultats

3.1.3.1. Efficacité de l'échantillonnage

Pour s'assurer que la dégradation est seule responsable des conséquences mécaniques, il faut tout d'abord vérifier que l'échantillonnage est judicieux. L'influence de la variable fixe « Durée de dégradation » à 13 niveaux est donc étudiée sur la densité initiale et la proportion de bois d'été, afin de voir si les éprouvettes sont réparties de manière homogène avant de commencer les essais (cf. Tab. IX). C'est le test de Dunnett qui permet ainsi de comparer les moyennes de chaque prélèvement par rapport aux éprouvettes témoins, tandis que le test de Tukey compare les moyennes entre chaque prélèvement, et le test de Bartlett compare les variances. En effet, ces variances doivent être équivalentes pour que les tests de Dunnett et de Tukey soient applicables. De même la distribution doit suivre une loi normale, ce qui est vérifié avant chaque test statistique. Enfin, tous les tests sont effectués pour un risque $\alpha = 5\%$.

Tableau IX – Homogénéité des éprouvettes par prélèvement

Prélèvement	Douglas				Pin maritime			
	Densité initiale		% Bois d'été		Densité initiale		% Bois d'été	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
Témoïn	0,602	0,034	41,6	5,7	0,581	0,031	29,0	6,7
P1	0,556	0,027	33,9	5,3	0,607	0,024	37,1	6,3
P2	0,576	0,018	38,7	4,5	0,622	0,047	37,7	5,1
P3	0,576	0,034	39,5	7,0	0,623	0,039	39,2	7,1
P4	0,587	0,037	42,1	5,2	0,629	0,064	34,4	9,5
P5	0,587	0,032	41,5	7,5	0,607	0,058	29,2	7,4
P6	0,553	0,028	37,7	9,5	0,63	0,083	37,0	9,7
P7	0,574	0,045	42,0	9,8	0,61	0,051	32,5	7,0
P8	0,59	0,031	44,0	5,6	0,628	0,055	33,5	6,6
P9	0,597	0,049	43,4	8,6	0,641	0,072	32,8	10,7
P10	0,585	0,037	44,8	10,0	0,611	0,055	35,5	9,1
P11	0,556	0,017	37,9	3,6	0,619	0,056	33,6	5,6
P12	0,562	0,031	35,4	5,2	0,584	0,037	34,8	9,7

Pour le douglas, les densités moyennes des prélèvements P1, P6 et P11 (correspondant aux périodes de dégradation 4, 21 et 39 jours) sont significativement différentes de celle des témoins, et ne doivent donc pas rentrer dans l'analyse. La probabilité « p » est en effet égale à 0,015, soit inférieure à α , ce qui mène à cette conclusion. Les proportions de bois d'été sont en revanche toutes équivalentes à celles mesurées sur les échantillons témoins. Les variances, elles, sont toutes équivalentes, que ce soit pour la densité ou le pourcentage de bois d'été.

Pour le pin, les tests de Dunnett et de Tukey prouvent une équivalence des moyennes entre tous les prélèvements. L'analyse de variance indique que $p = 0,622$ pour la densité et $p = 0,186$ pour les proportions de bois d'été ; on ne peut pas conclure à une différence significative entre les moyennes. Les dispersions sont également équivalentes ($p = 0,150$ et $p = 0,614$ respectivement), ce qui prouve l'efficacité de l'échantillonnage.

3.1.3.2. Conséquences de la dégradation

Certaines éprouvettes ne sont pas analysées en raison de mauvais essais qui ont pu survenir.

Cependant, une décroissance de la résistance mécanique est visible, quel que soit le critère mesuré. Si les mêmes observations sont remarquées sur l'une ou l'autre des propriétés, c'est que leur corrélation est élevée (coefficient de Pearson = 0,842). Ceci est confirmé par la régression linéaire de la figure 34.

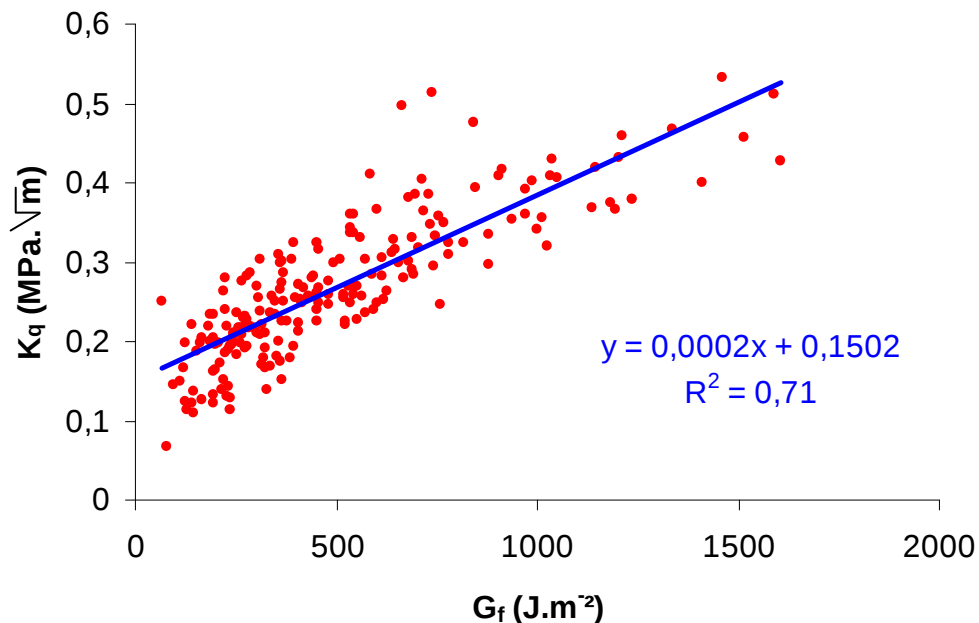


Figure 34 – Régression linéaire entre les deux variables mécaniques

Une étude dans le temps montre que ces mesures sont logiquement plus faibles lorsque le temps de dégradation augmente, c'est-à-dire lorsque la perte de masse est accrue (cf. Fig. 35).

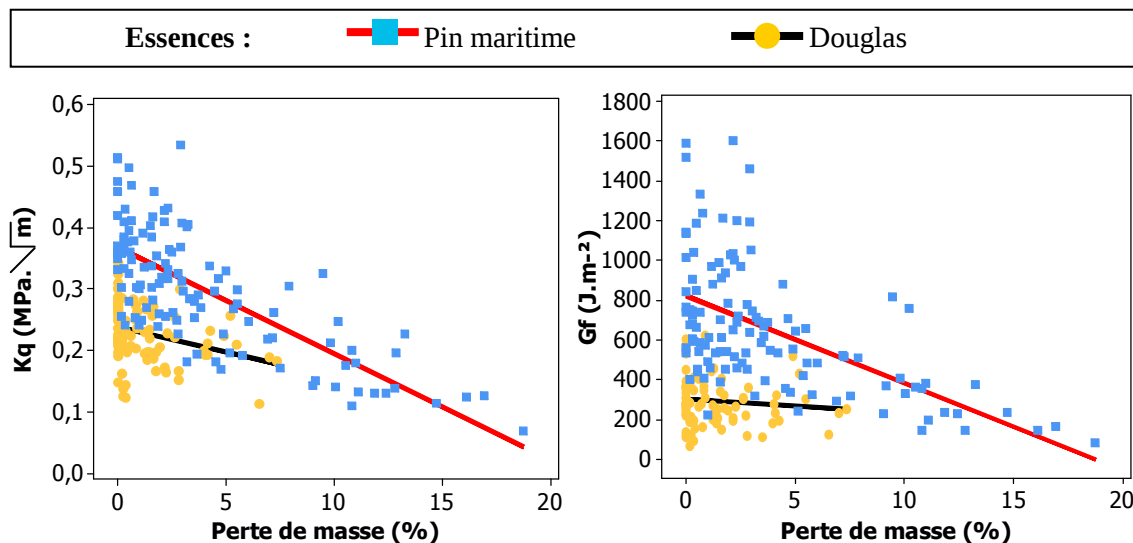


Figure 35 – Relation entre perte de masse et données mécaniques

Il faut surtout noter une différence de comportement entre les deux essences. Les propriétés initiales du douglas (pour une perte de masse nulle) sont plus faibles que celles du pin. Cependant, ce-dernier apparaît moins durable que le douglas, malgré une classe de durabilité équivalente. En effet, cela se note à une décroissance des propriétés mécaniques nettement plus visible qu'avec le douglas. De même, les pertes de masse constatées sont plus élevées avec cette essence.

Cette perte de masse est tout de même en deçà des 5%, dans la majorité des cas, ce qui justifie l'efficacité de notre étude à limiter l'attaque fongique. Mais, que ce soit dans cette zone, ou pour des pertes de masses moindres, les propriétés sont très éparées, et montrent que certains échantillons résistent moins que d'autres. Le tableau X permet d'aller davantage dans le détail.

Tableau X – Conséquences de la dégradation sur les propriétés physiques ^(*)

a) Douglas

Durée de dégradation (jours)	Densité après dégradation			Perte de masse (%)		K_q (MPa·√m)			G_f (J.m ⁻²)		
	Moyenne	Ecart-type	Baisse (%)	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Baisse (%)	Moyenne	Ecart-type	Baisse (%)
0	0,602	0,034	0,0	0,0	0,0	0,28	0,03	0,0	366,5	89,8	0,0
4	0,556	0,029	0,0	0,2	0,3	0,23	0,03	18,1	239,7	93	34,6
7	0,571	0,017	0,9	0,1	0,1	0,20	0,05	29,4	219,5	144,3	40,1
11	0,575	0,036	0,2	0,1	0,2	0,24	0,04	16,7	261,8	69,5	28,6
14	0,583	0,033	0,7	0,4	0,6	0,22	0,04	21,3	433,2	139,5	-18,2
18	0,586	0,033	0,2	1,0	0,7	0,24	0,04	14,5	295,7	67,5	19,3
21	0,546	0,26	1,3	1,2	1,0	0,25	0,05	11,3	367,3	121,1	-0,2
25	0,559	0,042	2,6	2,6	1,9	0,20	0,05	30,9	251,4	103,1	31,4
28	0,577	0,031	2,2	2,0	1,5	0,21	0,03	24,5	263,3	98,4	28,2
32	0,58	0,05	2,8	2,7	2,6	0,22	0,03	21,3	308,8	108,8	15,7
35	0,57	0,029	2,6	2,8	2,6	0,22	0,05	23,0	283,1	122,1	22,8
39	0,544	0,023	2,2	2,7	2,3	0,22	0,03	22,7	259	80,5	29,3
42	0,553	0,027	1,6	2,3	1,8	0,24	0,04	13,8	204,7	92,8	44,2

b) Pin maritime

Durée de dégradation (jours)	Densité après dégradation			Perte de masse (%)		K_q (MPa·√m)			G_f (J.m ⁻²)		
	Moyenne	Ecart-type	Baisse (%)	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Baisse (%)	Moyenne	Ecart-type	Baisse (%)
0	0,581	0,031	0,0	0,0	0,0	0,42	0,07	0,0	1008	380	0,0
4	0,605	0,027	0,3	0,4	0,1	0,42	0,05	-0,2	859	288	14,8
7	0,623	0,048	-0,2	0,9	0,8	0,34	0,05	20,2	790,7	273	21,6
11	0,627	0,042	-0,6	0,7	0,7	0,37	0,05	12,4	853,8	244,6	15,3
14	0,621	0,066	1,3	2,0	0,8	0,31	0,07	25,9	700,5	228,9	30,5
18	0,598	0,06	1,5	2,1	1,0	0,32	0,10	23,0	706	347	30,0
21	0,622	0,082	1,3	2,4	1,3	0,28	0,06	33,5	590,6	259,9	41,4
25	0,592	0,057	3,0	3,8	2,0	0,30	0,07	27,8	607	353	39,8
28	0,596	0,074	5,1	6,3	4,0	0,25	0,11	40,9	497,2	285,9	50,7
32	0,616	0,095	3,9	5,8	2,8	0,27	0,08	36,1	541,8	194	46,3
35	0,561	0,071	8,2	9,6	4,5	0,18	0,08	56,3	356,5	234,5	64,6
39	0,568	0,076	8,2	9,5	5,6	0,21	0,08	50,1	445,8	257,8	55,8
42	0,527	0,041	9,8	10,9	3,0	0,20	0,06	53,4	410	202,8	59,3

Tout d'abord, le pin est bien moins durable que le douglas, qui atteint la perte de masse de 1% après 3 semaines de dégradation, tandis que 2 semaines suffisent pour le pin.

Pour ce même pin, la ténacité et l'énergie de rupture diminuent respectivement de 20,2% et de 21,6% après 1 semaine de dégradation, alors que la perte de masse est inférieure à 1%. Lorsque le temps de dégradation augmente, les baisses évoluent parallèlement à la perte de

^{*} Les baisses de densité sont calculées par rapport aux densités initiales de tous les échantillons, tandis que les pertes de résistance mécanique sont par rapport aux résistances des témoins, uniquement.

masse et à la baisse de densité, mais de manière plus accentuée. Les différences de K_q et de G_f sont significatives entre chaque durée de dégradation, car l'analyse de variance révèle des probabilités nulles (avec $\alpha = 5\%$). L'écart entre éprouvette dégradée et éprouvette témoin est même plus prononcé avec la mesure de l'énergie de rupture qu'avec K_q . Au bout de 6 semaines de dégradation, la baisse de G_f est de 59,3%, celle de K_q de 53,4%, tandis que la perte de masse n'est « que » de 10,9%.

Pour le douglas, cette baisse mécanique est plus forte dès les premiers jours, mais c'est dû à des éprouvettes témoins plus tenaces que les autres lots (confirmé par le test de Dunnett). Si l'on exclut ces témoins, les ténacités mesurées pour chaque prélèvement ont une moyenne équivalente ($p = 0,233$ avec le test de Tukey), tout comme la dispersion ($p = 0,944$). Les pourcentages du tableau Xa) n'indiquent donc pas une baisse de ténacité, mais une constance de celle-ci malgré le temps de dégradation.

Concernant l'énergie de rupture, des différences sont à noter. Si le prélèvement à 14 jours fait office d'aberration, les éprouvettes dégradées à 7 et à 42 jours accusent une baisse d'énergie significative par rapport aux témoins. Comme pour le pin, G_f semble donc plus discriminant et sensible à la pourriture que la ténacité, bien que tous les autres prélèvements n'indiquent aucune différence significative entre eux ($p = 0,496$). Il s'agit d'une autre preuve de la durabilité du douglas.

3.1.4. Discussion

La comparaison entre essences montre que le douglas est moins performant au niveau mécanique que le pin maritime. Cette constatation est identique pour d'autres propriétés mécaniques, comme un module de rupture plus faible en flexion (89 MPa contre 95 MPa pour le pin maritime) ^[204]. En plus de la variabilité inter-espèce, il y a peut-être un facteur croissance, en défaveur des propriétés de fissuration du douglas : la largeur de cernes est en effet plus grande sur cette essence, au-delà même de 7 mm de large, correspondant à la largeur maximale avant que des pertes mécaniques ne soient constatées ^[220]. Enfin, la différence de densité entre le bois d'été et le bois de printemps peut atteindre un facteur 3 : cet écart peut générer une plus grande concentration de contraintes et une hétérogénéité de celle-ci sur la largeur de cerne.

En revanche, le douglas fait preuve d'une meilleure durabilité naturelle. La concentration en extraits y est pour quelque chose, puisque le pin maritime a une concentration de 3,6% (cf. Chap. 3, partie III), alors que Nepveu (1994) ^[204] parle d'un taux d'extraits de 6,1% pour le douglas. Leur composition doit aussi être responsable du non-développement du mycélium.

Concernant les critères mécaniques, l'énergie de rupture semble donner des résultats un peu plus précis, bien que les deux variables soient fortement corrélées, et que les conclusions sont aussi observables à partir de la ténacité. Il existe peut-être un effet de la géométrie non normalisée des éprouvettes qui fausse les valeurs réelles de K_q ^[262]. Mais, l'hétérogénéité du bois ayant ici été maîtrisée, la variabilité est réduite et les propriétés mesurées moins dispersées, ce qui permet d'exploiter aussi les valeurs de ténacité. En revanche, la mesure de la perte de masse souffre d'une forte dispersion des résultats et des coefficients de variation supérieurs à 50% dans la majeure partie des cas, bien au-delà des coefficients obtenus pour les données mécaniques.

Que l'on étudie la ténacité ou l'énergie de rupture, la méthode est parfaitement adaptée au pin maritime. La baisse de résistance mécanique est observée, même pour des pertes de masse négligeables. Une semaine de dégradation mène à une diminution de 15 à 20% de la résistance à la fissuration. C'est la dépolymérisation des sucres qui mène à ces baisses significatives, et l'échelle du test est suffisamment petite pour pouvoir la détecter. Cependant, ces sucres n'étant pas ingérés dans l'immédiat, la mesure de pertes de masse ne peut donner aucun résultat aussi sensible. Ceci confirme l'intérêt des méthodes de mécanique plutôt que la perte de masse, afin d'étudier la durabilité.

En revanche, si les éprouvettes témoins de douglas n'avaient pas montré une si grande résistance, toutes les baisses constatées auraient été équivalentes, malgré la durée de dégradation. Ceci est même vrai pour les ténacités. On ne peut donc pas conclure à un effet de la pourriture sur les propriétés mécaniques de l'essence durable qu'était ici le douglas.

La résistance des douglas témoins, à l'origine de différences significatives, peut s'expliquer par une densité plus élevée (bien qu'elle fut prouvée équivalente aux autres densités). Comme il existe une corrélation moyenne entre la densité et les propriétés mécaniques (coefficient de Pearson = 0,573 pour K_q et 0,588 avec G_f), on peut s'attendre à une résistance moindre avec des éprouvettes initialement moins denses que les éprouvettes témoins, comme ce fut le cas pour tous les prélèvements (sauf le « 14 jours »). Comme la densité des éprouvettes dégradées 42 jours est la plus faible (mesurée après dégradation), alors l'énergie de rupture moyenne est notée statistiquement plus basse que toutes les autres.

Employer un tel test pour de la détection précoce n'est donc toujours pas le plus adapté, car ne s'applique pas à toutes les essences. Les essais mécaniques n'ont donc pas révélé une efficacité universelle en terme de détection précoce. Les essences durables, logiquement, semblent retarder la colonisation fongique, ou du moins la dégradation des parois. L'impact mécanique n'est donc *a priori* pas mesurable avec des éprouvettes aussi volumineuses. La précision d'un essai doit être grande, bien maîtrisée et l'échantillonnage doit limiter la

variabilité des propriétés du bois si on veut observer un phénomène mécanique précoce. Il faut donc envisager de se tourner vers des techniques « chimiques » pour constater la présence d'une pourriture.

L'autre souci réside dans la transposition de ces essais à échelle réelle. Sur des essences non durables, un essai mécanique statique peut être pratiqué, mais il semble inapproprié de casser une poutre *in situ* pour savoir si elle est attaquée. Une autre alternative envisageable est de s'intéresser aux propriétés mécaniques dynamiques, tel qu'une analyse vibratoire.

3.2. L'analyse vibratoire : une perspective intéressante

3.2.1. Théorie

L'analyse vibratoire se fonde sur la capacité à décomposer une vibration qui se propage dans un matériau élastique ou visco-élastique, en mouvements harmoniques. Il est alors possible de convertir la fréquence propre en module élastique dit dynamique, par le biais de plusieurs formules existantes : Bernoulli, Timoshenko, ...^[48].

Cette méthode présente l'intérêt d'être non destructive, et applicable sur le terrain. En effet, elle est déjà employée dans les scieries, comme outil de classement structurel des plateaux de bois. Il est donc envisageable de mesurer ces modules élastiques sur une poutre à différents instants, pour détecter une variation anormale de résistance, qui pourrait être due à une dégradation.

Il est cependant nécessaire de s'assurer de l'efficacité de l'essai, car, le module élastique mesuré en flexion statique est moins sensible à la pourriture que le module de rupture.

3.2.2. Un protocole à envisager

La difficulté principale réside dans l'application d'essais sur des pièces de taille réelle. Pour avoir un essai vibratoire précis, en flexion, il faut en effet un élanement minimum de 18, tandis que la masse doit être largement supérieure (> 8 fois) à celle du capteur. Or, avec de telles exigences, l'inoculation de spores fongiques en laboratoire est compromise. Des essais fondamentaux nécessitent de petits échantillons pour qu'ils puissent être disposés dans des bocal adaptés, et que le mycélium puisse recouvrir le volume entier de l'éprouvette.

Un essai sur des éprouvettes de 160x20x20 mm³ est envisageable, dans la mesure où il permet tous les tests mentionnés : ces dimensions sont un compromis entre la dégradation et la mesure d'un signal vibratoire. Des éprouvettes seraient testées mécaniquement, puis dégradées pendant différentes périodes, avant de mesurer de nouveau leur élasticité.

IV. La relaxométrie

Hormis les données mécaniques, le comportement hygroscopique d'un bois peut trahir la présence d'un champignon. C'est pourquoi une technique comme la relaxométrie s'avère très prometteuse.

4.1. Principe théorique

Les atomes ayant des protons et des neutrons impairs ont un spin nucléaire non nul, assimilables à l'aiguille d'une boussole, tournant naturellement autour d'un champ magnétique B_0 . Ce phénomène ainsi équilibré est appelé précession. La somme de ces spins constitue l'aimantation, notée M_0 (cf. Fig. 36).

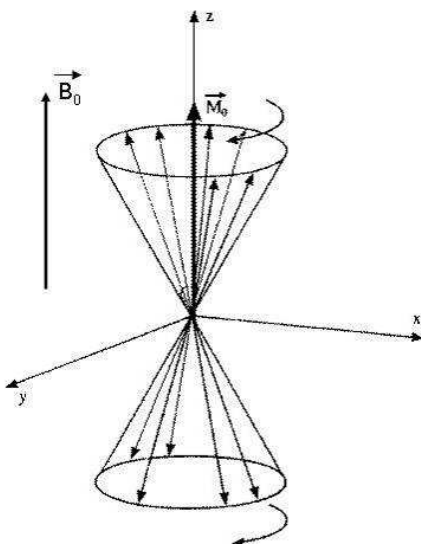


Figure 36 – Phénomène de précessions des spins

La Résonance Magnétique Nucléaire se fonde sur la capacité de ces atomes à être déséquilibrés sous l'influence d'une impulsion magnétique provoquée. Les impulsions les plus couramment usitées font basculer la magnétisation de 90° ou 180° . Après arrêt de cette impulsion, le système ainsi déséquilibré va tendre à revenir à l'équilibre, parallèlement à B_0 selon des processus dits de relaxation (cf. Fig. 37).

(Source : Wikipédia)

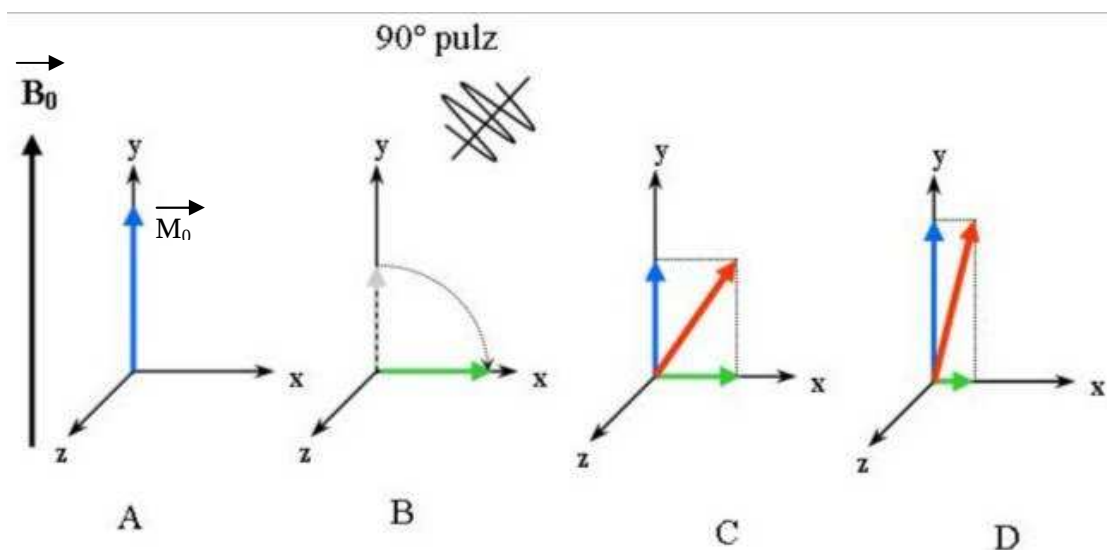


Figure 37 – Déséquilibre généré par une impulsion 90°

C'est ce phénomène, et particulièrement le temps de relaxation que l'on étudie en relaxométrie, afin d'identifier et quantifier les particules présentes. Cependant, il faut distinguer le temps T_1 , dit spin-réseau (ou longitudinal), du temps T_2 , dit spin-spin (ou transverse). Le T_1 correspond au retour de la magnétisation M_0 (flèche bleue) à son état initial, tandis que le T_2 caractérise l'annulation de la composante transverse (flèche verte), qui intervient avant le réalignement complet de M_0 avec B_0 . Une explication beaucoup plus fine de la relaxométrie appliquée au bois se trouve dans la thèse de Labbé (2002) ^[157].

4.2. Applications au bois

L'étude menée ici requiert la RMN Domaine Temps, qui est adaptée pour étudier une phase liquide par rapport à une phase solide d'un échantillon. Ce sont les protons d'hydrogène, constitutifs de l'eau (phase liquide), qui vont renseigner sur l'évolution du comportement hygroscopique du bois (phase solide). De même, cette technique va indiquer les types d'eau présents dans le bois (l'eau libre, non fixée aux parois, et l'eau liée aux parois cellulaires)^(*).

Ainsi, l'eau liée a un temps de relaxation T_2 beaucoup plus court (de 1 à 10 millisecondes) que celui de l'eau libre (de 10 à quelques centaines de millisecondes) ^[49; 183]. Il est ainsi possible de repérer et quantifier les différents types d'eau présents dans le bois, selon la teneur en eau ou encore l'essence ^[13].

^{*} L'eau de constitution n'est ici pas considérée, car elle appartient à la phase solide.

C'est pourquoi cette technique peut s'avérer très performante, appliquée à un matériau biodégradé. Une étude a ainsi montré une attaque enzymatique sur du papier, concluant aux variations des temps de relaxation respectifs de l'eau, après attaque ^[44]. Cette différence de temps est même significative après 7 jours d'attaque sur un échantillon dégradé de hêtre ^[201]. Ils ont tendance à augmenter durant les deux premières semaines, tandis qu'ils décroissent dans les phases plus avancées de dégradation.

Cet outil étant innovant, il nécessite davantage de recherche pour confirmer son intérêt dans la détection précoce. En particulier, il reste à savoir si les conclusions précédentes sont avérées pour d'autres essences, plus durables que le hêtre.

4.3. Protocole utilisé

4.3.1. Impacts de la biodégradation

Afin d'observer l'évolution de la relaxation sur éprouvettes dégradées, le même protocole de dégradation que le paragraphe 2.2.1. de ce chapitre est utilisé. En conséquence, l'étude porte sur le hêtre, le chêne et le pin maritime, mis en contact avec une pourriture brune et une pourriture blanche. Toutes les semaines, deux échantillons de chaque essence sont prélevés, et ce, pendant 6 semaines seulement. En effet, c'est durant les premières semaines de dégradation que l'étude doit porter, afin de remplir l'objectif de détection précoce.

Par ailleurs, certaines éprouvettes sont mises au contact du milieu gélosé dépourvu de souches fongiques. Il est en effet probable que le champignon ne soit pas le seul responsable d'un changement d'état. Le milieu étant riche en eau, le comportement hygroscopique du bois change, lorsqu'il est mis dans les bocaux de culture. C'est pourquoi un effet de ce milieu est attendu et doit être pris en compte pour connaître l'impact réel de la biodégradation.

Concernant le dimensionnement, les éprouvettes ont également une longueur de 40 mm, mais sont cylindriques, et non plus parallélépipédiques. Le diamètre final est de 8 mm, pour être adapté aux tubes de mesure utilisés en relaxométrie, qui eux ont pour diamètre 10 mm.

Pour chaque échantillon, une mesure est prise avant et après dégradation dans les mêmes conditions expérimentales ; le caractère non destructif permet de comparer les résultats sur les mêmes échantillons, à partir d'une séquence spécifique du relaxomètre.

4.3.2. Le relaxomètre et séquences utilisées

Le relaxomètre utilisé est un modèle Minispec PC120 de la marque Bruker, relié à un régulateur de température de la marque Haake. La température de la sonde est ainsi fixée à 25°C, qui est aussi la température dans l'enceinte de conditionnement des échantillons.

Seul le temps de relaxation T_2 est étudié, et la séquence utilisée pour cela est la séquence Carr-Purcell-Meiboom-Gill ^[45; 181]. Après un déphasage de 90°, chaque impulsion de 180° est donnée après un temps égal à 2τ (cf. Fig. 38).

(Source : Labbé (2002) ^[157])

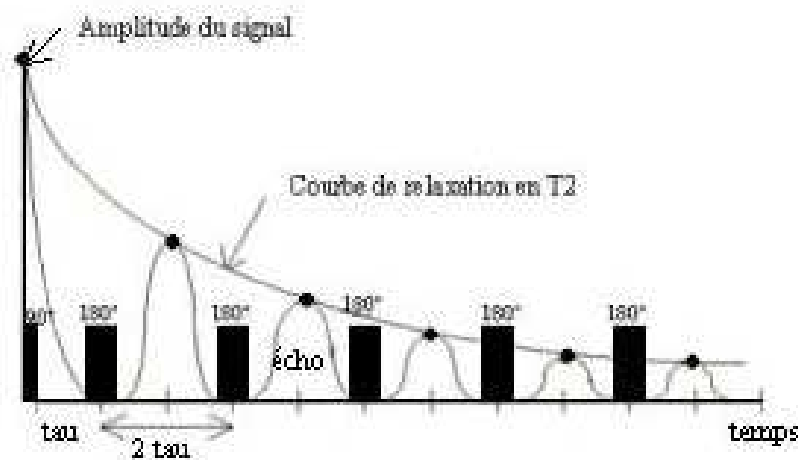


Figure 38 – Séquence de Carr-Purcell-Meiboom-Gill (CPMG)

Les différents paramètres ont été fixés selon les travaux de Labbé (2002) ^[157]. Les temps τ entre les impulsions est fixé à 0,150 ms, car les teneurs en eau des éprouvettes, proches de 12%, sont inférieures au point de saturation des fibres. De même, un temps plus court permettrait la mesure d'un temps de relaxation noté $T_{1\rho}$, autre que le T_2 ^[243].

Toujours en raison de la faible teneur en eau, le nombre d'échos (nombre de points) est de 200, ce qui constitue 1 scan. Pour obtenir une mesure précise, on choisit de répéter 1000 scans consécutifs. Enfin, afin de s'assurer que le système revient à l'équilibre entre 2 scans, le temps d'attente est fixé à 3 secondes, ce qui est largement supérieur au temps de relaxation de l'eau liée.

Après les 3000 secondes que dure le test, la courbe de relaxation est analysée mathématiquement par le programme CONTIN, développé par Provencher (1982) ^[222]. Le résultat final est donc un spectre avec des pics correspondant aux différents états de la phase liquide, et leurs temps de relaxation associés.

Pour pouvoir comparer ces spectres avant et après dégradation, il faut que les éprouvettes aient un même taux d'humidité. Elles sont ainsi stabilisées à 12% d'humidité avant chaque mesure. Ne connaissant pas la perte de masse, la teneur en eau exacte est contrôlée par une séquence de l'appareil, fondée sur le signal d'induction libre ^[157]. Plus exactement, il permet de connaître la proportion de solide dans l'échantillon, ce qui, par déduction, permet de déterminer le pourcentage de la phase liquide ^[157; 183]. Même si ce pourcentage peut englober d'autres éléments que de l'eau (comme les extractibles), cette mesure est effectuée avant et après dégradation sur chaque éprouvette pour s'assurer que la proportion de liquide est la même, à 1% près. L'autre avantage est que la mesure de la teneur en eau serait biaisée par le phénomène d'hystérésis (cf. Annexe 6). Avant mesure, le spécimen de bois subit une sorption pour atteindre les 12% d'humidité, alors qu'il subit une désorption après attaque.

4.3.3. Influence des extractibles

Les extraits sont confondus avec l'eau liée, et surestiment la proportion de liquide dans le bois. Il est donc nécessaire de pratiquer un séchage ou une extraction pour distinguer l'eau des extraits ^[80]. Il est aussi possible de traiter le bois au dichlorométhane pour augmenter la mobilité des extraits et différencier ainsi plusieurs pics sur le spectre final ^[159].

Le bois sujet à la biodégradation provenant du duramen, la quantité d'extractibles peut largement influencer les résultats. Ceci est d'autant plus vrai pour le pin maritime, riche en oléorésines (gemme). Cependant, il est exclu de pratiquer une extraction ou un traitement quelconque sur ces éprouvettes car cela ne serait plus représentatif de la durabilité naturelle du matériau.

Afin d'étudier l'influence des extraits sur les mesures du relaxomètre, 6 échantillons de pin maritime sont confectionnés. Les dimensions sont identiques aux précédentes, et, après la mesure initiale de T_2 , les éprouvettes sont extraites. L'extraction se fait dans un Soxhlet, relié à un système réfrigérant et à un ballon rempli de 360 ml d'un mélange Toluène/Ethanol 2 :1 V/V (cf. Fig. 39). Le chauffage débute donc, après ajout d'une pierre ponce dans ce ballon, afin d'homogénéiser l'ébullition. Ce cycle dure 8 heures, et est suivi d'une seconde extraction de 8 heures, avec cette fois-ci de l'eau distillée dans le ballon.

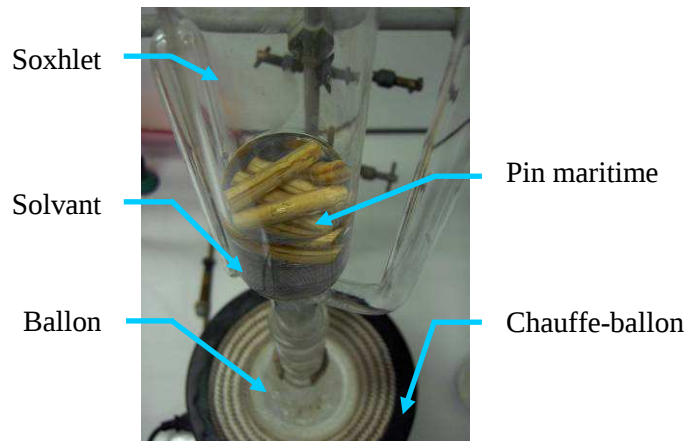


Figure 39 – Extraction de bois

Après extraction, les éprouvettes sont remises à 12% d'humidité, avant de subir une seconde mesure de T_2 .

4.4. Résultats

La comparaison de spectres montre premièrement que le milieu n'a pas d'effets significatifs sur le comportement hydrique du bois (cf. Fig. 40).

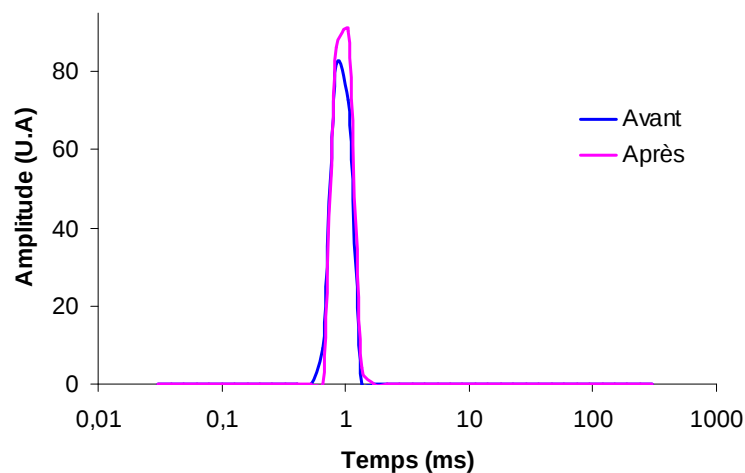


Figure 40 – Effet du milieu gélosé sur un échantillon de chêne

En effet, les spectres sont superposés et l'aire sous la courbe est sensiblement la même, avant et après contact avec le milieu ; la légère différence est attribuée à la proportion de liquide, supérieure de 1,6% lors de la mesure après contact du milieu. L'aire sous la courbe est en effet proportionnelle à la quantité d'eau et constitue un critère pertinent d'analyse^[157]. Cette courbe confirme également que l'état de l'eau est unique, puisqu'une mesure à 12% de teneur en eau ne peut révéler que la présence d'eau liée, dont le temps de relaxation est proche de la milliseconde.

De même, les extractibles sont nécessairement inclus dans ce pic pour le hêtre et pour le chêne, puisque seul le pin maritime présente une multitude de pics, attribuée à la présence d'extraits comme l'oléorésine. Cette pluralité de signaux prouve que cette espèce est plus riche en extractibles ayant des mobilités différentes, alors qu'ils sont considérablement atténués après extraction. Comme l'analyse des extraits n'est pas l'objet de l'étude, les résultats sont comparés sur la base du pic observé à 1 ms, en admettant que la quantité d'extraits est la même avant et après dégradation.

Les effets de la biodégradation apparaissent nettement : en plus de l'évolution de l'aire sous la courbe, le déphasage des spectres est observable, tout comme l'apparition de nouveaux pics dans certains cas (cf. Fig. 41).

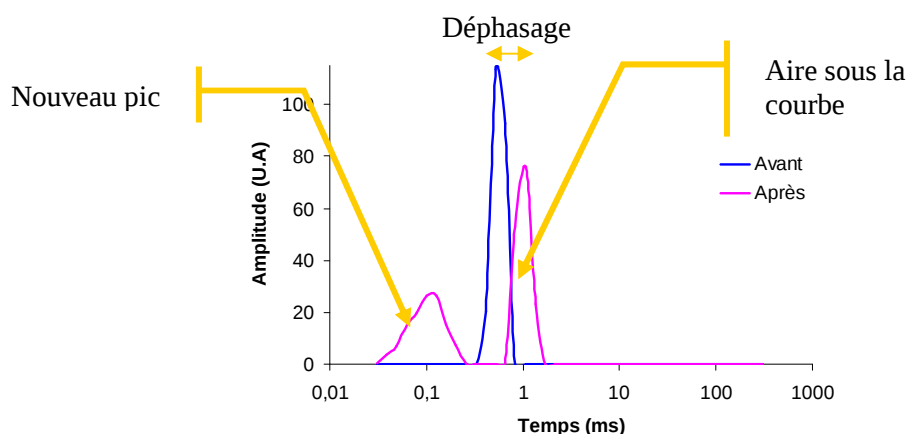


Figure 41 – Effet de 3 semaines de dégradation de CV sur un échantillon de hêtre

La diminution de l'aire sous la courbe traduit une moindre quantité d'eau liée, malgré un pourcentage de liquide équivalent pour les 2 mesures. La valeur de l'humidité relative est en effet la même, mais, la perte de masse fait que la valeur de cette teneur en eau absolue a diminué : pour la figure 41, la teneur en eau donnée par l'appareil est de 12,2% et 12,3% pour les deux mesures, mais, avant dégradation, la quantité d'eau dans l'échantillon est de 0,12 g alors qu'elle n'est plus que de 0,10 g après dégradation. Ceci explique une aire amoindrie après dégradation.

Par ailleurs, le déphasage induit un changement d'état (la différence est ici de 0,538 ms), ce qui implique une modification des liaisons. Un temps de relaxation plus élevée indique une eau « plus » libre.

Enfin, la détection d'un nouveau pic laisse à penser qu'un nouvel état de l'eau est apparu. Il est cependant probable qu'un temps de relaxation aussi court soit attribué à une phase solide, comme il sera expliqué dans la discussion qui suit. Ce pic est ainsi appelé « écho solide ».

La comparaison des spectres donne les résultats suivants :

Tableau XI – Différences constatées "Après - Avant" dégradation

Essence	Durée de dégradation (semaines)	<i>P. placenta</i>					<i>C. versicolor</i>				
		Perte de masse (%)	Déphasage (ms)	Aire (u.a.)	Apparition d'un écho solide	Aire écho solide (u.a.)	Perte de masse (%)	Déphasage (ms)	Aire (u.a.)	Apparition d'un écho solide	Aire écho solide (u.a.)
Chêne	1						0	0,139	-7,033	Oui	57,631
	2	0	0	12,524	Non		0	0,315	-19,579	Oui	99,204
	3	0,71	0	4,319	Non		1,51	0,315	-42,272	Oui	95,01
	4	0	-0,087	-11,015	Non		2,8	0,315	-51,527	Oui	174,528
	5	0	0	-15,679	Non		2,56	0,315	-33,66	Oui	175,958
	6	0	-0,087	2,02	Non		4,35	0,538	-38,647	Oui	162,487
Hêtre	1	0	0	-10,385	Non		0	0,538	-8,591	Oui	89,956
	2	0	0,139	0,319	Non		5,17	0,176	-21,875	Oui	22,831
	3	1,8	0,424	-23,873	Oui	93,096	16,81	0,538	-37,483	Oui	60,572
	4	2,73	0,139	-9,03	Non		22,12	0,315	-55,174	Oui	36,539
	5	0,88	0,315	-23,564	Oui	179,476	34,55	0,315	-53,68	Oui	42,764
	6	7,08	0,248	-30,915	Non		36,13	0,139	-38,742	Non	
Pin maritime	1	0,71	0	0,872	Non		1,87	0,223	-9,674	Non	
	2	2,4	0,28	-21,467	Non		0,9	0,503	-1,614	Non	
	3	0	0,176	-24,367	Non		0,93	0,503	-10,124	Non	
	4	2,5	0,223	8,934	Non		1,96	0,64	-67,139	Non	
	5	1,77	0,176	-7,364	Non		0,9	0,28	-14,615	Non	
	6	1,74	0	-28,665	Non		5,3	0,503	10,554	Non	

Ainsi, les aires sont majoritairement moins élevées après dégradation qu'avant, alors que les déphasages sont presque toujours positifs.

Lors d'une attaque par la pourriture blanche, les aires diminuent progressivement, alors que la différence tend à s'amenuiser dans les stades plus avancés, quelle que soit l'essence attaquée. L'évolution entre les deux feuillus est même sensiblement la même (cf. Fig. 42).

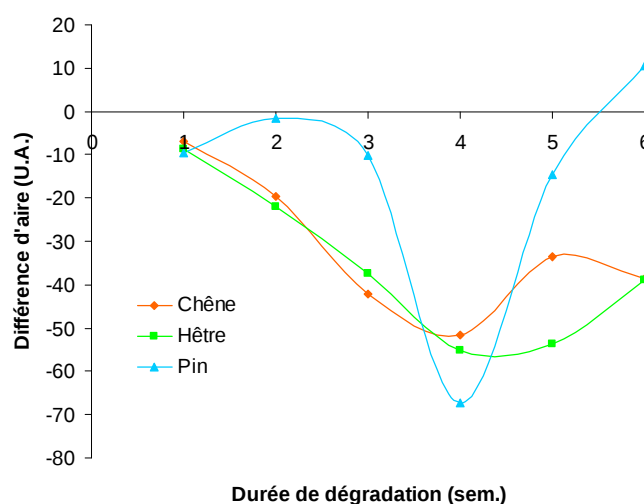


Figure 42 – Différences d'aire après dégradation par CV

Cette tendance est beaucoup moins marquée avec *P. placenta*, avec des valeurs fluctuantes. Il est même impossible de conclure à un effet quelconque sur le chêne dégradé par cette pourriture, car la faible différence d'aire est attribuée à la faible différence de teneurs en eau lors des essais. Aucun déphasage significatif n'est observé ni même l'apparition de nouveaux pics.

Ces déphasages sont tout de même pertinents pour presque tous les échantillons. S'ils augmentent pour le chêne, les écarts augmentent puis diminuent avec le hêtre et le pin dégradés par la pourriture blanche. Là encore, un déphasage est aussi visible avec la pourriture brune pour les essences peu durables, bien qu'aucune tendance ne se dégage.

Enfin, l'écho solide semble un critère intéressant, car son apparition traduit une phase solide qui est mesurable après dégradation uniquement. Cet écho est également présent chez le pin, mais confondu avec des molécules extractibles. C'est pourquoi il est nécessaire d'extraire les échantillons, ou du moins de différencier ces substances, avant d'apporter des conclusions, sur cette essence. L'étude du hêtre et du chêne est cependant suffisante pour en tirer des observations intéressantes.

Cet écho apparaît dès la première semaine pour ces deux essences, lors d'une dégradation par la pourriture à laquelle ils sont les plus sensibles. Il est à noter que son aire va crescendo pour le chêne alors qu'il croît avant de décroître pour le hêtre. On l'aperçoit également pour une dégradation prononcée du hêtre par *PP*.

4.5. Discussion

Tout d'abord, il est à noter que les pertes de masse des échantillons dégradés par la pourriture brune sont inférieures à celles observées dans l'expérimentation précédente (cf. § 2.2.3.2.). Cela est probablement dû à une virulence moindre de la souche fongique, bien qu'il faudrait le vérifier avec des échantillons témoins de pin sylvestre. Cependant, cette perte de masse est parfaitement adaptée à notre étude, puisque des conséquences sont nettement visibles par la relaxométrie, alors que la perte de masse est limitée. Cela justifie d'autant mieux l'intérêt de cette technique pour la détection précoce.

Le déphasage des temps de relaxation est une conséquence de la présence du mycélium, comme l'indique Müller *et al.* (2002) ^[201]. Les parois cellulaires sont affectées et les liaisons avec l'eau affaiblies, d'où le caractère « plus libre » de l'eau. Ceci est surtout visible grâce aux petites dimensions des échantillons, que la pourriture a ainsi colonisés rapidement.

Sur le hêtre, ces temps augmentent puis diminuent, bien que l'écart entre les spectres soit toujours positif. Müller *et al.* (2002) ^[201] ont aussi noté cette tendance avec *C. puteana*. Malgré son appartenance à la catégorie « pourriture brune », elle dégrade tous les éléments constitutifs du bois. Cette tendance n'étant pas aussi flagrante avec *PP*, la lignine semble expliquer cette évolution.

La diminution de l'aire du pic à 1 ms, constatée dans la majeure partie des cas traduit une quantité d'eau absolue moindre. Une consommation rapide des sucres hydrophiles limite la capacité d'adsorption des parois, puisqu'il y a moins de groupes hydroxyles OH permettant les

liaisons avec les molécules d'eau. Cette diminution est notable pour les deux pourritures, dès les premiers temps d'attaque, confirmant le caractère non-sélectif de CV. Il est aussi possible que cette diminution traduise la dégradation de certains extractibles du bois, dont la présence est aussi révélée par ce même pic.

Cependant, la colonisation fongique entraîne par la suite une réhumidification du bois ^[138; 200; 289], dans le cas de la pourriture blanche. La teneur en eau des bois infestés devient plus grande que celle d'un bois sain. En effet, la quantité de mycélium devient non négligeable après quelques semaines, et ce champignon a un comportement hygroscopique qui ne peut être différencié du bois. Par ailleurs, la modification de la paroi entraîne une plus grande surface d'adsorption possible, ce qui compense l'ingestion des sucres ^[138]. C'est pourquoi la quantité d'eau croît après un certain temps d'attaque. Avec l'autre pourriture, les valeurs sont fluctuantes mais globalement négatives. La métabolisation des sucres est en effet plus importante, due au mode de dégradation de PP. Au bout de 6 semaines d'essai, l'augmentation de la teneur en eau n'est pas visible, car elle est empêchée par la consommation importante des glucides dégradés.

Enfin, le pic apparenté à un écho solide apparaît pour un temps de relaxation très court (environ 0,1 ms). De tels temps sont caractéristiques de la phase solide du bois, et non de la phase liquide pourtant étudiée. Cependant, selon Labbé (2002) ^[157], de tels temps caractériseraient un polymère amorphe, alors qu'une phase cristalline serait observée à des temps encore plus courts. Ainsi, ce pic obtenu après dégradation serait un complexe d'hémicelluloses dégradées. Les souches fongiques ont en effet pour cible privilégiée ces molécules, qui sont par nature amorphes. La présence de ce pic est révélatrice du stade initial de la dégradation de ces polysaccharides, non observé sur un échantillon sain. On l'observe principalement sur les feuillus dégradés par la pourriture blanche, en raison de leur sensibilité face à cette souche.

Par ailleurs, l'aire de ce pic est croissante pour le chêne alors qu'elle croît puis décroît pour le hêtre. L'aire étant proportionnelle à la quantité d'hémicelluloses dégradées, elle augmente logiquement avec la durée d'attaque. Cependant, lorsque l'attaque devient trop prononcée et la perte de masse importante, ce pic diminue. En effet, après les cassures initiées par le champignon, celui-ci se nourrit des éléments dégradés, faisant diminuer la quantité de sucres observés. Cette diminution est effective dès la 2^{ème} semaine pour le hêtre, mais seulement après 6 semaines pour le chêne ; en raison de la différence de durabilité, le processus d'attaque est ralenti dans le cas du chêne, bien qu'il soit similaire pour les deux feuillus.

Le fait que l'écho solide apparaisse dès la première semaine pour ces essences prouve l'intérêt de cette méthode en matière de détection précoce. Des effets du déphasage et de variations d'aire sous le pic à 1 ms montrent aussi que des effets sont sensibles, alors même que les pertes de masse sont parfois nulles. Il faut ainsi attendre 3 semaines avant de constater une

perte de masse sur le chêne dégradé par CV alors que les effets mesurés par la RMN du proton sont visibles dès la première semaine d'attaque. Ces mêmes chiffres rejoignent les résultats de Müller *et al.* (2002) ^[201], alors qu'il travaillait sur une essence moins durable que le chêne.

Cette différence de durabilité est même effacée car l'évolution quantitative et qualitative des aires est sensiblement la même pour le chêne et le hêtre dégradés par CV. Cela montre que cette souche a des conséquences sur tous les feuillus, même les plus durables, malgré l'absence de phénomènes physiques observables dans les premiers stades de dégradation. En revanche, la pourriture brune n'a que trop peu d'impact sur le chêne, prouvant que ce matériau est durable, car aucune conséquence n'est visible tant au niveau physique que chimique.

4.6. Pertinence de la méthode et limites

La relaxométrie a montré des conséquences de la dégradation que la mécanique ne pouvait révéler à des stades aussi précoces. Le comportement hygroscopique est particulièrement sensible à la présence d'un agent fongique.

Il est cependant nécessaire de distinguer les extractibles de l'eau, car ces extraits ont une influence réelle sur la capacité d'adsorption de l'eau. Non seulement il est impossible de quantifier l'eau observée par chaque pic, mais aussi certains extraits ont des propriétés hydrophobes ^[138]. De même, les extraits peuvent être la cible des champignons, d'où la difficulté de savoir si la diminution de quantité de liquide est due à la moindre capacité d'adsorption où si ce sont les extraits qui ont disparu.

Par ailleurs, la limite réside dans l'application sur le terrain, puisqu'il est nécessaire de prélever des échantillons pour analyse. De même, pour mesurer les changements hygroscopiques anormaux sur une poutre, il faut prélever un échantillon proche de l'attaque pour espérer observer des effets pertinents. De nouveaux capteurs ont cependant fait leur apparition pour une mesure directe en surface.

V. Conclusion

Que ce soit la mécanique ou la chimie, les différentes méthodes existantes sont complémentaires et efficaces pour détecter une pourriture, à condition que les essais soient adaptés. Le problème de ces techniques réside dans la difficulté de les mettre en œuvre sur le terrain, et la perte de masse, bien que moins fiable, est plus aisée à entreprendre. De même, il est difficile de trouver un outil adapté aux essences naturellement durables, car les processus de dégradation étant ralentis, leurs effets ne sont pas observables aussi rapidement qu'avec des

essences peu durables. Ainsi, que ce soit les essais mécaniques ou la relaxométrie, le chêne dégradé par une pourriture brune est objectivement durable, en raison de l'absence de conséquences visibles sur toutes les propriétés mesurées.

Ces essences durables n'étant pas majoritaires, il est souvent nécessaire d'envisager un traitement du bois, avant application. De nouvelles méthodes de protection existent et méritent davantage d'efforts de recherche. C'est donc tout l'objet du chapitre suivant...

3^{ème} Chapitre : Les traitements de « nouvelle génération »

*« Chaque progrès donne un nouvel espoir, suspendu à la solution d'une nouvelle
difficulté. »*

C. Lévi-Strauss

I. Introduction

Si les traitements de préservation ont fait l'objet de nombreuses recherches depuis des décennies, c'est désormais dans une optique environnementale qu'il faut réfléchir à leur développement.

L'usage de produits chimiques n'a pas été exclu pour autant, mais de nouvelles contraintes peuvent nécessiter des améliorations perpétuelles. Hormis les produits chimiques, l'essor des traitements thermiques a prouvé leur efficacité à protéger le bois, mais requiert encore une optimisation pour éviter la dégradation des propriétés mécaniques. Enfin, le recyclage pour la confection de composites peut s'avérer une bonne alternative, même si les domaines d'application ne sont pas tout à fait les mêmes qu'avec du bois massif.

Ce chapitre s'intéresse donc à la préservation du bois, selon les 3 modes évoqués ci-dessus, tout en observant les conséquences sur la résistance du matériau. Ces procédés ou produits innovants sont donc étudiés, pour vérifier leur efficacité de préservation, dans un souci environnemental et de conservation des propriétés mécaniques du bois.

II. Etude des Anhydrides Alkényles Succiniques (ASA)

Afin de remplacer les produits toxiques existants (CCA, créosote, ...) qui permettent de protéger le bois, de nouvelles méthodes de modifications des parois ligneuses sont envisagées, avec une vision écologique. C'est tout l'intérêt du projet européen Surfasam®, qui vise à modifier le bois à partir de produits d'origine végétale.

Cette étude concerne différents traitements de ce projet, afin de déterminer leurs conséquences mécaniques sur le matériau, et attester ou non leur efficacité face aux pourritures.

2.1. Présentation des molécules

La première méthode de préservation envisagée concerne une estérification, par des molécules appelées Anhydrides Alkényles Succiniques, notées ASA. Cela consiste en un greffage d'anhydrides maléiques sur la paroi cellulaire, eux-mêmes rattachés à une chaîne hydrophobe provenant d'huiles végétales. Ces anhydrides sont dits cycliques, ce qui n'engendre aucune formation de sous-produits lors de la réaction (cf. Fig. 43) ^[115].

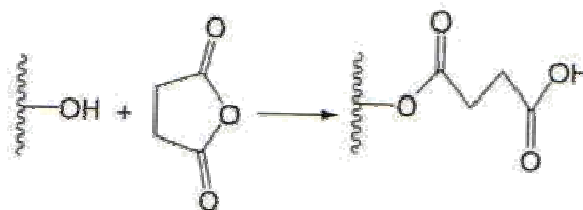


Figure 43 – Réaction de l'anhydride maléique avec le bois

Ces anhydrides pouvant être de diverses natures, il est nécessaire de trouver le meilleur compromis.

2.1.1. ASAM

Des premières recherches très prometteuses ont porté sur l'Anhydride Alkényle Succinique Méthylique, nommé ASAM. Sa fabrication, détaillée par Quesada *et al.* (2003) ^[226] repose sur la synthèse d'esters de méthyle à partir d'huile de tournesol ou de colza. Ces esters réagissent avec un anhydride maléique, pour former la molécule ASAM (cf. Fig. 44).

(Source : Gaset (2006) ^[95])

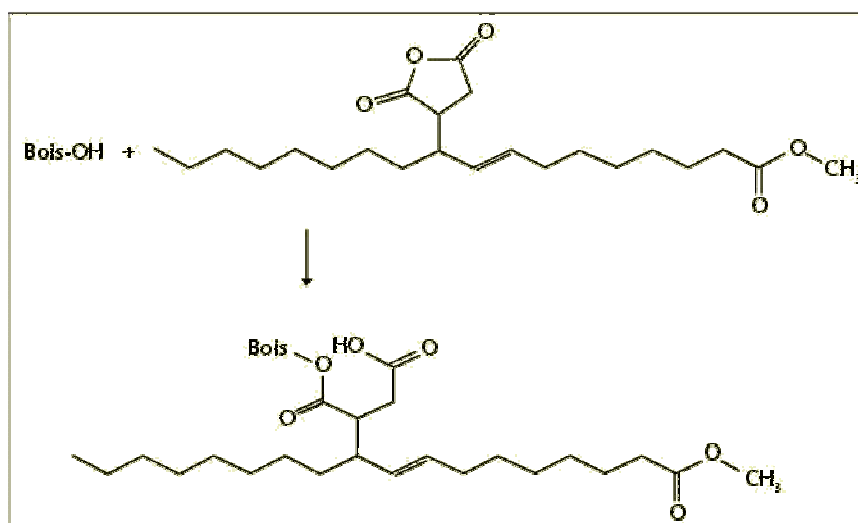


Figure 44 – Formule et greffage de l'ASAM sur le bois

L'anhydride maléique constitue la partie réactive de la molécule, qui va se greffer à la paroi cellulaire, tandis que l'ester d'origine végétale confère au matériau un caractère hydrophobe. Le mode d'action de la molécule n'est pas de tuer la pourriture, par toxicité, mais, de rendre le bois impropre à la consommation.

Cet ASAM ayant fait l'objet d'un brevet ^[192] présente une protection du bois jusqu'à la classe d'emploi 3, face aux champignons, termites et autres insectes ^[193]. Mais une amélioration

est possible pour rendre le bois durable face aux pourritures molles et ainsi atteindre une préservation de la classe 4, qui est l'objectif principal du projet Surfasam®.

2.1.2. ASABu

La seconde molécule étudiée ici est l'ASABu, désignant un ASA butylique, synthétisé à partir d'huile de colza. Le bois imprégné de ce produit présente des pertes de masses faibles, suite à des attaques de termites ou de champignons de toute catégorie, ce qui permet une utilisation du bois dans la classe 4 ^[219]. Cependant, des études complémentaires sont nécessaires, notamment pour observer le comportement mécanique d'un bois traité biodégradé.

2.2. Le protocole

Des échantillons de pin maritime font l'objet de cette étude. Leurs dimensions initiales sont de 160x20x20 mm³ (LxRxT), afin de subir par la suite des essais de flexion. Le protocole global est décrit par la figure 45, et est détaillé dans les paragraphes suivants.

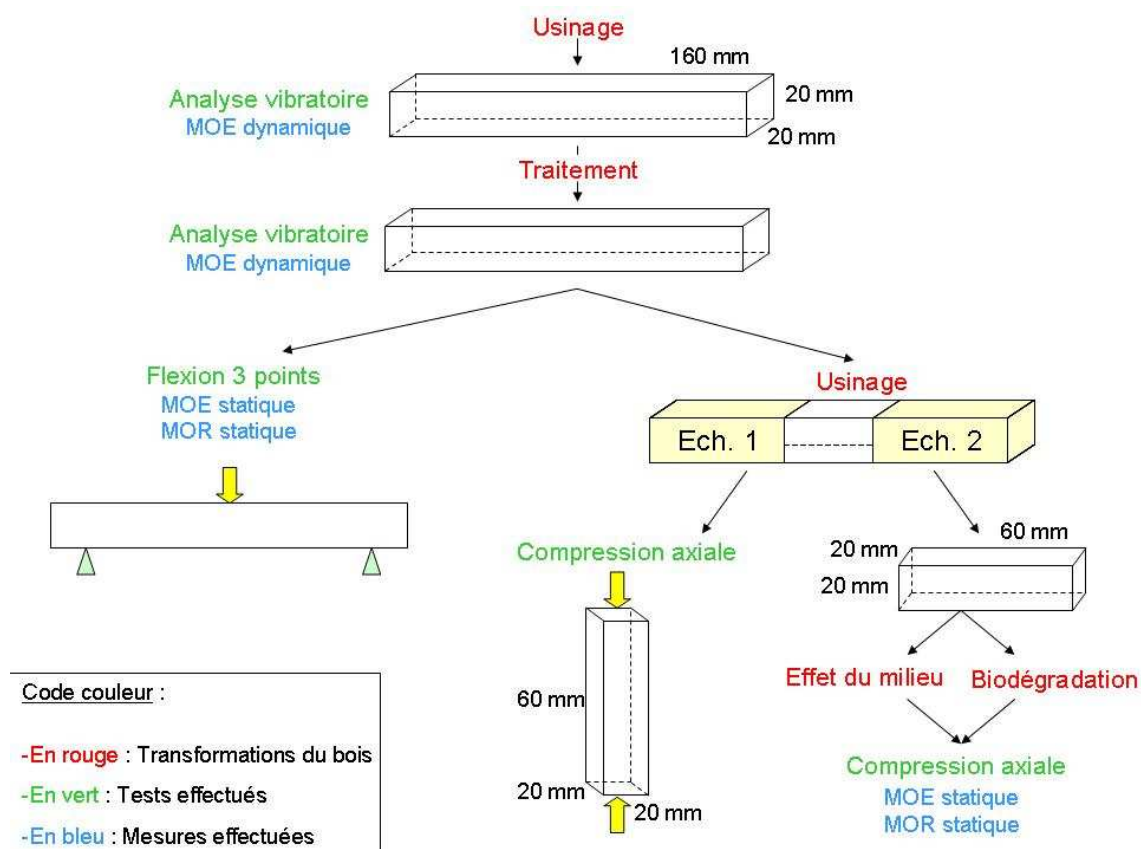


Figure 45 – Protocole général

2.2.1. L'imprégnation

Comme l'étude vise à tester la durabilité conférée, l'aubier est préféré au bois de coeur. L'aubier est par ailleurs imprégnable, alors que le duramen l'est beaucoup moins. Si cet aubier est généralement purgé avant utilisation du bois, il rendra vraiment compte de la durabilité acquise suite à l'imprégnation, attestant ou non de l'efficacité du produit, en raison de sa plus grande sensibilité à une attaque fongique.

Les traitements ASA sont réalisés au Laboratoire de Chimie Agroindustrielle (LCA) de Toulouse. Deux procédés sont comparés, selon le produit imprégné. Si l'ASAM a déjà prouvé son efficacité face aux attaques biologiques selon un protocole de greffage détaillé dans l'article concerné ^[193], le protocole envisagé ici est moins gourmand en énergie : l'imprégnation se fait dans un autoclave, à température ambiante (25°C environ), sous une pression de 10 bars maintenue pendant 1 heure.

Un traitement à l'ASABu est conduit sur d'autres éprouvettes dans le même autoclave mais à des conditions plus drastiques, en raison de sa viscosité plus importante : si la pression est la même, la température est élevée à 140°C, et l'imprégnation dure au total 2 heures.

La première observation est que les éprouvettes présentent un changement de couleur prononcée, particulièrement pour les éprouvettes traitées à l'ASABu (cf. Fig. 46).



a) ASAM



b) ASABu

Figure 46 – Modification de bois par ASA

Cette différence de produits et de procédé d'imprégnation va avoir des conséquences, ne serait-ce que sur la rétention du produit, notée R et calculée en kg.m^{-3} . Celle-ci est donnée par la relation 9 :

$$R = \frac{(M_t - M_i)}{V} \quad (9)$$

Avec M_t , la masse après traitement en kg ; M_i , la masse initiale en kg ; V , le volume de l'échantillon en m³.

Le comportement hygroscopique étant modifié par le traitement, les échantillons sont mis dans les mêmes conditions de température et d'humidité relative (20°C et 65%), sans pour autant être sûr que leur teneur en eau sera la même.

De même, ils ne peuvent être étuvés car la chaleur ferait migrer une partie du produit et influencerait les mesures à suivre. Ne connaissant pas la masse anhydre après traitement, la teneur en eau ne peut être déterminée par pesée.

2.2.2. Des essais mécaniques consécutifs

2.2.2.1. Deux méthodes complémentaires de flexion

Afin de mesurer l'effet des traitements sur la résistance du bois, le plus rigoureux est d'appliquer premièrement une méthode dynamique non-destructive. C'est pourquoi l'analyse vibratoire s'avère appropriée. Cette prise de mesure consiste à déterminer une fréquence propre de l'échantillon, convertie ensuite en module élastique.

Après stabilisation dans l'enceinte climatique, pesée et prise de dimensions, chaque échantillon est disposé sur deux supports élastiques, afin de simuler une absence d'appuis, et limiter ainsi la dissipation d'énergie : il s'agit alors de poutre flottante ^[48]. Un accéléromètre « Brüel et Kjaer 4516 » est fixé sur le bois par une cire puis il suffit de taper à l'autre extrémité (cf. Fig. 47). Des pics successifs (harmoniques) sont obtenus, caractérisés par leur rang k et dont la fréquence f_k est directement lisible.

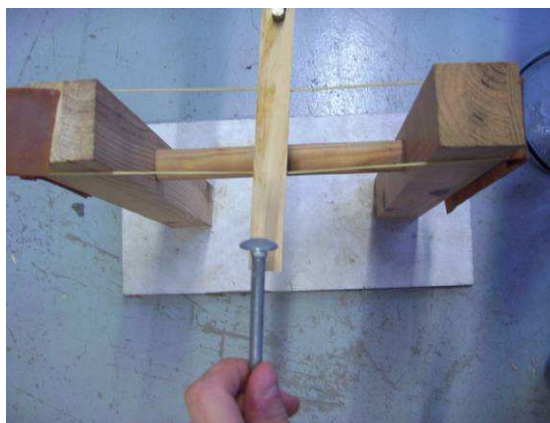


Figure 47 – Méthode vibratoire

Cette fréquence est un des paramètres rentrant dans le calcul du module élastique dynamique, donné par la formule de Bernoulli (cf. Eq. 10) :

$$MOE_{dyn} = 4\pi^2 L^2 \rho \frac{SL^2}{I} \frac{f_k^2}{X_k} \quad (10)$$

Avec $I = \frac{lh^3}{12}$, l'inertie en m⁴ ; L, la longueur de l'éprouvette, l sa largeur et h sa hauteur en m ;

S, la section en m² ; ρ , la densité sans unité ; f_k , la fréquence de l'harmonique en Hz ;

$$X_k = \left[\frac{\pi}{2} (2k + 1) \right]^4$$

Cette formule est préférée à celle de Timoshenko ou de Rayleigh, car elle ne considère que la lecture de la première harmonique (le rang k est donc ici égal à 1) ^[48]. Avec notre faible élanement (longueur/hauteur), la lecture d'un second pic est difficile, voire trop imprécise pour obtenir une valeur fiable de module élastique. Les dimensions des échantillons entraînent en effet un élanement de 8, ce qui est faible pour les conditions optimales de mesure, mais rend tout de même visible l'impact du traitement sur la mesure en utilisant la formule de Bernoulli.

Ainsi, pour chaque traitement, 24 échantillons de pin maritime sont testés, avant et après imprégnation. La position de l'accéléromètre est marquée après la première mesure, pour répéter l'expérience sur la même face après traitement.

Suite à ces données dynamiques, 6 éprouvettes de chaque traitement sont testées en flexion statique 3 points. Avec ces dimensions, il est en effet impossible de pratiquer un essai 4 points, bien que celui-ci évite idéalement les effets de cisaillement.

Le capteur de force utilisé délivre une force maximale de 500 daN. La vitesse de charge est de 1 mm.min⁻¹, tandis que la longueur entre appuis est de 135 mm. L'acquisition consiste en 10 mesures par seconde. Le module de rupture est ainsi déterminé par la relation 11 :

$$MOR = \frac{3F_{max} L}{2bh^2} \quad (11)$$

Avec F_{max} , la force à la rupture en N ; L, la longueur entre appuis en mm ; b et h, la largeur et la hauteur de l'éprouvette en mm.

De même, un capteur de type LVDT est placé sous l'éprouvette, au point de contact de la force appliquée par la machine, afin de mesurer la flèche « f » au cours du test. Après

étalonnage, cette flèche acquise en Volts est convertie en mm, pour calculer ensuite le module élastique statique MOE_{st} (cf. Eq. 12).

$$MOE_{st} = \frac{FL^3}{4fbh^3} \quad (12)$$

Seules 6 éprouvettes sur les 24 sont rompues par ce test, car le test de compression est envisagé en complément pour relier les données mécaniques à la biodégradation.

2.2.2.2. Compression

Ainsi, les autres éprouvettes sont recoupées aux dimensions normalisées 60x20x20 mm³ pour être testées en compression axiale, selon la norme NF B51-007 (1985) [2]. Sur chaque éprouvette initiale, 1 extrémité est testée de suite en compression (12 par traitement)^(*), tandis que l'autre bout est d'abord biodégradé (cf. § 2.2.3.). Les propriétés initiales de ces deux éprouvettes voisines sont testées sur quelques échantillons, afin de s'assurer de leur équivalence, ce qui permet de comparer les propriétés avant et après dégradation. Cette partie a donc un double objectif : connaître l'influence du traitement sur la résistance en compression, et savoir en quelle mesure cette résistance décroît après dégradation fongique, attestant ou non de l'efficacité de la préservation.

Ce test est réalisé avec un capteur délivrant une force maximale de 10000 daN. La vitesse de progression de la charge est de 0,5 mm.min⁻¹. Les capteurs HBM sont utilisés pour mesurer les déformations et déterminer ainsi le module d'élasticité. Tous les essais sont réalisés après stabilisation des échantillons à 20°C et 65% d'humidité. Leur section est mesurée précisément au pied à coulisse, afin de calculer la contrainte maximale (cf. Eq. 3).

2.2.3. Résistance fongique

Le second échantillon recoupé subit un essai de durabilité avant d'être testé en compression. Le protocole d'inoculation est le même que celui décrit précédemment (cf. § 2.2.1.2. du chapitre 2), mais seule la pourriture brune *P. placenta* est utilisée, puisque l'essai se limite au pin maritime. De même, l'essai dure 8 semaines seulement. 4 éprouvettes de chaque traitement subissent cette biodégradation.

Or, comme le milieu de culture peut diffuser le produit, il est nécessaire de connaître la proportion de produit perdue au cours du test. Il faut donc mesurer ce lessivage, par différence

^{*} Certaines éprouvettes ont été détruites par mégarde, et indépendamment de ma volonté. C'est pourquoi l'échantillonnage est restreint à partir de cette étape.

de masse avant et après essai, et déterminer son influence sur les propriétés mécaniques restantes. C'est pourquoi 4 autres échantillons par traitement sont mis au contact du milieu nu.

Cette diffusion va entraîner une perte de masse, qu'il faut corriger dans le calcul de la perte de masse due à l'attaque fongique, comme suit :

$$PM_f = PM\% - PM_d \quad (13)$$

Avec PM_f , la perte de masse fongique en % ; $PM\%$, la perte de masse calculée (cf. Eq. 2) ; PM_d , la moyenne des pertes de masse obtenues par diffusion en %.

Cette perte de masse sera ici mesurée après stabilisation de la masse à 20°C et 65% d'humidité relative de l'air.

2.3. Résultats

2.3.1. Influence physique du traitement

La première conséquence du traitement concerne la rétention du produit. Comme du produit est imprégné dans le bois, sa masse va augmenter davantage que le volume, ce qui va influencer la densité (cf. Fig. 48).

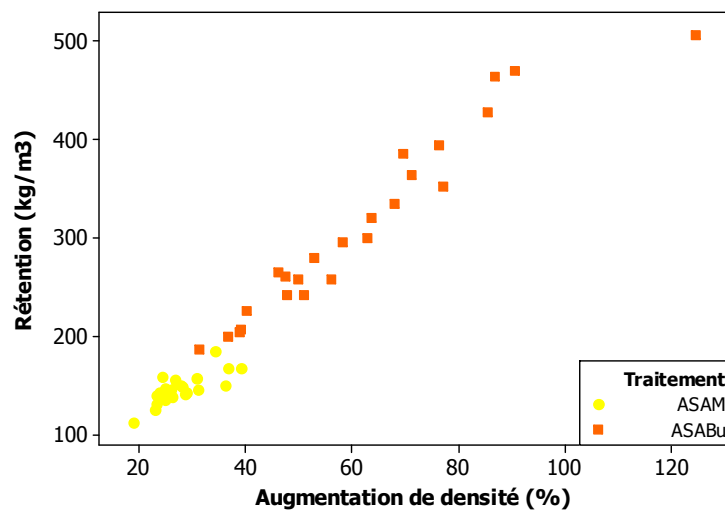


Figure 48 – Relation entre rétention et augmentation de densité

Ces variables sont donc fortement corrélées, et la régression linéaire donne un coefficient R^2 très élevé (95,7%).

Le traitement ASAM donne des rétentions plus faibles, mais plus homogènes. A l'inverse, le traitement ASABu donne une imprégnation bien supérieure, ce qui augmente considérablement la densité. Les données correspondantes sont répertoriées dans le tableau XII :

Tableau XII – Influence des traitements sur la densité du bois ^(*)

	ASAM		ASABu	
	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>
Densité avant	0,543	0,056	0,536	0,048
Densité après	0,692	0,055	0,857	0,077
Augmentation de densité (%)	27,72	4,9	61,34	21,54
Rétention (kg.m⁻³)	147	14,69	310,1	92,5

Malgré cette augmentation de densité, les conséquences mécaniques sont, elles, minimales sur le module de Young : avec la méthode vibratoire, la différence moyenne de MOE avant et après traitement est de 3,58% et de 5,28% pour l'ASAM et l'ASABu respectivement. Cette légère augmentation n'a donc pas d'incidence réelle sur le matériau. Ces données sont confirmées par la flexion statique où la différence de MOE entre les bois traités et les non-traités n'est pas significative ($p = 0,461$ au seuil α de 5%), tout comme c'est le cas en compression ($p = 0,094$).

Tableau XIII – Modules d'élasticité (en MPa) obtenus pour les différents tests

Traitement	Analyse vibratoire				Flexion statique 3 points		Compression	
	<i>Avant traitement</i>		<i>Après traitement</i>		<i>Moyenne</i> <i>Ecart-type</i>		<i>Moyenne</i> <i>Ecart-type</i>	
	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>				
<i>Non traité</i>	9109	1708			8104	441	12397	3772
<i>ASAM</i>	9408	1663	9733	1697	8662	766	14345	2216
<i>ASABu</i>	9066	1192	9525	1254	8235	1045	11565	3101

Les modules sont différents entre les tests, alors que cette donnée est sensée être unique pour un échantillon donné. Les dimensions des éprouvettes et les méthodes de mesure n'étant pas les mêmes, cela instaure nécessairement des imprécisions. De même, il est connu que les modules de flexion dynamiques sont plus élevés que les modules statiques, bien que ceux-ci soient fortement corrélés ^[175].

En revanche, les conséquences sur le module de rupture sont plus marquées, particulièrement en flexion. Ainsi, si les modules moyens obtenus en compression sont statistiquement supérieurs après traitement ($p = 0,043$), le traitement ASABu entraîne une chute significative du module de rupture en flexion 3 points (cf. Fig. 49).

^{*} Les calculs d'augmentation de densité correspondent à la moyenne des augmentations constatées pour chaque échantillon et non pas à l'augmentation des densités moyennes calculées.

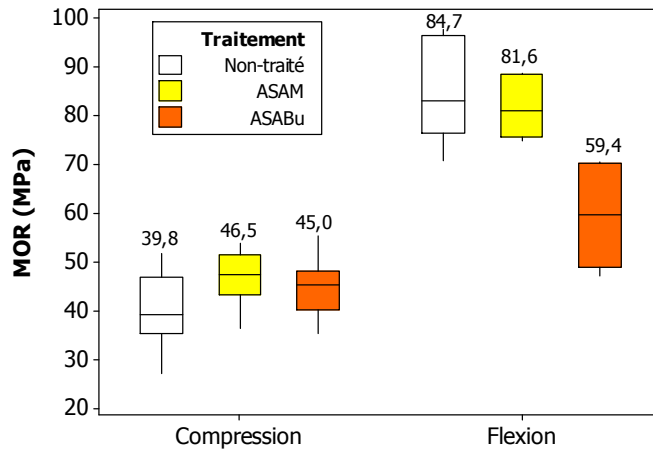


Figure 49 – Modules de ruptures avec moyennes calculées

2.3.2. Homogénéité des propriétés entre deux extrémités

Pour s'assurer que les résultats sont comparables d'une extrémité à l'autre, quelques éprouvettes de 60 mm de long, provenant du même échantillon initial de 160 mm, sont testées en compression. Il apparaît que les contraintes sont équivalentes, d'après une régression linéaire bien ajustée ($R^2 = 0,91$) et une équation proche de $y = x$.

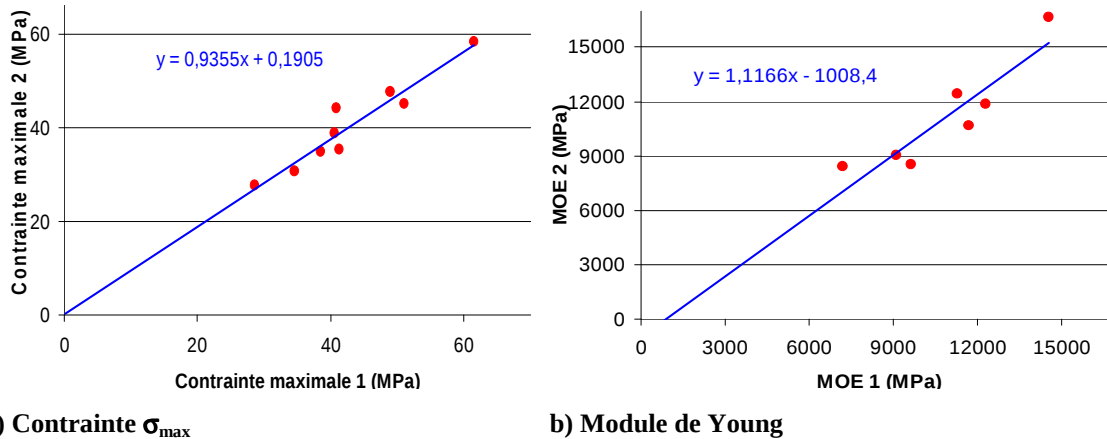


Figure 50 – Homogénéité des propriétés mécaniques de compression

Sur le module élastique, la relation linéaire est moins proche de l'égalité, bien qu'elle tende à s'en approcher. Cependant, comme l'ajustement est moins adapté ($R^2 = 0,83$), il n'est pas possible d'affirmer l'égalité des modules. Ainsi, un test de Student permet de comparer les moyennes des deux modules. Malgré le faible nombre de points, la normalité de la distribution est vérifiée, et permet ainsi l'utilisation de ce test. Le test statistique indique une valeur de $p = 0,855$ (au seuil $\alpha = 5\%$), ce qui permet de confirmer l'égalité des moyennes.

Les modules, tout comme les contraintes sont donc jugés équivalents, sur l'une et l'autre des extrémités de l'éprouvette initiale de 160 mm de long.

2.3.3. Comportement à la diffusion

Mis en contact avec un milieu aqueux, les produits résistent bien à la diffusion. Lors de la mesure de la perte de masse suite à 8 semaines de contact, c'est une légère augmentation de la masse qui est constatée, alors que les échantillons non traités ont une masse qui diminue.

Tableau XIV – Effet de la diffusion de produit sur les propriétés physiques du bois

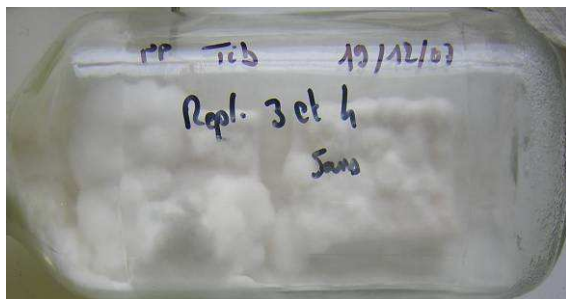
Traitement	Masse (g)				MOE (MPa)				σ_{max} (MPa)			
	Avant diffusion		Après diffusion		Avant diffusion		Après diffusion		Avant diffusion		Après diffusion	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
Non-traité	13,97	0,48	13,42	0,51	15679	2677	15360	2149	47,3	4,5	39,7	2,1
ASAM	16,91	1,13	17,02	1,14	14509	2790	14193	2290	48,9	3,2	46,9	1,7
ASABu	19,58	1,05	19,61	0,98	13195	2943	12267	1681	48,1	5,0	50,9	4,9

Pour tous les échantillons testés, il n'y a donc aucune diffusion de produit dans le milieu. Alors que la perte de masse des échantillons non-traités est en moyenne de 3,9%, l'augmentation de masse est pour l'ASAM et l'ASABu de 0,7% et de 0,2% respectivement. Cela explique pourquoi la résistance en compression reste statistiquement équivalente, voire légèrement supérieure, même après cet essai de diffusion. Il est donc possible de déterminer l'influence réelle d'une pourriture sur ce traitement et les propriétés résultantes.

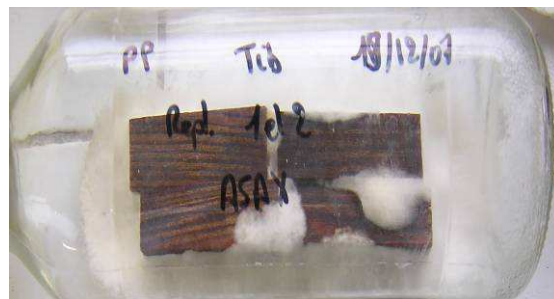
2.3.4. Efficacité antifongique

Après correction de la perte de masse due à la diffusion, les résultats montrent que les traitements sont efficaces. Ainsi, les échantillons non-traités accusent une perte de masse de 14,4%, alors que le traitement ASAM révèle une perte de masse bien inférieure (1%), tout comme l'ASABu (0,9%), après 8 semaines de dégradation.

De même, le recouvrement fongique est visuellement moins important que pour les échantillons témoins non-traités (cf. Fig. 51).



a) Echantillons non-traités



b) Echantillons traités à l'ASABu

Figure 51 – Recouvrement fongique après 8 semaines d'inoculation

Concernant la mécanique, la figure 52 répertorie les valeurs moyennes des modules calculés avant et après dégradation pour chaque traitement :

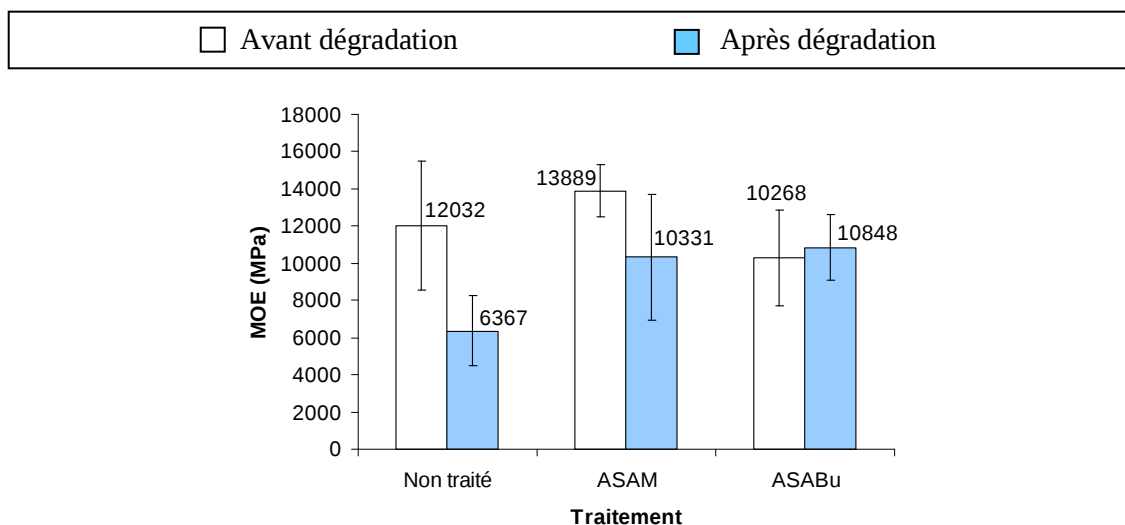


Figure 52 – Propriétés mécaniques en compression axiale

Il n'apparaît aucune différence significative concernant la contrainte maximale, lorsque le bois est traité. Les conséquences sur le MOE sont également limitées, contrairement aux bois non-traités qui subissent une perte mécanique forte.

2.4. Discussion

Les traitements appliqués apparaissent très efficaces, puisqu'ils protègent tout d'abord le matériau des attaques fongiques. C'est du moins ce qui est observé par la mesure de la perte de masse et de la résistance en compression. Ces pertes de masse sont au plus de 1%, ce qui est négligeable après 8 semaines de test, en comparaison des quelques 14% pour les bois non-traités. De même, le test mécanique confirme qu'il n'y a pas de dégradation, puisqu'aucune baisse significative du module de rupture n'est constatée. Seul le MOE diminue, lorsque le bois est traité à l'ASAM, et semble plus sensible que le MOR à la pourriture.

Cette résistance montre que les hémicelluloses ne sont pas touchées durant ces 8 premières semaines, alors que ce sont les cibles privilégiées des pourritures brunes. Le matériau est rendu imputrescible, car la modification des éléments les rend inattaquables par les pourritures. Si ces individus ne meurent pas à cause du produit, c'est le manque de nourriture qui explique la protection du bois. De même, il est probable que le comportement hygroscopique soit influencé par ces traitements ; si la reprise en eau est limitée, de par la modification de la paroi cellulaire sur les groupes hydroxyles, il est tout aussi possible que la cinétique de sorption/désorption soit ralentie. La pénétration de l'eau dans le bois est ralentie par la présence des huiles hydrophobes, ce qui limite longtemps la teneur en eau en-dessous des 20% nécessaires à l'initiation de l'attaque.

Par ailleurs, ces produits ne diffusent pas à travers un milieu aqueux, puisqu'aucune perte de masse conséquente n'a été observée. C'est même un gain de masse léger qui est constaté. Certaines molécules d'eau arrivent probablement à se lier malgré l'huile, mais, lorsque le bois est séché à conditions ambiantes, la libération de cette eau est beaucoup plus difficile, de par le changement de cinétique. A l'inverse, les bois non-traités subissent une perte de masse de l'ordre de 4%. Les échantillons étant prélevés dans l'aubier, il reste probablement des substances nutritives dans les trachéides, facilement lessivables. De même, comme aucune extraction n'a été pratiquée au préalable, les extraits comme la résine peuvent être diffusés au contact du milieu gélifié. Bien que ces éléments ne jouent aucun rôle mécanique *a priori*, la perte de masse et donc de densité explique la baisse du module de rupture, constatée uniquement pour les éprouvettes non traitées.

Cet effet négligeable de diffusion laisse à penser que ce traitement résiste bien au lessivage, bien que des essais soient nécessaires pour le confirmer. En tout cas, l'absence d'effets explique la stabilité globale des propriétés mécaniques, avant et après diffusion.

Le traitement a même un effet positif sur la résistance mécanique du bois, en raison d'une densification du bois. Sur la méthode, la flexion dynamique donne des modules élastiques plus élevés que ceux mesurés en flexion 3 points, conformément à la littérature ^[174]. Malgré cela, l'imprégnation n'engendre aucune baisse significative de ces modules, que ce soit en flexion ou en compression.

L'augmentation est même parfois légère, mais, le but premier d'une imprégnation n'étant pas l'amélioration de la résistance, ces produits apparaissent comme idéaux. A performances égales, le protocole appliqué à l'ASAM est le plus efficace, puisqu'il y a moins de produits imprégné : la rétention est environ deux fois moindre qu'avec l'ASABu. De même, aucun chauffage n'a été envisagé durant l'imprégnation et le temps de traitement a été réduit. Ceci implique un gain de temps, une réduction de la consommation en énergie et en huile, et donc inévitablement un gain économique et écologique. A ce stade de l'étude, ce protocole est suffisant pour obtenir un produit durable.

De même, le protocole ASABu a révélé une faille lors de la mesure des modules de rupture en flexion. Aucune conséquence n'est visible avec le test de compression car il teste le matériau dans son intégralité, et ne peut montrer des fragilités ponctuelles. En revanche, la diminution du MOR en flexion est flagrante avec ce traitement spécifique.

Bien plus que le produit, c'est la température de traitement qui peut expliquer ce phénomène. C'est en effet le seul protocole où un chauffage a été envisagé, faisant grimper la température à 140°C. Bien qu'elle reste en deçà des températures de traitements thermiques, la présence d'huile chauffée peut expliquer cette altération soudaine.

III. Les traitements thermiques

Bien loin du potentiel calorifique du bois lorsqu'il est brûlé, le fait de le chauffer à de basses températures offre des propriétés intéressantes, en termes de préservation et de stabilité dimensionnelle. Mais la chute des propriétés mécaniques fragilise le matériau, et justifie la recherche de nouveaux procédés.

C'est pourquoi, après une brève étude chimique sur le bois traité-thermiquement, expliquant les propriétés résultantes, c'est le traitement sous-vide qui sera pleinement abordé. Cette méthode originale permet d'ôter l'oxygène néfaste à la réticulation, empêchant également tout risque d'incendie. Enfin, la dégradation est plus rapide, ce qui peut représenter un intérêt à la fois écologique et économique ^[234].

3.1. Les effets sur la chimie du bois

Si autant de modifications physiques et biologiques font de ce bois traité un matériau unique, c'est avant tout parce que la paroi cellulaire est profondément restructurée. La compréhension de ces phénomènes est nécessaire à l'explication des conséquences observées. Cette étude vise donc à doser les différents éléments constitutifs de la paroi, avant et après dégradation, et de comparer les résultats entre plusieurs essences.

3.1.1. Protocole de dosage de l'alpha-cellulose, hémicelluloses et lignine

3.1.1.1. Etapes préparatoires

Pour cela, ce sont des éprouvettes traitées au préalable par le Dr. Philippe Woessner qui seront analysées. Ces échantillons proviennent de 4 essences que sont : le Pin maritime, l'épicéa, l'eucalyptus et le hêtre. Les températures de traitement sont de 220 et 240°C, sous une atmosphère de vapeur d'eau. Seul le pin maritime a uniquement été traité à 240°C. En comptant les éprouvettes témoins, non traitées, cela représente donc 11 échantillons à analyser.

Les essais mécaniques qu'ils ont subis ^[292] n'ont pas d'influence sur la composition chimique ; c'est pourquoi ces éprouvettes peuvent être réutilisées pour ces expérimentations.

L'étude se faisant sur de la sciure, le broyage est la première étape. Un broyeur Wiley muni d'un tamis de maille n° 40 est utilisé. 5 grammes de sciure sont ainsi récoltés par échantillon. L'extraction est ensuite nécessaire pour déterminer par pesée la quantité d'extraits dans le bois, après stabilisation à 20°C et 65% d'humidité. Cet étape se divise en deux cycles de 8 heures, avec pour solvant l'acétone. La sciure est déposée dans une cartouche adaptée, avant introduction dans le soxhlet. Le reste du protocole est similaire à celui du paragraphe 4.3.3. du

chapitre 2. Les sciures ainsi extraites sont reconditionnées dans l'enceinte climatique, pour stabilisation.

3.1.1.2. *Dosage et distinction des polysaccharides*

Le dosage des sucres se fait en deux étapes : si la destruction de la lignine constitue la première d'entre elles, il est possible de distinguer par la suite les hémicelluloses de l'alpha-cellulose.

Pour ne garder que l'holocellulose, un prélèvement de 2 g de sciure est mis en contact avec 80 ml d'acétate de sodium CH_3COONa dans un ballon à fond plat. Un prélèvement autre permet de déterminer la teneur en eau (ou siccité) de cette sciure, afin de calculer la masse anhydre initiale dans le ballon. Après ajout de 2 ml de chlorite de sodium NaClO_2 , le tout est mis au bain-marie à 76°C. Cet ajout de chlorite est répété toutes les heures, pendant 5 heures. Suite à cela, la sciure est devenue blanche au fond du ballon, ne révélant que les constituants holocellulosiques. Le tout est filtré sur un creuset fritté n°2 (porosité comprise entre 40 et 100 μm), préalablement séché à 103°C et pesé, rincé à l'eau distillée et acétone, puis laissé à l'air libre pour stabilisation^(*). Ce creuset est de nouveau pesé tandis que la siccité est déterminée sur un prélèvement d'holocellulose. Par différence de masses et correction avec la siccité, c'est la quantité d'holocellulose anhydre qui est calculée et comparée avec la masse initiale de sciure, pour en déterminer la proportion.

A partir de ce même échantillon de polysaccharides purs, il est possible de distinguer la quantité d'hémicelluloses de celle d' α -cellulose. Cette dernière, insoluble dans la soude, est principalement composée des sucres au degré de polymérisation le plus élevé. Au contraire, la β -cellulose est composée de chaînes moins longues, subissant une dégradation dans la soude, tout comme les hémicelluloses (parfois appelées γ -cellulose) ^[96]. Cette distinction entre celluloses α , β et γ s'appelle la classification de Cross et Bevan ^[160]. Ainsi, un protocole précis préconise l'ajout de soude diluée à 17,5%, avant de filtrer et de rincer le tout sur un creuset fritté n°2. Après étuvage, la quantité d' α -cellulose est obtenue. Le ratio par rapport à la masse initiale donne la proportion d' α -cellulose et par différence, celle des hémicelluloses.

3.1.1.3. *Dosage de la lignine de Klason*

Concernant la lignine, c'est de l'acide sulfurique H_2SO_4 à 72% qui est utilisé sur 1 g de sciure extraite, afin d'hydrolyser les sucres. Ce mode d'obtention définit la lignine de Klason,

^{*} L'étuvage à 103°C n'est pas préconisé lorsque l'on souhaite distinguer les hémicelluloses de l'alpha-cellulose à partir du même échantillon.

dont une part peut être dissoute dans l'acide, sous certaines conditions. Cependant, pour des bois peu denses (ce qui est le cas des résineux et des bois traités thermiquement en général), cette part est jugée négligeable ^[160].

Ainsi, dans un bécher, la solution acide est laissée 2 heures, avant de coupler avec de l'eau distillée dans un erlenmeyer et de chauffer à ébullition pendant 4 heures. S'en suit une filtration sur un creuset fritté n°4 (porosité comprise entre 10 et 16 μm) puis un rinçage. Après étuvage, les creusets sont de nouveau pesés pour déterminer la proportion de lignine de Klason.



a) Holocellulose



b) Lignine de Klason

Figure 53 – Détermination des constituants du bois sur creusets frittés

3.1.2. Résultats et discussion

Conformément à l'étude d'Inari *et al.* (2007) ^[122], le taux d'holocellulose du hêtre avant dégradation est de 76% et tombe à 58% après un traitement à 220°C. Le traitement thermique a aussi pour effet d'augmenter le taux de lignine, quelle que soit l'essence. Plus le traitement est sévère et plus cette proportion augmente (cf. Fig. 54).

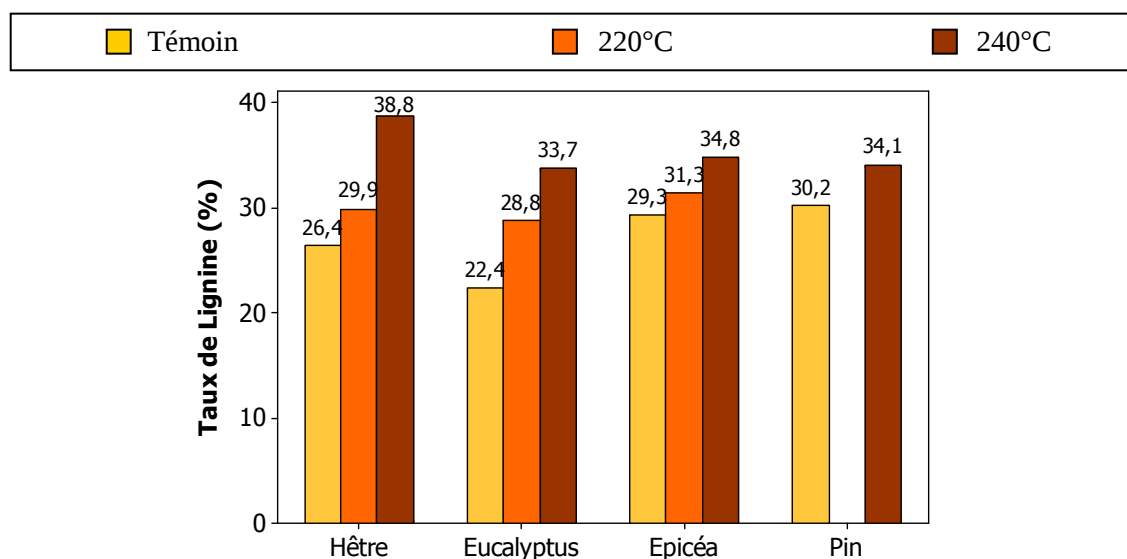


Figure 54 – Evolution du taux de lignine selon l'essence

Il ne faut cependant pas conclure à la formation de lignine : le traitement a un impact direct sur les sucres, qui, une fois dégradés, font augmenter la part relative de la lignine dans la sciure traitée. Ainsi, la répartition des constituants de l'eucalyptus est donnée par la figure 55, essence la plus représentative de ce qui se passe au cours du traitement.

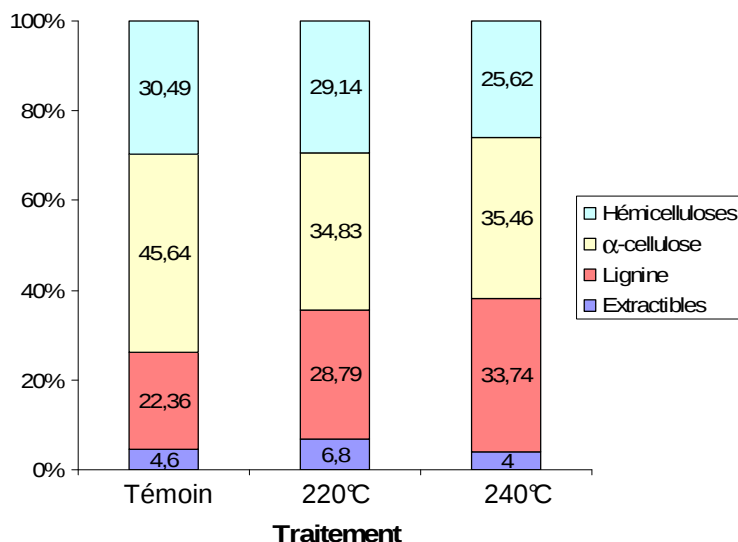


Figure 55 – Proportions des constituants chimiques de l'eucalyptus

Le taux d'holocellulose (turquoise+beige) diminue bel et bien, au profit de la lignine. L'α-cellulose, bien que plus stable que les hémicelluloses, n'est pas épargnée par le traitement. L'explication vient du protocole et est donnée par Saka et Matsumara (2003) ^[240]. En effet, traiter une sciure à la soude à 17,5% permet d'obtenir l'α-cellulose mais aussi quelques chaînes courtes. Ainsi, les taux obtenus pour les échantillons témoins sont des taux surestimés d'α-cellulose. Cependant, ces chaînes courtes, elles, sont dégradées par le traitement thermique, comme le sont les hémicelluloses. La différence du taux d'α-cellulose avant et après traitement est à attribuer à ces chaînes courtes qui disparaissent du bois. Pour l'eucalyptus, il est ainsi possible de dire qu'il y a environ 35% d'α-cellulose pure, taux qui ne varie pas entre 220 et 240°C, en raison de la stabilité thermique de cette molécule. Pour obtenir un taux exact d'α-cellulose, il faut utiliser de la soude moins concentrée (8%) ^[160], car, malgré une soude plus diluée, le comportement de la cellulose au gonflement n'est pas le même, et les chaînes courtes sont cette fois-ci dissoutes ^[1].

Les hémicelluloses, elles, sont également dégradées par le traitement thermique. Plus la température augmente et plus leur quantité diminue. Il est plus vraisemblable que cette diminution soit à attribuer aux hémicelluloses, plus qu'à la β-cellulose. Il n'est cependant pas possible de distinguer les deux avec le protocole utilisé. Ceci confirme une sensibilité accrue lors d'un traitement thermique, et traduit une dépolymérisation, puis une dégradation de ces chaînes hémicellulosiques.

Ces phénomènes combinés expliquent que le taux d'extractibles augmente puis diminue. Il faut comprendre ici par « extractibles », les substances qui sont lessivées lors de l'extraction. Ainsi, des chaînes rompues par le traitement thermique sont fragilisées et évacuées lors de l'extraction, ce qui explique une augmentation de la quantité de substances extraites à 220°C. Cependant, à des températures plus élevées, certains de ces produits disparaissent, en raison d'une décomposition, ce qui fait baisser ce taux. Des résultats équivalents ont été trouvés par Hakkou *et al.* (2006) ^[111], qui montre une augmentation accrue d'extraits dès 200°C, puis une diminution à partir de 240°C.

Les taux montrent cependant une imprécision car leur total pour une essence et un traitement donné n'est jamais exactement égal à 100%. Il ne faut pas omettre que les taux de cellulose et de lignine sont sous-estimés, car représentent respectivement l' α -cellulose et la lignine de Klason, qui peut être partiellement dissoute. De même, les taux d'hémicelluloses sont surestimés car ils incluent la part de β -cellulose.

Ces résultats montrent cependant les effets conséquents du traitement thermique sur la composition chimique du bois, qui sont à l'origine de nombreux désagréments, notamment mécaniques.

3.2. L'originalité de traiter sous-vide

3.2.1. Intérêts et matériel utilisé

Le traitement sous vide permet d'ôter l'air (et donc son oxygène) afin de limiter les conséquences néfastes du traitement thermique. De même, cette technique évite tout risque de feu, et réduit les temps de traitements. La dégradation du bois est en effet plus rapide, bien que jugée moins sévère qu'avec d'autres traitements, d'où l'intérêt de l'étudier ^[75].

En l'absence d'air, l'élévation de la température dans le bois ne se fait pas par convection, mais bien par conduction, d'où la nécessité de disposer les éprouvettes sur des plaques métalliques.

Un four du modèle « France Etuve XF 240 » est relié à une pompe de type « Welch 2585 C », permettant d'atteindre de basses pressions. Le comportement de ce four a déjà été étudié ^[257], et il en ressort que la température affichée par le four correspond à la température de traitement de bois mis au fond du four. C'est donc spécifiquement dans cette zone que les éprouvettes sont disposées, pour contrôler l'hétérogénéité interne de températures. Afin de s'assurer que la température est correcte, 8 thermocouples sont répartis à proximité des éprouvettes pour obtenir une valeur moyenne et la comparer ainsi avec celle indiquée par le four.

3.2.2. La préparation du bois

S'agissant d'un traitement de préservation, les bois d'aubier sont préférés pour pouvoir tester par après la durabilité. De même, seul le pin maritime est étudié, pour les raisons évoquées précédemment.

Les éprouvettes quelles qu'elles soient sont choisies voisines, pour limiter l'effet de la variabilité. Cependant, plusieurs blocs de bois sont sélectionnés (sans défauts) et constituent les différents répliquas utilisés pour chaque test.

Après usinage, les bois sont étuvés à 60°C, afin d'atteindre une masse sèche. Si la masse anhydre n'est pas obtenue, c'est pour ne pas influencer le matériau avant traitement. Une température de 103°C dégrade quelques composants du bois, dont seul le traitement thermique doit être responsable pour cette étude. Cet étuvage à 103°C est tout de même effectué à la fin de tous les tests, pour pouvoir appliquer la correction montrée par l'équation 6 et déterminer ainsi les pertes de masse.

De même, comme l'hygroscopie est modifiée par le traitement, la stabilisation à 20°C et 65% d'humidité n'est pas judicieuse, car des écarts importants de teneurs en eau sont à prévoir. Faire des mesures à l'état sec permet de limiter ces écarts, et donc leurs influences sur les propriétés mesurées. Une fois étuvées, les éprouvettes sont pesées, dimensionnées et leur module élastique est déterminé par analyse vibratoire avant de subir le traitement thermique.

3.2.3. Les traitements envisagés

Afin d'initier la recherche sur ces traitements sous vide, seul l'effet de la température finale est étudié. Pour cela, 6 traitements sont envisagés aux températures suivantes : 140 ; 160 ; 180 ; 200 ; 230 et 260°C. En revanche, la pression est fixée à 120 mbars (considérée comme le vide) et le cycle, inspiré de l'article de Metsä-Kortelainen *et al.* (2006) ^[184], est répété conformément aux étapes suivantes :

✓ Séchage : Après une descente en pression, la température monte jusqu'à 100°C à une vitesse de 4°C.min⁻¹ ; le bois est laissé à cette température pendant 1 heure, afin d'ôter toute l'eau liée aux parois cellulaires ;

✓ Chauffage : S'en suit une montée jusqu'à température finale (selon la même vitesse que précédemment), qui est maintenue ensuite pendant 4 heures ;

✓ Refroidissement : La descente en température se fait progressivement, pendant environ 18 heures, jusqu'à retour à température ambiante. La pression redevient atmosphérique

(1013 mbars) lorsque la température est suffisamment basse pour éviter toute nouvelle modification du matériau.

Les données de pression, température du four et celle des thermocouples sont enregistrées par un programme Labview®, à un intervalle de mesure de 30 secondes (cf. Annexe 7). S'il existe un écart entre la température du four et la valeur moyenne des thermocouples, la température finale correspond à la moyenne même de ces deux valeurs.

A l'issue du traitement, le bois est récupéré puis étuvé à 60°C pour stabilisation, ce qui permet de déterminer la perte de matière due au traitement. C'est aussi à cette température que sont entrepris les essais complémentaires.

3.2.4. Les tests de caractérisation du bois torréfié

3.2.4.1. Résistance à la flexion

Protocole

Comme dans le paragraphe 2.2.2.1. de ce chapitre, l'analyse vibratoire se révèle très utile pour caractériser le matériau, avant et après traitement thermique. La seule différence est que ces essais se font à l'état sec du bois (après étuvage à 60°C), mais sont répétés sur des mêmes échantillons, avant et après leur traitement. La variation du module élastique calculé par la formule de Bernoulli est donc uniquement imputable au traitement thermique.

Les éprouvettes utilisées sont également les mêmes que précédemment. Leurs dimensions sont de 160x20x20 mm³, et 6 éprouvettes sont testées par traitement.

En complément de l'analyse vibratoire, la flexion statique 3 points est appliquée sur ces mêmes éprouvettes, afin de déterminer le module de Young mais aussi et surtout le module de rupture. C'est en effet cette propriété qui est la plus sensible au traitement thermique.

Le même protocole est utilisé dans le paragraphe 2.2.2.1., excepté la longueur entre appuis, réduite ici à 128 mm.

Résultats

L'analyse vibratoire montre un module élastique moyen avant traitement de 10931 MPa, ce qui est conforme à des valeurs d'aulxier de Pin maritime, pour un écart-type de 1690 MPa. Le test de Tukey (avec $\alpha = 5\%$) prouve que ce module moyen initial est équivalent

entre les lots d'éprouvettes ($p = 0,68$), ce qui confirme la justesse de l'échantillonnage. Après traitement, les valeurs moyennes de MOE sont montrées par la figure 56.

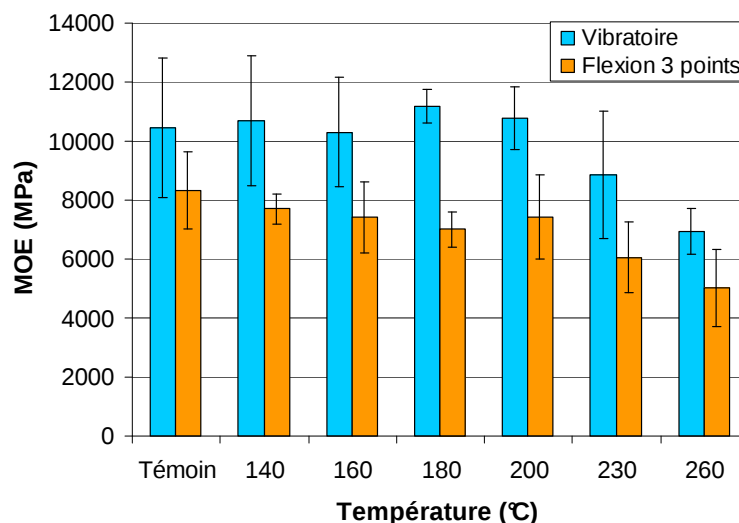


Figure 56 – Modules élastiques moyens après traitement

Les modules de Young calculés deviennent plus faibles à partir de 230°C, quelle que soit la technique utilisée. L'analyse vibratoire permet de chiffrer la perte du MOE, qui est de 16,2% après un traitement à 230°C et de 37,3% après un traitement à 260°C. Ce dernier écart est même le seul à être significatif. Ce module mesuré en flexion 3 points est également statistiquement plus faible dès 230°C, d'après le test de Dunnett. En effet, si le module moyen des éprouvettes non traitées est de 8335 MPa, il y a une diminution de 27,4% et de 39,7% après des traitements à 230 et 260°C respectivement.

Concernant le module de rupture, la même observation peut être faite (cf. Fig. 57). C'est également à partir de 230°C que les effets du traitement deviennent significatifs ; en comparaison avec le MOR moyen des éprouvettes témoins, calculé à 113 MPa, la chute du module de rupture est de 42,7% et 65,5% à 230 et 260°C respectivement.

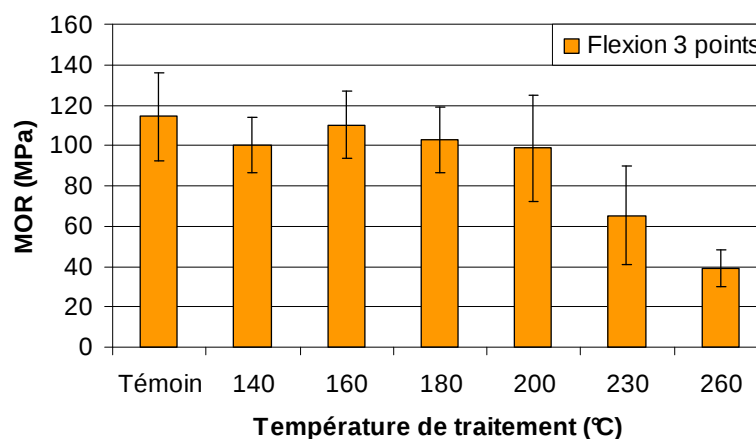


Figure 57 – Module de rupture moyen après traitement

Le MOR apparaît donc bien plus sensible que le MOE, après traitement thermique. Quel que soit le critère mesuré, le traitement a une influence significative sur la résistance mécanique, dès lors que la température atteint 230°C. Cela s'explique par une perte de masse imputé par le traitement, qui devient franche à partir de cette température (cf. Tab. XV) :

Tableau XV – Perte de masse due au traitement thermique

Température de traitement (°C)	Perte de masse (%)	
	Moyenne	Ecart-type
140	1,6	1,3
160	0,7	0,1
180	1,5	0,3
200	2,6	0,3
230	9,9	1,5
260	20,7	2,5

La corrélation entre cette perte de masse et les données mécaniques est même forte, avec un coefficient de Pearson égal à -0,69 et -0,84 avec le module élastique statique et le module de rupture respectivement. La figure 58 relie les données pour chaque éprouvette :

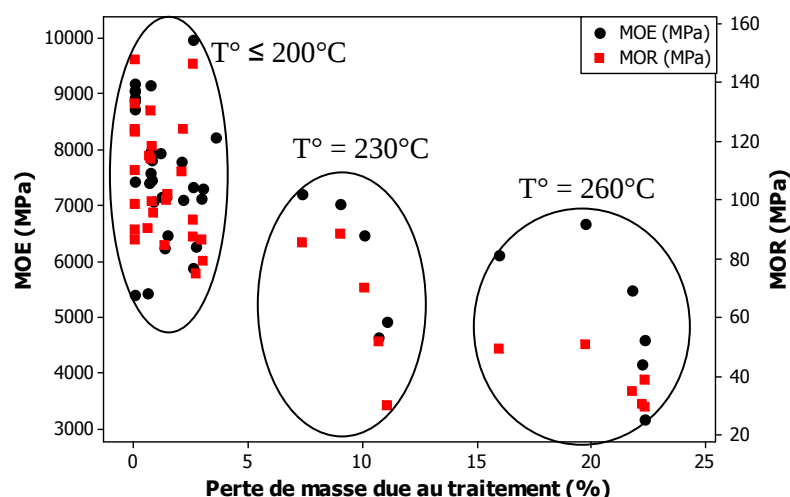


Figure 58 – Relation entre perte de masse et données mécaniques

Ces éprouvettes de flexion, après avoir révélé les conséquences mécaniques, vont aussi apporter des données concernant le comportement hygroscopique du matériau après traitement.

3.2.4.2. Stabilité dimensionnelle

● Cycle de mesure

Suite à ces essais de flexion statique, les poutres sont recoupées, pour former une éprouvette de 50x20x20 mm³. Dans de nombreux cas, le test destructif de flexion n'a pas initié de fissure longitudinalement, ce qui permet la réutilisation de ces éprouvettes.

Pour mesurer cette stabilité dimensionnelle, c'est la mesure du volume qui prévaut avant tout. Pour cela, un pied à coulisse digital permet une mesure au centième de millimètre près. De même, la répétabilité est assurée par trois mesures dans chaque direction, pour limiter l'erreur. La masse est également mesurée. Ces données sont récoltées pour chacune des étapes suivantes :

✓ Etuvage à 103°C : Permet de déterminer le volume et la densité anhydre, après 1 journée de stabilisation puis passage au dessicateur. La teneur en eau du bois laissé à 60°C est aussi déterminée avec précision pour chaque traitement, ce qui permet d'appliquer les corrections nécessaires aux pertes de masse calculées pour l'étude ;

✓ Immersion : Laissés dans l'eau distillée pendant 3 jours, les échantillons sont ensuite pesés pour déterminer la teneur en eau atteinte, et vérifier qu'elle est supérieure au point de saturation des fibres, pour que le gonflement soit intégral ;

✓ Etuvage à 103°C : Vérification de la masse et du volume anhydre.

Ce cycle est répété trois fois avec les mêmes éprouvettes, pour vérifier à nouveau l'erreur due à la répétabilité.

Le gonflement (noté S pour *Swelling*) est ensuite calculé pour chaque éprouvette, comme le veut l'équation 14 :

$$S = \frac{V_h - V_a}{V_a} \times 100 \quad (14)$$

Avec V_h , le volume humide après immersion ; V_a , le volume anhydre aussi en mm^3 .

Par ailleurs, un critère tout aussi intéressant est calculé pour caractériser la stabilité dimensionnelle : il s'agit du coefficient anti-gonflement (ou ASE pour *Anti Swelling Efficiency*) (cf. Eq. 15).

$$ASE = \frac{S_{nt} - S_t}{S_{nt}} \times 100 \quad (15)$$

Avec S_{nt} , le gonflement moyen des bois non traités en % ; S_t , le gonflement de l'éprouvette traitée en %.

Comme le gonflement des bois traités est supposé inférieur à celui des bois non traités, ce coefficient est normalement positif et compris entre 0 et 100. Si sa valeur est nulle, c'est qu'il n'y a aucune amélioration de la stabilité, alors que plus la valeur est élevée et plus le traitement est efficace pour limiter le gonflement du bois.

● Résultats

L'effet du traitement sur le gonflement est vérifié, à condition que la température excède 140°C (cf. Tab. XVI).

Tableau XVI – Comportement hygroscopique du bois thermo-traité

Température de traitement (°C)	ASE (%)		H% après immersion		H% _{eq} 60°C		H% _{eq} 20°C	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
Témoin			75,9	4,2	1,3	0,07	13,0	0,16
140	-2,2	3,2	66,0	1,5	1,0	0,05	13,3	0,14
160	9,2	6,9	64,6	2,3	0,8	0,07	13,0	0,16
180	7,1	3,9	62,8	2,4	0,7	0,04	12,4	0,16
200	13,4	1,8	64,7	1,0	0,6	0,04	11,2	0,25
230	33,9	6,9	65,8	6,5	0,5	0,03	9,0	0,39
260	46,4	14,2	54,5	1,4	0,3	0,10	7,9	0,23

Ainsi, un ASE négatif indique un gonflement supérieur à celui des bois témoins. Mais, la valeur n'est pas significative, indiquant que le traitement à 140°C n'est pas assez sévère pour espérer modifier la stabilité du matériau.

Des différences significatives sont obtenues après un traitement à 230 et 260°C uniquement (d'après le test de Tukey). La limite de température au-dessus de laquelle la modification du matériau est franche est la même que celle constatée lors des mesures mécaniques. Là encore, la perte de masse due au traitement explique ce changement soudain observé dès 230°C. La corrélation entre cette donnée et l'ASE est d'ailleurs très élevée (coefficient de Pearson = 0,923).

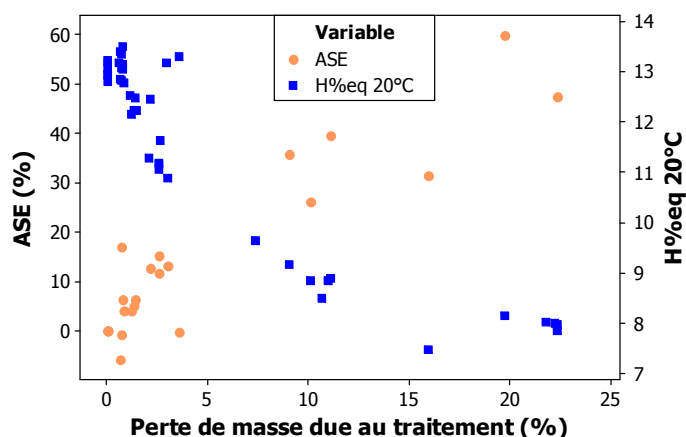


Figure 59 – Relation perte de masse-comportement hygroscopique du bois

La figure 59 montre que l'humidité d'équilibre $H\%_{eq}$ est également fortement influencée par le traitement et la perte de masse inculquée au bois. Que ce soit à 20°C ou à 60°C, le bois n'adsorbe pas autant d'eau sur ses parois, et cette capacité est d'autant plus réduite que la température de traitement est élevée. Après immersion dans l'eau distillée, l'humidité atteinte est significativement inférieure pour les bois traités que pour les témoins. Si cette valeur moyenne reste stable pour la plupart des traitements, il y a une diminution de cette teneur en eau pour les éprouvettes traitées à 260°C.

3.2.4.3. Durabilité face aux termites

🌿 Protocole

Enfin, si le traitement thermique est généralement durable face aux souches fongiques, la résistance face aux termites est loin d'être une vérité générale. Le traitement sous vide est peut-être une alternative efficace pour rendre le bois durable.

C'est pourquoi des essais ont été conduits selon la norme NF EN 117 (2005) ^[8]. Des éprouvettes d'aulxier, de dimensions 50x25x15 mm³ (LxRxT) sont traitées sous vide, étuvées à 60°C avant de tester leur résistance face aux termites européens *Reticulitermes santonensis* (Feytaud). Ces termites, gentiment fournis par le CIRAD de Montpellier, proviennent de l'île d'Oléron.

Pour chaque éprouvette, un bocal est préparé, dans lequel se trouve du sable de Fontainebleau humide sur une hauteur de 4 à 6 cm. Un anneau de verre est disposé sur ce sable et contre la paroi, pour supporter l'échantillon de bois. De même, un léger morceau de bois provenant de l'élevage de termites est mis au fond du bocal. Sont alors rajoutés 250 ouvriers, reconnaissables à leur abdomen noir, ainsi que 3 nymphes et 3 soldats. Après trois jours

d'acclimatation à ce milieu, dans une enceinte climatique à 26°C et 70% d'humidité relative, les éprouvettes sont disposées sur le verre (cf. Fig. 60). Le bocal est refermé par un grillage, puis mis dans la même enceinte pendant 8 semaines.



Figure 60 – Test de durabilité face aux termites

Un relevé hebdomadaire est effectué pour décrire l'activité des termites, observer l'apparition de cavités dans le bois, et réhumidifier le milieu si nécessaire... Au bout de 8 semaines, les éprouvettes sont ôtées, étuvées à 60°C puis à 103°C pour déterminer la perte de masse, tandis que la mortalité des termites est calculée. De même, un indice de classement visuel est attribué à chaque échantillon, sur une échelle de 0 à 4, selon son état de dégradation (0 représente aucune attaque alors que 4 correspond à une attaque sévère, selon des critères définis par la norme).

Pour chaque traitement, 3 éprouvettes ont été étudiées. En comptant les témoins, cela représente 21 bocaux à préparer.

● Résultats

Durant le test, les éprouvettes de bois torréfié ont un pouvoir attractif très important : après une semaine de test, les termites ont recouvert la surface des éprouvettes traitées à 260°C, et sont aussi présentes sur les bois non-traités. Les premières cavités sont observées dès 2 semaines de tests, quel que soit le traitement.

Au bout des 8 semaines de test, la mortalité des témoins est inférieure à 50%, condition *sine qua non* pour valider les essais. Toutes les éprouvettes ont présenté un indice visuel égal à

4, indiquant une dégradation sévère (cf. Fig. 61)^(*). C'est préférentiellement le bois de printemps qui a été dégradé, en raison de sa plus faible densité.



Figure 61 – Dégradation sévère des éprouvettes, quel que soit le traitement

Les pertes de masse calculées, comprises entre 11,5% et 14,1%, sont statistiquement équivalentes, quel que soit le traitement ($p = 0,752$ avec $\alpha = 5\%$) (cf. Fig. 62).

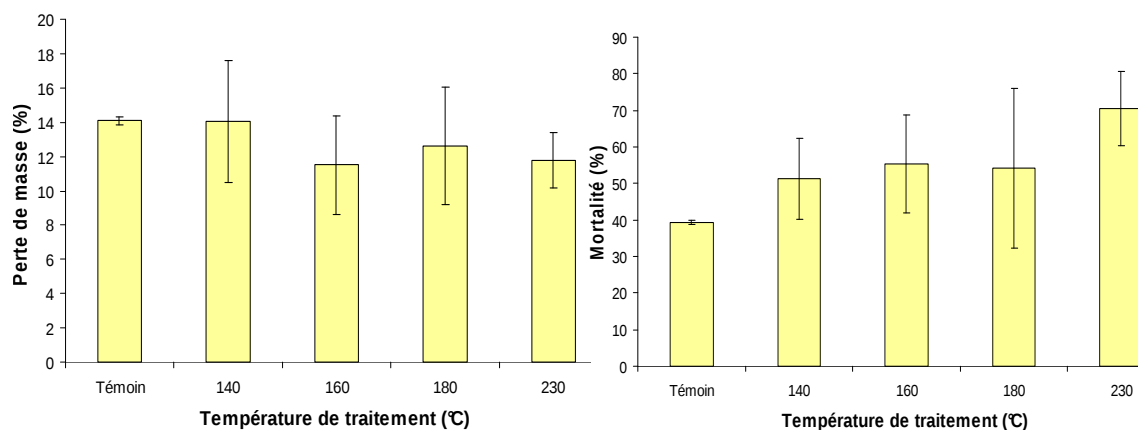


Figure 62 – Perte de masse des bois et mortalité des termites

En revanche, la mortalité indique que le traitement a un effet significatif sur les termites. Si les éprouvettes traitées en deçà de 200°C ont une mortalité avoisinant les 55%, ce qui est supérieur aux éprouvettes témoins (39,2%), elle atteint 70,4% après un traitement à 230°C. Cette différence implique une modification profonde du matériau dès cette température, engendrant peut-être l'apparition d'éléments toxiques pour les termites.

^{*} Les éprouvettes traitées à 200°C et 260°C ont présenté une mortalité totale, car elles ont été testées dans un deuxième temps. Les résultats ne sont donc pas exploités, mais ce phénomène sera expliqué dans la discussion.

3.3. Le traitement thermique est-il réellement non polluant ?

Les traitements thermiques sont préférés en raison de l'absence de produits chimiques, dont la simple évocation peut faire peur. Pour des utilisations extérieures, c'est la pollution de l'environnement qui est à éviter, tandis qu'en intérieur, c'est la santé humaine qu'il faut préserver. Cependant, l'absence de produits chimiques est-elle réellement synonyme d'un procédé non polluant ? C'est tout l'objet de cette partie qui ne fait qu'effleurer la réponse, en complétant des études précédemment menées ^[134; 176]...

3.3.1. Analyse par GC/MS des substances extraites lors du traitement

3.3.1.1. Protocole

Le traitement sous vide présente l'intérêt de récupérer les substances extraites lors du chauffage. Ces molécules sont extraites du bois, puis condensées pour être récupérées sous forme liquide dans un récipient externe au four. Seuls les traitements les plus sévères (230 et 260°C) sont étudiés car les traitements plus doux n'ont pas permis de récupérer suffisamment de liquide.

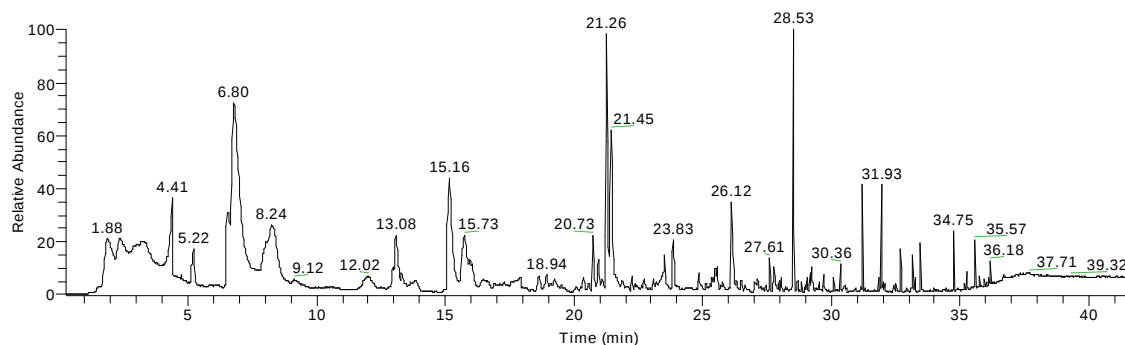
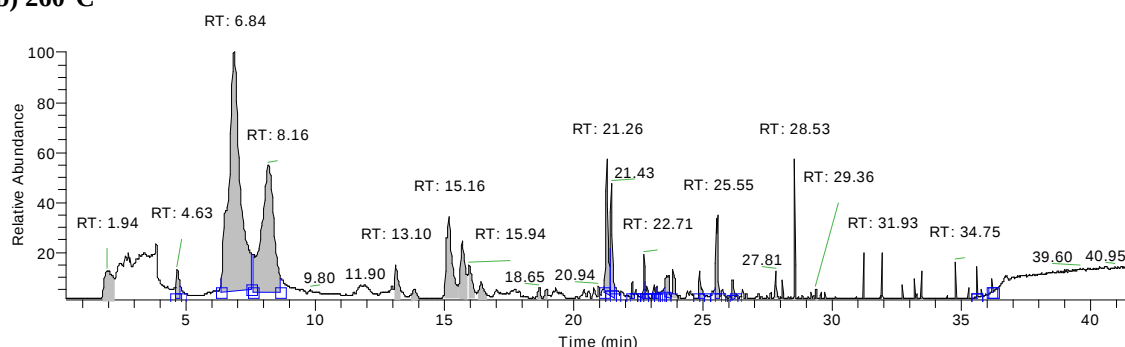
Ces liquides sont ensuite analysés par couplage GC/MS (Gas chromatography/mass spectroscopy), pour séparer, quantifier et identifier tous les constituants chimiques présents. Le protocole suit une phase solide d'extraction dynamique (SPDE) (cf. Annexe 8), amplement détaillé par Jochmann *et al.* (2007) ^[131].

3.3.1.2. Résultats

Les spectres correspondants aux deux traitements sont présentés par la figure 63. Les deux profils montrent de nombreuses similitudes, mais dans des quantités différentes.

Le pic avec le temps de rétention le plus faible correspond à l'acide acétique. Ce composé a beau être récupéré pendant le traitement, il constitue un des composés organiques volatiles les plus abondants dans le bois thermo-traité, et est à l'origine d'irritations et de troubles respiratoires ^[176]. Sa formation est causée par l'hydrolyse des groupements acétyles des hémicelluloses.

Les pics obtenus à des temps de rétention proches de 6,8 et de 15,16 min correspondent au furfural ou à ses dérivés, produits également issus de la décomposition des hémicelluloses. Ce composé aromatique est majoritaire dans la solution analysée, ce qui confirme les résultats de Manninen *et al.* (2002) ^[176] et de Boonstra et Tjeerdsma (2006) ^[32]. Il est davantage présent suite au traitement à 260°C, confirmant une dégradation accrue des hémicelluloses.

a) 230°C**b) 260°C****Figure 63 – Analyse GC/MS des substances extraites par le traitement thermique**

Au contraire, les pics à 21,26 et 21,45 min révèlent une plus grande quantité de méquinol après 230°C qu'à 260°C. Cela indique que ces produits sont sensibles à la température et sont dégradés si elle devient trop forte. Cette substance ne présente aucun risque de toxicité, vu qu'il est couramment utilisé en pharmacologie, pour contrer les problèmes de pigmentation.

De même, les derniers pics, dont celui repéré à 28,53 min caractérisent des éléments tels que le cyclohexasiloxane, utilisés dans l'industrie cosmétique.

Outre le furfural, la dégradation engendre un produit à 260°C, (temps de rétention = 25,55 min) qui est un composé phénolique. Les risques semblent être limités à l'allergie cutanée, surtout que la quantité n'est pas majoritaire.

Ainsi, le traitement en lui-même ne semble pas ou peu polluant, surtout que le vide permet de récupérer la majorité des substances qui présentent le plus de risques. Cependant, cette expérimentation ne suffit pas à prouver que le traitement est non-polluant.

3.3.2. Analyse de cycle de vie

Si le procédé n'utilise pas de produits chimiques, il peut cependant s'avérer polluant, ou du moins, trop exigeant du point de vue énergétique. Les moyens mis en œuvre pour l'élaboration de ce produit, son utilisation, ou encore sa destruction nécessitent des apports

d'énergie sûrement insoupçonnés ou bien influence l'environnement. C'est pourquoi la conclusion d'un traitement non polluant ne peut être apportée qu'après une réelle analyse de cycle de vie (ACV).

Pour faire simple, cette méthode consiste à identifier toutes les étapes de la vie du produit et/ou du procédé pour quantifier les impacts réels sur l'environnement ^[63]. Ainsi, le procédé ne semble pas polluant d'un point de vue chimique, mais nécessite un apport d'énergie non négligeable, ce qui peut s'avérer polluant.

Cette analyse requiert une méthodologie très précise et spécifique, impossible à appliquer sans formation préalable. Si elle n'a pu être étudiée dans le cadre de cette thèse, l'ACV constitue un sujet intéressant, innovant et nécessaire pour connaître l'impact réel du traitement thermique.

3.4. Discussion sur le bois traité thermiquement

Le traitement sous vide apparaît comme une alternative efficace pour traiter le bois à haute température. Il améliore la stabilité dimensionnelle dans des conditions de températures adaptées, soit, au-delà de 200°C. La température de 200°C apparaît comme une limite, au-delà de laquelle le matériau est profondément modifié, quelle que soit la propriété mesurée.

Mais ce traitement apparaît moins sévère, tout d'abord du point de vue des pertes de masse. Un traitement à 230°C entraîne une perte de masse de 9,9%, ce qui est de l'ordre des résultats trouvés sous azote (11,8% selon Metsä-Kortelainen *et al.* (2006) ^[184]).

De même, un traitement à 180°C donne un ASE de 7% alors qu'il atteint 24-25% sous azote ^[242; 255]. Cette sévérité moindre est probablement due au mode de diffusion de la chaleur, qui ne se fait non pas par convection, mais par conduction. Comme aucun corps gazeux ou liquide n'est chauffé, la dégradation au niveau des parois ligneuses est moins accentuée. Malgré cela, cette augmentation de l'indice ASE indique que les hémicelluloses sont bel et bien dégradées, ce qui est à l'origine de la perte de masse constatée. La diminution des groupes hydroxyles empêche la fixation de l'eau sur les parois, ce qui explique la moindre teneur en eau d'équilibre, la baisse du point de saturation des fibres qui est à prévoir, ainsi que la baisse du gonflement.

Si cette moindre sévérité est regrettable concernant la stabilité dimensionnelle, elle est un atout incontestable du point de vue mécanique. Les baisses de modules calculées sont inférieures à celle trouvées dans la littérature. A 180°C, le module de rupture diminue de 9,3%, alors qu'il baisse de 14,9% sur du pin sylvestre traité sous azote ^[152]. A 200°C, cette baisse est de 12,9%, alors qu'elle atteint presque le double (23,6% exactement) sous pression

atmosphérique ^[253]. La diminution constatée, aussi faible soit elle, est aussi due à la dépolymérisation des hémicelluloses, dont le rôle mécanique n'est plus à prouver. Lorsque cette dégradation est faible, les conséquences mécaniques sont acceptables, ce qui est le cas jusqu'à 200°C inclus. Ces traitements sont ainsi exempts de toute chute significative des modules mesurés, comparés aux éprouvettes témoins.

La même limite est à noter concernant la durabilité face aux termites. La mortalité est en effet statistiquement plus forte à 230°C qu'à 180°C. Si la préservation des bois n'est pas assurée pour autant, c'est parce que la cellulose est l'élément nutritif par excellence pour les termites. Or, c'est aussi un élément beaucoup plus stable que les hémicelluloses, qui, elles, sont dégradées par la température. Le bois reste donc appétant pour les insectes. De même, il est attractif, car le traitement diminue la densité. Les termites sont donc confrontés à un bois plus tendre, notamment à 230°C, ce qui explique en partie pourquoi la perte de masse est la même malgré une mortalité plus élevée, et pourquoi le bois de printemps est préféré au bois d'été. Les efforts pour dégrader le bois sont moins importants que lorsque le bois est plus dense. Il serait intéressant de réaliser des tests où les termites ont le choix de manger un bois non traité ou un bois traité à haute température, pour réellement déterminer l'effet attractif.

Par ailleurs, si les tests à 200°C et 260°C ont montré une anomalie ne pouvant permettre d'analyser les résultats, ce phénomène mérite d'être expliqué. Ces deux températures ont été testées dans un second temps, après tous les autres essais. Comme aucun produit chimique n'a été imprégné au bois, les termites vivants de la 1^{ère} campagne d'essais ont resservi pour ces éprouvettes traitées aux deux températures. Or, une mortalité totale après 3 semaines de tests laisse à penser que des éléments ingérés ont pu révéler une toxicité à plus ou moins long terme. Des études plus poussées, notamment en chimie sont à entreprendre pour confirmer ou non cette hypothèse.

Si le traitement sous vide nécessite encore une optimisation pour le rendre plus efficace, il présente des intérêts que n'ont pas les autres traitements : c'est le cas du risque d'incendie qui est atténué. C'est surtout un traitement moins sévère, qui permet d'obtenir les qualités du bois traité thermiquement, en limitant les inconvénients, notamment mécaniques. Il faut cependant avoir une température entre 200 et 230°C pour espérer améliorer la stabilité et la durabilité, tout en évitant des pertes mécaniques trop importantes, tandis que d'autres paramètres nécessitent d'être pris en compte pour améliorer le traitement. A ce sujet, au moins un brevet a déjà été déposé ^[232], et l'application industrielle est déjà existante.

IV. Les composites

Les composites sont de nouveaux matériaux qu'il est important de valoriser. Le recyclage de fibres de bois ou de sciure trouve ici tout son sens, puisqu'il est possible de les mélanger à d'autres matériaux. Les intérêts sont multiples, mais c'est particulièrement la durabilité qui peut en être améliorée.

4.1. Le Bois/Plastique

4.1.1. Protocole

Afin de tester la durabilité du bois/plastique, le même protocole que le chapitre 2, paragraphe 2.2.1. est appliqué. Le Bois/Plastique possède 58% de fibres de bois provenant d'un résineux, 32% de plastique et 10% d'additifs ^[186].

Des éprouvettes de 40x8x8 mm³ sont mises au contact de *P. placenta* et de *C. versicolor* pendant 16 semaines, avant de tester leur résistance en compression résiduelle, conformément au protocole cité ci-avant.

4.1.2. Résultats et interprétation

La présence de plastique a une influence réelle sur la durabilité du composite. Le matériau est bien moins hygroscopique que du bois, avec une teneur en eau d'équilibre à 20°C et 65% d'humidité qui atteint 3,5% en moyenne avant inoculation (avec un écart-type de 0,8%). Le matériau est en effet plus hydrophobe, ce qui explique que la teneur en eau soit bien inférieure aux 12% d'équilibre atteints par du bois massif dans ces conditions. Même en sortant les éprouvettes du milieu de culture, les teneurs en eau atteintes sont largement plus faibles que pour une essence non durable, et ces teneurs restent stables pour le Bois/Plastique, quel que soit le temps d'inoculation (cf. Fig. 64).

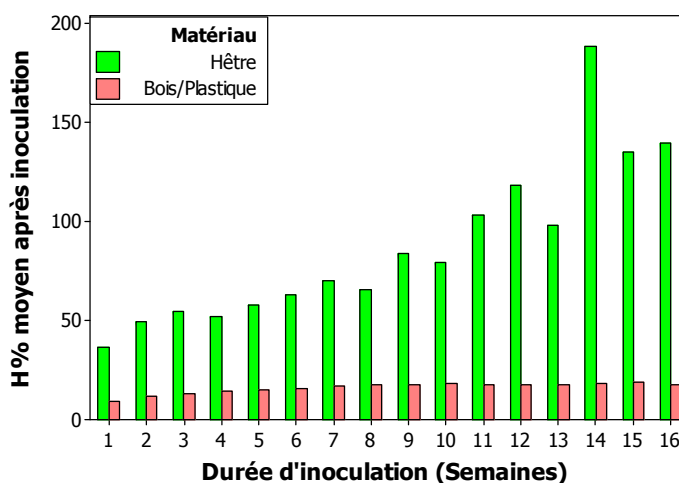
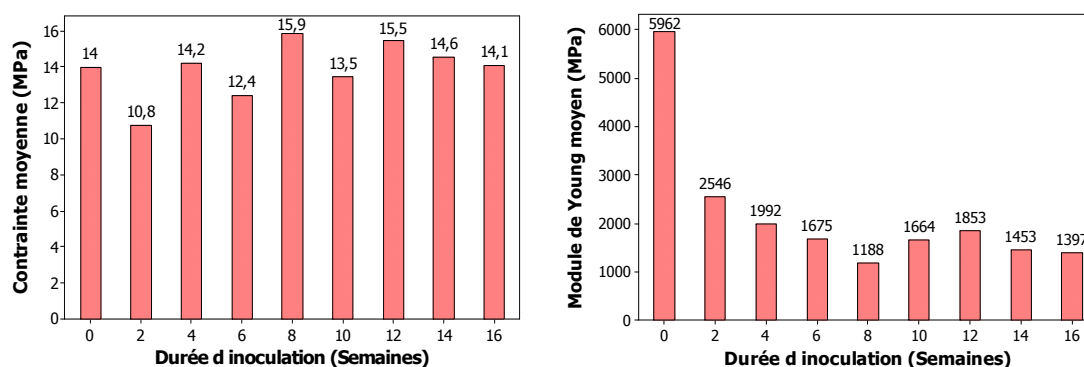


Figure 64 – H% au sortir des bocal de culture

Les pertes de masse calculées sont quant à elles négligeables et statistiquement identiques ($p = 0,112$ avec $\alpha = 5\%$), quelle que soit la durée de dégradation. La moyenne calculée est ainsi de 0,9%, avec un écart-type équivalent à 0,6%. Si le plastique n'est pas dégradé par les souches fongiques, il en est de même pour les fibres de bois qui sont protégées par cette matrice, empêchant que la pourriture ne se développe dans le volume. Seules les fibres en surface risquent d'être attaquées, expliquant la légère perte de masse. Ceci prouve tout de même que les fibres de bois peuvent atteindre une teneur en eau supérieure aux 20% nécessaires à l'attaque fongique, malgré une teneur en eau du composite de l'ordre de 15%.

En parallèle, contrairement au bois massif, cette perte de masse ne cache pas de perte mécanique fulgurante. En effet, toutes les contraintes maximales mesurées en compression sont statistiquement les mêmes au cours du temps, pour les deux pourritures confondues ($p = 0,574$ avec $\alpha = 5\%$) (cf. Fig. 65a). La moyenne des contraintes après dégradation par la pourriture brune est de 13,4 MPa, alors qu'elle est de 14,3 MPa avec la pourriture blanche et de 14 MPa pour les échantillons non dégradés. Comme les fibres proviennent d'un résineux, il est normal que la pourriture brune soit plus virulente, bien que son effet sur la résistance en compression soit mineur.

Concernant le module de Young, les éprouvettes révèlent un phénomène intéressant. Les éprouvettes témoins, non dégradées, ont un module largement supérieur à celui des éprouvettes dégradées, alors que ces dernières ont un module statistiquement équivalent ($p = 0,147$ au même taux α) (cf. Fig. 65b).

a) Contrainte σ_{max}

b) Module élastique

Figure 65 – Performances mécaniques moyennes au cours de la dégradation

Cette décroissance est à corrélérer à la teneur en eau des composites au moment du test et non pas au caractère destructif des souches. En effet, malgré les mêmes conditions de stabilisation, à 20°C et 65% d'humidité relative de l'air, les éprouvettes témoins testées en compression ont une teneur en eau de 2,3% (écart-type = 0,1%) alors qu'elle monte à 5,5%

après dégradation (écart-type = 0,8%), en raison du contact avec le milieu de culture. Non seulement la cinétique de sorption et désorption est ralentie, en raison d'échanges plus difficiles dans ce matériau beaucoup moins poreux que du bois, mais le phénomène d'hystérésis fait que la teneur en eau d'équilibre est supérieure après désorption (subie par les éprouvettes dégradées) qu'après sorption (subie par les éprouvettes témoins).

Le Bois/plastique est donc une bonne alternative pour protéger le bois, puisqu'il ne subit aucune perte de masse ni aucune perte mécanique. Mais il est à noter que ces propriétés, même sans dégradation, sont bien inférieures à celle du bois massif, ce qui en restreint l'utilisation. De même, des champignons peuvent survivre et s'immiscer dans le composite pour dégrader les éléments de surface. Le risque « zéro » n'existe donc pas, mais d'autres configurations peuvent permettre d'inhiber intégralement l'activité fongique.

4.2. Le Bois/ciment

Plutôt que d'allier le bois au plastique, l'alliance avec le ciment est tout aussi envisageable. C'est à l'échelle du laboratoire que cette étude est réalisée, de la confection des éprouvettes à leur destruction. Cette étude a été réalisée en collaboration avec Arnaud Cheumani, doctorant de l'US2B.

4.2.1. Intérêts de l'essai

En raison d'une multitude de configurations possibles, le bois/ciment offre un panel de propriétés très hétérogènes. C'est tout d'abord d'un point de vue mécanique que le matériau est étudié, pour saisir l'influence des paramètres sur sa résistance. Par ailleurs, s'il est réputé durable, il faut s'assurer qu'il s'agit d'une vérité générale et comprendre les mécanismes le rendant imputrescible. C'est pourquoi différentes configurations sont comparées, du point de vue de la dégradation fongique, de leur résistance mécanique en compression, et une analyse microscopique est réalisée pour comprendre le composite.

4.2.2. Protocole

4.2.2.1. Confection des éprouvettes

3 paramètres sont étudiés : le type de ciment, l'essence de bois ainsi que la proportion respective des éléments. Ainsi, deux types de ciment sont comparés, à savoir le ciment gris, notamment plus riche en oxydes de fer, et le ciment blanc. Concernant les essences, un feuillu (l'eucalyptus) et un résineux (le pin maritime bien sûr !) sont choisis, ces deux bois ayant une durabilité faible à moyenne. Provenant du duramen, les copeaux sont broyés pour obtenir une

granulométrie de 1 à 4 mm. Le duramen est en effet plus compatible que l'aubier pour l'eucalyptus ^[249]. Enfin, 3 proportions de bois sont définies, à savoir 20%, 40% et 60%, sans oublier quelques éprouvettes témoins, faites de ciment pur. Ce pourcentage est calculé par rapport à la quantité de ciment uniquement.

Un malaxeur normalisé Perrier® permet le mélange ciment/bois (sans oublier l'eau), selon la formule suivante, extraite d'une étude de Papadopoulos (2008) ^[215] :

$$M_w = (0,35 \times M_c) + M_f \quad (16)$$

Avec M_w , la masse d'eau en g ; M_c , la masse de ciment et M_f , la masse de fibres de bois en g.

Après mélange, des moules de 160x40x40 mm³ sont d'abord remplis et tassés pour ensuite attendre la prise du ciment. Ces composites sont ainsi démoulés puis recoupés aux dimensions finales des éprouvettes qui sont testées par la suite. Comme il s'agit principalement d'un essai de compression, les éprouvettes finales ont pour côtes 60x20x20 mm³, correspondant à des éprouvettes normalisées de bois. Cette norme est préférée à la norme française concernant les bois/ciments (NF P 18-406, remplacée depuis par NF EN 12390-3 (2003) ^[7]) qui utilise des éprouvettes cylindriques, difficiles à usiner et moins adaptées au test de dégradation fongique.

Pour chaque configuration, 6 répliquas sont testés en compression axiale, tandis que 6 autres subissent au préalable un test de dégradation fongique. Ceci représente un échantillonnage total de 144 éprouvettes de bois/ciment. Les proportions initiales nécessaires pour obtenir cette quantité sont détaillées dans le tableau XVII.

Tableau XVII – Quantités à respecter lors de la confection des éprouvettes

Proportion de bois (%)	Masse de ciment (g)	Masse de fibres de bois (g)	Masse d'eau (g)
20	800	160	440
40	500	200	375
60	400	240	380

En considérant que le mélange des fibres de bois est homogène, il est possible de comparer les propriétés mécaniques (MOE et MOR) avant et après dégradation fongique.

4.2.2.2. Biodégradation

La dégradation se fait dans les mêmes bocaux de culture que précédemment, sur le même milieu à base de malt/agar. Cependant, toutes les éprouvettes à base d'eucalyptus sont dégradées par la pourriture blanche *C. versicolor*, tandis que les éprouvettes contenant des

trachéides résineuses sont dégradées par la pourriture brune *P. placenta* uniquement. En effet, ces matériaux étant *a priori* durables, il est plus judicieux d'utiliser la souche la plus virulente, selon le cas.

Pour disposer les échantillons, aucun mélange de type de ciment n'est effectué dans les bocal, afin d'éviter toute diffusion d'éléments chimiques pouvant perturber l'activité fongique. Ainsi, seules 3 éprouvettes de la même essence et du même ciment sont mis dans chaque bocal, ayant respectivement 20, 40 et 60% de bois.

Au bout de 8 semaines de test, les éprouvettes sont reconditionnées à 20°C et 65% d'humidité (comme elles l'étaient avant inoculation), pour ensuite subir le test mécanique. C'est uniquement à la fin de tous les tests que les éprouvettes sont étuvées à 103°C, pour que la chaleur n'influence en aucun cas la compatibilité des matériaux. Avec la mesure de la masse anhydre et le calcul de la masse anhydre initiale (cf. Eq. 6), la perte de masse est déterminée.

4.2.2.3. Test de compression

Le test de compression est fidèle à ce qui est décrit précédemment. C'est le capteur de force de 2000 daN qui est utilisé, pour une vitesse d'avance de 0,5 mm.min⁻¹. Les capteurs HBM étalonnés permettent de déterminer les déformations au cours du test, et *a fortiori* le module de Young.

4.2.3. Résultats

4.2.3.1. Avant dégradation

La première remarque concerne une seule configuration d'éprouvette : en effet, le ciment gris a montré des problèmes de compatibilité avec le pin, lorsque celui-ci est en trop forte proportion. Avec 60% de bois, le durcissement n'est pas possible et le matériau n'est ici pas assez cohérent pour espérer être testé.

En revanche, il existe une corrélation réelle entre la proportion de bois et la densité des composites (coefficient de Pearson = -0,963).

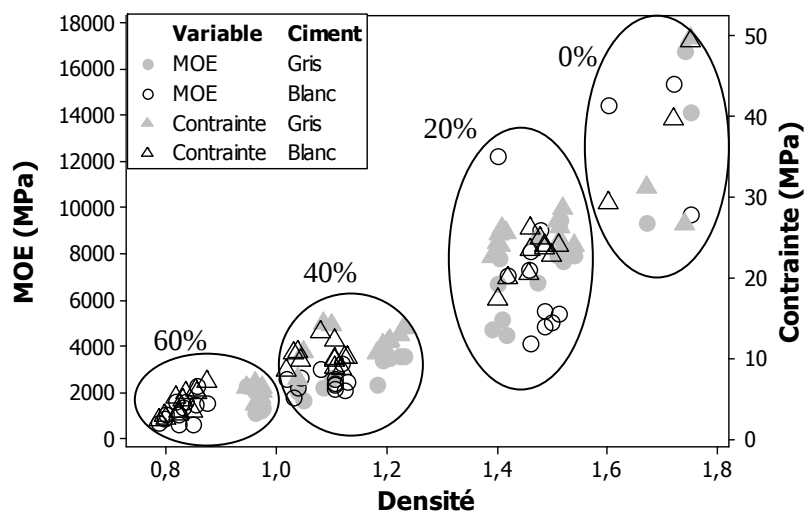


Figure 66 – Propriétés physiques selon la proportion de bois

Ceci a une influence sur les propriétés mécaniques du matériau, qui décroissent en même temps que la densité. Ces mesures ont été effectuées après stabilisation en enceinte climatique, correspondant à une teneur en eau de 17% environ, selon la configuration des éprouvettes. La proportion de bois est un facteur influençant fortement la densité, alors que le type de ciment et l'essence sont moins influents (cf. Tab. XVIII).

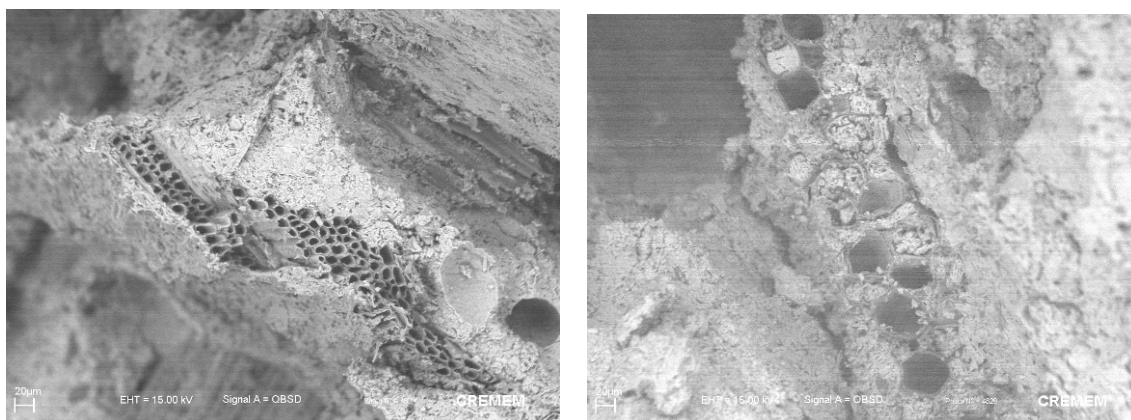
Tableau XVIII – Propriétés moyennes selon la configuration du composite (Ecart-types entre parenthèses)

Propriété	Essence % Bois Ciment	Aucune	Pin maritime			Eucalyptus		
		0	20	40	60	20	40	60
Densité	Blanc	1,69 (0,079)	1,45 (0,03)	1,05 (0,033)	0,84 (0,021)	1,5 (0,012)	1,11 (0,010)	0,81 (0,023)
	Gris	1,72 (0,041)	1,4 (0,01)	1,07 (0,03)	0,84 (0,021)	1,51 (0,021)	1,21 (0,018)	0,96 (0,011)
MOE (MPa)	Blanc	13161 (3037)	7988 (2660)	2450 (417)	1648 (307)	5211 (324)	2483 (421)	812 (211)
	Gris	13425 (3768)	5773 (1432)	2143 (390)	1648 (307)	7969 (886)	3307 (482)	1541 (482)
σ (MPa)	Blanc	39,51 (10,07)	22,06 (3,39)	10,93 (1,7)	5,8 (0,78)	23,65 (0,65)	9,65 (0,65)	2,99 (0,41)
	Gris	35,87 (12,21)	24,73 (1,31)	11,74 (3,24)	5,8 (0,78)	25,96 (1,69)	12,24 (1,13)	5,90 (0,94)

Ces données montrent que le composite bois/ciment offre des propriétés mécaniques bien plus faibles que du bois massif, malgré une densité forte, généralement supérieure à 1. Si le ciment pur a des propriétés de compression équivalentes à celles du bois, l'ajout de fibres fait chuter ces propriétés. Ceci est à prévoir lors de l'utilisation de ces composites.

Cependant, le ciment gris, mêlé à l'eucalyptus, donne des propriétés mécaniques plus intéressantes, en raison d'une densité légèrement plus importante qu'avec le ciment blanc. Pour le pin maritime en revanche, c'est le ciment blanc qui offre la meilleure alternative, en raison d'une moins bonne compatibilité entre le ciment gris et les trachéides de cette essence de bois.

A des proportions inférieures à 60% de bois, les interactions ont tout de même lieu (cf. Fig. 67), entraînant le durcissement du matériau.



a) Fibres d'eucalyptus

b) Trachéides de pin maritime

Figure 67 – Interaction entre fibres de bois et matrice cimentaire, à l'échelle de 20 µm

Le ciment semble protéger les éléments ligneux, et certains pores sont même bouchés par la matrice. Malgré cela, des effets de la biodégradation sont visibles après 8 semaines de test.

4.2.3.2. Après dégradation

Si les éprouvettes apparaissent intactes au bout de 8 semaines d'exposition fongique, quelques différences sont à constater. Concernant l'hygroscopie, plus la proportion de bois est élevée et plus l'humidité est importante. Ainsi, le composite à base d'eucalyptus a une teneur en eau de 23,7%, 33,9% et 53,4%, avec 20, 40 et 60% de bois respectivement. Si ces valeurs moyennes sont obtenues avec les deux types de ciment confondus, le ciment blanc donne des matériaux légèrement plus hygroscopiques.

Si le milieu explique ce gain en eau, les pourritures ont pu bénéficier de cette augmentation pour tenter de se développer. Les éprouvettes d'eucalyptus ne présentent aucun mycélium à sa surface, mais la souche *PP* a pu se développer sur la moitié de l'épaisseur des bois/ciments de pin, indépendamment de la proportion de bois (cf. Fig. 68).



a) Eucalyptus (60% de fibres)



b) Pin maritime (40% de trachéides)

Figure 68 – Développement du mycélium sur Bois/ciments

Ainsi, l'activité fongique n'est pas entièrement inhibée puisque le mycélium peut survivre et progresser si les conditions le permettent. Or, contrairement à du bois massif, c'est un gain de masse (et non pas une perte de masse) qui est observé dans tous les cas. Ce gain est même croissant lorsque la proportion de bois augmente. De même, il est un peu plus prononcé avec du ciment gris qu'avec du ciment blanc (cf. Fig. 69).

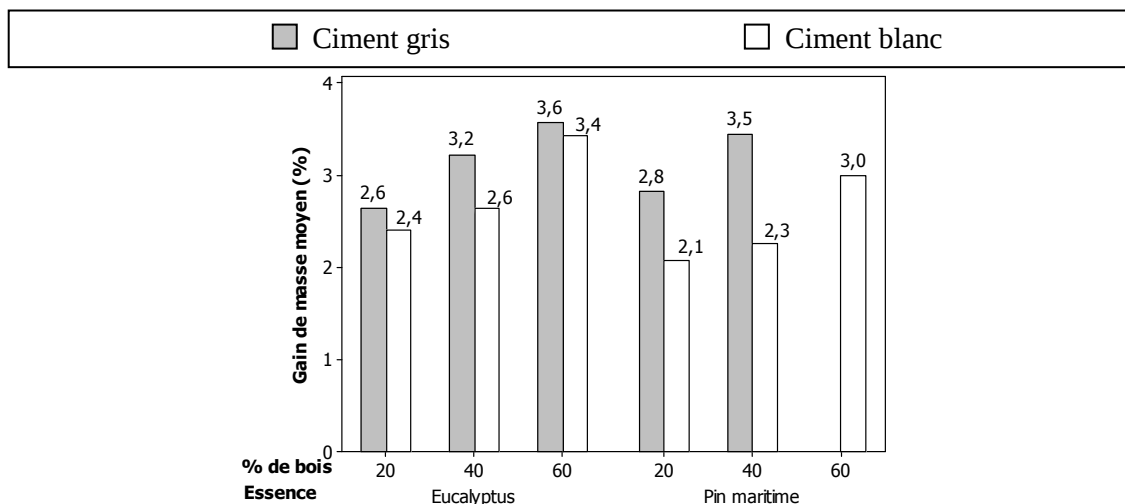


Figure 69 – Gain de masse calculé après dégradation fongique

Les valeurs moyennes montrent que la pourriture blanche engendre un gain de masse supérieur à celui causé par la pourriture brune.

Des images prises au microscope ont montré une modification de la paroi cellulaire du bois, pouvant expliquer ce gain. En effet, des réactions de carbonatation, bien connues dans le secteur du ciment, ont abouti à la formation de cristaux, visibles au microscope (cf. Fig. 70).

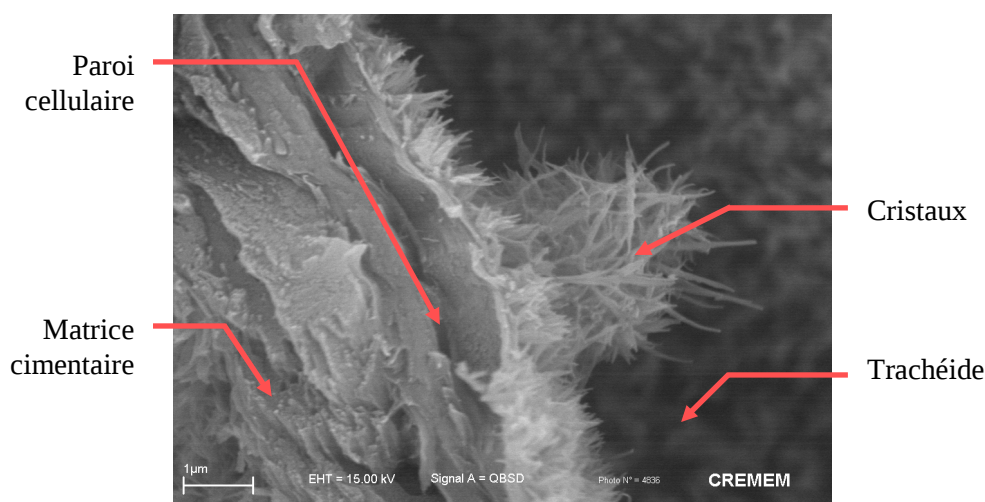


Figure 70 – Phénomène de carbonatation observé par MEB

Ce phénomène est à l'origine d'une augmentation de la densité du matériau, ce qui s'accompagne logiquement de propriétés mécaniques légèrement accrues, après dégradation (cf. Tab. XIX).

Tableau XIX – Comparaison avant et après dégradation, pour les 2 types de ciment confondus ^(*)

Propriété	Essence	Pin maritime			Eucalyptus		
	% Bois	20	40	60	20	40	60
	Statut						
Densité	Témoins	1,43 (0,03)	1,06 (0,03)	0,84 (0,02)	1,51 (0,02)	1,16 (0,05)	0,89 (0,08)
	Biodégradés	1,42 (0,03)	1,10 (0,03)	0,90 (0,02)	1,55 (0,02)	1,20 (0,07)	0,93 (0,08)
MOE (MPa)	Témoins	6982 (2387)	2327 (415)	1648 (307)	6866 (1581)	2895 (609)	1176 (521)
	Biodégradés	5937 (1288)	3054 (620)	1716 (330)	7215 (1530)	3262 (765)	1502 (364)
σ_{max} (MPa)	Témoins	23,4 (2,8)	11,3 (2,3)	5,8 (0,8)	25,0 (1,8)	10,9 (1,6)	4,5 (1,7)
	Biodégradés	22,6 (3,0)	12,3 (2,3)	6,2 (0,8)	25,2 (3,0)	12,3 (2,5)	5,4 (1,2)

Les bois/ciments contenant 20% de pin maritime font office d'exception, puisque les propriétés mécaniques sont légèrement inférieures après dégradation.

Pour les autres configurations, les données augmentent, en raison du gain de densité observé. La tendance générale est la hausse des propriétés mécaniques, après dégradation, comparé aux valeurs des éprouvettes témoins.

^{*)} Les tendances étant observées quel que soit le type de ciment, les valeurs entre ciment blanc et ciment gris ne sont pas distinguées.

4.2.4. Discussion

Les bois/ciments ont une résistance mécanique moins bonne que les matériaux dont ils proviennent. Le bois réduit en particules ne permet pas au ciment pur de conserver ses propriétés initiales, mais son apport permet entre autres d'améliorer les caractéristiques acoustiques du matériau.

La compatibilité du matériau est cependant difficile à appréhender. L'étude confirme que le résineux est globalement plus compatible que le feuillu : en effet, malgré un eucalyptus normalement plus dense, les composites ont des propriétés équivalentes, quelle que soit l'essence. L'exception vient essentiellement des échantillons de ciment gris, mêlés à 60% de pin maritime, qui n'ont pas pu durcir. La différence d'anatomie ne semble pas avoir gêné la prise du ciment, selon les observations microscopiques, mais c'est dans la composition chimique que tout s'explique. En effet, les copeaux provenant du duramen non extrait, des extractibles ont pu empêcher une bonne prise avec le ciment gris. La composition chimique du pin maritime, riche en résine, est en effet bien différente de celle de l'eucalyptus ^[68; 108], tout comme le ciment gris par rapport au ciment blanc. Incorporer 60% de trachéides de pin maritime a également nécessité un apport d'eau plus important, qui est ensuite relâchée au cours du durcissement. Cette eau joue un rôle prépondérant dans la cimentation et est à l'origine d'une plus grande porosité ^[52]. Cette porosité explique une surface de contact moindre et donc des interactions plus faibles entre la matrice et les fibres.

Cependant, l'intérêt majeur réside dans l'augmentation de la durabilité du bois. Ces bois initialement de classe de durabilité 3 à 4, sont protégés par la matrice cimentaire, puisque le champignon ne cause aucune perte de masse visible. La présence de la pourriture brune sur un demi-volume de l'éprouvette laisse à penser que les éléments de bois présents en surface sont attaqués, comme l'avaient constaté Goodell *et al.* (1997) ^[98]. L'activité fongique n'est donc pas complètement inhibée par le ciment, malgré une forte basicité du matériau. Les pourritures se développant préférentiellement en milieu acide, l'augmentation du pH par le ciment explique que la pourriture blanche ne se soit pas développée. Cette souche apparaît plus sensible que *PP*.

Quant à l'accroissement observé des propriétés physiques, il est dû à des réactions de carbonatation, à l'origine de la formation de calcite. Ces cristaux visibles sur les parois sont le fruit de la réaction du ciment et du dioxyde de carbone. Ce-dernier pourrait provenir du mycélium, vu que ces mycètes sont des individus qui respirent. Leur métabolisme rejette donc du CO₂, causant la formation de cristaux. Ces-derniers expliquent l'augmentation de la masse, et *a fortiori* de la densité. La fixation des cristaux sur les parois cellulaires génère des liaisons nouvelles, voire même une couche supplémentaire. C'est pourquoi la résistance en compression

est légèrement accrue, vu que l'épaisseur des parois est plus grande, ce qui est confirmé par Muntean *et al.* (2008) ^[202].

A l'inverse, ce phénomène de carbonatation peut aussi partiellement expliquer le développement fongique. Le pH diminue en effet lorsque les cristaux se forment, rendant le milieu plus acide, et compensant légèrement le caractère basique du ciment, accentuant ainsi sa propre corrosion ^[202].

L'augmentation du pH est à l'origine de l'excellente durabilité du matériau. Si certaines pourritures peuvent se développer, les propriétés finales sont cependant meilleures. Que ce soit concernant la masse ou les propriétés mécaniques, il n'y a aucune dégradation alarmante sur ces matériaux, quelle que soit leur configuration. Le fait de mettre beaucoup de bois génère tout de même des problèmes de compatibilité, et les propriétés du composite en sont fortement altérées.

V. Conclusion

Les solutions existantes pour traiter le bois ou le protéger sont nombreuses, et de nouvelles alternatives ont prouvé leur efficacité. Leur nouveauté laisse cependant place à l'amélioration des produits, pour étendre la possibilité de les utiliser, et à l'amélioration des procédés pour obtenir des propriétés du matériau toujours plus intéressantes.

Si les préservations évoquées ont fait leur preuve, il faut tout de même s'assurer de leurs effets à plus long terme. Le bois mis en service peut être protégé des biodégradations, mais il faut que cette durabilité soit vérifiée après quelques temps d'utilisation.

4^{ème} Chapitre : La durabilité à long terme

*« Le temps n'épargne pas ce qu'on a fait sans lui. »
F. Fayolle*

I. Introduction

Le bois est un matériau dont les propriétés ne sont jamais figées : à de petites échelles de temps, le bois a par exemple une humidité variable selon les conditions extérieures. A plus long terme, il n'échappe pas à l'usure, au vieillissement qui peut modifier ses propriétés. Ainsi, les tests entrepris jusque là ne concernaient que la durabilité au moment présent, mais, il est nécessaire de savoir comment cette propriété va évoluer dans une échelle de temps plus longue.

II. Vieillissement naturel

Pour connaître la durabilité du bois à long terme, une expérimentation de vieillissement est appropriée. « Vieillissement » est le terme adéquat pour regrouper les phénomènes de modification du matériau lors de son exposition aux conditions climatiques (UV solaires, pluie, gel, ...). Il concerne particulièrement les bois d'extérieur, tels que le bardage, les terrasses ou encore les éléments de structure externes.

Or, une telle exposition peut fragiliser le matériau, ou le mettre dans des conditions favorables au développement fongique. Il est ainsi nécessaire de savoir si la durabilité naturelle ou conférée d'un bois reste stable, malgré le vieillissement. Par ailleurs, comme ce vieillissement est spécifique à une région de test, il est nécessaire de caractériser au mieux les modifications du bois, pour comprendre les phénomènes causant ces changements, et ainsi les anticiper lorsque le bois est soumis à d'autres conditions climatiques.

2.1. *Rappels bibliographiques*

Après une longue exposition aux conditions climatiques, le bois est modifié jusque dans ses parois : c'est principalement une délignification qui est observée, suite au rayonnement ultraviolet, entraînant une modification de la surface du bois : ainsi, des gerces peuvent apparaître à l'interface de la lamelle moyenne/paroi cellulaire, là où la lignine est concentrée. Le nombre et les dimensions de ces gerces sont d'autant plus grands que l'exposition aux UV et à la lumière visible est prolongée et sévère ^[87]. Après de nombreuses années d'exposition, les polysaccharides peuvent aussi être affectés par ces mêmes rayons, entraînant une dépolymérisation, voire une dégradation ^[211], à l'origine de pertes mécaniques ^[71; 85]. Hormis le degré de polymérisation qui diminue, le taux d'alpha-cellulose est aussi décroissant ^[149].

Cette même exposition aux rayons UV est responsable d'un grisaillement de la surface du bois. Cette évolution de la couleur est avant tout problématique d'un point de vue esthétique.

Ainsi, de l'épicéa exposé durant 500 heures à un rayonnement UV artificiel accuse un changement de couleur de l'ordre de 24% ^[73]. Le même résultat fut constaté sur le pin maritime ^[67]. La mesure de cette couleur est donc primordiale, et un langage commun est employé pour la qualifier : il s'agit du système CIELab, avec CIE signifiant « Commission Internationale de l'Eclairage ». Ce système décrit dans la littérature ^[209; 211] sera davantage détaillé dans le paragraphe concernant la colorimétrie.

La lignine est principalement responsable du changement de couleur d'un bois exposé aux agents climatiques. Au contact des rayons UV, la lignine se modifie et génère des quinones chromophores ^[71]. Elles provoquent généralement un jaunissement (comme du papier journal laissé au soleil), également quantifiable avec le système CIELab.

Pour résister à cette photodégradation, le bois doit être protégé. Naturellement, les extractibles jouent un rôle important dans la stabilité colorimétrique, grâce à leurs propriétés antioxydantes, liées elles-mêmes à la quantité de phénols ^[77]. Ainsi, selon les auteurs, le noyer et l'azobé ont une couleur beaucoup plus stable que le pin ou le peuplier.

Cependant, l'application d'un vernis est généralement préconisée pour éviter toute décoloration majeure. Les finitions font appel à de la chimie pour trouver les meilleurs filtres UV. C'est le cas des absorbeurs d'UV, qui constituent une barrière protectrice efficace en empêchant la formation de radicaux libres chromophores. Ils peuvent être couplés à des HALS (Hindered amine light stabilizer), qui eux désactivent ces radicaux chromophores ^[67; 71]. Ces HALS peuvent être de différentes natures et sont notamment employés pour protéger les composites bois/plastique ^[199].

En effet, le vieillissement s'attaque aussi aux composites car le plastique subit les effets du soleil, engendrant une scission des polymères et un blanchiment du matériau ^[147]. Les propriétés mécaniques sont mêmes sensibles, puisqu'après 3000 heures d'exposition aux UV et à l'aspersion d'eau, les propriétés de flexion MOE et MOR diminuent respectivement de 33 et de 27% ^[264]. Malgré cela, leur utilisation en extérieur est préconisée en raison d'un meilleur comportement hygroscopique et une meilleure stabilité que le bois.

Le comportement du Bois/ciment à long terme a aussi été étudié, et révèle des propriétés mécaniques peu modifiées après 180 jours d'exposition au rude climat canadien ^[251].

Enfin, la préservation du bois a pour but premier de le protéger contre les biodégradations, mais peuvent aussi améliorer le comportement face au vieillissement. Ainsi, une estérification du bois à l'aide du chlorure de benzoyle permet d'améliorer la photostabilisation ^[85], tout comme une imprégnation d'éthanolamine de cuivre ou encore un

traitement thermique ^[73]. Les craquelures observées en surface peuvent aussi être évitées puisqu'un produit hydrophobe limite les variations dimensionnelles ^[87].

Mais, il se pourrait aussi que le vieillissement s'attaque aux produits de préservation. Ces produits greffés peuvent être lessivés à plus ou moins long terme, diminuant la protection conférée. C'est en ce sens que la durabilité doit être étudiée après vieillissement. Peu de recherches relient les deux aspects : Kartal et Green (2003) ^[140] ont tout de même prouvé une durabilité fongique amoindrie après un vieillissement artificiel, que ce soit sur du bois massif ou des panneaux de fibres. Les autres types de panneaux (particules, OSB, contreplaqués) sont aussi plus sensibles à la pourriture après vieillissement ^[64].

Il est donc nécessaire de mener une étude large, permettant de caractériser les effets du vieillissement (par mesures mécaniques, colorimétriques et même rugosimétriques) et ses conséquences sur la biodégradation du bois, traité ou non. Des prélèvements réguliers permettront de suivre l'évolution de toutes ces propriétés au cours du temps, et seront reliées aux données climatiques.

2.2. Protocole

2.2.1. Préservation

Avant de vieillir le bois, différents traitements de préservation sont envisagés. Pour faire suite au chapitre 3, le vieillissement concerne tout d'abord des bois modifiés par Anhydrides d'Alkényles Succiniques Méthyliques et Butyliques (ASAM et ASABu) selon le protocole évoqué précédemment.

Par ailleurs, des éprouvettes sont traitées dans un bain d'huile de colza, selon un procédé d'oléothermie. Ce trempage permet de mieux protéger le bois face à la photocoloration et au vieillissement en général ^[24].

Cependant, aucune molécule chimique de référence n'est étudiée, pour axer la recherche sur des procédés encore peu étudiés. Il aurait été intéressant de comparer les performances avec un bois traité CCA, mais, ce traitement étant strictement limité et présentant des risques pour l'environnement, il n'a pas été retenu pour le vieillissement en extérieur. Des données quant à son comportement sont présentes dans la littérature ^[272].

Hormis les traitements chimiques, des éprouvettes de bois traitées thermiquement (qualifiées de « torréfiées ») sont également usinées pour l'expérimentation. Le traitement de ces éprouvettes est fait sous vapeur d'eau à une température de 240°C. Cette phase a été sous-traitée et ce même bois a été acquis il y a quelques années, dans le cadre de la thèse du Dr. Philippe Woessner ^[292].

Enfin, des éprouvettes non-traitées constituent le lot témoin. Si aucun vernis n'est apporté sur ces bois, c'est pour montrer ce que les traitements peuvent apporter en terme de photostabilisation. De même, il est intéressant d'étudier les conséquences réelles du vieillissement sur du bois non protégé, tant aux niveaux mécanique que colorimétrique.

2.2.2. Vieillissement naturel

2.2.2.1. Pourquoi un vieillissement naturel ?

Plutôt qu'un vieillissement artificiel, qui a pour principal avantage d'accélérer les phénomènes, c'est un vieillissement naturel qui est préféré. Il est en effet difficile de savoir à quelle durée d'exposition réelle correspond un cycle accéléré. Par ailleurs, un vieillissement en extérieur est plus représentatif de la réalité, pour un climat donné. Or, le site choisi pour l'exposition des éprouvettes est muni d'une station météorologique qui permet de relier les données climatiques aux modifications observées sur le matériau.

2.2.2.2. L'exposition

Pour que le soleil soit le plus agressif, les supports des éprouvettes sont exposés au Sud. Ces bâtis sont constitués d'une armature en tubes métal, et les échantillons sont disposés sur un grillage en métal galvanisé, afin que les eaux de pluie ne stagnent pas et qu'il n'y ait aucune corrosion. L'inclinaison est de 45°, ce qui favorise la dégradation. Le vieillissement est ainsi deux fois plus important que sur des éprouvettes posées verticalement ^[82].

2.2.2.3. L'échantillonnage

Cinq de ces bâtis sont conçus pour exposer toutes les éprouvettes usinées. Un bâti est prévu par traitement, pour éviter des interactions en cas de lessivage. L'expérimentation est conduite pour 1 an d'exposition, avec un prélèvement trimestriel^(*). L'essai a commencé en Avril 2008, c'est-à-dire que chaque durée d'exposition de 3 mois correspond à peu près à une saison climatique. A chaque prélèvement, 8 échantillons de chaque traitement sont prélevés pour subir les tests de caractérisation.

La seule essence testée est le pin maritime, tandis que les dimensions des éprouvettes vieilles est de 160x20x20 mm³. En effet, ces dimensions permettent de réaliser une analyse vibratoire avant et après vieillissement, pour connaître son impact sur le module d'élasticité. Pour que l'analyse vibratoire soit effectuée dans les règles de l'art, la longueur des éprouvettes aurait dû être égale à 360 mm. Mais, dans ces conditions, il n'aurait pas été concevable de

^{*} Suffisamment d'éprouvettes ont été confectionnées, traitées et mesurées pour que l'expérimentation dure 2 ans.

réaliser 5 bâtis supplémentaires dans les temps impartis. Le dispositif final est montré par la figure 71 :



Figure 71 – Bâtis de vieillissement naturel exposés au Sud

2.2.3. Les mesures

Au cours de l'expérimentation, les éprouvettes sont caractérisées par différentes mesures pour quantifier les effets des modifications qu'elles subissent (cf. Fig. 72).

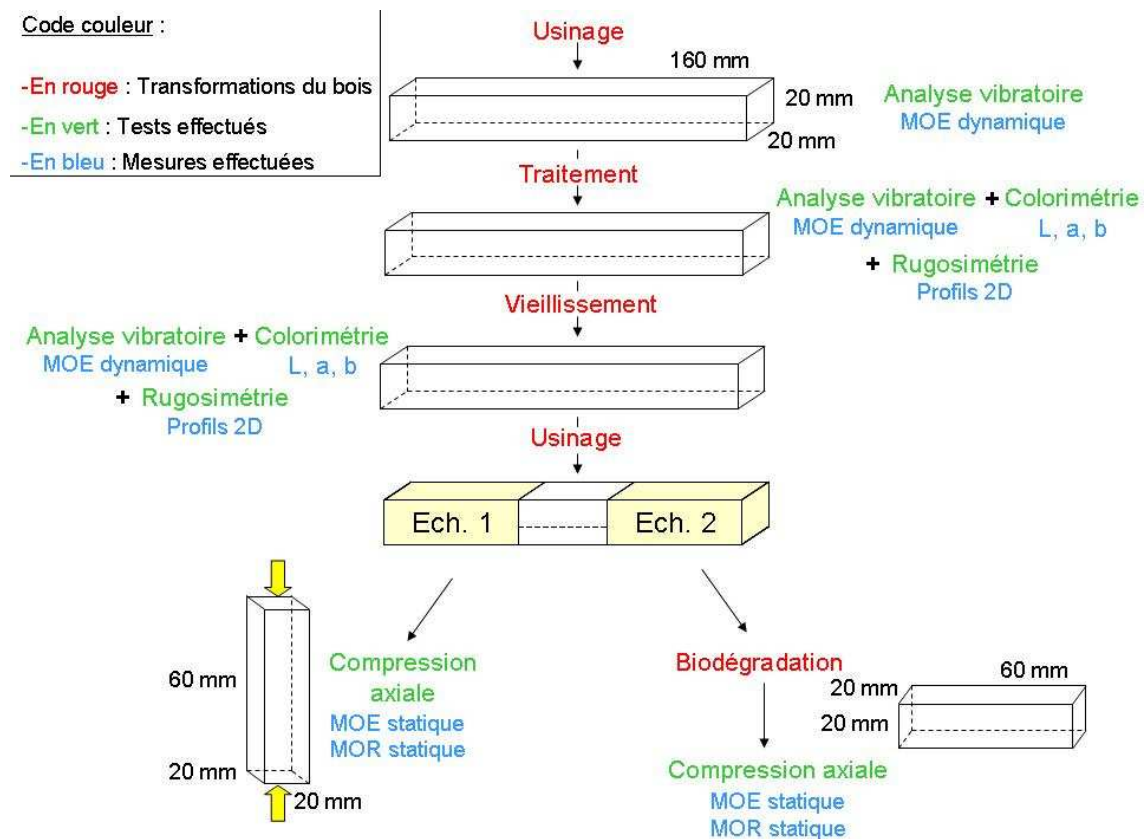


Figure 72 – Protocole général

2.3. Caractérisations du vieillissement

2.3.1. Analyse des données météorologiques

2.3.1.1. Protocole

Ce sont ainsi les données météorologiques de la station INRA de Cestas qui sont recueillies à fréquence journalière. Si de nombreux paramètres sont consultables, seuls les critères suivants sont sélectionnés :

- Hauteur des précipitations, en mm ;
- Humidité relative de l'air minimale, maximale et moyenne, en % ;
- Rayonnement global, en $J.cm^{-2}$;
- Température minimale, maximale et moyenne, en °C.

2.3.1.2. Analyse des données

Les données climatiques récoltées permettent tout d'abord de tracer le diagramme ombrothermique de Gaussen de la région de Bordeaux :

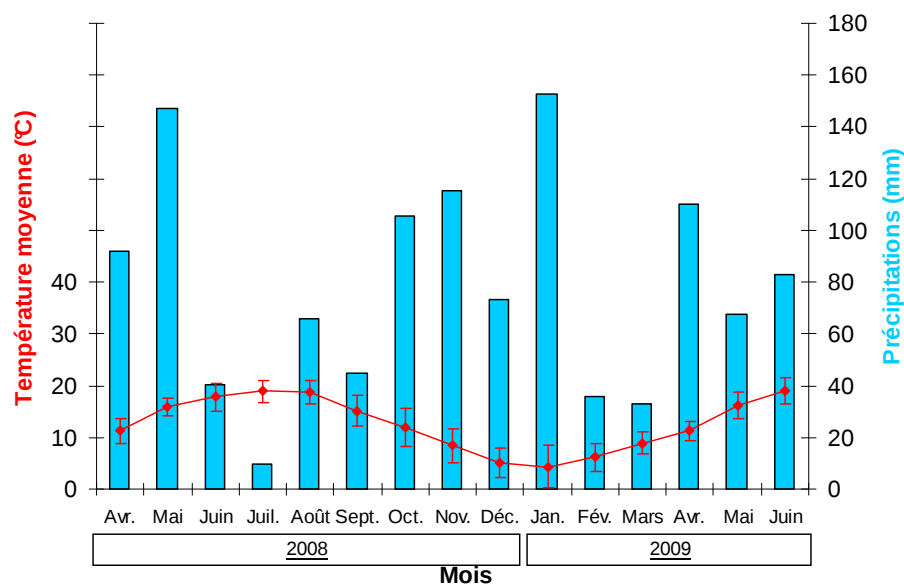


Figure 73 – Diagramme ombrothermique de Gaussen à Cestas Pierroton

L'automne est logiquement la saison la plus pluvieuse avec 293 mm tombés, tout comme le printemps 2008, avec 280 mm. Le climat bordelais correspond donc à un climat océanique, avec des précipitations élevées et régulières tout au long de l'année et une amplitude de température faible de 14,6°C entre les mois les plus froids et les plus chauds. Ces températures moyennes suivent une progression logique, et sont fortement influencées par le

rayonnement solaire, qui suit une évolution identique. Ainsi, c'est en été que l'exposition aux UV est la plus forte, avec un rayonnement moyen journalier de 1930 J.cm^{-2} . A l'opposé, le rayonnement automnal n'est que de 697 J.cm^{-2} .

Après ce bref descriptif du climat local, intéressons-nous plus particulièrement aux échantillons. L'essai a débuté au 12 Avril 2008, ce qui permet de calculer les données climatiques journalières moyennes endurées par les éprouvettes, pour chaque période trimestrielle (correspondant à 92 jours). Les éprouvettes subissant un vieillissement de 3, 6, 9 et 12 mois sont donc prélevées le 12 Juillet 2008, 12 Octobre 2008, 12 Janvier 2009 et 14 Avril 2009 respectivement. Ces résultats sont présentés par le tableau XX :

Tableau XX – Données climatiques journalières endurées par les échantillons

<i>Période de vieillissement</i>	<i>Humidité de l'air moyenne (%)</i>		<i>Pluviométrie (mm)</i>		<i>Rayonnement solaire (J.cm^{-2})</i>		<i>Température moyenne (°C)</i>	
	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>
<i>12 Avril - 12 Juillet 2008</i>	81	8,1	2,9	6,0	1993	660	16,1	3,1
<i>13 Juillet - 12 Octobre 2008</i>	79	7,5	1,6	3,5	1722	589	17,1	3,4
<i>13 Octobre - 12 Janvier 2009</i>	88	5,9	2,9	6,4	515	300	6,8	4,6
<i>13 Janvier - 14 Avril 2009</i>	78	12,6	2,9	6,2	1044	571	7,9	2,8

En considérant l'humidité de l'air et la température journalière, il est possible d'estimer l'humidité d'équilibre du bois non traité ; le changement permanent d'humidité est à l'origine de variations de dimensions pouvant expliquer des variations de rugosité, voire même l'apparition de fissures.

Pour cela, faisons l'hypothèse que la température minimale journalière correspond au moment où l'humidité de l'air est la plus élevée. A l'inverse, lorsque la température est maximale, l'humidité est la plus faible. Connaissant ces deux paramètres, il est possible de déterminer l'humidité d'équilibre du bois minimale et maximale journalière, selon l'abaque présentée en Annexe 9. Les données rapportées au mois sont présentées par la figure 74.

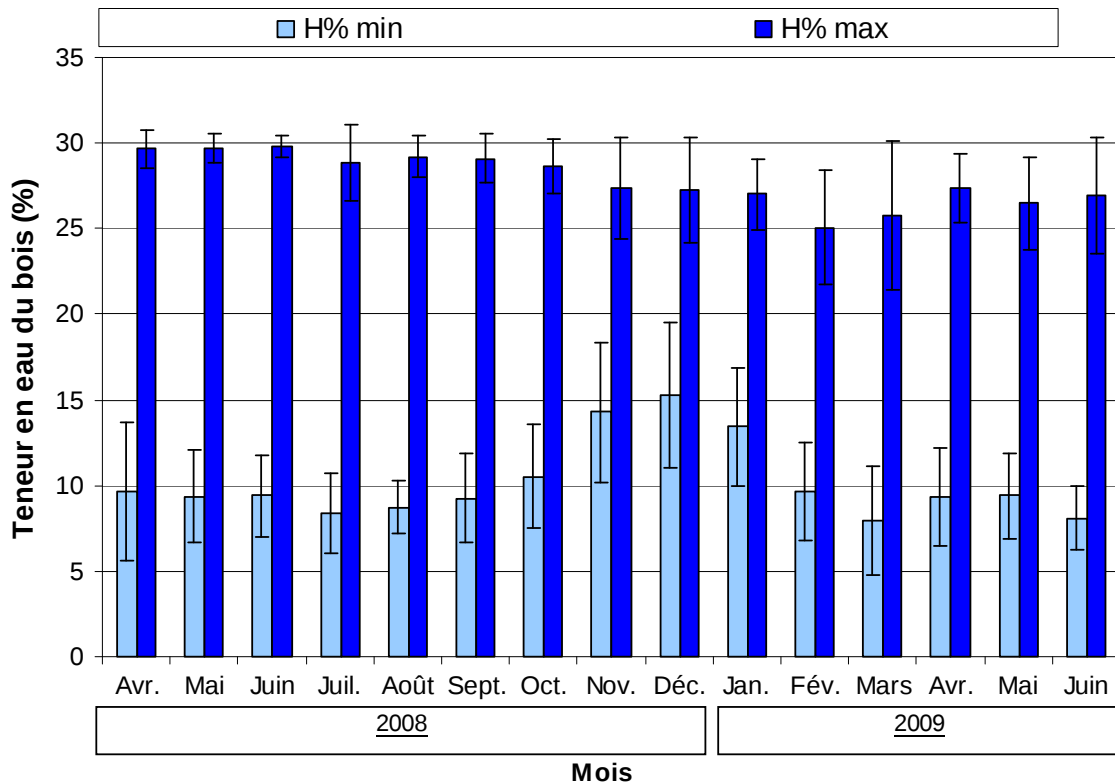


Figure 74 – Ecart moyen journalier d'humidité du bois

L'amplitude est donc moins importante durant les périodes automnales et hivernales (15,4% et 14,8% respectivement), tandis qu'en été, cet écart atteint 20,2%. Combinée à un rayonnement solaire plus important, il faut s'attendre à des variations plus accentuées des propriétés du bois. Rapportées aux périodes de vieillissement exactes de l'expérimentation, les teneurs en eau minimales et maximales par jour sont les suivantes :

Tableau XXI – Ecart d'humidité du bois par période de vieillissement

<i>Période de vieillissement</i>	<i>H% min</i>		<i>H% max</i>	
	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>
<i>12 Avril - 12 Juillet 2008</i>	9,4	2,6	29,7	1
<i>13 Juillet - 12 Octobre 2008</i>	8,7	2,1	28,9	1,7
<i>13 Octobre - 12 Janvier 2009</i>	13,8	4,1	27,4	2,8
<i>13 Janvier - 14 Avril 2009</i>	10	3,9	26,2	3,4

Les moyennes calculées dissimulent que la teneur en eau du bois maximale est fréquemment de 30%, alors qu'elle peut descendre à 3% dans la même journée. Ceci implique une variation d'humidité du bois très importante, à l'origine de gonflement et retrait qui peuvent provoquer des déformations, si les variations sont brutales.

L'inconvénient est que les précipitations ne sont pas incluses dans cette prédiction alors que les échantillons n'étant pas sous abri, ils y sont aussi exposés. Cependant, comme

l'humidité atteint environ 30% dans de nombreux cas, ce qui correspond en théorie au point de saturation des fibres, les précipitations ne peuvent causer de variations dimensionnelles supplémentaires. Les écarts de teneurs en eau sont peut-être cependant surestimés dans certains cas. De même, rien ne dit que le bois a le temps d'atteindre l'équilibre hygroscopique calculé ci-dessus et de passer d'un extrême à l'autre dans la même journée.

Ces précipitations jouent également un rôle considérable dans le lessivage des produits de préservation, et vont accentuer le phénomène de vieillissement du bois.

Pour affiner la mesure, des capteurs seraient plus appropriés pour suivre l'évolution de la teneur en eau du bois au cours de l'exposition. Cela permet aussi de réaliser des études sur des ouvrages du génie civil, et comprendre comment le bois se comporte lorsqu'il a de grandes dimensions, adaptées à un usage extérieur ^[40].

2.3.2. Rugosimétrie

En raison de ces conditions climatiques, le bois subit des variations dimensionnelles induites par des changements hygroscopiques importants. Des microfissures peuvent apparaître et c'est en cela que la surface reflète aussi les conséquences de cette exposition « traumatisante » pour le matériau.

2.3.2.1. Protocole

C'est pourquoi la mesure de l'état de surface se fait avant et après vieillissement, grâce au caractère non-destructif de l'outil, pour déterminer l'évolution de cet état et relier cette-dernière aux paramètres météorologiques. Quel que soit l'échantillon mesuré, c'est la face la plus exposée qui fait l'objet de ces mesures de rugosimétrie.

Pour cela, un profilomètre laser est utilisé, muni d'une lentille de 50 mm de distance focale, ayant pour gamme de précision 8 mm. Pour toutes les mesures décrites ci-après, la résolution est fixée à 15 μm . De même, la vitesse d'avance du laser est de 3 mm.s^{-1} , et la vitesse de retour à la position initiale est de 5 mm.s^{-1} .

Mesures des profils 2D

Les mesures les plus couramment effectuées sont des mesures de profils 2 dimensions. Ces profils sont réalisés dans la direction radiale, sur une longueur de 18 mm, tandis que les variations de hauteur sur la surface constituent la seconde dimension. Seuls 2 échantillons par traitement et période de prélèvement sont mesurés (après stabilisation dans l'enceinte

climatique), mais 3 profils sont tracés sur chacun d'entre eux. Enfin, pour assurer la répétabilité des résultats, 3 mesures sont effectuées par profil.

Les positions des profils sont repérées sur les échantillons pour s'assurer que le même profil sera mesuré après vieillissement. Cependant, le diamètre du laser étant de 45 μm , cela génère une première imprécision. De même, les faces des éprouvettes ne sont pas parfaitement planes, ce qui peut générer des différences de hauteur qui ne sont pas dues à la surface même, mais à l'échantillon. Ainsi, les résultats nécessitent des filtres préalables, comme mentionné ci-après, avant de déterminer le changement réel de la rugosité.

● Comment traiter les données ?

Les profils bruts obtenus après mesure nécessitent un traitement préalable des données. En effet, il existe 3 types de profils quel que soit le matériau mesuré ^[57; 105] (cf. Fig. 75) :

- Le profil total, correspondant au profil brut obtenu. Celui-ci inclut des défauts de profil, liés à la géométrie de la surface mesurée ;
- Le profil d'ondulation, correspondant aux éléments de basses fréquences et aux longueurs d'onde élevées ;
- Le profil de rugosité, correspondant aux éléments de hautes fréquences et donc de longueurs d'onde courtes.

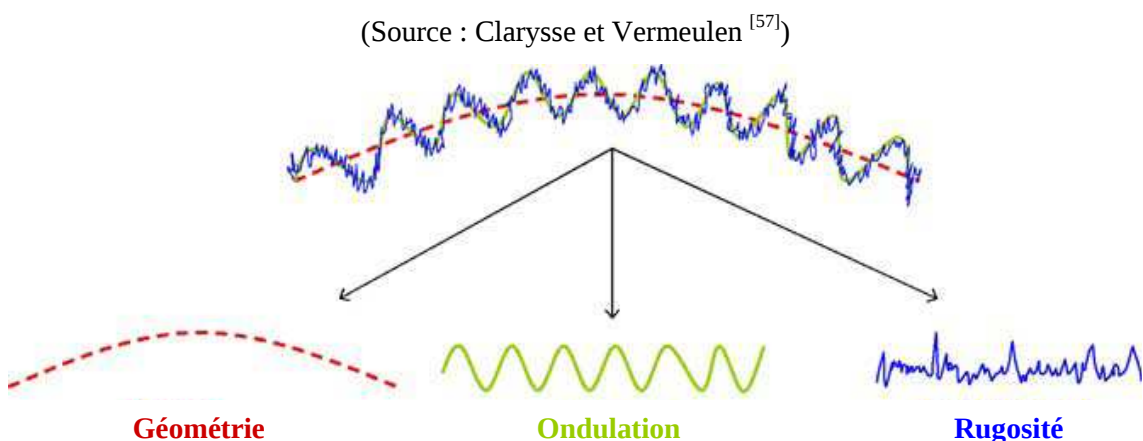


Figure 75 – Trois profils en un

Le profil total doit donc être corrigé en premier lieu, afin d'ôter les défauts dus à la géométrie de l'éprouvette. L'usinage génère fréquemment des surfaces qui ne sont pas parfaitement planes, ce qui nécessite une correction de ce défaut de forme. Il suffit de tracer la droite des moindres carrés correspondant au profil, et d'en retrancher les valeurs ^[107]. Le profil obtenu est ainsi dit « primaire ».

De ce profil primaire est tracée une courbe moyenne, dont chaque point est la moyenne des 12 points alentour. Cette courbe obtenue grâce au logiciel Diadem® est cette fois-ci retranchée au profil primaire, afin d'obtenir le profil de rugosité.

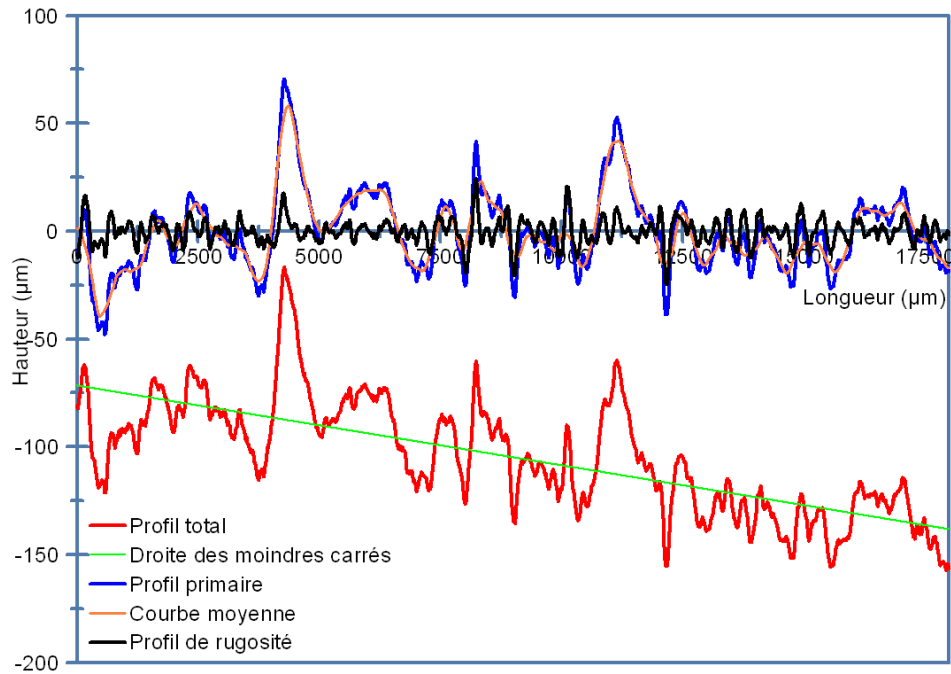


Figure 76 – Corrections pour passer d'un profil total (en rouge) à un profil de rugosité (en noir)

Ce profil ici en noir constitue l'étape finale, de laquelle des paramètres de rugosité peuvent être définis. Cependant, ce dernier lissage peut être trop « violent », car il n'y a pas ici de phénomène d'ondulation bien tranché ; il est donc préférable de calculer les paramètres de rugosité sur le profil primaire, résultats présentés dans le paragraphe suivant. Les résultats calculés sur le profil de rugosité sont tout de même montrés en Annexe 10, mais ne seront pas analysés, pour éviter toute redondance.

L'axe des abscisses représenté ci-dessus constitue la ligne moyenne de ce profil, duquel on distingue des pics et des creux, respectivement au-dessus et en-dessous de cette ligne moyenne. De là, de nombreux critères, notamment issus de la norme ISO 4287 (1997) ^[128] sont définis et expliqués dans différents articles ^[81; 106]. Les critères retenus dans le cadre de cette étude se limitent à l'amplitude des pics et creux, mais ne considèrent pas leur espacement.

- ✓ « Ra » : Il s'agit de l'écart moyen entre le profil et la ligne moyenne ;
- ✓ « Rz » : Ecart entre la hauteur Z_p du pic maximal et la profondeur Z_v du creux le plus grand ;

✓ « Rsk » : Facteur d'asymétrie du profil. Une valeur négative signifie qu'il y a plus de pics que de creux, une valeur positive induit une conclusion contraire alors qu'une valeur nulle indique une répartition normale de pics et de creux ;

✓ « Rku » : Facteur d'aplatissement du profil. Lorsqu'il vaut 3, alors la distribution des hauteurs est normale, mais, plus il est élevé et plus les irrégularités sont fines et denses.

Tableau XXII – Calcul des paramètres de rugosité

<i>Ra</i> (μm)	<i>Rz</i> (μm)	<i>Rsk</i> (sans unité)	<i>Rku</i> (sans unité)
$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N z_i $	$R_z = \max Z_p + \max Z_v $	$R_{sk} = \frac{1}{N \cdot R_q^3} \sum_{i=1}^N z_i^3$	$R_{ku} = \frac{1}{N \cdot R_q^4} \sum_{i=1}^N z_i^4$

Avec N, le nombre total de points du profil, soit 1200 pour un profil de 18 mm (avec une

résolution de 15 μm) ; et $R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N z_i^2}$

Cependant, ces critères sont ici calculés sur la longueur totale du profil et non pas sur une longueur dite « de base », définie par la norme. En effet, c'est dans un souci de représentativité du pin maritime qu'il est nécessaire de considérer la longueur totale : la présence de bois de printemps et de bois d'été induit des rugosités différentes ; or, le calcul sur une longueur de base de 2,5 mm, conformément à la norme, pourrait ne considérer que l'une ou l'autre partie du cerne, particulièrement sur une essence à croissance rapide.

2.3.2.2. Résultats

Concernant l'écart moyen « Ra » et l'amplitude maximale « Rz », l'évolution au cours du temps de vieillissement est montré par la figure 77 :

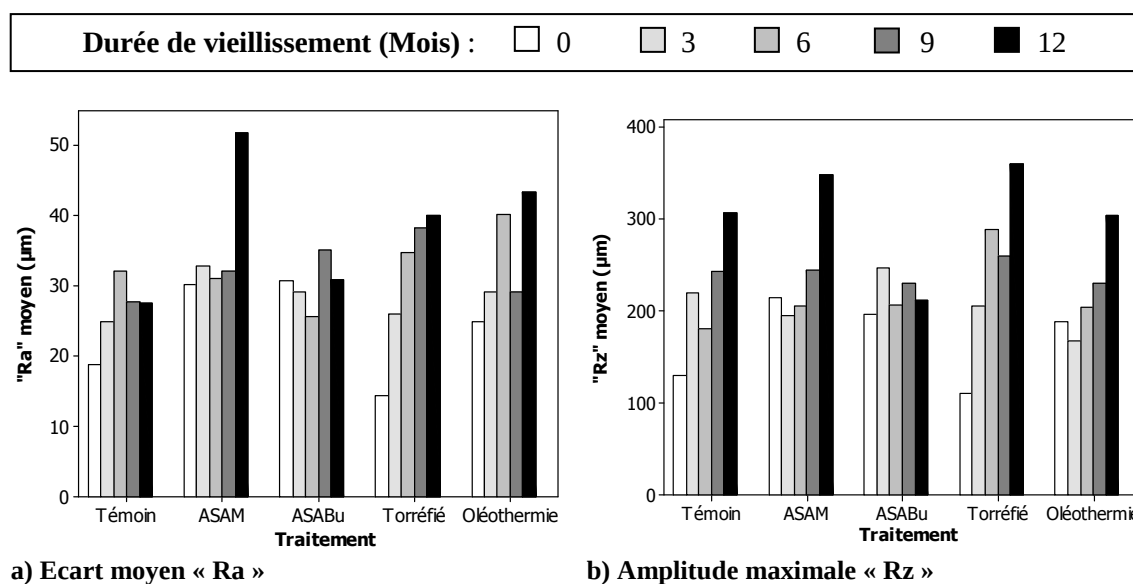


Figure 77 – Evolution des critères d'amplitude au cours du vieillissement

Les traitements chimiques se distinguent des autres éprouvettes selon plusieurs phénomènes observés : tout d'abord, le traitement induit initialement une surface plus accidentée, avec des pics et des creux plus amples. Cela se note à des valeurs plus élevées de « Ra » (25 à 30 μm pour les bois traités chimiquement et 18 μm pour le bois non traité et traité thermiquement), et une amplitude accentuée : le critère « Rz » atteint ainsi 214 μm pour le bois traité à l'ASAM, alors qu'il n'est que de 130 μm pour le bois non traité.

Cependant, les bois imprégnés sont moins sensibles au vieillissement, car leur rugosité évolue moins que les bois non traités ou torréfiés. Ainsi, la figure 77 montre d'abord que les bois ASAM ont une rugosité stable du point de vue de « Ra » et « Rz », avant que ces critères n'augmentent lorsque le vieillissement devient plus prononcé. Cette observation est similaire sur les bois traités par oléothermie, mais sur « Rz » uniquement ; « Ra » est plus sensible, dès les premiers mois d'exposition. En revanche, le traitement ASABu est aussi stable et présente une rugosité équivalente, quelle que soit la durée de vieillissement ($p = 0,74$ et $p = 0,62$ pour « Ra » et « Rz » respectivement, suite au test de Tukey au seuil $\alpha = 5\%$). A l'inverse, les bois non traités chimiquement montrent une augmentation de ces critères dès les premiers mois de vieillissement, particulièrement pour le bois torréfié.

Afin de quantifier ces changements, le calcul des ratios des critères «Après »/«Avant vieillissement» est approprié ^[135]. Après les avoir calculés pour chaque profil, la moyenne de ces ratios donne les résultats suivants. Si ces rapports « Ra' » et « Rz' » sont proches de 1, alors il y a très peu de changement.

Tableau XXIII – Ratios "Après"/"Avant vieillissement"

<i>Durée de vieillissement (mois)</i>	<i>Traitement</i>	<i>Critères de rugosité</i>	
		<i>Ra'</i>	<i>Rz'</i>
3	<i>Témoin</i>	1,42	1,54
	<i>ASAM</i>	1,08	0,95
	<i>ASABu</i>	0,9	1,62
	<i>Torréfié</i>	1,93	2,07
	<i>Oléothermie</i>	1,5	1,16
6	<i>Témoin</i>	2,16	1,8
	<i>ASAM</i>	1,14	0,92
	<i>ASABu</i>	0,85	1,08
	<i>Torréfié</i>	2,07	2,18
	<i>Oléothermie</i>	2,27	1,3
9	<i>Témoin</i>	1,56	2,03
	<i>ASAM</i>	1,36	1,39
	<i>ASABu</i>	1,02	1,05
	<i>Torréfié</i>	2,66	1,83
	<i>Oléothermie</i>	1,55	1,5
12	<i>Témoin</i>	1,69	2,43
	<i>ASAM</i>	1,41	1,55
	<i>ASABu</i>	1,04	1,11
	<i>Torréfié</i>	3,27	3,56
	<i>Oléothermie</i>	1,29	1,36

Ce tableau montre que la rugosité a changé sur certains échantillons, ce qui n'était pas forcément visible sur la figure 77.

Cependant, ces valeurs confirment que le vieillissement, quelle que soit sa durée, a beaucoup moins d'effets sur les bois traités aux ASA, de par des ratios proches de 1. Les ratios « Ra' » sont même inférieurs à 1 pour l'ASABu durant les 6 premiers mois, indiquant une surface ayant des irrégularités moins amples après vieillissement. Au-delà de 6 mois, ces valeurs restent proches de 1, d'où une surface équivalente à la surface initiale des échantillons traités. Pour l'ASAM, c'est à partir de 9 mois d'exposition que la rugosité peut augmenter, alors que c'est à cette même période qu'elle devient plus lisse (selon « Ra ») pour les échantillons d'oléothermie.

Ce même phénomène est observé sur les témoins, puisque le critère « Ra » est plus faible après 9 mois qu'après 6 mois. Cependant, ces bois, tout comme les bois torréfiés, subissent de grands changements, avec des ratios plutôt proches de 2, voire plus. Les deux critères sont fortement affectés, en raison des déformations qui peuvent apparaître.

Ces premières mesures sur « Ra » et « Rz » laissent à penser à des conséquences similaires sur l'asymétrie et l'aplatissement des courbes, qui sont également des critères d'amplitude (cf. Fig. 78).

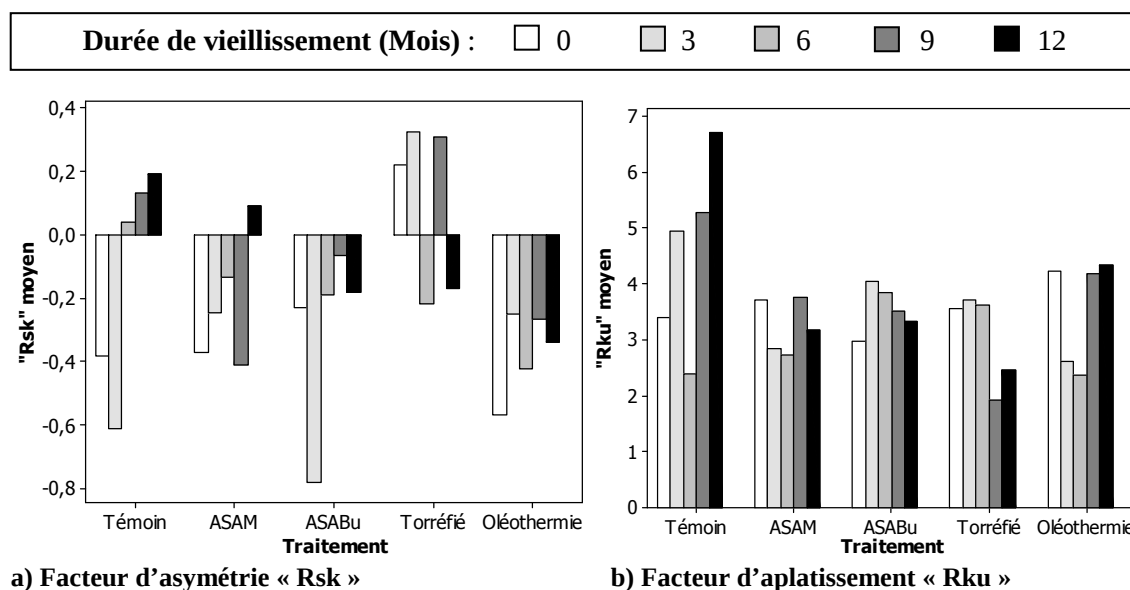


Figure 78 – Evolutions de "Rsk" et "Rku" au cours du vieillissement

Avant vieillissement, notons tout d'abord que le critère « Rsk » est négatif, sauf pour le bois torréfié, qui présente alors plus de creux que de pics à sa surface. Toujours avant vieillissement, le facteur « Rku » présente des différences nettement moins visibles entre les traitements que « Ra » ou « Rz ». La seule différence significative au seuil de 5% est entre l'ASABu (« Rku » moyen = 3) et l'oléothermie (« Rku » moyen = 4,2), justifiant la valeur de probabilité trouvée suite au test de Tukey ($p = 0,015$). La valeur du « Rku » pour chaque traitement est ainsi proche de 3, ce qui tend à confirmer une distribution gaussienne des hauteurs.

Après vieillissement, ce sont les traitements ASAM, ASABu et Oléothermie qui offrent la meilleure stabilité, notamment visibles grâce au « Rku ». Le bois torréfié présente aussi un facteur d'aplatissement stable, ce qui confirme l'intérêt d'une préservation. Seul le bois non-traité présente des différences significatives de « Rku », en fonction de la durée de vieillissement ($p = 0,022$). Le facteur d'asymétrie apparaît cependant plus sensible que le « Rku », en raison de fluctuations constatées sur le bois thermo-traité et les ASA.

2.3.2.3. Discussion et limites de la méthode

L'imprégnation de produits chimiques apporte une stabilité certaine de la rugosité face au vieillissement. En effet, l'ensemble des critères mesurés ici ont une évolution faible, sauf lorsque l'exposition se prolonge. Kamdem et Grelier (2002) ^[135] ont également observé un effet bénéfique d'une imprégnation chimique (amine de cuivre) sur la stabilité de la rugosité, suite à un vieillissement artificiel. Le caractère hydrophobe du bois suite à une imprégnation est ainsi un atout pour l'état de surface. L'eau (et donc l'humidité du bois) est en effet le facteur le plus

influent, car un vieillissement sans aspersion d'eau ne provoque qu'un très faible changement de rugosité sur des bois non traités, contrairement à un vieillissement en présence d'eau ^[135].

De même, après vieillissement, certains critères montrent des valeurs plus faibles qu'initialement pour ces mêmes bois traités. Ces effets sont aussi avérés avec d'autres traitements chimiques appliqués au pin ^[272]. L'eau des précipitations et donc le lessivage expliquent ce phénomène, car, après vieillissement, la rétention de produit est moins importante, et *a fortiori* la saturation des parois. Avec moins de produits imprégnés, les parois sont moins gonflées et retrouvent des dimensions permettant d'atténuer les effets de surface. De même, le traitement ASABu semble le plus résistant au changement de surface, car les critères mesurés sont sensiblement les mêmes, quelle que soit la durée du vieillissement. Or, ce produit a aussi la couleur la plus foncée : il se pourrait que cette couleur permette à ce produit d'agir comme un absorbeur d'UV, limitant ainsi la dégradation de la lignine. La seule exception concerne le facteur d'asymétrie après 3 mois de vieillissement. Cependant, ce critère est fortement sensible à des creux ou pics isolés, qui ne sont pas nécessairement représentatifs de la surface globale. Ceci explique un tel écart, pourtant non représentatif d'un bois dont la rugosité a montré par ailleurs sa stabilité.

Cependant, il est vrai qu'un bois traité mais non vieilli a un relief plus ample (à l'échelle micrométrique, rappelons-le), comparé à du bois non imprégné. Il est probable que la pression appliquée lors du traitement en soit responsable, provoquant des lésions des parois cellulaires lors de l'imprégnation de produits. La pression doit faire éclater certaines parois ou bien en faire craqueler d'autres. Le fait qu'elles sont saturées d'huile aggrave l'amplitude des irrégularités constatées.

Chez les témoins, ces irrégularités apparaissent dès les premiers mois de vieillissement suite aux nombreux cycles sorption/désorption (et donc gonflement/retrait), qui génèrent des contraintes internes. Ainsi, le changement de rugosité est rapide et flagrant, quel que soit le critère mesuré. Même à l'œil nu, ou au microscope, il est possible de constater l'apparition de gerces et de fentes de séchage causées par le rayonnement UV et la dégradation de la lignine ^[87].

En dépit de son caractère hydrophobe, le bois torréfié semble aussi sensible à ces déformations, malgré un « Rku » qui reste stable. La teneur en eau de ces bois est moins grande que les bois non traités, et la cinétique sorption/désorption est ralentie. Or, sous des averses consécutives, alternées avec des éclaircies, il est probable que ce bois subisse aussi des cycles retrait/gonflement, certes moins sévères, mais suffisamment pour altérer sa surface. Connaissant sa sensibilité mécanique, les contraintes internes sont probablement à l'origine de fissures, dont la présence se ressent sur la rugosité du bois. Si seul ce bois présente un « Rsk » initialement positif, c'est que le traitement induit une plus forte proportion de creux : à l'inverse d'une

imprégnation qui sature les parois, le traitement thermique les détruit partiellement, ce qui entraîne une rugosité plus creusée.

Les graphiques précédents montrent cependant que certaines mesures effectuées après 9 mois de vieillissement ont des différences moins prononcées avec les valeurs initiales. A l'inverse, les autres périodes semblent plus traumatisantes pour le matériau. Ce phénomène est plus visible encore sur les paramètres calculés à partir du profil de rugosité à proprement parler (cf. Annexe 10). Les conditions climatiques sont ici responsables de ce phénomène, car les éprouvettes vieilles 9 mois sont prélevées juste après la fin de l'automne. Or, cette période (13 Octobre – 12 Janvier) correspond aux 3 mois où le rayonnement solaire est le moins important, tout comme l'amplitude de teneur en eau journalière du bois. Ainsi, concernant cette humidité, les cycles de retrait/gonflement sont moins sévères pour le matériau qui tend à se stabiliser, ce qui limite les déformations. De même, un rayonnement UV faible entraîne une dégradation moindre des molécules ligneuses, dont les éléments pourraient rester en surface. Ces éléments sont même fortement lessivés durant cette saison qui connaît de fortes précipitations ^[135].

La rugosité apparaît donc comme un élément réversible, tout du moins dans une certaine mesure : si le lessivage des produits de préservation est irrévocable, la teneur en eau du bois explique pour beaucoup le changement de rugosité. Cette teneur étant variable selon les conditions extérieures, alors la rugosité l'est tout autant. En plus de la protection de la lignine par des produits comme l'ASABu, la stabilité des bois traités est aussi due au caractère hydrophobe, qui empêche la variation de teneur en eau. Il est à prévoir que cette stabilité dépende fortement de la viscosité du produit, sa rétention et donc sa résistance au lessivage.

Mais cette teneur en eau est une autre source d'imprécision, en raison du changement du caractère hygroscopique du bois au cours du vieillissement. La comparaison des profils avant et après vieillissement est nécessairement entachée d'une erreur, car la teneur en eau ne peut pas être tout à fait la même.

Enfin, concernant les critères de mesures, il faudrait appliquer bien d'autres calculs pour être représentatif de la rugosité d'un matériau. En plus des facteurs d'amplitude, il y a des critères d'espacement, ou encore des critères hybrides... Chaque critère ne peut être suffisant pour décrire l'état de surface : ainsi, « Ra » a le défaut majeur ne pas différencier les pics des creux (d'où l'approfondissement de l'analyse par « Rsk »), tandis que les facteurs d'asymétrie et d'aplatissement sont fortement influencés par des creux ou pics isolés.

L'analyse ici faite permet tout de même de rendre compte des effets du vieillissement sur la rugosité, dont les principaux sont : la dégradation par les UV, le lessivage, ou encore le changement d'humidité du bois. Au final, suite au vieillissement, les éprouvettes initialement plus lisses (témoins et torréfiées) deviennent globalement plus rugueuses que les bois imprégnés, davantage protégés face aux changements d'humidité.

2.3.3. Colorimétrie

Une autre conséquence de la météo, et particulièrement du rayonnement, est le changement de la couleur du bois, du moins à sa surface. Il est important de caractériser l'évolution de cette couleur, que le bois soit traité ou non. Cette couleur, en plus de son importance esthétique traduit l'intensité de la dégradation chimique que le bois subit.

2.3.3.1. Principe théorique

Ainsi, afin de parler dans un langage scientifique universel, c'est le système CIELab qui est retenu pour caractériser la couleur. Pour un observateur standard et un illuminant donné (« A » pour la lumière à incandescence et « D65 » pour la lumière du jour), ce système permet de définir les coordonnées chromatiques « a^* » (correspondant au rouge-vert) et « b^* » (jaune-bleu), ainsi que la luminance L^* , variant de 0 à 100. Plus L^* est petit, plus l'échantillon est sombre (cf. Fig. 79).

(Image : http://www.newsandtech.com/issues/2002/02-02/ifra/02-02_greybalance.htm)

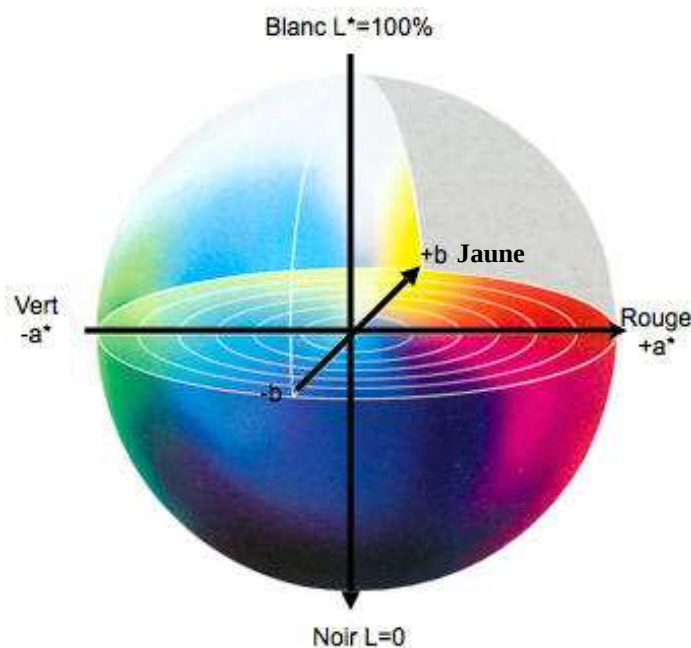


Figure 79 – Coordonnées chromatiques du système CIELab

La différence de mesure après vieillissement permet de dire si l'échantillon a jauni, noirci ou bien encore rougi... Un critère noté ΔE^* , calculé par l'équation 17, permet même de caractériser le changement de couleur de manière global. Plus il est élevé, plus la couleur a été modifiée.

$$\Delta E^* = \sqrt{(L_f^* - L_i^*)^2 + (a_f^* - a_i^*)^2 + (b_f^* - b_i^*)^2} \quad (17)$$

Avec, l'indice « f » correspondant aux mesures après vieillissement ; l'indice « i » désignant les mesures initiales, avant vieillissement.

2.3.3.2. *Protocole*

Pour effectuer ces mesures, un colorimètre de type Minolta CM500 est utilisé. Après calibration des couleurs blanche et noire, un flash est envoyé par l'appareil avec un observateur de 10°, puis réfléchi par l'échantillon de bois. Selon les longueurs d'onde réfléchies, l'appareil détermine la couleur de l'échantillon (ici avec l'illuminant Incandescence) en détaillant les coordonnées mentionnées ci-avant.

Ces mesures concernent 2 répliquas par traitement et par durée de prélèvement. C'est logiquement la face la plus exposée (celle au sud) qui est analysée, sachant que 7 mesures sont effectuées par face, afin d'effectuer une moyenne des données chromatiques obtenues. La couleur d'un échantillon donné est donc supposée homogène le long de sa surface. Pour chaque point de mesure, l'appareil envoie trois flashes successifs, afin d'assurer la répétabilité des résultats.

2.3.3.3. *Résultats*

Avant d'étudier l'impact du vieillissement, notons déjà que le traitement quel qu'il soit a un impact sur la couleur initiale du bois (cf. Fig. 80).

Pour chaque donnée chromatique, les différences observées sont significatives au seuil de 5%. Ainsi, le bois non traité est le plus lumineux, tandis que les bois traités à l'ASAM et à l'huile de colza se caractérisent par une teinte plus jaune, de par un b^* plus grand. Enfin, les bois traités à l'ASABu et torréfiés sont les plus sombres, en raison d'une couleur brune imputée par le traitement. La teinte de rouge, elle, n'est pas dominante et assez similaire, quel que soit le traitement.

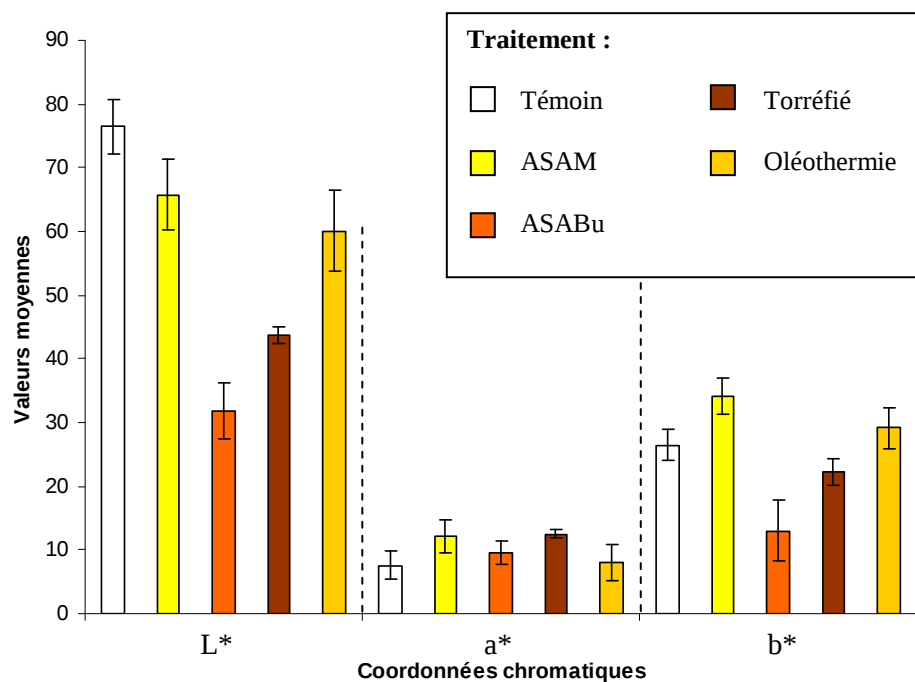


Figure 80 – Différences de couleur selon les traitements

Le vieillissement va venir bouleverser ces couleurs, dès les premiers mois d'exposition. L'indice ΔE^* permet ainsi de rendre compte de l'évolution globale de la couleur au cours du temps (cf. Fig. 81).

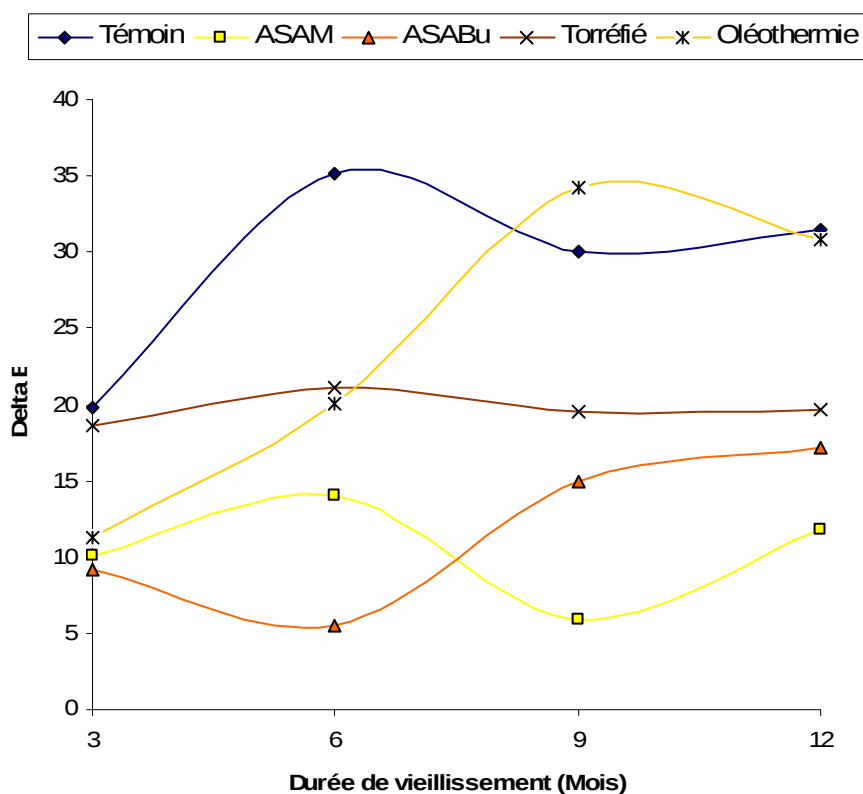


Figure 81 – Evolution globale de la couleur, au travers de la mesure de ΔE^*

Il apparaît que les bois non-traités sont naturellement ceux qui subissent les changements les plus importants, d'après des ΔE^* très élevés dès les premiers mois de vieillissement. Cette rapidité fait que la couleur n'évolue plus ou peu après seulement 6 mois d'exposition. Cette stagnation de la couleur est encore plus franche avec le bois thermo-traité. Le ΔE^* calculé est de l'ordre de 19, quelle que soit la durée de vieillissement. Enfin, les bois imprégnés ont d'abord un comportement analogue, montrant une meilleure résistance après 3 mois en extérieur. Cependant, les échantillons traités par oléothermie accusent une forte évolution, au même titre que les témoins, bien qu'elle soit constatée plus tardivement (après 9 mois d'exposition). A l'inverse, si les bois traités ASABu ont aussi une couleur qui évolue après 9 mois (dans une moindre mesure tout de même), les bois traités ASAM semblent stables.

Il est toutefois nécessaire d'observer ce que ces changements globaux renferment, en détaillant l'évolution de chaque coordonnée chromatique.

Tableau XXIV – Evolution des coordonnées chromatiques

Traitement	Durée de vieillissement (mois)	L*		a*		b*	
		Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
Témoin	0	76,48	4,22	7,6	2,23	26,47	2,37
	3	64,84	1,46	5,56	1,68	10,65	2,41
	6	53,05	2,59	2,05	0,29	4,24	0,62
	9	55,29	2,91	3,08	1,02	5,76	1,93
	12	53,77	1,44	2,78	0,52	5,31	0,97
ASAM	0	65,81	5,65	12,17	2,6	34,08	2,82
	3	59,57	1,31	15,6	0,92	32,06	2,98
	6	67,91	1,45	10,58	1,63	24,93	3,3
	9	60,71	8,39	14,97	2,96	29,06	3,39
	12	66,03	3,65	10,69	1,87	22,19	2,93
ASABu	0	31,71	4,41	9,59	1,91	13,03	4,82
	3	37,51	10,02	6,23	1,74	12,2	5,9
	6	36,63	3,82	8,88	3,87	15	4,47
	9	44,7	6,92	10,81	2,61	20,27	3,95
	12	47,58	9,38	9,59	1,66	17,64	2,01
Torréfié	0	43,65	1,24	12,53	0,54	22,26	2,07
	3	59,2	1,1	7,05	0,66	12,13	1,28
	6	52,83	0,93	2,29	0,26	4,42	0,55
	9	50,44	1,2	2,76	0,25	4,94	0,39
	12	46,49	3,33	2,37	0,33	4,03	0,44

En considérant les bois sensibles au vieillissement (témoin, torréfié et oléothermie), l'évolution de la couleur se traduit par une baisse de la teinte jaune b^* et du ton rouge a^* . La luminosité, elle, est révélatrice d'un grisaillement du bois, observé sur les échantillons. Si le bois torréfié, initialement sombre, a tendance à s'éclaircir suite à ce grisaillement, les bois non-traités accusent une forte baisse de leur luminosité. C'est également le cas des bois traités à

l'huile de colza, mais uniquement pour un vieillissement prolongé. Si la teinte jaune diminue dès 3 mois, la luminosité décroît fortement à partir de 9 mois, date à laquelle le grisaillement est initié et visible à l'œil nu.

En revanche, les changements de couleur des bois traités ASA sont moins catégoriques : le critère a^* évolue peu et reste stable, même après 12 mois d'exposition. Ainsi, le ΔE^* des bois ASAM est dû à une variation du jaune, tandis que les bois restent tout autant lumineux qu'initialement. A l'inverse, les bois ASABu ont un critère b^* qui reste constant, alors que l'augmentation de la luminosité est responsable du changement de couleur.

2.3.3.4. Discussion

Le grisaillement évoqué dans la littérature est apparu très rapidement sur les éprouvettes non traitées, ici exposées au climat bordelais. Ainsi, toutes les coordonnées chromatiques diminuent sensiblement dès les premiers mois d'exposition, donnant un ΔE^* de 19, puis de 31 après 12 mois d'exposition. Des résultats plus flagrants encore ont été obtenus par Custodio et Eusébio (2006) ^[67], puisque le pin maritime a donné un ΔE^* de l'ordre de 45 après 12 mois d'exposition au climat portugais, plus sévère. L'absence de traitement occasionne les changements les plus drastiques et les plus rapides, en raison d'une destruction de la lignine et des polysaccharides. L'ensoleillement est la cause principale de cette destructuration ; comme le test débuta au printemps, le bois a directement subi les deux saisons consécutives ayant le plus fort rayonnement UV, ce qui explique un changement aussi soudain. De la même façon, à la fin de l'été, le bois non traité a déjà subi en surface toutes les modifications possibles, et ne change presque plus de couleur.

Par ailleurs, un tel grisaillement est constaté sur les bois thermo-traités. Par rapport à un bois initialement sombre, le vieillissement éclaircit la teinte du bois, passant du brun au gris, et ce, dès 3 mois de vieillissement. En comparaison avec les bois témoins, le changement de couleur est plus faible et reste stable, quelle que soit la durée de vieillissement, conformément à la littérature ^[10; 73]. Malgré la condensation des lignines due au traitement thermique, des radicaux libres se forment, engendrant un changement de couleur. Cependant, le taux plus faible d'hémicelluloses explique un grisaillement plus rapide que les bois non-traités, et confère une plus grande résistance à ce bois, comparé au pin maritime non traité.

Enfin, le traitement chimique apporte au bois une résistance certaine à la photodégradation durant les premières phases de vieillissement. Ainsi, le greffage au niveau des parois cellulaires protège les molécules constitutives du bois et empêche le grisaillement. Notons que l'ASAM et l'huile de colza ont d'abord un comportement similaire : c'est le ton

jaune qui diminue, conséquence directe du lessivage. Ainsi, les bois les plus jaunes initialement perdent cette couleur caractéristique, en raison d'une diffusion de produit. Le bois tend à recouvrer sa couleur naturelle d'avant traitement. Cependant, si les bois traités à l'ASAM conservent une teinte lumineuse, même après 1 an de vieillissement, le bois traité par oléothermie finit par devenir gris en surface, au même titre que les bois cités précédemment. Il apparaît que ce mode de préservation ne confère pas au bois une protection durable face aux rayons UV. Une des éprouvettes ainsi traitée montre toutefois que le bois d'été est plus résistant que le bois de printemps, en raison d'un taux de lignine plus important (cf. Fig. 82).

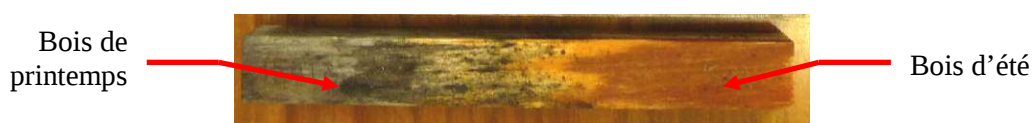


Figure 82 – Grisaillement hétérogène, selon la nature du bois exposé

A l'inverse, les traitements ASA ne montrent aucun grisaillement, attestant d'une capacité à empêcher la dégradation lumineuse. Cette affirmation est cependant à nuancer : pour le traitement ASAM, le changement de couleur ici calculé ne prend pas en compte l'apparition de moisissures noires en surface, constaté dès 9 mois de vieillissement. Il est probable que ces agents colonisateurs aient formé une couche protectrice, laissant en dessous d'eux une couleur du bois homogène et peu sensible aux conditions extérieures. Comme la mesure de colorimétrie s'est faite après avoir enlevé ces moisissures, le changement de couleur est ici jugé stable. La présence de moisissures diminue cependant fortement la luminosité des échantillons, et leur absence aurait peut-être contribué au même grisaillement que celui observé sur les échantillons traités à l'huile de colza.

Concernant l'ASABu, aucune moisissure n'a été constatée, attestant d'une plus grande durabilité conférée. L'absence de grisaillement est due à la couleur sombre initiale de l'ASABu, qui a sûrement contribué à capter les UV solaires, protégeant ainsi les polysaccharides du bois. Cependant, le lessivage est aussi à l'origine d'un changement de couleur, se traduisant ici par une augmentation de la luminosité. L'écoulement du produit a laissé apparaître une surface claire.

Le lessivage étant en partie responsable du changement de couleur des bois traités, il est nécessaire de le quantifier, tout comme les autres propriétés physiques, influencées par le vieillissement.

2.3.4. Analyse physico-mécanique

Concernant l'aspect mécanique, le protocole utilisé pour l'analyse vibratoire est identique à celui présenté dans le chapitre 3, paragraphe 2.2.2.1. (p. 95).

2.3.4.1. Impacts du traitement préalable

Le traitement chimique des éprouvettes donne une augmentation du module élastique, conforme aux résultats obtenus précédemment (cf. Tab. XXV).

Tableau XXV – Influence des traitements chimiques sur les propriétés physiques

Traitement	Rétention (kg.m^{-3})	Gain de densité (%)	MOE dynamique (MPa)			
			Avant traitement		Après traitement	
			Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
ASAM	154,52	28,89	9069	1839	9542	1927
ASABu	331,29	63,06	8923	1895	9588	1982
Oléothermie	277,6	51,82	8782	1920	9557	2010

Par rapport aux éprouvettes initialement non-traitées qui ont un module élastique moyen de 8925 MPa (écart-type = 1879 MPa), les éprouvettes traitées chimiquement ont un module statistiquement supérieur après traitement, d'après le test de Student ($p = 0,001$). Mais, quelle que soit l'imprégnation pratiquée, les modules après traitement sont équivalents entre eux, d'après le test de Tukey ($p = 0,991$). Les valeurs des modules avant et après traitement sont même fortement corrélées avec un coefficient de Pearson égal à 0,96, quel que soit le traitement appliqué. La régression linéaire correspondante est la suivante :

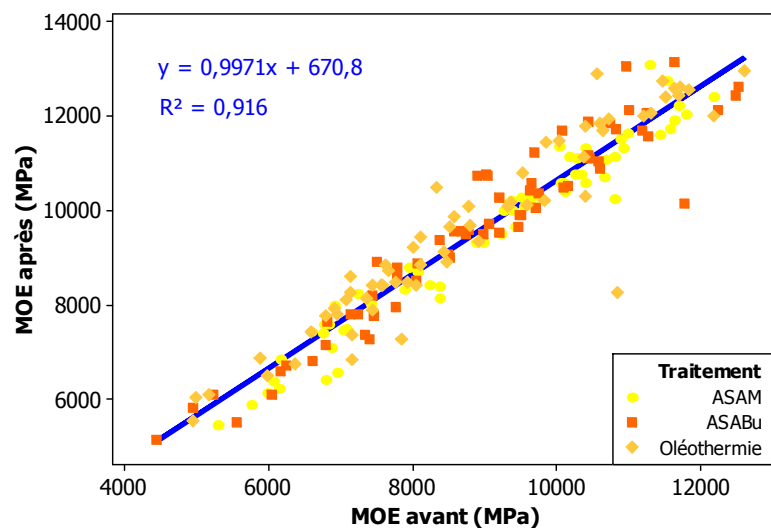


Figure 83 – Relation entre modules élastiques, avant et après traitement chimique

L'augmentation de la densité explique les bonnes performances du bois traités, mais, la corrélation n'est pas vérifiée dans tous les cas : le traitement ASABu est celui qui imprègne le plus de produit, mais, le gain sur le module n'est pas aussi grand que celui calculé pour les bois traités à l'huile de colza : la différence de MOE est respectivement de 7,5% et 8,8%.

De même, la densité du bois torréfié étant « seulement » de 0,58, elle n'est pas à l'origine des modules élastiques élevés mesurés. Si l'influence même du traitement thermique n'a ici pas pu être déterminée, vu que le traitement est antérieur au lancement de l'expérimentation, les éprouvettes ainsi traitées présentent un module significativement supérieur par rapport aux autres éprouvettes, avec une valeur moyenne atteignant 11081 MPa (écart-type = 982 MPa). La différence de lots de bois explique en partie cette différence, mais l'étude de Woessner (2008) ^[292] prouve aussi que ce traitement thermique a un impact positif sur le module élastique du pin maritime. Cette augmentation serait due à la cristallisation de la cellulose engendrée par la haute température et aussi au caractère plus hydrophobe, ce qui améliore la résistance en raison d'une teneur en eau d'équilibre plus faible ^[34].

2.3.4.2. Impacts du vieillissement

● Sur la masse

Suite à une exposition extérieure, les éprouvettes non traitées subissent une variation de masse constatée après stabilisation dans l'enceinte climatique avant et après vieillissement. Ainsi, les échantillons témoins révèlent une masse plus grande après vieillissement qu'avant exposition (cf. Tab. XXVI).

Tableau XXVI – Pertes de masse des éprouvettes non traitées, après vieillissement

<i>Durée de vieillissement (Mois)</i>	<i>Moyenne (%)</i>	<i>Ecart-type (%)</i>
3	-1,4	0,5
6	-3,3	0,4
9	-3,3	0,7
12	-4,2	0,4

Ces résultats cachent un léger lessivage des substances extractibles du bois, mais leurs valeurs croissantes avec le temps indiquent la fixation de particules sur les éprouvettes. De même, l'hygroscopie du matériau est chamboulée durant le vieillissement, en raison des variations perpétuelles de températures et d'humidités de l'air. Le phénomène d'hystérésis intervient vu que le bois peut adsorber et désorber de l'eau dans la même journée, mais, en

conséquence, il est difficile de savoir quelle est sa teneur en eau exacte malgré la connaissance des conditions environnantes.

Les bois traités thermiquement subissent eux aussi une augmentation de leur masse mais dans une proportion moindre. Pour chaque prélèvement, elle avoisine les 2, voire 2,5%, et reste stable. Si ce taux est inférieur à celui des éprouvettes témoins, c'est parce que le traitement a déjà permis d'éliminer les extractibles ; or, le bois témoin n'étant pas extrait, il est chargé de résine qui revêt un caractère collant, favorisant la fixation d'éléments extérieurs.

En l'absence d'étuvage, il est difficile d'obtenir des données plus précises, mais, il paraît logique que les éprouvettes traitées subissent le même phénomène. En effet, les produits de préservation imprégnés revêtent ce même caractère adhésif, notamment en ce qui concerne l'huile de colza ^[24]. La fixation de particules est ainsi supposée la même pour les éprouvettes traitées chimiquement que pour les éprouvettes témoins.

Les produits chimiques imprégnés subissent en complément un lessivage, induisant une perte de masse. Le lessivage réel correspond alors à la perte de masse mesurée ajoutée des valeurs du tableau ci-dessus (en valeur absolue), rapportée ensuite en pourcentage de la masse initiale.

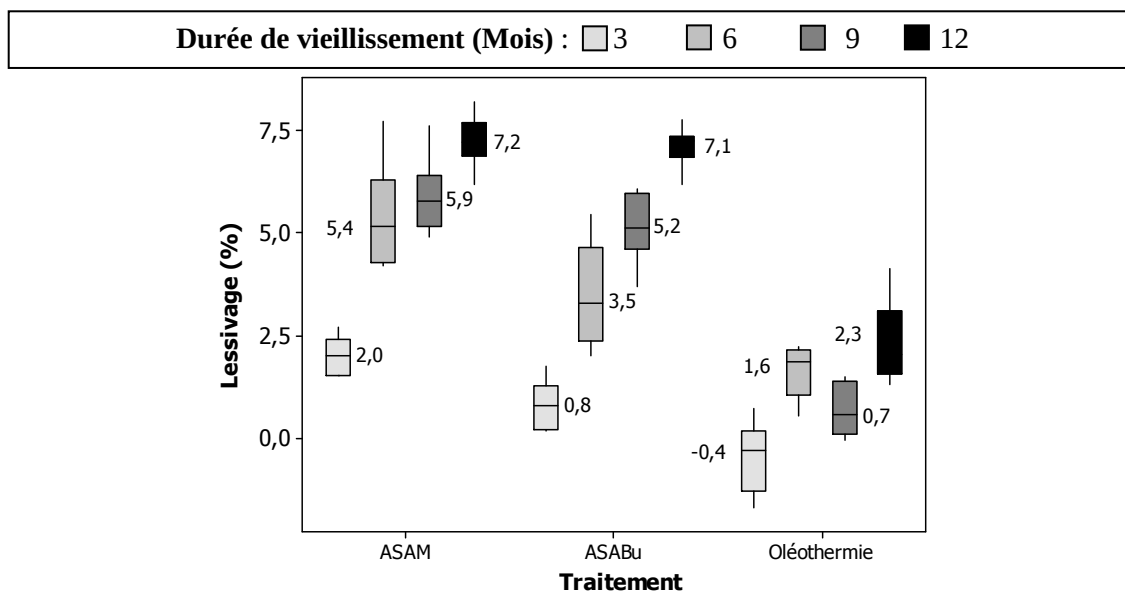


Figure 84 – Lessivage de produits de préservations (les valeurs indiquent les moyennes calculées)

Si les échantillons traités par oléothermie ne souffrent pas trop du lessivage, les produits ASA perdent une quantité de produit croissante avec le temps d'exposition. En raison de conditions d'imprégnation moins drastiques, le produit ASAM est davantage lessivé que l'ASABu. Cependant, il est difficile de conclure à une réelle différence entre les deux ($p = 0,10$).

selon le test de Student), justifiant jusque là le choix du procédé utilisé pour l'ASAM, moins exigeant en énergie.

Pour ces éprouvettes traitées, le lessivage est le plus important entre 3 et 6 mois de vieillissement, ce qui correspond globalement à la période estivale. Ainsi, les précipitations ne sont pas les seules responsables du départ des produits imprégnés. C'est à cette période que le rayonnement solaire est le plus important, et *a fortiori*, la dégradation de la lignine, qui peut être ensuite lessivée. De même, la température des éprouvettes étant plus élevée, le chauffage induit une diminution de la viscosité des produits de préservation, favorisant ainsi leur écoulement. Il est probable qu'il y ait une synergie entre l'élévation de la température dans le bois et les précipitations, qui, bien qu'inférieures en été, ne sont pas nulles. Les variations d'humidité du bois pourraient également catalyser le lessivage, vu qu'elles sont les plus importantes en été, mais, les bois imprégnés étant réputés hydrophobes, il est impossible de savoir exactement quelle est la variation de leur teneur en eau au cours d'une journée.

● Sur les données mécaniques

Le vieillissement a aussi un impact sur les modules élastiques, mesurés par analyse vibratoire (cf. Fig. 85).

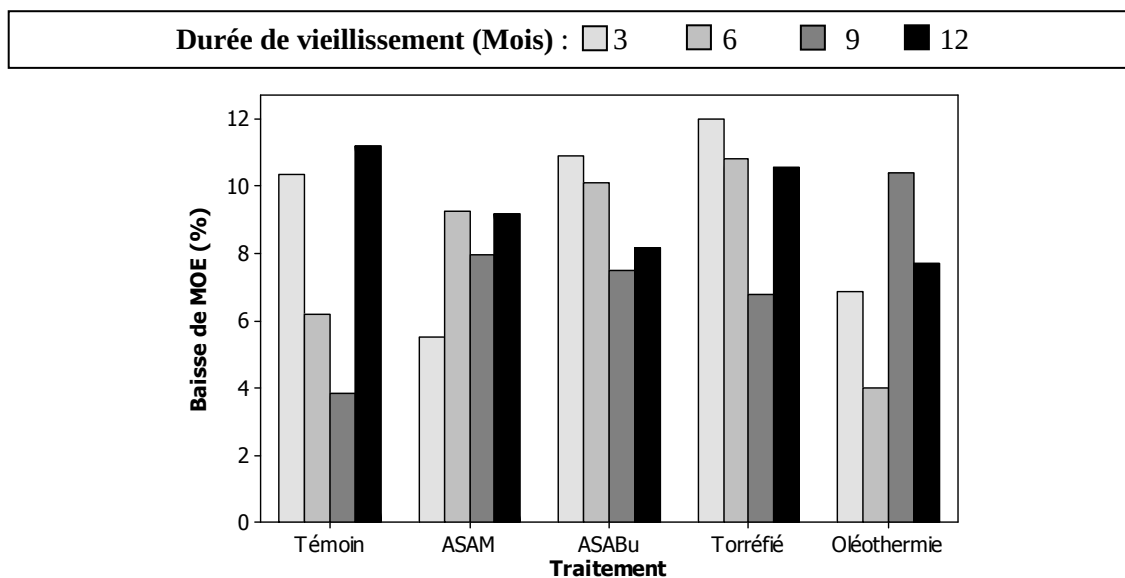


Figure 85 – Baisse des modules élastiques en %, suite au vieillissement

Des similarités apparaissent entre les éprouvettes témoins, torréfiées et celles traitées à l'ASABu, montrant un effet notable du vieillissement. Le module baisse de plus de 10% après 3 mois, puis cette baisse s'atténue jusqu'à 9 mois de vieillissement. Mais, entre 9 et 12 mois, la baisse s'accroît de nouveau. Les éprouvettes traitées par oléothermie suivent la même évolution, sauf que la baisse redevient importante dès 9 mois de vieillissement. Le traitement

ASAM fait figure d'exception, puisque la baisse s'accroît de 0 à 6 mois avant de se stabiliser entre 8 et 9%.

Cependant, un fort écart-type est constaté, parfois même supérieur aux moyennes calculées, ce qui les rend difficiles à exploiter. Ainsi, le bois traité par oléothermie et vieilli 3 mois voit son module élastique diminuer de 6,9% alors que l'écart-type est de 7,2%. Pour ce cas précis, une éprouvette a en effet subi une diminution de 16% de son module tandis qu'un autre échantillon soumis aux mêmes conditions voit son module augmenter de près de 7%, après vieillissement. Vu que les moyennes sont calculées à partir de 8 valeurs, ce qui est jugé suffisant pour être représentatif, l'hygroscopie des matériaux explique une telle dispersion des résultats. Selon l'anatomie du bois, la qualité de l'imprégnation n'est pas la même entre les éprouvettes, et *a fortiori* le lessivage. Tout ceci influence le caractère hygroscopique du bois traité, et explique des différences de cinétique sorption/désorption. Malgré les efforts fournis pour stabiliser le bois dans des conditions climatiques précises, les bois testés mécaniquement n'étaient probablement pas à la même teneur en eau, ce qui a une influence sur les valeurs des modules mesurés.

De même, les essais de compression réalisés confirment une baisse des propriétés. Cette méthode étant destructive, il est nécessaire de calculer les propriétés moyennes des échantillons avant et après vieillissement sur des éprouvettes différentes. Cependant, les données du module élastique ne sont pas présentées ici pour ne pas être redondantes avec celles de l'analyse vibratoire, jugées plus fiables pour comparer les résultats.

Tableau XXVII – Evolution de la contrainte en compression axiale, après vieillissement

Durée de vieillissement (Mois)	Témoïn			ASAM		
	σ_{max} (MPa)		Baisse (%)	σ_{max} (MPa)		Baisse (%)
	Moyenne	Ecart-type		Moyenne	Ecart-type	
0	39,8	8,0		46,5	5,2	
3	39,5	3,4	0,7	44,5	7,5	4,4
6	30,7	6,3	22,7	36,8	5,0	20,9
9	35,4	3,8	10,9	38,0	3,7	18,3
12	33,2	3,8	16,6	40,0	3,8	14,0
	ASABu			Torréfié		
	σ_{max} (MPa)		Baisse (%)	σ_{max} (MPa)		Baisse (%)
	Moyenne	Ecart-type		Moyenne	Ecart-type	
0	45,0	5,8		54,8	5,6	
3	39,4	8,1	12,5	48,7	3,9	11,2
6	32,0	6,3	28,9	53,6	8,0	2,3
9	36,3	6,4	19,4	50,2	5,3	8,4
12	42,0	3,1	6,8	50,1	5,0	8,5
	Oléothermie					
	σ_{max} (MPa)		Baisse (%)			
	Moyenne	Ecart-type				
0	38,5	11,5				
3	39,5	5,1	-2,4			
6	35,3	4,7	8,3			
9	41,0	5,6	-6,4			
12	35,3	5,6	8,5			

Quel que soit le traitement employé, la contrainte fluctue au lieu de décroître continuellement lorsque le temps de vieillissement augmente. La même cause que pour le module élastique peut être mise en avant : l'humidité du bois.

Le bois torréfié ne souffre pas trop du vieillissement, car sa contrainte apparaît relativement stable : il est connu que sa lignine est densifiée par le traitement thermique, ce qui réduit sa dégradation par les UV ^[206], et le comportement hydrophobe est aussi à mettre en avant, pour expliquer cette faible fluctuation. Quant à sa contrainte ici élevée, elle dissimule l'effet de la variabilité du bois, vu que ce bois traité n'appartient pas au même lot d'origine que les autres éprouvettes. Ainsi, la contrainte initiale de 54,8 MPa est conforme aux résultats de Woessner (2008) ^[292], mais ses essais de compression montrent que son bois non traité a une contrainte atteignant 78 MPa (soit bien au-dessus de nos 39,8 MPa). Le traitement thermique est donc bien néfaste pour le matériau, même si ce n'est pas apparent ici.

En revanche, les baisses les plus significatives suite au vieillissement concernent l'ASAM et l'ASABu, tandis que le traitement chimique par oléothermie semble plus résistant. Rappelons que c'est ce dernier traitement qui souffrait le moins du lessivage. Au travers du lessivage, c'est la baisse de densité qui est à l'origine de la diminution de la résistance. Ce lessivage étant accentué en été, alors les baisses de résistance sont les plus fortes après les 6 mois de vieillissement. Il apparaît que le lessivage a moins d'effets sur le module élastique, qui n'est pas autant affecté par la saison estivale, en raison du caractère plus sensible de la contrainte, par rapport au module de Young.

Par ailleurs, la lignine étant davantage dégradée par les UV que les polysaccharides au rôle mécanique très important, cela évite de fortes pertes mécaniques, du moins avec les tests réalisés ici. Un essai de fissuration qui teste la paroi cellulaire donnerait probablement d'autres conclusions, en raison de l'affaiblissement entre la lamelle moyenne et la paroi primaire.

De plus, le facteur humidité si influent étant lié aux conditions climatiques qui varient au quotidien, cela prouve que les propriétés mécaniques causées par le vieillissement sont en partie réversibles, particulièrement lorsque l'imprégnation souffre peu du lessivage. C'est pourquoi elles fluctuent, sans montrer une décroissance nette et corrélée au temps de vieillissement. Il serait ainsi intéressant de voir l'effet d'une exposition aux UV, sans aspersion d'eau, afin de s'épargner le facteur « Humidité du bois » et connaître l'impact réel du rayonnement solaire.

2.4. Essais de biodégradation, post-vieillessement

Le but premier de cette expérimentation est de savoir en quelle mesure le vieillissement influence la durabilité du bois, traité ou non. C'est pourquoi, suite à tous les tests de caractérisation de l'exposition extérieure, la durabilité est mesurée.

2.4.1. Protocole

Pour cela, les mesures mécaniques s'avèrent de nouveau plus appropriées que les mesures de masse. De plus, comme l'étuvage est proscrit, il est plus simple de se fonder sur un critère de résistance mécanique.

Le protocole est identique à celui de la page 97 : pour mémoire, les éprouvettes vieillies de 160 mm de long sont recoupées en leurs 2 extrémités, pour former 2 éprouvettes jumelles de 60x20x20 mm³. L'une est testée en compression axiale, tandis que l'autre est au préalable biodégradée pendant 8 semaines par la pourriture brune *P. placenta*. Comme le vieillissement attaque principalement la lignine, il aurait été intéressant de tester la durabilité résiduelle face à une pourriture blanche ; cependant, l'essence qu'est le pin maritime justifie le choix d'une pourriture brune, à laquelle il est plus sensible. De même, en raison du lessivage subi par les éprouvettes au cours du vieillissement, l'effet du milieu de culture n'est ici pas étudié, car jugé négligeable.

2.4.2. Résultats

Que ce soit sur le module élastique ou la contrainte à la rupture, les phénomènes observés sont analogues :

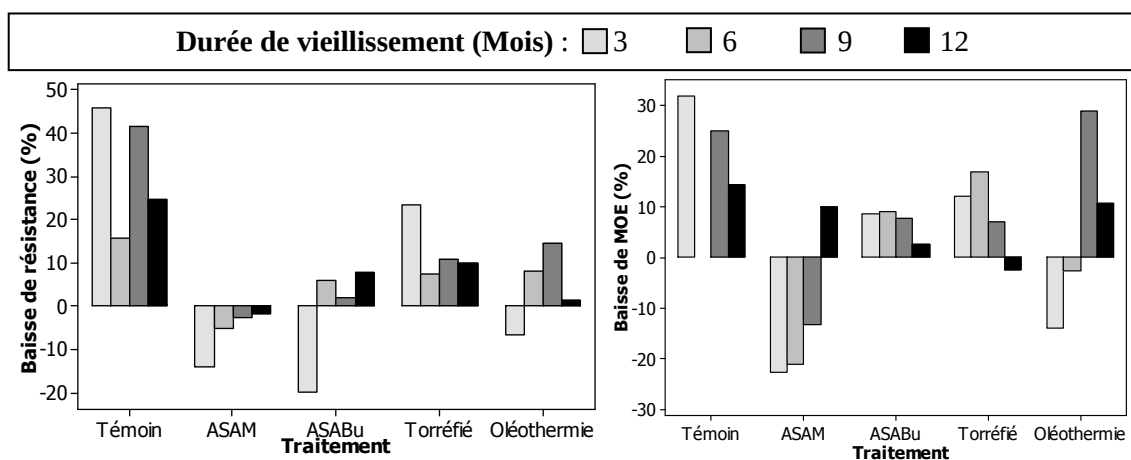


Figure 86 – Baisse de la résistance en compression, après biodégradation

Ainsi, le lot témoin souffre logiquement le plus de l'attaque fongique. Si les données après 6 et 12 mois sont étonnantes, voire absentes, c'est en raison de contaminations, ce qui sera discuté par la suite. Notons que malgré la décroissance forte des deux propriétés ici mesurées, le vieillissement n'a que peu d'effets sur la durabilité, car la baisse de résistance après 9 mois est assimilable à celle obtenue après 3 mois.

Le bois torréfié a un comportement assez similaire, dans le sens où il accuse des baisses de résistance certes moindres, mais non négligeables. Cependant, la différence entre 3 mois et 9 mois de vieillissement est plus prononcée qu'avec les bois non-traités.

Concernant les éprouvettes traitées chimiquement, un phénomène inattendu est constaté : d'après des baisses de propriétés négatives, la résistance du bois à la pourriture est meilleure après vieillissement qu'avant, du moins lorsque celui-ci n'est pas trop long. Le traitement à l'ASAM est même le meilleur, car les modules et la contrainte sont plus élevés, quelle que soit la durée du vieillissement. Cependant, plus le vieillissement est long, plus cette baisse de résistance se fait ressentir, jusqu'à devenir positive pour les traitements ASABu et oléothermique. C'est ce-dernier qui est le moins efficace des 3, en terme de préservation, avec une baisse respective de la contrainte et du module de 12,4% et de 28,9%, après 9 mois en extérieur. Ceci corrobore avec l'aspect visuel laissé par le champignon dont la progression recouvre intégralement les échantillons vieillis 3 mois (cf. Fig. 87), ce qui n'est pas le cas avec les produits ASAM et ASABu. Ainsi, cela explique que la baisse de résistance des éprouvettes ASABu soit moins prononcée et reste même stable dès 6 mois de vieillissement.

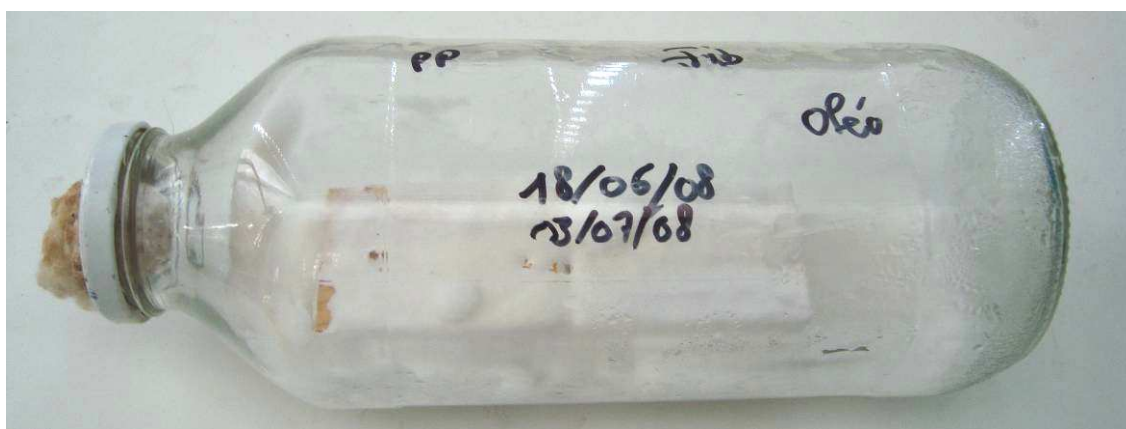


Figure 87 – Recouvrement fongique total sur éprouvettes traitées par oléothermie

2.5. Discussion et limites

Le lot témoin montre une durabilité très peu influencée par le vieillissement. Quelle que soit sa durée, cette exposition ne favorise pas la progression fongique ni la dégradation

mécanique qui en découle. Ainsi, les baisses de résistances de 46% et 32% pour la contrainte et le module de Young respectivement sont avérées aussi bien pour 3 que pour 9 mois de vieillissement. Ces diminutions sont même similaires, voire légèrement moindres que les éprouvettes non vieilles, qui accusent une baisse de résistance en compression de 46% après biodégradation (cf. p. 102). Ainsi, qu'il y ait vieillissement ou non, la durabilité reste inchangée, voire légèrement meilleure, d'après les résultats des modules élastiques. Ceci s'explique par le lessivage des substances nutritives présentes dans l'aubier du bois ; si le champignon continue à attaquer les parois cellulaires, à l'origine de la baisse de résistance, l'absence de substances nutritives supplémentaires semble atténuer légèrement sa virulence. Cependant, « l'augmentation » de durabilité suite au vieillissement est toute relative, et à prendre ici avec précaution.

En effet, la mesure du module élastique est chargée d'une imprécision liée à la géométrie de l'éprouvette ; suite au vieillissement, puis à la biodégradation, les éprouvettes ne sont plus parfaitement parallélépipédiques rectangles, ce qui complique la pose des capteurs HBM. Ces-derniers requièrent en effet une surface plane, dans un souci de précision des mesures de déformations, ce qui est loin d'être le cas, notamment pour ces échantillons non traités. Au même titre, la mesure de la contrainte est imprécise car elle ne peut être homogène sur toute la longueur de l'échantillon.

Par ailleurs, malgré la stérilisation des échantillons aux UV, des contaminations ont été observées sur les éprouvettes non traitées vieilles 6 et 12 mois. Le bois torréfié s'est aussi révélé propice au développement de moisissures et autres souches à l'origine de contaminations après 6 et 12 mois de vieillissement. Ceci laisse à penser que le volume conséquent d'une éprouvette de bois ne peut être intégralement stérilisé par une exposition aux UV, qui est uniquement efficace en surface. Il est probable que des spores se soient immiscées dans les fissures engendrées durant le vieillissement, se mettant ainsi à l'abri de la stérilisation UV.

Cela montre aussi que le traitement thermique n'est ici que peu durable face aux attaques fongiques. En effet, les bois thermo-traités non vieillis ont révélé une baisse de la contrainte de 35,7%. Cette valeur montre qu'il y a bien un effet de préservation, en comparaison avec le lot non-traité, mais les conséquences mécaniques restent élevées après dégradation fongique. En revanche, il y a un effet positif du vieillissement car la baisse de contrainte n'est plus que de 23,5% après 3 mois de vieillissement et même de 10,6% seulement après 9 mois.

De même, les éprouvettes traitées chimiquement ont toutes une résistance et donc une durabilité accrue après un vieillissement de 3 mois. Ces observations étonnantes trouvent peut-être une explication dans la présence d'autres souches fongiques, voire même de bactéries. En effet, durant le vieillissement, de nombreux agents biologiques sont susceptibles de coloniser le bois, sans pour autant avoir les conditions nécessaires pour se développer. Une fois dans

l'enceinte climatique, ces agents confinés dans le bois, et donc non détruits par les rayons UV, pourraient tenter de se développer au même titre que la pourriture brune, instaurant ainsi des relations d'antagonisme. Ces relations conflictuelles entre champignons (ou bactéries) viendraient en complément d'une durabilité conférée par les produits de préservation, qui, rappelons-le, ne sont pas fongicides.

Cela laisse à penser que la durabilité trouvée pour le bois non-traité est surestimée, car ces mêmes relations antagonistes ont dû apparaître prioritairement sur les éprouvettes n'ayant subi aucun traitement. Il serait ainsi intéressant de réaliser des études permettant d'identifier les pourritures ayant colonisé les bois vieilliss en extérieur, et connaître leur développement. Les variations d'humidité doivent perturber leur croissance, mais ne peuvent empêcher leur apparition. Cependant, si aucune pourriture n'a été détectée à l'œil nu sur les échantillons étudiés ci-dessus, il est probable qu'il faille attendre plus de temps pour qu'elle devienne visible sur le terrain.

Cependant, pour les bois imprégnés, plus le vieillissement est long, plus la durabilité et la résistance décroissent. Ceci est clairement dû au lessivage des produits, qu'ils soient greffés ou non aux constituants du bois. En effet, le greffage n'empêche pas le lessivage si les sucres ou la lignine sont dégradés au cours du vieillissement. Cette tendance au lessivage est vérifiée pour les 3 traitements (cf. Fig. 88).

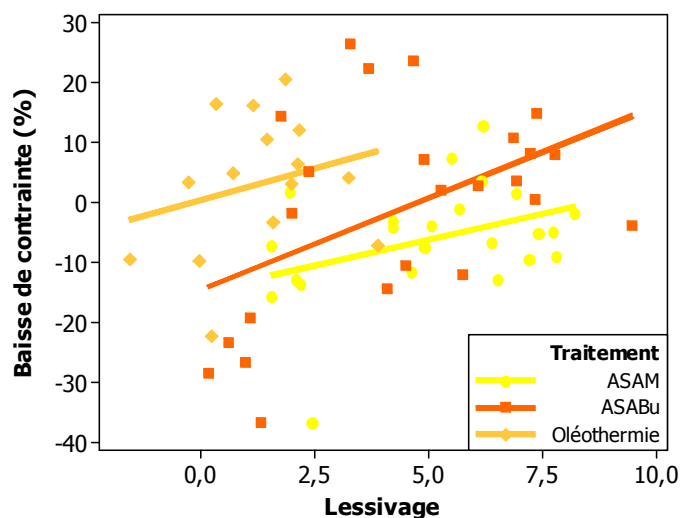


Figure 88 – Relations entre le lessivage et la baisse de contrainte mécanique des bois imprégnés

Avec une rétention moindre, la pourriture a davantage de possibilités de coloniser les parois ligneuses et les endommager, bien que cela reste bien inférieur aux dégradations du lot témoin. Les échantillons traités par oléothermie sont cependant les plus sensibles au

vieillissement, avec des baisses de résistance élevées après 9 mois de vieillissement (14,4% pour la contrainte et 28,9% pour le module de Young). Pourtant, c'est le traitement qui souffre le moins du lessivage, et l'efficacité de l'huile pour rendre durable le bois est prouvée : des tests de biodégradation sur des échantillons non vieillis ont révélé une augmentation de la résistance en compression de 15%.

Ce comportement au vieillissement marque les différences entre les huiles imprégnées. En effet, l'huile de colza est par exemple moins efficace que l'huile de lin en terme de préservation ^[171], et apparaît ici comme plus sensible au vieillissement que l'ASAM ou l'ASABu. L'explication de la baisse d'efficacité de l'huile doit se trouver dans sa chimie, et son comportement face au rayonnement UV. Il est possible que ces rayons altèrent certaines liaisons et diminuent ainsi la capacité de l'huile à rendre le matériau hydrophobe, et donc imputrescible. Cette altération peut aussi expliquer le changement de rugosité observé à partir des paramètres « Ra » et « Rz », qui suivaient la même évolution que pour les éprouvettes non traitées. Une étude sur la modification de la chimie est à mener pour confirmer ou non cette supposition.

III. Des perspectives à envisager...

3.1. La durée de vie

Si la précédente expérience apparaît adaptée pour mesurer l'évolution de la durabilité, un autre type d'essai permettrait de pallier aux principaux défauts constatés ici : en effet, tous les tests de caractérisation ont été faits l'un à la suite de l'autre, alors qu'il serait tout aussi intéressant de combiner les essais en simultané. Ceci pourrait être envisageable avec des tests de durée de vie, objets de la thèse de Lebatteux (1997) ^[162].

Cette durée de vie consiste à contraindre le matériau sous une charge (constante, cyclique, ou même progressive), et d'étudier l'évolution de sa résistance. Cela se fait par une mesure de flèche, et aussi du temps nécessaire pour rompre les éprouvettes.

De tels essais peuvent être menés à petite échelle, durant lesquels le facteur « Biodégradation » peut être inclus. Des bâtis adaptés permettraient d'appliquer une charge constante en flexion sur des petites poutres, lesquelles seraient isolées et soumises à des conditions environnementales chaudes et humides. Ces paramètres seraient nécessaires au développement fongique, qui peut être provoqué par aspersion contrôlée de spores. De même, le bois peut être laissé dans des conditions humides mais sans aspersion artificielle, afin d'observer et d'identifier les pathogènes fongiques qui colonisent naturellement le bois et altèrent en conséquence sa résistance mécanique. Un lot jumeau d'éprouvettes, aux propriétés jugées équivalentes, serait testé en parallèle sans spores fongiques, afin de constituer le lot témoin.

3.2. Le changement d'échelle

Les essais en laboratoire permettent d'identifier, de comprendre certains phénomènes intervenant dans la biodégradation, mais la quantification n'est pas transposable tel quel dans la réalité. En effet, les petites dimensions des éprouvettes et les conditions de croissance des souches sont optimisées pour favoriser la dégradation et étudier ainsi les phénomènes entrant en jeu. Cependant, pour savoir le temps nécessaire à la rupture d'une poutre soumise à une biodégradation, des travaux restent à accomplir...

Pour cela, un exemple en lien avec cette thèse peut être donné : à partir des éprouvettes de fissuration du chapitre 2, il est possible de modéliser les éprouvettes par la méthode des éléments finis. Un logiciel comme Cast3m® permet une telle opération (cf. Fig. 89), à partir de données mécaniques spécifiques à l'essence de bois. Dès lors, la force nécessaire pour ouvrir une fissure sur une longueur « x » peut être déterminée, et transposée par la suite à des échantillons de dimensions plus grandes.

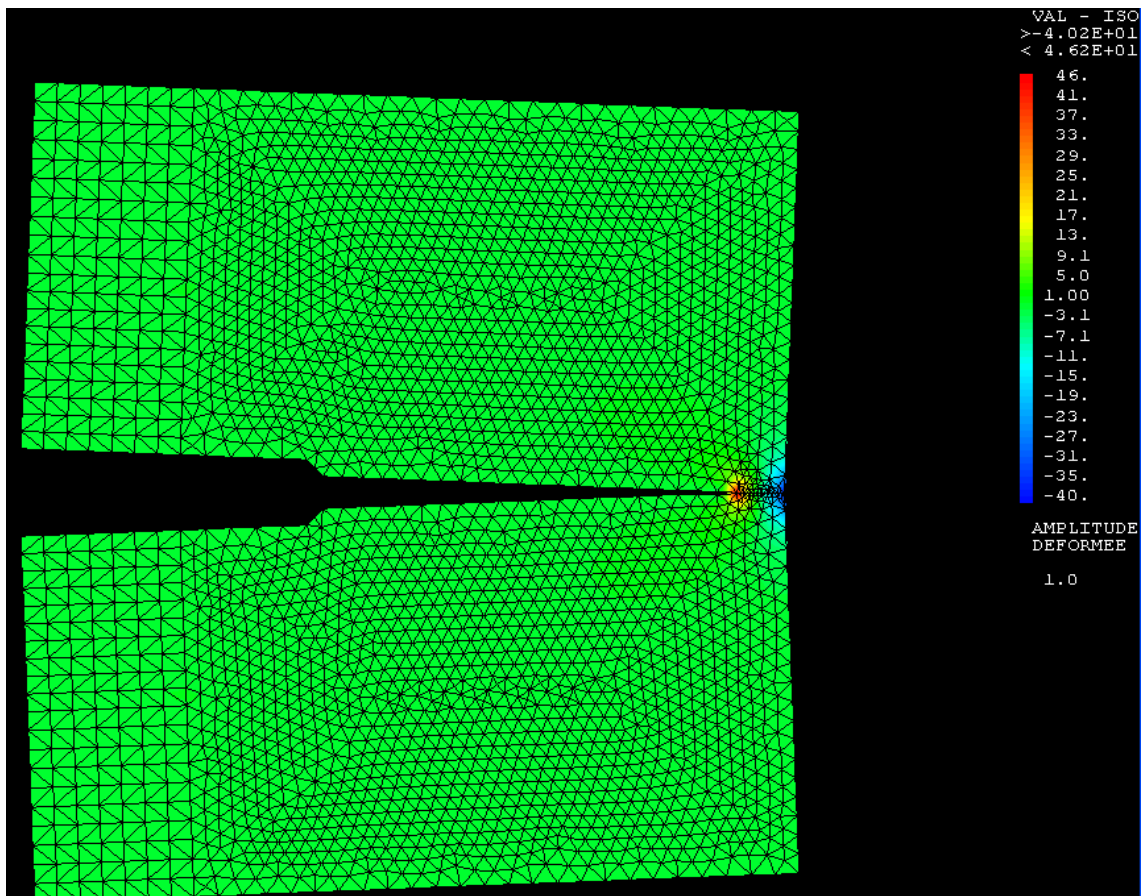


Figure 89 – Simulation d'une ouverture de fissure de 13 mm, sur éprouvette de douglas, modélisée par éléments finis

IV. Conclusion

Bien que le vieillissement ne constitue pas *a priori* une dégradation biologique, les conséquences sur le matériau sont telles qu'elles influencent sa durabilité. Les conditions météorologiques, et particulièrement l'humidité et la température, modifie aussi le comportement hygroscopique du bois traité (à cause du lessivage), sa rugosité, sa couleur... Si certaines propriétés sont réversibles, car dépendantes de l'humidité du bois, ce n'est pas le cas de la durabilité et de la résistance mécanique du bois ainsi dégradé.

Le traitement ASAM apparaît comme le meilleur compromis de traitement, avec un procédé moins exigeant en énergie, et des propriétés conférées au bois qui sont bonnes et durables dans le temps.

Cependant, l'expérimentation mérite de regarder ce qui se passe à plus long terme encore : 1 an d'exposition extérieure n'a pas suffi à prouver une nette décroissance de la durabilité, bien que cette tendance soit observée sur les bois traités. Des essais doivent être entrepris sur une durée plus grande, ou bien envisagés avec un vieillissement accéléré, cependant moins représentatif de la réalité. De même, les conséquences des UV sur la composition chimique du bois doivent être étudiées en parallèle et corrélées à la durabilité qui serait mesurée idéalement après attaque d'une pourriture blanche sur un bois feuillu.

Conclusion générale

Le bois subissant une biodégradation est sujet à divers phénomènes qui impliquent tant sa composition chimique que son anatomie ou encore ses propriétés physiques. Les essais de laboratoire ici réalisés montrent une fragilité insoupçonnée si l'on se limite à l'étude de la perte de masse. Les données mécaniques (que ce soit en compression, flexion ou en fissuration) ont prouvé leur sensibilité à une attaque fongique, attestant d'un endommagement sévère et rapide. La dépolymérisation des sucres entraîne ainsi une diminution de la résistance du bois, lorsque celui-ci est soumis à une biodégradation, pouvant aboutir à des conséquences regrettables si l'attaque n'est pas détectée rapidement. C'est ainsi que la mesure des propriétés par des techniques non destructives s'avère parfaitement adaptée à l'analyse des structures *in situ*, ce qui invite à développer l'analyse vibratoire (entre autres), ou bien encore la relaxométrie RMN. En effet, une dégradation pariétale affecte également le comportement hygroscopique du bois, ce qui est quantifiable et surtout comparable entre un état sain et un état attaqué.

Concernant la préservation du bois, le greffage d'anhydride alkényle succinique méthylé (ASAM) s'avère le plus intéressant, car, pour les essais envisagés ici, il offre des performances équivalentes à l'anhydride butylique, tout en étant moins gourmand en énergie lors de son imprégnation. Ainsi, la durabilité conférée est avérée non seulement à court terme, mais aussi après un vieillissement naturel d'un an. Sur une telle durée, cette exposition aux conditions météorologiques ne semble pas affecter la durabilité du bois, qu'il soit traité ou non. Cependant, il y a nécessairement un effet du lessivage qui, s'il est trop important, favoriserait une dégradation fongique accrue. De même, il n'est pas prudent d'affirmer une telle conclusion, lorsque l'étude n'est menée que sur un seul site, soumis au climat océanique. Il serait donc judicieux d'étudier la corrélation vieillissement/durabilité sur des durées plus longues et à d'autres endroits où le climat (notamment l'ensoleillement) est plus sévère.

Le bois thermo-traité montre encore des difficultés à allier des bonnes propriétés mécaniques à une durabilité améliorée. La modification du matériau par un traitement sous-vide se fait à partir de 230°C : ces changements comprennent l'augmentation de la durabilité et de la stabilité dimensionnelle, mais, incluent également une diminution des propriétés mécaniques, constatée en flexion. La durabilité reste cependant faible face aux insectes, et, même si l'apparition de substances termicides est soupçonnée, le matériau ainsi traité reste appétant et fortement endommagé. Le fait de traiter sous-vide ne semble pas apporter de solution miracle au dilemme durabilité/résistance mécanique, bien qu'un seul paramètre n'ait été étudié ici. Il serait intéressant de poursuivre les recherches, en incluant les facteurs « Pression », « Durée du traitement », pour déceler la configuration qui permet d'obtenir le meilleur compromis.

Une optimisation de la configuration est aussi requise pour les composites. Leur principal inconvénient réside dans leurs propriétés mécaniques, bien moins performantes que du bois massif, lorsque la proportion de bois est importante. Néanmoins, si la protection face à la biodégradation n'est pas maximale, le ciment augmente le pH, ce qui ne convient pas au développement fongique, alors que le plastique confère aussi au bois un caractère hydrophobe. La durabilité est jugée excellente, d'après les paramètres mécaniques étudiés. Cependant, ces matériaux ne peuvent s'adapter à toutes les utilisations que l'on fait du bois, mais semblent être une bonne alternative pour un usage extérieur.

De nombreuses questions restent ainsi en suspens, car l'amélioration des procédés est toujours à l'ordre du jour. Le caractère vivant, non seulement du bois, mais aussi des pathogènes, rend difficile la globalisation et la représentativité des résultats. Toutefois, les progrès constatés en détection précoce et en traitements écologiques sont à poursuivre, et les pistes évoquées dans ce présent document constituent une première base d'approfondissement des connaissances.

Bibliographie

1. **AFNOR**, (1983), NF T12-021, Pâtes : Détermination de la solubilité dans les solutions d'hydroxyde de sodium.
2. **AFNOR**, (1985), NF B51-007, Bois - Essai de compression axiale.
3. **AFNOR**, (1992), NF EN 275, Produits de préservation du bois - Détermination de l'efficacité protectrice vis-à-vis des organismes térébrants marins.
4. **AFNOR**, (1994), NF EN 350-2, Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Durabilité naturelle du bois massif - Partie 2 : guide de la durabilité naturelle du bois et de l'imprégnabilité d'essences de bois choisies pour leur importance en Europe, In: AFNOR, ed.
5. **AFNOR**, (1994), NF EN 350-1, Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Durabilité naturelle du bois massif - Partie 1 : Guide des principes d'essai et de classification de la durabilité naturelle du bois.
6. **AFNOR**, (1996), NF EN 113, Produits de préservation du bois - Méthode d'essai pour déterminer l'efficacité protectrice vis-à-vis des champignons basidiomycètes lignivores - Détermination du seuil d'efficacité.
7. **AFNOR**, (2003), NF EN 12390-3, Essai pour béton durci - Partie 3 : résistance à la compression des éprouvettes.
8. **AFNOR**, (2005) NF EN 117, Produit de préservation du bois : Détermination du seuil d'efficacité contre les espèces *Reticulitermes* (termites européens).
9. **AFNOR**, (2007), NF EN 335-2, Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois – Définition des classes d'emploi - Partie 2 : Application au bois massif.
10. **Ahajji A., Diouf P., Aloui F., Elbakali I., Perrin D., Merlin A. et George B.**, (2009), « Influence of heat treatment on antioxidant properties and colour stability of beech and spruce wood and their extractives », *Wood Science and Technology*, **43**(1): pp. 69-83.
11. **Ahn S., Oh S., Choi I.-G., Kim H.-Y. et Yang I.**, (2008), « Efficacy of wood preservatives formulated from okara with copper and/or boron salts », *Journal of Wood Science*, **54**(6): pp. 495-501.
12. **Al Rim K., Ledhem A., Douzane O., Dheilly R. M. et Queneudec M.**, (1999), « Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites », *Cement & Concrete Composites*, **21**(4): pp. 269-276.
13. **Almeida G., Gagné S. et Hernández R.**, (2007), « A NMR study of water distribution in hardwoods at several equilibrium moisture contents », *Wood Science and Technology*, **41**(4): pp. 293-307.
14. **Andersson S., Serimaa R., Vaananen T., Paakkari T., Jamsa S. et Viitaniemi P.**, (2005), « X-ray scattering studies of thermally modified Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) », *Holzforschung*, **59**(4): pp. 422-427.

15. **Anonymous**, (2003), *Profil des produits forestiers - Deuxième transformation - Bois traité à haute température*, **Rapport**, Centre de recherche industrielle du Québec, Québec: 95 p.
16. **ASTM-E399**, (1990), Standard Test Method for Plane-Stain Fracture Toughness of Metallic Materials.
17. **Awoyemi L. et Westermarck U.**, (2005), « Effects of borate impregnation on the response of wood strength to heat treatment », *Wood Science and Technology*, **39**(6): pp. 484-491.
18. **Awoyemi L.**, (2008), « Determination of optimum borate concentration for alleviating strength loss during heat treatment of wood », *Wood Science and Technology*, **42**(1): pp. 39-45.
19. **Ayrilmis N., Kartal S. N., Laufenberg T. L., Winandy J. E. et White R. H.**, (2005), « Physical and mechanical properties and fire, decay, and termite resistance of treated oriented strandboard », *Forest Products Journal*, **55**(5): pp. 74-81.
20. **Bakraji E. H., Salman N. et Al-kassiri H.**, (2001), « Gamma-radiation-induced wood-plastic composites from Syrian tree species », *Radiation Physics and Chemistry*, **61**(2): pp. 137-141.
21. **Bakraji E. H. et Salman N.**, (2003), « Properties of wood-plastic composites: effect of inorganic additives », *Radiation Physics and Chemistry*, **66**(1): pp. 49-53.
22. **Barnes H. M., Lyon D. E., Zahora A. et Muisu F.**, (1993), Strength properties of ACQ treated southern pine lumber. Proceedings of the American Wood-Preservers' Association: **89**: pp. 51-60.
23. **Barnes H. M. et Lindsey G. B.**, (2009), « Bending properties of wood treated with a new organic wood preservative system », *Bioresource Technology*, **100**(2): pp. 778-781.
24. **Bérard P., Thibaut B., Dumonceaud O., Gérard J. et Thibaut A.**, (2003), Influence d'un traitement de type friture à basse température du bois de châtaignier sur la fissuration des rondins et le grisaillement en extérieur. 6^{èmes} journées scientifiques de la forêt et du bois, GIS Bois Construction Environnement, CTBA: pp. 67-69.
25. **Bézert G., Chappe P., Mourey A. et Loubinoux B.**, (1996), « Action de *Bacillus* et d'Actinomycètes sur les champignons de bleuissement du bois », *Comptes Rendus de l'Académie et Société Lorraines des Sciences*, **35**(3): pp. 177-190.
26. **Björdal C. G., Nilsson T. et Daniel G.**, (1999), « Microbial decay of waterlogged archaeological wood found in Sweden Applicable to archaeology and conservation », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **43**(1-2): pp. 63-73.
27. **Blanchette R. A., Krueger E. W., Haight J. E., Masood A. et Akin D. E.**, (1997), « Cell wall alterations in loblolly pine wood decayed by the white-rot

- fungus, *Ceriporiopsis subvermispora* », *Journal of Biotechnology*, **53**(2-3): pp. 203-213.
28. **Blanchette R. A.**, (2000), « A review of microbial deterioration found in archaeological wood from different environments », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **46**(3): pp. 189-204.
 29. **Blankenhorn P. R., Blankenhorn B. D., Silsbee M. R. et DiCola M.**, (2001), « Effects of fiber surface treatments on mechanical properties of wood fiber-cement composites », *Cement and Concrete Research*, **31**(7): pp. 1049-1055.
 30. **Böhnke I.**, (1993), *Etude expérimentale et théorique des traitements thermiques du bois : caractérisation physico-mécanique du bois traité*, **Thèse de doctorat**, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris et de Saint-Etienne, Saint-Etienne: 205 p.
 31. **Boonstra M. J., Rijdsdijk J. F., Sander C., Kegel E., Tjeerdsma B., Militz H., Van Acker J. et Stevens M.**, (2006), « Microstructural and physical aspects of heat treated wood. Part 2: Hardwoods », *Ciencia y tecnología*, **8**(3): pp. 209-217.
 32. **Boonstra M. J. et Tjeerdsma B.**, (2006), « Chemical analysis of heat treated softwoods », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **64**(3): pp. 204-211.
 33. **Boonstra M. J., Van Acker J., Kegel E. et Stevens M.**, (2007), « Optimisation of a two-stage heat treatment process: durability aspects », *Wood Science and Technology*, **41**(1): pp. 31-57.
 34. **Boonstra M. J., Van Acker J., Tjeerdsma B. F. et Kegel E. V.**, (2007), « Strength properties of thermally modified softwoods and its relation to polymeric structural wood constituents », *Annals of Forest Science*, **64**(7): pp. 679-690.
 35. **Bootle K. R.**, (1983), *Wood in Australia types, properties and uses*, Sydney: McGraw-Hill Book Company: 442 p.
 36. **Borges L. M. S., Cragg S. M., Bergot J., Williams J. R., Shayler B. et Sawyer G. S.**, (2008), « Laboratory screening of tropical hardwoods for natural resistance to the marine borer *Limnoria quadripunctata*: The role of leachable and non-leachable factors », *Holzforschung*, **62**(1): pp. 99-111.
 37. **Borrega M. et Kärenlampi P.**, (2008), « Effect of relative humidity on thermal degradation of Norway spruce (*Picea abies*) wood », *Journal of Wood Science*, **54**(4): pp. 323-328.
 38. **Borrega M. et Kärenlampi P. P.**, (2008), « Mechanical behavior of heat-treated spruce (*Picea abies*) wood at constant moisture content and ambient humidity », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **66**(1): pp. 63-69.
 39. **Brischke C., Welzbacher C. R. et Rapp A. O.**, (2006), « Detection of fungal decay by high-energy multiple impact (HEMI) testing », *Holzforschung*, **60**(2): pp. 217-222.
 40. **Brischke C., Rapp A. O., Bayerbach R., Morsing N., Fynholm P. et Welzbacher C. R.**, (2008), « Monitoring the "material climate" of wood to

predict the potential for decay: Results from *in situ* measurements on buildings », *Building and Environment*, **43**(10): pp. 1575-1582.

41. **Brischke C., Welzbacher C. R. et Huckfeldt T.**, (2008), « Influence of fungal decay by different basidiomycetes on the structural integrity of Norway spruce wood », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **66**(6): pp. 433-438.
42. **Brito J. O., Silva F. G., Leao M. M. et Almeida G.**, (2008), « Chemical composition changes in *eucalyptus* and *pinus* woods submitted to heat treatment », *Bioresource Technology*, **99**(18): pp. 8545-8548.
43. **Broeke D.**, (1991), *Elementary engineering fracture mechanics - Fourth revised edition*: Kluwer Academic Publishers: 540 p.
44. **Capitani D., Emanuele M. C., Segre A., Fanelli C., Fabbri A. A., Attanasio D., Focher B. et Capretti G.**, (1998), « Early detection of enzymatic attack on paper by NMR relaxometry, EPR spectroscopy and X-Ray powder spectra », *Nordic Pulp and Paper Research Journal*, **13**(2): pp. 95-100.
45. **Carr H. Y. et Purcell E. M.**, (1954), « Effects of diffusion on free precession in nuclear magnetic experiments », *Physical Review*, **94**(3): pp. 630-638.
46. **Carroll D. R., Stone R. B., Sirignano A. M., Saindon R. M., Gose S. C. et Friedman M. A.**, (2001), « Structural properties of recycled plastic/sawdust lumber decking planks », *Resources, Conservation and Recycling*, **31**(3): pp. 241-251.
47. **Cartwright K. S. G., Campbell W. G. et Armstrong F. H.**, (1936), « The Influence of Fungal Decay on the Properties of Timber. I.--The Effect of Progressive Decay by *Polyporus hispidus*, Fr., on the Strength of English Ash (*Fraxinus excelsior*, L.) », *Biological Science*, **120**(816): pp. 76-95.
48. **Casagrande S.**, (1998), *Evaluation non destructive par une analyse vibratoire des performances mécaniques de bois reconstitués*, **Thèse de doctorat**, Université Bordeaux 1, Bordeaux: 205 p.
49. **Casieri C., Senni L., Romagnoli M., Santamaria U. et De Luca F.**, (2004), « Determination of moisture fraction in wood by mobile NMR device », *Journal of Magnetic Resonance*, **171**(2): pp. 364-372.
50. **Chang H.-T. et Chang S.-T.**, (2006), « Modification of wood with isopropyl glycidyl ether and its effects on decay resistance and light stability », *Bioresource Technology*, **97**(11): pp. 1265-1271.
51. **Chedgy R. J., Morris P. I., Lim Y. W. et Breuil C.**, (2007), « Black stain of western red cedar (*Thuja plicata* Donn) by *Aureobasidium pullulans*: The role of weathering », *Wood and Fiber Science*, **39**(3): pp. 472-481.
52. **Cheumani Yona A.**, (2009), *Etude de la microstructure des composites bois/ciment par relaxométrie RMN du proton*, **Thèse de doctorat**, Université Bordeaux 1, Bordeaux: 166 p.
53. **Chirkova J., Irbe I., Andersons B. et Andersone I.**, (2006), « Study of the structure of biodegraded wood using the water vapour sorption method », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **58**(3-4): pp. 162-167.

54. **Chow P., Bao Z., Youngquist J., Rowell R., Muehl J. et Krzysik A.**, (1996), « Properties of Hardboards Made From Acetylated Aspen and Southern Pine », *Wood and Fiber Science*, **28**(2): pp. 252-258.
55. **Chow P., Harp T., Meimban R., Youngquist J. A. et Rowell R. M.**, (1996), Effects of acetylation on the dimensional stability and decay resistance of kenaf (*Hibiscus cannabinus* L.) fiberboard. *The International Research Group on Wood Preservation*, West Indies: 7 p.
56. **CIRAD**, *Dégradation et durée de vie des bois*. <http://ecofog.cirad.fr/fr/enseignement/MasterBiotrop/supports/Durabilit%C3%A9desboisREMIBIOTROP.pdf>.
57. **Clarysse F. et Vermeulen M.**, (2004), « Characterizing the surface waviness of steel sheet: reducing the assessment length by robust filtering », *WEAR*, **257**: pp. 1219-1225.
58. **Clausen C. A. et Kartal S. N.**, (2003), « Accelerated detection of brown-rot decay: Comparison of soil block test, chemical analysis, mechanical properties, and immunodetection », *Forest Products Journal*, **53**(11-12): pp. 90-94.
59. **Clausen C. A. et Yang V.**, (2007), « Protecting wood from mould, decay, and termites with multi-component biocide systems », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **59**(1): pp. 20-24.
60. **Clemons C. M. et Ibach R. E.**, (2002), Laboratory Tests on Fungal Resistance of Wood Filled Polyethylene Composites. *Annual Technical Conference*, Society of Plastics Engineers, San Francisco, California: pp. 2219-2222.
61. **Colakoglu G. et Demirkir C.**, (2006), « Characteristics of plywood panels produced with urea formaldehyde resin (UF) containing borax », *Holz Als Roh-Und Werkstoff*, **64**(3): pp. 250-251.
62. **Cookson L. J., Scown D. K., McCarthy K. J. et Chew N.**, (2007), « The effectiveness of silica treatments against wood-boring invertebrates », *Holzforschung*, **61**(3): pp. 326-332.
63. **Cornillier C. et Vial E.**, (2008), L'Analyse de Cycle de Vie (ACV) appliquée aux produits bois : bilan énergétique et prise en compte du carbone biomasse. *ARBORA*, Bordeaux: 15 p.
64. **Curling S. F. et Murphy R. J.**, (1999), « The effect of artificial ageing on the durability of wood-based board materials against basidiomycete decay fungi », *Wood Science and Technology*, **33**(4): pp. 245-257.
65. **Curling S. F., Clausen C. A. et Winandy J. E.**, (2002), « Experimental method to quantify progressive stages of decay of wood by basidiomycete fungi », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **49**(1): pp. 13-19.
66. **Curling S. F., Winandy J. E., Carll C., Micales J. A. et Tenwolde A.**, (2003), « How Variability in OSB mechanical properties affects biological durability testing », *Holzforschung*, **57**(1): pp. 8-12.

67. **Custodio J. E. P. et Eusébio M. I.**, (2006), « Waterborne acrylic varnishes durability on wood surfaces for exterior exposure », *Progress in Organic Coatings*, **56**(1): pp. 59-67.
68. **da Silva Perez D., Chantre G., Rodrigues J. C., Plomion C. et Robin E.**, (2005), Wood Chemical Composition and Kraft Pulping Performance of Native Maritime Pine from Different Origins. *13th International Symposium on Wood, Fibre and Pulping Chemistry*, Auckland, New Zealand.
69. **Dawson-Andoh B. et Matuana L.**, (2007), « High density polyethylene-wood flour composite lumber: efficacy of two proprietary biocides in the control of fungal colonization and discoloration », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **65**(5): pp. 331-334.
70. **de Groot R. C., Ross R. J. et Nelson W. J.**, (1998), « Non-destructive assessment of wood decay and termite attack in southern pine sapwood », *Wood Protection*, **3**: pp. 25-34.
71. **de la Caba K., Guerrero P., Del Rio M. et Mondragon I.**, (2007), « Weathering behaviour of wood-faced construction materials », *Construction and Building Materials*, **21**(6): pp. 1288-1294.
72. **de Souza M. R., Geimer R. L. et Moslemi A. A.**, (1997), « Degradation of conventional and CO₂-injected cement-bonded particleboard by exposure to fungi and termites », *Journal of Tropical Forest Products*, **3**(1): pp. 63-69.
73. **Deka M., Humar M., Rep G., Kričej B., Šentjurc M. et Petrič M.**, (2008), « Effects of UV light irradiation on colour stability of thermally modified, copper ethanolamine treated and non-modified wood: EPR and DRIFT spectroscopic studies », *Wood Science and Technology*, **42**(1): pp. 5-20.
74. **Del Rio J. C., Gutierrez A., Martinez M. J. et Martinez A. T.**, (2001), « Py-GC/MS study of *Eucalyptus globulus* wood treated with different fungi », *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, **58-59**: pp. 441-452.
75. **Demagnet A.**, (1998), *Intéractions mécaniques eau/bois et application à l'étude du collapse du chêne*, **Thèse de doctorat**, Université Bordeaux 1, Bordeaux: 227 p.
76. **Diouf P. N., Delbarre N., Perrin D., Gérardin P., Rapin C., Jacquot J. P. et Gelhaye E.**, (2002), « Influence of Tropolone on *Poria placenta* Wood Degradation », *Applied and environmental microbiology*, **68**(9): pp. 4377-4382.
77. **Diouf P. N., El Bakali I., Merlin A. et Perrin D.**, (2003), Propriétés antioxydantes en solution des substances extractibles du bois. Rôle dans la durabilité de l'aspect coloré d'une essence de bois. *6èmes journées scientifiques de la forêt et du bois*, GIS Bois Construction Environnement, CTBA: pp. 53-60.
78. **Duchez L. et Guyonnet R.**, (1998), « Optimisation d'un traitement thermique du bois via un plan factoriel fractionnaire », *Analisis magazine*, **26**(8): pp. 39-44.
79. **Dumarçay S., Mbamba A., Mabicka A., Gelhaye E. et Gérardin P.**, (2003), Développement de nouveaux produits de préservation du bois par une

approche bio-mimétique. 6èmes journées scientifiques de la forêt et du bois, GIS Bois Construction Environnement, CTBA: pp. 61-66.

80. **Eberhardt T. L., Elder T. et Labbé N.**, (2007), « Analysis of Ethanol-Soluble Extractives in Southern Pine Wood by Low-Field Proton NMR », *Journal of Wood Chemistry and Technology*, **27**(1): pp. 35-47.
81. **Ech M., Morel S., Yotte S., Breyse D. et Pouteau B.**, (2007), Laboratory Evaluation of Road Surface Macrotexure Durability. *Advanced Characterisation of Pavement and Soil Engineering Materials*, Athènes: 14 p.
82. **Edwin L. et Ashraf P. M.**, (2006), « Assessment of biodeterioration of rubber wood exposed to field conditions », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **57**(1): pp. 31-36.
83. **Ekeberg D., Flaete P.-O., Eikenes M., Fongen M. et Naess-Andresen C. F.**, (2006), « Qualitative and quantitative determination of extractives in heartwood of Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) by gas chromatography », *Journal of Chromatography A*, **1109**(2): pp. 267-272.
84. **Esteves B., Velez Marques A., Domingos I. et Pereira H.**, (2008), « Heat-induced colour changes of pine (*Pinus pinaster*) and eucalypt (*Eucalyptus globulus*) wood », *Wood Science and Technology*, **42**(5): pp. 369-384.
85. **Evans P. D., Owen N. L., Schmid S. et Webster R. D.**, (2002), « Weathering and photostability of benzoylated wood », *Polymer Degradation and Stability*, **76**(2): pp. 291-303.
86. **Evans P. D., Palmer G. et Chowdhury M.**, (2007), « Bleaching treatments for blue-stained lodgepole pine affected by the mountain pine beetle *Dendroctonus ponderosae* », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **65**(6): pp. 485-486.
87. **Evans P. D., Urban K. et Chowdhury M. J. A.**, (2008), « Surface checking of wood is increased by photodegradation caused by ultraviolet and visible light », *Wood Science and Technology*, **42**(3): pp. 251-265.
88. **Fernandes L., Loguercio-Leite C., Esposito E. et Menezes Reis M.**, (2005), « *In vitro* wood decay of *Eucalyptus grandis* by the basidiomycete fungus *Phellinus flavomarginatus* », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **55**(3): pp. 187-193.
89. **Ferraz A., Baeza J., Rodriguez J. et Freer J.**, (2000), « Estimating the chemical composition of biodegraded pine and eucalyptus wood by DRIFT spectroscopy and multivariate analysis », *Bioresource Technology*, **74**(3): pp. 201-212.
90. **Ferraz A., Parra C., Freer J., Baeza J. et Rodriguez J.**, (2000), « Characterization of white zones produced on *Pinus radiata* wood chips by *Ganoderma australe* and *Ceriporiopsis subvermispore* », *World Journal of Microbiology & Biotechnology*, **16**(7): pp. 641-645.
91. **Ferraz A., Rodríguez J., Freer J. et Baeza J.**, (2001), « Biodegradation of *Pinus radiata* softwood by white- and brown-rot fungi », *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, **17**(1): pp. 31-34.

92. **Forest Products Laboratory**, *What are the alternative types of treated wood for residential use?*
http://www.fpl.fs.fed.us/rwu4723/preservation_fags/types.html#ACQ.
93. **Frühwald E.**, (2007), « Effect of high-temperature drying on properties of Norway spruce and larch », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **65**(6): pp. 411-418.
94. **Fujii Y., Fujiwara Y., Yanase Y., Okumura S., Narahara K., Ngatsuma T., Yoshimura T. et Imamura Y.**, (2007), « Nondestructive detection of termites using a millimeter-wave imaging technique », *Forest Products Journal*, **57**(10): pp. 75-79.
95. **Gaset A.**, (2006), « La lipochimie et le carbone renouvelable : une opportunité pour l'agro-industrie », *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, **13**(2): pp. 143-151.
96. **Gelbrich J., Mai C. et Militz H.**, (2008), « Chemical changes in wood degraded by bacteria », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **61**(1): pp. 24-32.
97. **Gierlinger N., Jacques D., Schwanninger M., Wimmer R., Hinterstoisser B. et Pâques L. E.**, (2003), « Rapid prediction of natural durability of larch heartwood using Fourier transform near-infrared spectroscopy », *Canadian Journal of Forest Research*, **33**: pp. 1727-1736.
98. **Goodell B., Daniel G., Liu J., Mott L. et Frank R.**, (1997), « Decay resistance and microscopic analysis of wood-cement composites », *Forest Products Journal*, **47**(11-12): pp. 75-80.
99. **Goodell B., Jellison J., Loferski J. et Quarles S. L.**, (2007), « Brown-rot decay of ACQ and CA-B treated lumber », *Forest Products Journal*, **57**(6): pp. 31-33.
100. **Goodell B., Merrick P., Jellison J. et Qian Y.**, (2007), « Marine borer degradation of treated and untreated parallel strand lumber panels », *Forest Products Journal*, **57**(4): pp. 72-76.
101. **Grabner M., Müller U., Gierlinger N. et Wimmer R.**, (2005), « Effects of heartwood extractives on mechanical properties of larch », *IAWA Journal*, **26**(2): pp. 211-220.
102. **Guerra A., Mendonca R. et Ferraz A.**, (2003), « Molecular weight distribution of wood components extracted from *Pinus taeda* biotreated by *Ceriporiopsis subvermispora* », *Enzyme and Microbial Technology*, **33**(1): pp. 12-18.
103. **Gui Y. Q., Nicholas D. D. et Crawford D.**, (1996), « A miniature mechanical apparatus and test protocol for bending and crushing tests in wood preservation research », *Forest Products Journal*, **46**(10): pp. 77-80.
104. **Gündüz G., Korkut S. et Korkut D. S.**, (2008), « The effects of heat treatment on physical and technological properties and surface roughness of Camiyani Black Pine (*Pinus nigra* Arn. subsp. *pallasiana* var. *pallasiana*) wood », *Bioresource Technology*, **99**(7): pp. 2275-2280.
105. **Gurau L., Mansfield-Williams H. et Irle M.**, (2005), « Processing roughness of sanded wood surfaces », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **63**(1): pp. 43-52.

106. **Gurau L., Mansfield-Williams H. et Irle M.**, (2006), « Filtering the roughness of a sanded wood surface », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **64**(5): pp. 363-371.
107. **Gurau L., Mansfield-Williams H., Irle M. et Cionca M.**, (2009), « Form error removal of sanded wood surfaces », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **67**(2): pp. 219-227.
108. **Gutierrez A., del Rio J. C., Gonzalez-Vila F. J. et Martin F.**, (1999), « Chemical composition of lipophilic extractives from *Eucalyptus globulus* Labill. wood », *Holzforschung*, **53**(5): pp. 481-486.
109. **Hakkou M., Pétrissans M., El Bakali I., Gérardin P. et Zoulalian A.**, (2005), « Wettability changes and mass loss during heat treatment of wood », *Holzforschung*, **59**(1): pp. 35-37.
110. **Hakkou M., Pétrissans M., Zoulalian A. et Gérardin P.**, (2005), « Investigation of wood wettability changes during heat treatment on the basis of chemical analysis », *Polymer Degradation and Stability*, **89**(1): pp. 1-5.
111. **Hakkou M., Pétrissans M., Gérardin P. et Zoulalian A.**, (2006), « Investigations of the reasons for fungal durability of heat-treated beech wood », *Polymer Degradation and Stability*, **91**(2): pp. 393-397.
112. **Harju A. M., Venäläinen M., Anttonen S., Viitanen H., Kainulainen P., Saranpää P. et Vapaavuori E.**, (2003), « Chemical factors affecting the brown-rot decay resistance of Scots pine heartwood », *Trees-Structure and Function*, **17**(3): pp. 263-268.
113. **Helsen L., Hardy A., Van Bael M. K. et Mullens J.**, (2007), « Tanalith E 3494 impregnated wood: Characterisation and thermal behaviour », *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, **78**(1): pp. 133-139.
114. **Hill C. A. S. et Jones D.**, (1996), « The dimensional stabilisation of Corsican pine sapwood by reaction with carboxylic acid anhydrides: The effect of chain length », *Holzforschung*, **50**(5): pp. 457-462.
115. **Hill C. A. S.**, (2005), *Wood modification: Chemical, Thermal and Other Processes*: Wiley: 239 p.
116. **Hristov V. N., Lach R. et Grellmann W.**, (2004), « Impact fracture behavior of modified polypropylene/wood fiber composites », *Polymer Testing*, **23**(5): pp. 581-589.
117. **Humar M., Bucar B. et Pohleven F.**, (2006), « Brown-rot decay of copper-impregnated wood », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **58**(1): pp. 9-14.
118. **Humar M. et Lesar B.**, (2008), « Fungicidal properties of individual components of copper-ethanolamine-based wood preservatives », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **62**(1): pp. 46-50.
119. **Husain M. M., Khan M. A., Ali K. M. I. et Mustafa A. I.**, (1996), « Effect of sulfuric acid in wood plastic composite », *Radiation Physics and Chemistry*, **47**(1): pp. 149-153.

120. **Husain M. M., Khan M. A., Azam Ali M., Ali K. M. I. et Mustafa A. I.**, (1996), « Impregnation mode in wood plastic composite », *Radiation Physics and Chemistry*, **48**(6): pp. 781-786.
121. **Hwang W.-J., Kartal S. N., Imamura Y., Tsunoda K. et Shinoda K.**, (2007), « Comparative effectiveness of two alkylammonium compounds as wood preservatives », *Journal of Wood Science*, **53**(4): pp. 332-338.
122. **Inari G. N., Petrissans M. et Gérardin P.**, (2007), « Chemical reactivity of heat-treated wood », *Wood Science and Technology*, **41**(2): pp. 157-168.
123. **Indrayani Y., Yoshimura T., Yanase Y. et Imamura Y.**, (2007), « Feeding responses of the western dry-wood termite *Incisitermes minor* (Hagen) (Isoptera: Kalotermitidae) against ten commercial timbers », *Journal of Wood Science*, **53**(3): pp. 239-248.
124. **Indrayani Y., Yoshimura T. et Imamura Y.**, (2008), « A novel control strategy for dry-wood termite *Incisitermes minor* infestation using a bait system », *Journal of Wood Science*, **54**(3): pp. 220-224.
125. **Irbe I., Andersone I., Andersons B. et Chirkova J.**, (2001), « Use of ¹³C NMR, sorption and chemical analyses for characteristics of brown-rotted Scots pine », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **47**(1): pp. 37-45.
126. **Irbe I., Andersons B., Chirkova J., Kallavus U., Andersone I. et Faix O.**, (2006), « On the changes of Pinewood (*Pinus sylvestris* L.) Chemical composition and ultrastructure during the attack by brown-rot fungi *Postia placenta* and *Coniophora puteana* », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **57**(2): pp. 99-106.
127. **Islam M. N., Ando K., Yamauchi H. et Hattori N.**, (2009), « Preservative treatment of Douglas-fir lumber by the passive impregnation method with copper azole », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **67**(1): pp. 77-81.
128. **ISO-4287**, (1997), Spécification géométrique des produits (GPS) -- État de surface : Méthode du profil -- Termes, définitions et paramètres d'état de surface: 25 p.
129. **Istek A., Sivrikaya H., Eroglu H. et Gulsoy S. K.**, (2005), « Biodegradation of *Abies bornmülleriana* (Mattf.) and *Fagus orientalis* (L.) by the white rot fungus *Phanerochaete chrysosporium* », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **55**(1): pp. 63-67.
130. **Janzen S.**, (2001), *Use of transverse compression properties as a measurement of wood biodeterioration*, **Thèse de Doctorat**, Mississippi State University: 113 p.
131. **Jochmann M. A., Yuan X. et Schmidt T. C.**, (2007), « Determination of volatile organic hydrocarbons in water samples by solid-phase dynamic extraction », *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, **387**(6): pp. 2163-2174.
132. **Jorge F. C., Pereira C. et Ferreira J. M. F.**, (2004), « Wood-cement composites: a review », *Holz Als Roh-Und Werkstoff*, **62**(5): pp. 370-377.

133. **Joščák T., Mamoňová M., Babiak M., Teischinger A. et Müller U.**, (2007), « Effects of high temperature drying in nitrogen atmosphere on mechanical and colour properties of Norway spruce », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **65**(4): pp. 285-291.
134. **Kamdem D. P., Pizzi A. et Triboulot M. C.**, (2000), « Heat-treated timber: potentially toxic byproducts presence and extent of wood cell wall degradation », *Holz Als Roh-Und Werkstoff*, **58**(4): pp. 253-257.
135. **Kamdem D. P. et Grelier S.**, (2002), « Surface roughness and color change of Copper Amine and UV Absorber-Treated Red Maple (*Acer rubrum*) exposed to Artificial Ultraviolet Light », *Holzforchung*, **56**(5): pp. 473-478.
136. **Kamdem D. P., Pizzi A. et Jermannaud A.**, (2002), « Durability of heat-treated wood », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **60**(1): pp. 1-6.
137. **Kamdem D. P., Jiang H., Cui W., Freed J. et Matuana L. M.**, (2004), « Properties of wood plastic composites made of recycled HDPE and wood flour from CCA-treated wood removed from service », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **35**(3): pp. 347-355.
138. **Karppanen O., Venäläinen M., Harju A. M. et Laakso T.**, (2008), « The effect of brown-rot decay on water adsorption and chemical composition of Scots pine heartwood », *Annals of Forest Science*, **65**(6): pp. 610.
139. **Karsulovic J. T., Bozo-Gonzalez A., Araya J. E., Vargas Y. et Tejer B.**, (2007), « Ultrasonic waves as a physical barrier for damage of the subterranean termite *Reticulitermes flavipes* Kollar (Isoptera: Rhinotermitidae) in wood of *Pinus radiata* (D. Don) », *Forest Products Journal*, **57**(9): pp. 114-117.
140. **Kartal S. N. et Green III F.**, (2003), « Decay and termite resistance of medium density fiberboard (MDF) made from different wood species », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **51**(1): pp. 29-35.
141. **Kartal S. N., Hwang W.-J. et Imamura Y.**, (2007), « Water absorption of boron-treated and heat-modified wood », *Journal of Wood Science*, **53**(5): pp. 454-457.
142. **Kartal S. N., Hwang W.-J., Yamamoto A., Tanaka M., Matsumura K. et Imamura Y.**, (2007), « Wood modification with a commercial silicon emulsion: Effects on boron release and decay and termite resistance », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **60**(3): pp. 189-196.
143. **Katsumata K., Jin Z., Hori K. et Iiyama K.**, (2007), « Structural changes in lignin of tropical woods during digestion by termite, *Cryptotermes brevis* », *Journal of Wood Science*, **53**(5): pp. 419-426.
144. **Keller R.**, (1994), La constitution du bois, In: Jodin P., *Le Bois, Matériau d'Ingénierie*, ARBOLOR, Nancy: pp. 13-52.
145. **Kerem Z., Jensen K. A. et Hammel K. E.**, (1999), « Biodegradative mechanism of the brown rot basidiomycete *Gloeophyllum trabeum*: evidence for an extracellular hydroquinone-driven fenton reaction », *FEBS Letters*, **446**(1): pp. 49-54.

146. **Kifani-Sahban F., Kifani A., Belkbir L., Zoulalian A., Arauzo J. et Cardero T.**, (1997), « A physical approach in the understanding of the phenomena accompanying the thermal treatment of lignin », *Thermochimica Acta*, **298**(1-2): pp. 199-204.
147. **Kiguchi M., Kataoka Y., Matsunaga H., Yamamoto K. et Evans P. D.**, (2007), « Surface deterioration of wood-flour polypropylene composites by weathering trials », *Journal of Wood Science*, **53**(3): pp. 234-238.
148. **Kim J. J., Kang S. M., Choi Y. S. et Kim G. H.**, (2007), « Microfungi potentially disfiguring CCA-treated wood », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **60**(3): pp. 197-201.
149. **Kim J. S., Singh A. P., Wi S. G., Koch G. et Kim Y. S.**, (2008), « Ultrastructural characteristics of cell wall disintegration of *Pinus* spp. in the windows of an old Buddhist temple exposed to natural weathering », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **61**(2): pp. 194-198.
150. **Kirkpatrick J. W. et Barnes H. M.**, (2006), Biocide Treatments for Wood Composites—A Review. *The International Research Group on Wood Protection*, IRG Secretariat, Tromsø, Norway: pp. 2-21.
151. **Knapic S. et Pereira H.**, (2005), « Within-tree variation of heartwood and ring width in maritime pine (*Pinus pinaster* Ait.) », *Forest Ecology and Management*, **210**(1-3): pp. 81-89.
152. **Korkut S., Akgül M. et Dündar T.**, (2008), « The effects of heat treatment on some technological properties of Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) wood », *Bioresource Technology*, **99**(6): pp. 1861-1868.
153. **Košíková B., Hricovíni M. et Cosentino C.**, (1999), « Interaction of lignin and polysaccharides in beech wood (*Fagus sylvatica*) during drying processes », *Wood Science and Technology*, **33**(5): pp. 373-380.
154. **Kubojima Y., Okano T. et Ohta M.**, (1998), « Vibrational properties of Sitka spruce heat-treated in nitrogen gas », *Journal of Wood Science*, **44**(1): pp. 73-77.
155. **Kubojima Y., Okano T. et Ohta M.**, (2000), « Bending strength and toughness of heat-treated wood », *Journal of Wood Science*, **46**(1): pp. 8-15.
156. **La Mantia F. P. et Morreale M.**, (2008), « Accelerated weathering of polypropylene/wood flour composites », *Polymer Degradation and Stability*, **93**(7): pp. 1252-1258.
157. **Labbé N.**, (2002), *Mise au point d'une nouvelle méthode de dosage de l'eau dans le bois et caractérisation des composés organiques du Pin maritime par résonance magnétique nucléaire Domaine Temps*, **Thèse de doctorat**, Université Bordeaux 1, Bordeaux: 233 p.
158. **Labbé N., De Jéso B., Lartigue J. C., Daudé G., Pétraud M. et Ratier M.**, (2002), « Moisture content and Extractive materials in Maritime pine wood by Low Field 1H NMR », *Holzforschung*, **56**(1): pp. 25-31.

159. **Labbé N., De Jéso B., Lartigue J. C., Daudé G., Pétraud M. et Ratier M.,** (2006), « Time-domain 1H NMR characterization of the liquid phase in greenwood », *Holzforschung*, **60**(3): pp. 265-270.
160. **Lapointe R. E.,** (2000), *Précis de Chimie de la Cellulose*: Cégèp de Trois-Rivières: 179 p.
161. **Larsson Brelid P., Simonson R., Bergman Ö. et Nilsson T.,** (2000), « Resistance of acetylated wood to biological degradation », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **58**(5): pp. 331-337.
162. **Lebatteux M.,** (1997), *Durée de vie de poutres en bois reconstitués, soumises à un environnement climatique naturel*, **Thèse de Doctorat**, Université Bordeaux 1, Bordeaux: 199 p.
163. **Lee K. H., Wi S. G., Singh A. P. et Kim Y. S.,** (2004), « Micromorphological characteristics of decayed wood and laccase produced by the brown-rot fungus *Coniophora puteana* », *Journal of Wood Science*, **50**(3): pp. 281-284.
164. **Leinonen A., Harju A. M., Venalainen M., Saranpaa P. et Laakso T.,** (2008), « FT-NIR spectroscopy in predicting the decay resistance related characteristics of solid Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) heartwood », *Holzforschung*, **62**(3): pp. 284-288.
165. **Leitjen A. J. M.,** (2004), « Heat treated wood and the influence on the impact bending strength », *HERON*, **49**(4): pp. 349-359.
166. **Lekounougou S., Mounguengui S., Dumarçay S., Rose C., Courty P. E., Garbaye J., Gérardin P., Jacquot J. P. et Gelhaye E.,** (2008), « Initial stages of *Fagus sylvatica* wood colonization by the white-rot basidiomycete *Trametes versicolor*: Enzymatic characterization », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **61**(4): pp. 287-293.
167. **Leonowicz A., Matuszewska A., Luterek J., Ziegenhagen D., Wojtas-Wasilewska M., Cho N.-S., Hofrichter M. et Rogalski J.,** (1999), « Biodegradation of Lignin by White Rot Fungi », *Fungal Genetics and Biology*, **27**(2-3): pp. 175-185.
168. **Loidl D., Tschegg E. K. et Stanzl-Tschegg S. E.,** (2008), « Fracturing of wood under superimposed tension and torsion », *Wood Science and Technology*, **42**(1): pp. 61-74.
169. **Loubinoux B. et Kilbertus G.,** (1994), La préservation du bois : Techniques et produits de préservation, In: Jodin P., *Le Bois, Matériau d'Ingénierie*, ARBOLOR, Nancy: pp. 365-377.
170. **Lyon F., Pizzi A., Imamura Y., Thevenon M.-F., Kartal S. N. et Gril J.,** (2007), « Leachability and termite resistance of wood treated with a new preservative: ammonium borate oleate », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **65**(5): pp. 359-366.
171. **Lyon F., Thevenon M.-F., Hwang W.-J., Imamura Y., Gril J. et Pizzi A.,** (2007), « Effect of an oil heat treatment on the leachability and biological resistance of boric acid impregnated wood », *Annals of Forest Science*, **64**(6): pp. 673-678.

172. **Macchioni N., Palanti S. et Rozenberg P.**, (2007), « Measurements of fungal wood decay on Scots pine and beech by means of X-ray microdensitometry », *Wood Science and Technology*, **41**(5): pp. 417-426.
173. **Machado J. S. et Cruz H. P.**, (2005), « Within stem variation of Maritime Pine timber mechanical properties », *Holz Als Roh-Und Werkstoff*, **63**(2): pp. 154-159.
174. **Machek L., Militz H. et Sierra-Alvarez R.**, (2001), « The use of an acoustic technique to assess wood decay in laboratory soil-bed tests », *Wood Science and Technology*, **34**(6): pp. 467-472.
175. **Machek L., Edlund M. L., Sierra-Alvarez R. et Militz H.**, (2004), « A non-destructive approach for assessing decay in preservative treated wood », *Wood Science and Technology*, **37**(5): pp. 411-417.
176. **Manninen A. M., Pasanen P. et Holopainen J. K.**, (2002), « Comparing the VOC emissions between air-dried and heat-treated Scots pine wood », *Atmospheric Environment*, **36**(11): pp. 1763-1768.
177. **Mburu F., Dumarçay S. et Gérardin P.**, (2007), « Evidence of fungicidal and termicidal properties of *Prunus africana* heartwood extractives », *Holzforschung*, **61**(3): pp. 323-325.
178. **Mburu F., Dumarçay S., Huber F., Pétrissans M. et Gérardin P.**, (2007), « Evaluation of thermally modified *Grevillea robusta* heartwood as an alternative to shortage of wood resource in Kenya: Characterisation of physicochemical properties and improvement of bio-resistance », *Bioresource Technology*, **98**(18): pp. 3478-3486.
179. **Mburu F., Dumarçay S., Bocquet J.-F., Pétrissans M. et Gérardin P.**, (2008), « Effect of chemical modifications caused by heat treatment on mechanical properties of *Grevillea robusta* wood », *Polymer Degradation and Stability*, **93**(2): pp. 401-405.
180. **Medzegue M. J.**, (2007), *Etude comparative des bois d'Okoumé (Aucoumea klaineana P.) issus des plantations et de la forêt naturelle : Anatomie, durabilité naturelle*, **Thèse de Doctorat**, Université Bordeaux I, Bordeaux: 205 p.
181. **Meiboom S. et Gill D.**, (1958), « Modified spin-echo method for measuring nuclear magnetic times », *Review of Scientific Instruments*, **29**: pp. 688-691.
182. **Melencion N. et Morrell J. J.**, (2007), « Performance of antisapstain compounds on kiln-dried Douglas-fir and hem-fir lumber subjected to rewetting », *Forest Products Journal*, **57**(9): pp. 111-113.
183. **Menon R. S., Mackay A. L., Hailey J. R. T., Bloom M., Burgess A. E. et Swanson J. S.**, (1987), « An NMR determination of the physiological water distribution in wood during drying », *Journal of Applied Polymer Science*, **33**: pp. 1141-1155.
184. **Metsä-Kortelainen S., Antikainen T. et Viitaniemi P.**, (2006), « The water absorption of sapwood and heartwood of Scots pine and Norway spruce heat-treated at 170°C, 190°C, 210°C and 230°C », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **64**(3): pp. 192-197.

185. **Michaud F.**, (2003), *Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude au postformage*, **Thèse de doctorat**, Université Laval, Université Bordeaux 1, Laval, Bordeaux: 256 p.
186. **Michaud F. et Hugot F.**, (2007), Mechanical behaviour of Wood Plastic Composite product for decking application. *Proceedings of the Second International Conference on Recent Advances in Composite Materials (ICRACM)*, New Dehli.
187. **Militz H.**, (2002), Heat Treatment Technologies in Europe: Scientific Background and Technological State-of-Art. *The International Research Group on Wood Preservation - 33rd Annual meeting*, Cardiff, Wales: 20 p.
188. **Mitchell P. H.**, (1988), « Irreversible property changes of small loblolly pine specimens heated in air, nitrogen, or oxygen », *Wood and Fiber Science*, **20**(3): pp. 320-355.
189. **Mitsui K., Inagaki T. et Tsuchikawa S.**, (2008), « Monitoring of hydroxyl groups in wood during heat treatment using NIR spectroscopy », *Biomacromolecules*, **9**(1): pp. 286-288.
190. **Miyauchi T., Mori M. et Imamura Y.**, (2008), « Leaching characteristics of homologues of benzalkonium chloride from wood treated with ammoniacal copper quaternary wood preservative », *Journal of Wood Science*, **54**(3): pp. 225-232.
191. **Mohebbi B.**, (2005), « Attenuated total reflection infrared spectroscopy of white-rot decayed beech wood », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **55**(4): pp. 247-251.
192. **Morard M., Vaca-Garcia C., Borredon E., Gaset A., Lemor A. et Maisonnable P.**, (2003), Procédé de traitement d'un matériau ligno-cellulosique, en particulier de bois, en vue de sa préservation et d'une amélioration de ces propriétés mécaniques, et matériau obtenu. **Brevet**, France: Institut National de la Propriété Industrielle, FR2833202: 22 p.
193. **Morard M., Vaca-Garcia C., Stevens M., Van Acker J., Pignolet O. et Borredon E.**, (2007), « Durability improvement of wood by treatment with Methyl Alkenoate Succinic Anhydrides (M-ASA) of vegetable origin », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **59**(2): pp. 103-110.
194. **Morris P. I. et Cooper P.**, (1998), « Recycled plastic/wood composite lumber attacked by fungi », *Forest Products Journal*, **48**(1): pp. 86-88.
195. **Moubarik A., Charrier B., Charrier F., Pizzi A. et Allal A.**, (2009), « Evaluation of decay resistance of wood products made from borax-impregnated wood and bonded with a formaldehyde-free cornstarch and tannin adhesive », *Annals of Forest Science*, **66**(1): pp. 109.
196. **Mounguengui S., Dumarcay S. et Gerardin P.**, (2007), « Investigation on catechin as a beech wood decay biomarker », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **60**(4): pp. 238-244.

197. **Mourant D., Yang D.-Q., Lu X., Riedl B. et Roy C.**, (2009), « Copper and boron fixation in wood by pyrolytic resins », *Bioresource Technology*, **100**(3): pp. 1442-1449.
198. **Mouras S., Girard P., Rousset P., Permadi P., Dirol D. et Labat G.**, (2002), « Propriétés physiques de bois peu durables soumis à un traitement de pyrolyse ménagée », *Annals of Forest Science*, **59**(3): pp. 317-326.
199. **Muasher M. et Sain M.**, (2006), « The efficacy of photostabilizers on the color change of wood filled plastic composites », *Polymer Degradation and Stability*, **91**(5): pp. 1156-1165.
200. **Müller U., Bammer R., Halmschlager E., Stollberger R. et Wimmer R.**, (2001), « Detection of fungal wood decay using Magnetic resonance Imaging », *Holz Als Roh-Und Werkstoff*, **59**(3): pp. 190-194.
201. **Müller U., Bammer R. et Teischinger A.**, (2002), « Detection of Incipient fungal attack in wood using Magnetic Resonance Parameter Mapping », *Holzforschung*, **56**(5): pp. 529-534.
202. **Muntean M., Noica N., Radu L., Ropota I., Ionescu A. et Muntean O.**, (2008), « Concrete carbonation and its durability », *Romanian Journal of Materials*, **38**(4): pp. 284-292.
203. **Nemli G., Gezer E. D., Yildiz S., Temiz A. et Aydin A.**, (2006), « Evaluation of the mechanical, physical properties and decay resistance of particleboard made from particles impregnated with *Pinus brutia* bark extractives », *Bioresource Technology*, **97**(16): pp. 2059-2064.
204. **Nepveu G.**, (1994), Variabilité, In: Jodin P., *Le Bois, Matériau d'Ingénierie*, ARBOLOR, Nancy: pp. 127-182.
205. **Nerg A. M., Heijari J., Noldt U., Viitanen H., Vuorinen M., Kainulainen P. et Holopainen J. K.**, (2004), « Significance of Wood Terpenoids in the Resistance of Scots Pine Provenances Against the Old House Borer, *Hylotrupes bajulus*, and Brown-Rot Fungus, *Coniophora puteana* », *Journal of Chemical Ecology*, **30**(1): pp. 125-141.
206. **Nuopponen M., Wikberg H., Vuorinen T., Maunu S. L., Jamsa S. et Viitaniemi P.**, (2004), « Heat-treated softwood exposed to weathering », *Journal of Applied Polymer Science*, **91**(4): pp. 2128-2134.
207. **Okino E. Y. A., de Souza M. R., Santana M. A. E., Alves M. V. D., de Sousa M. E. et Teixeira D. E.**, (2004), « Cement-bonded wood particleboard with a mixture of eucalypt and rubberwood », *Cement & Concrete Composites*, **26**(6): pp. 729-734.
208. **Okino E. Y. A., de Souza M. R., Santana M. A. E., Alves M. V. d. S., de Sousa M. E. et Teixeira D. E.**, (2005), « Physico-mechanical properties and decay resistance of *Cupressus* spp. cement-bonded particleboards », *Cement & Concrete Composites*, **27**(3): pp. 333-338.
209. **Oltean L., Teischinger A. et Hansmann C.**, (2008), « Wood surface discolouration due to simulated indoor sunlight exposure », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **66**(1): pp. 51-56.

210. **Özçifçi A.**, (2008), « Impacts of impregnation with boron compounds on the bonding strength of wood materials », *Construction and Building Materials*, **22**(4): pp. 541-545.
211. **Pandey K. K.**, (2005), « Study of the effect of photo-irradiation on the surface chemistry of wood », *Polymer Degradation and Stability*, **90**(1): pp. 9-20.
212. **Pandey K. K. et Nagveni H. C.**, (2007), « Rapid characterisation of brown and white rot degraded chir pine and rubberwood by FTIR spectroscopy », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **65**(6): pp. 477-481.
213. **Papadopoulos A.**, (2008), « The effect of acetylation on bending strength of finger jointed beech wood (*Fagus sylvatica* L.) », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **66**(4): pp. 309-310.
214. **Papadopoulos A.**, (2008), « Performance of cement bonded boards made from maple particles », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **66**(5): pp. 385-387.
215. **Papadopoulos A. N.**, (2008), « Natural durability and performance of hornbeam cement bonded particleboard », *Maderas-Ciencia Y Tecnologia*, **10**(2): pp. 93-98.
216. **Papadopoulos A. N., Duquesnoy P., Cragg S. M. et Pitman A. J.**, (2008), « The resistance of wood modified with linear chain carboxylic acid anhydrides to attack by the marine wood borer *Limnoria quadripunctata* Holthius », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **61**(2): pp. 199-202.
217. **Pehanich J. L., Blankenhorn P. R. et Silsbee M. R.**, (2004), « Wood fiber surface treatment level effects on selected mechanical properties of wood fiber-cement composites », *Cement and Concrete Research*, **34**(1): pp. 59-65.
218. **Pendleton D. E., Hoffard T. A., Adcock T., Woodward B. et Wolcott M. P.**, (2002), « Durability of an extruded HDPE/wood composite », *Forest Products Journal*, **52**(6): pp. 21-27.
219. **Pignolet O.**, (2008), *Optimisation de la durabilité de bois d'oeuvre (classe d'emploi 4) à l'aide d'anhydrides alkényles succiniques d'origine végétale*, **Thèse de doctorat**, Université de Toulouse, Toulouse: 281 p.
220. **Polman J. E. et Militz H.**, (1996), « Wood quality of Douglas fir (*Pseudotsuga menziesii* (Mirb) Franco) from three stands in the Netherlands », *Annals of Forest Science*, **53**(6): pp. 1127-1136.
221. **Poncsak S., Kocaefe D., Bouazara M. et Pichette A.**, (2006), « Effect of high temperature treatment on the mechanical properties of birch (*Betula papyrifera*) », *Wood Science and Technology*, **40**(8): pp. 647-663.
222. **Provencher S. W.**, (1982), « A constrained regularization method for inverting data represented by linear algebraic or integral equations », *Computer Physics Communications*, **27**(3): pp. 213-227.
223. **Przewloka S. R.**, (2004), *Comparison of rapid decay testing methodologies for the screening of New Wood Preservatives*, **Rapport**, Forest and Wood Products Research and Development Corporation, Denis M Cullity Research Fellowship Report: 88 p.

224. **Qi H., Cooper P. A. et Wan H.**, (2006), « Effect of carbon dioxide injection on production of wood cement composites from waste medium density fiberboard (MDF) », *Waste Management*, **26**(5): pp. 509-515.
225. **Qi H. et Cooper P. A.**, (2007), « The effects of composition and carbon dioxide injection time on the properties of wood-cement composites », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **65**(4): pp. 267-273.
226. **Quesada J., Morard M., Vaca-Garcia C. et Borredon M. E.**, (2003), « Preparation of alkenyl succinic anhydrides from vegetable oil fame », *Journal of the American Oil Chemists' Society*, **80**(3): pp. 281-286.
227. **Råberg U. et Hafrén J.**, (2008), « Biodegradation and appearance of plastic treated solid wood », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **62**(2): pp. 210-213.
228. **Raczkowski J., Lutomski K., Moliński W. et Woś R.**, (1999), « Detection of early stages of wood decay by acoustic emission technique », *Wood Science and Technology*, **33**(5): pp. 353-358.
229. **Rapp A. O.**, (2001), Review on heat treatments of wood. COST Action E22 - Environmental optimisation of wood protection, Antibes: 68 p.
230. **Reiterer A. et Sinn G.**, (2002), « Fracture behaviour of modified spruce wood: A study using linear and non linear fracture mechanics », *Holzforschung*, **56**(2): pp. 191-198.
231. **Repellin V.**, (2006), *Optimisation des paramètres durée et température d'un traitement thermique du bois. Modifications des propriétés d'usage du bois en relation avec les modifications physico-chimiques et ultrastructurales occasionnées par le traitement thermique*, **Thèse de doctorat**, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne: 262 p.
232. **Rigoni L. et Ropp J.**, (2008), Procédé de traitement du bois et dispositif correspondant. **Brevet**, Suisse: Organisation mondiale de la propriété intellectuelle, WO 2009/001173 A1: 16 p.
233. **Ritschkoff A.-C.**, (1996), *Decay mechanisms of brown-rot fungi*, **Rapport**, Technical Research Centre of Finland, Espoo, VTT Publications: 67 + app 38 p.
234. **Ropp J., Chaouch M. et Pétrissans M.**, (2008), Le traitement thermique du bois conducteur sous vide par PRODEO. ARBORA, Bordeaux.
235. **Roussel C., Bézert G., Bucur V., Gérardin P., Loubinoux B. et Jodin P.**, (2000), « Evaluation of wood degradation during biological treatment with actinomycetes », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **58**(1-2): pp. 127-128.
236. **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*, **Thèse de Doctorat**, ENGREF, Nancy: 203 p.
237. **Rousset P., Perré P. et Girard P.**, (2004), « Modification of mass transfer properties in poplar wood (*P. robusta*) by a thermal treatment at high temperature », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **62**(2): pp. 113-119.

238. **Rousset P., Lapierre C., Pollet B., Quirino W. et Perré P.**, (2009), « Effect of severe thermal treatment on spruce and beech wood lignins », *Annals of Forest Science*, **66**(1): pp. 110.
239. **Rowell R. M.**, (2005), *Handbook of wood chemistry and wood composites*: CRC Press: 487 p.
240. **Saka S. et Matsumura H.**, (2003), Wood pulp manufacturing and quality characteristics. *Workshop on Cellulose Acetates*, Wiley-V C H Verlag Gmbh, Heidelberg, Germany: pp. 37-48.
241. **Sandu I. C. A., Brebu M., Luca C., Sandu I. et Vasile C.**, (2003), « Thermogravimetric study on the ageing of lime wood supports of old paintings », *Polymer Degradation and Stability*, **80**(1): pp. 83-91.
242. **Santos J. A.**, (2000), « Mechanical behaviour of Eucalyptus wood modified by heat », *Wood Science and Technology*, **34**(1): pp. 39-43.
243. **Santyr G. E., Henkelman R. M. et Bronskill M. J.**, (1988), « Variation in Measured Transverse Relaxation in Tissue resulting from Spin Locking with the CPMG Sequence », *Journal of Magnetic Resonance*, **79**(1): pp. 28-44.
244. **Schafer A., Konrad R., Kuhnigk T., Kampfer P., Hertel H. et König H.**, (1996), « Hemicellulose-degrading bacteria and yeasts from the termite gut », *Journal of Applied Bacteriology*, **80**(5): pp. 471-478.
245. **Schilling J. S. et Jellison J.**, (2007), « Extraction and translocation of calcium from gypsum during wood biodegradation by oxalate-producing fungi », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **60**(1): pp. 8-15.
246. **Schmidt O.**, (2007), « Indoor wood-decay basidiomycetes: damage, causal fungi, physiology, identification and characterization, prevention and control », *Mycological Progress*, **6**(4): pp. 261-279.
247. **Schwarze F. W. M. R., Fink S. et Deflorio G.**, (2003), « Resistance of parenchyma cells in wood to degradation by brown rot fungi », *Mycological Progress*, **2**(4): pp. 267-274.
248. **Selke S. E. et Wichman I.**, (2004), « Wood fiber/polyolefin composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **35**(3): pp. 321-326.
249. **Semple K. E., Cunningham R. B. et Evans P. D.**, (2002), « The suitability of five Western Australian mallee eucalypt species for wood-cement composites », *Industrial Crops and Products*, **16**(2): pp. 89-100.
250. **Sernek M., Boonstra M., Pizzi A., Despres A. et Gérardin P.**, (2008), « Bonding performance of heat treated wood with structural adhesives », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **66**(3): pp. 173-180.
251. **Shao Y., Moras S., Ulkem N. et Kubes G.**, (2000), « Wood fibre - cement composites by extrusion », *Canadian Journal of Civil Engineering*, **27**(3): pp. 543-552.
252. **Shi J., Kocaefe D., Amburgey T. et Zhang J.**, (2007), « A comparative study on brown-rot fungus decay and subterranean termite resistance of thermally-

- modified and ACQ-C-treated wood », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **65**(5): pp. 353-358.
253. **Shi J. L., Kocaefe D. et Zhang J.**, (2007), « Mechanical behaviour of Québec wood species heat-treated using ThermoWood process », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **65**(4): pp. 255-259.
 254. **Shibutani S., Takata K. et Doi S.**, (2007), « Quantitative comparisons of antitermite extractives in heartwood from the same clones of *Cryptomeria japonica* planted at two different sites », *Journal of Wood Science*, **53**(4): pp. 285-290.
 255. **Shiraishi N.**, (1993), *Recent Research on Wood and Wood-Based Materials*: Elsevier Science and Technology: 247 p.
 256. **Shui Yang J., Ren Ni J., Li Yuan H. et Wang E.**, (2007), « Biodegradation of three different wood chips by *Pseudomonas* sp. PKE117 », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **60**(2): pp. 90-95.
 257. **Simo G.**, (2008), *Paramétrage du traitement thermique sous vide du pin maritime et influence sur les propriétés du bois*, **Rapport**, Ecole des Mines, Nantes: 69 p.
 258. **Simonson R. et Rowell R. M.**, (2000), A new process for the continuous acetylation of lignocellulosic fiber. *Proceedings of the 5th Pacific Rim bio-based composites symposium*, Canberra: pp. 190-196.
 259. **Smith R. et Lillie M.**, (2007), « Using a lysimeter study to assess the parameters responsible for oak wood decay from waterlogged burial environments and their implication for the *in situ* preservation of archaeological remains », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **60**(1): pp. 40-49.
 260. **Soltis L. A. et Winandy J. E.**, (1989), « Long-term strength of CCA-treated lumber », *Forest Products Journal*, **39**(5): pp. 64-68.
 261. **Stanzl-Tschegg S. E., Tschegg E. K. et Teischinger A.**, (1994), « Fracture energy of spruce wood after different drying procedures », *Wood and Fiber Science*, **26**(4): pp. 467-478.
 262. **Stanzl-Tschegg S. E., Tan D. M. et Tschegg E. K.**, (1996), « Fracture resistance to the crack propagation in wood », *International Journal of Fracture*, **75**(4): pp. 347-356.
 263. **Stark N. M., Clemons C. M., Ibach R. E. et Matuana L. M.**, (2003), *Durability of Wood and Polyethylene Composite Lumber*, **Rapport**, U.S. Department of Housing and Urban Development - Office of Policy Development and Research: 38 p.
 264. **Stark N. M. et Matuana L. M.**, (2006), « Influence of photostabilizers on wood flour-HDPE composites exposed to xenon-arc radiation with and without water spray », *Polymer Degradation and Stability*, **91**(12): pp. 3048-3056.
 265. **Stark N. M. et Matuana L. M.**, (2007), « Characterization of weathered wood-plastic composite surfaces using FTIR spectroscopy, contact angle, and XPS », *Polymer Degradation and Stability*, **92**(10): pp. 1883-1890.

266. **Surini T.**, (2006), *Les conséquences mécaniques d'une inoculation de pourritures sur des échantillons non traités de Pin maritime*, **Rapport**, Université Bordeaux 1, Bordeaux: 45 p.
267. **Tartakowski Z. et Pietrzak-Mantiuk A.**, (2006), « Resistance of high-content polypropylene/wood composites to low-current arc discharges », *Polymer Testing*, **25**(3): pp. 342-346.
268. **Tascioglu C., Cooper P. et Ung T.**, (2009), « Effects of delayed drying and CO₂ application on copper amine fixation in ACQ treated red pine », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **67**(1): pp. 7-12.
269. **Taylor A., Freitag C., Cadot E. et Morrell J.**, (2008), « Potential of near infrared spectroscopy to assess hot-water-soluble extractive content and decay resistance of a tropical hardwood », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **66**(2): pp. 107-111.
270. **Taylor A. M., Freitag C. M. et Morrell J. J.**, (2004), « Ability of bleach and other biocide treatments to remove and prevent mold growth on Douglas-fir lumber », *Forest Products Journal*, **54**(4): pp. 45-49.
271. **Teixeira D. E. et Moslemi A.**, (2001), « Assessing modulus of elasticity of wood-fiber cement (WFC) sheets using nondestructive evaluation (NDE) », *Bioresource Technology*, **79**(2): pp. 193-198.
272. **Temiz A., Yildiz U. C., Aydin I., Eikenes M., Alfredsen G. et Colakoglu G.**, (2005), « Surface roughness and color characteristics of wood treated with preservatives after accelerated weathering test », *Applied Surface Science*, **250**(1-4): pp. 35-42.
273. **Temiz A., Alfredsen G., Eikenes M. et Terziev N.**, (2008), « Decay resistance of wood treated with boric acid and tall oil derivatives », *Bioresource Technology*, **99**(7): pp. 2102-2106.
274. **Thomas N. L. et Birchall J. D.**, (1983), « The retarding action of sugars on cement hydration », *Cement and Concrete Research*, **13**(6): pp. 830-842.
275. **Timar M. C., Pitman A. et Mihai M. D.**, (1999), « Biological resistance of chemically modified aspen composites », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **43**(4): pp. 181-187.
276. **Tjeerdsma B. F., Stevens M. et Militz H.**, (2000), Durability aspects of (hydro)thermal treated wood. *The International research group on wood preservation*, Kona: 10 p.
277. **Tubajika K. M., Jonawiak J. J., Mack R. et Hoover K.**, (2007), « Efficacy of radio frequency treatment and its potential for control of sapstain and wood decay fungi on red oak, poplar, and southern yellow pine wood species », *Journal of Wood Science*, **53**(3): pp. 258-263.
278. **Valaskova V. et Baldrian P.**, (2006), « Estimation of bound and free fractions of lignocellulose-degrading enzymes of wood-rotting fungi *Pleurotus ostreatus*, *Trametes versicolor* and *Piptoporus betulinus* », *Research in Microbiology*, **157**(2): pp. 119-124.

279. **Vallet C., Alves E., Mila I., Pollet B., Weiland J.-J., Guyonnet R. et Lapierre C.**, (2001), « Rétification du pin maritime : structure des lignines et propriétés du bois », *Les Cahiers Scientifiques du Bois*, **2**: pp. 155-165.
280. **Van Acker J., Militz H. et Stevens M.**, (1999), « The significance of accelerated laboratory testing methods determining the natural durability of wood », *Holzforschung*, **53**(5): pp. 449-458.
281. **Vane C. H., Drage T. C., Snape C. E., Stephenson M. H. et Foster C.**, (2005), « Decay of cultivated apricot wood (*Prunus armeniaca*) by the ascomycete *Hypocrea sulphurea*, using solid state ^{13}C NMR and off-line TMAH thermochemolysis with GC-MS », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **55**(3): pp. 175-185.
282. **Vesentini D., Dickinson D. J. et Murphy R. J.**, (2007), « The protective role of the extracellular mucilaginous material (ECMM) from two wood-rotting basidiomycetes against copper toxicity », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **60**(1): pp. 1-7.
283. **Vicentim M. P. et Ferraz A.**, (2007), « Enzyme production and chemical alterations of *Eucalyptus grandis* wood during biodegradation by *Ceriporiopsis subvermispora* in cultures supplemented with Mn^{2+} , corn steep liquor and glucose », *Enzyme and Microbial Technology*, **40**(4): pp. 645-652.
284. **Walther T., Nami Kartal S., Hwang W., Umemura K. et Kawai S.**, (2007), « Strength, decay and termite resistance of oriented kenaf fiberboards », *Journal of Wood Science*, **53**(6): pp. 481-486.
285. **Wang X. P., Page-Dumroese D., Jurgensen M. F. et Ross R. J.**, (2007), « Field assessment of wood stake decomposition in forest soil », *Holzforschung*, **61**(5): pp. 605-610.
286. **Wei Y. M., Zhou Y. G. et Tomita B.**, (2000), « Hydration behavior of wood cement-based composite I: evaluation of wood species effects on compatibility and strength with ordinary portland cement », *Journal of Wood Science*, **46**(4): pp. 296-302.
287. **Weiland J. J. et Guyonnet R.**, (2003), « Study of chemical modifications and fungi degradation of thermally modified wood using DRIFT spectroscopy », *Holz als Roh- und Werkstoff*, **61**(3): pp. 216-220.
288. **Wikberg H. et Maunu S. L.**, (2004), « Characterisation of thermally modified hard- and softwoods by ^{13}C CPMAS NMR », *Carbohydrate Polymers*, **58**(4): pp. 461-466.
289. **Winandy J. E. et Morrell J. J.**, (1993), « Relationship between incipient decay, strength, and chemical composition of Douglas-Fir heartwood », *Wood and Fiber Science*, **25**(3): pp. 278-288.
290. **Winandy J. E., Clausen C. A. et Curling S. F.**, (2000), Predicting the Effects of Decay on Wood Properties and Modeling Residual Service-Life. *Durability and Disaster Mitigation in Wood-Frame Housing*, Forest Products Society, Madison, WI: pp. 261-263.

291. **Windeisen E., Strobel C. et Wegener G.**, (2007), « Chemical changes during the production of thermo-treated beech wood », *Wood Science and Technology*, **41**(6): pp. 523-536.
292. **Woessner P.**, (2008), *Influence d'un traitement thermique sur la résistance mécanique du bois de pin*, **Thèse de doctorat**, Université Bordeaux 1, Bordeaux: 126 p.
293. **Yalinkilic M. K., Imamura Y., Takahashi M., Kalaycioglu H., Nemli G., Demirci Z. et Ozdemir T.**, (1998), « Biological, physical and mechanical properties of particleboard manufactured from waste tea leaves », *International Biodeterioration & Biodegradation*, **41**(1): pp. 75-84.
294. **Yeh T. F., Braun J. L., Goldfarb B., Chang H. M. et Kadla J. F.**, (2006), « Morphological and chemical variations between juvenile wood, mature wood, and compression wood of loblolly pine (*Pinus taeda* L.) », *Holzforschung*, **60**(1): pp. 1-8.
295. **Yildiz S., Gezer E. D. et Yildiz Ü. C.**, (2006), « Mechanical and chemical behavior of spruce wood modified by heat », *Building and Environment*, **41**(12): pp. 1762-1766.
296. **Yildiz S.**, (2007), « Retention and penetration evaluation of some softwood species treated with copper azole », *Building and Environment*, **42**(6): pp. 2305-2310.
297. **Yildiz Ü. C., Temiz A., Gezer E. D. et Yildiz S.**, (2004), « Effects of the wood preservatives on mechanical properties of yellow pine (*Pinus sylvestris* L.) wood », *Building and Environment*, **39**(9): pp. 1071-1075.
298. **Yildiz Ü. C., Yildiz S. et Gezer E. D.**, (2005), « Mechanical properties and decay resistance of wood-polymer composites prepared from fast growing species in Turkey », *Bioresource Technology*, **96**(9): pp. 1003-1011.
299. **Zabel R. A. et Morrell J. J.**, (1992), *Wood microbiology. Decay and its prevention*, **Rapport**, San Diego, New York, Academic Press: 476 p.
300. **Zhao Y., Wang K., Zhu F., Xue P. et Jia M.**, (2006), « Properties of poly(vinyl chloride)/wood flour/montmorillonite composites: Effects of coupling agents and layered silicate », *Polymer Degradation and Stability*, **91**(12): pp. 2874-2883.

Liste des Abréviations

Sigles :

- ✦ § - Paragraphe ;
- ✦ ACQ - Alkaline Copper Quaternary ;
- ✦ ACV - Analyse de Cycle de Vie ;
- ✦ ASABu - Anhydride Alkényle Succinique Butylique ;
- ✦ ASAM - Anhydride Alkényle Succinique Méthylique ;
- ✦ ASE - Anti-Swelling Efficiency ;
- ✦ CCA - Chrome, Cuivre, Arsenic ;
- ✦ cf - Confer ;
- ✦ CIE - Commission Internationale de l'Eclairage ;
- ✦ CIRAD - Centre de coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement ;
- ✦ CO₂ - Dioxyde de carbone ;
- ✦ COV - Composés Organiques Volatils ;
- ✦ CPMG - Carr Purcell Meiboom Gill ;
- ✦ CREMEM - Centre de Ressources en Microscopie Electronique et Microanalyse ;
- ✦ CT - Compact Tension ;
- ✦ CV - *Coriolus versicolor* ;
- ✦ DP - Degré de polymérisation ;
- ✦ FTIR - Fourier Transform Infra-Red (Spectroscopie) ;
- ✦ GC/MS - Gas chromatography/ Mass spectroscopy ;
- ✦ H₂O - Eau ;
- ✦ HALS - Hindered Amine Light Stabilizer ;
- ✦ INRA - Institut National de la Recherche Agronomique ;
- ✦ IRM - Imagerie par Résonance Magnétique ;
- ✦ L - Longitudinal ;
- ✦ LCA - Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle ;
- ✦ LVDT - Linear Variable Differential Transformer ;
- ✦ LVL - Laminated Veneer Lumber ;
- ✦ MDF - Medium Density Fiberboard ;
- ✦ MEB - Microscopie Electronique à Balayage ;
- ✦ Mn - Manganèse ;
- ✦ OHT - Oil Heat Treatment ;
- ✦ OSB - Oriented Strand Board ;
- ✦ pH - Potentiel Hydrogène ;
- ✦ PLATO - Providing Lasting Advanced Timber Option ;
- ✦ PP - *Poria placenta* ;
- ✦ R - Radial ;
- ✦ RMN - Résonance Magnétique Nucléaire ;
- ✦ SPDE - Solid-Phase Disk Extraction ;
- ✦ T - Tangentiel ;
- ✦ T₁ - Spin-réseau ;
- ✦ T₂ - Spin-spin ;
- ✦ US2B - Unité Sciences du Bois et des Biopolymères ;
- ✦ UV - Ultra Violet.

Unités :

- ✦ ° – Degré ;
- ✦ °C – Degré Celsius ;
- ✦ **cm** – Centimètre ;
- ✦ **daN** – DécaNewton ;
- ✦ **g** – Gramme ;
- ✦ **Hz** – Hertz ;
- ✦ **J** – Joules ;
- ✦ **j** – Jours ;
- ✦ **kg** – Kilogramme ;
- ✦ **l** – Litre ;
- ✦ **m** – Mètre ;
- ✦ **min** – Minute ;
- ✦ **ml** – Millilitre ;
- ✦ **mm** – Millimètre ;
- ✦ **MPa** – MégaPascals ;
- ✦ **ms** – Milliseconde ;
- ✦ **μs** – Microseconde ;
- ✦ **N** – Newton ;
- ✦ **Nm** – Newton-mètre ;
- ✦ **s** – Seconde ;
- ✦ **Sem** – Semaine ;
- ✦ **U.A** – Unité Arbitraire.

Variables :

- ✦ **α** – Valeur critique ;
- ✦ **ASE** – Anti-Swelling Efficiency ;
- ✦ **B₀** – Champ magnétique ;
- ✦ **δ** – Allongement de la fissure ;
- ✦ **ε** – Déformation ;
- ✦ **E** – cf. MOE ;
- ✦ **F** – Force ;
- ✦ **G_f** – Energie de rupture ;
- ✦ **H%** – Teneur en eau ;
- ✦ **K_q (ou K_{IC})** – Ténacité ;
- ✦ **M** – Masse ;
- ✦ **M₀** – Aimantation ;
- ✦ **MOE (ou E)** – Modulus Of Elasticity (Module de Young) ;
- ✦ **MOR** – Modulus Of Rupture ;
- ✦ **p** – Probabilité ;
- ✦ **PM** – Perte de masse ;
- ✦ **ρ** – Densité ;
- ✦ **R** – Rétention ;
- ✦ **R²** - Coefficient de détermination ;
- ✦ **Ra** – Ecart moyen du profil ;
- ✦ **Rz** – Ecart maximal du profil ;
- ✦ **Rsk** – Facteur d’asymétrie ;
- ✦ **Rku** – Facteur d’aplatissement ;
- ✦ **σ** – Contrainte ;
- ✦ **τ** – Temps entre impulsions ;
- ✦ **V** – Volume ;
- ✦ **V/V** – Volume/Volume.

Liste des Figures

1^{er} Chapitre :

Figure 1 – Le cellobiose, unité de base de la cellulose	5
Figure 2 – Monomères de la lignine	6
Figure 3 – Découpage de la paroi cellulaire	6
Figure 4 – Galeries de <i>Limnoria</i> creusées en surface	7
Figure 5 – Capricorne des maisons, aux états larvaire et adulte	8
Figure 6 – Soldat Terme	9
Figure 7 – Bleuissement sur charpente	11
Figure 8 – Structure cubique après une attaque de pourriture brune	12
Figure 9 – Fissure causée par <i>Poria placenta</i> sur <i>Pinus pinaster</i> (Ait.)	16
Figure 10 – Différents types de panneaux à base de bois	23
Figure 11 – Surface d'un composite Bois/Plastique 60/40%	25
Figure 12 – Composites avec 20%, 40% et 60% de fibres de bois	29
Figure 13 – Réaction Anhydride-Alcool	34
Figure 14 – Pin maritime traité thermiquement	36

2^{ème} Chapitre :

Figure 15 – Les différents types de bois sur une souche de Pin maritime	48
Figure 16 – Evolution de la baisse de résistance mécanique en fonction de la perte de masse, suite à une attaque de <i>P. placenta</i>	48
Figure 17 – Echantillons de hêtre et de pin de dimensions 40x8x8 mm ³	50
Figure 18 – Disposition des éprouvettes pour 1 semaine de test et 1 pourriture	51
Figure 19 – Echantillons observés par MEB	53
Figure 20 – Présence de mycélium dans les éléments anatomiques du bois	54
Figure 21 – Décollement de paroi	54
Figure 22 – Dégradation des parois	55
Figure 23 – Configuration du test de compression longitudinale	57
Figure 24 – Evolution de $\sigma_{\max}$ en fonction du temps de dégradation	58
Figure 25 – Relation entre la perte de masse et la baisse de résistance pour les bois peu durables	60
Figure 26 – Evolution par essence du module élastique par rapport la perte de masse	61
Figure 27 – Les différents modes de fissuration	63
Figure 28 – Les deux phases de la fissuration	64
Figure 29 – Schéma d'usinage des éprouvettes	66

 Figure 30 – Inoculation en fond de fissure	67
 Figure 31 – Disposition des éprouvettes de fissuration	68
 Figure 32 – Matériel utilisé en fissuration	69
 Figure 33 – Côtes utilisées dans les essais de fissuration	69
 Figure 34 – Régression linéaire entre les deux variables mécaniques	72
 Figure 35 – Relation entre perte de masse et données mécaniques	73
 Figure 36 – Phénomène de précessions des spins	78
 Figure 37 – Déséquilibre généré par une impulsion 90°	79
 Figure 38 – Séquence de Carr-Purcell-Meiboom-Gill (CPMG)	81
 Figure 39 – Extraction de bois	83
 Figure 40 – Effet du milieu gélosé sur un échantillon de chêne	83
 Figure 41 – Effet de 3 semaines de dégradation de CV sur un échantillon de hêtre	84
 Figure 42 – Différences d'aire après dégradation par CV	85

3^{ème} Chapitre :

 Figure 43 – Réaction de l'anhydride maléique avec le bois	92
 Figure 44 – Formule et greffage de l'ASAM sur le bois	92
 Figure 45 – Protocole général	93
 Figure 46 – Modification de bois par ASA	94
 Figure 47 – Méthode vibratoire	95
 Figure 48 – Relation entre rétention et augmentation de densité	98
 Figure 49 – Modules de ruptures avec moyennes calculées	100
 Figure 50 – Homogénéité des propriétés mécaniques de compression	100
 Figure 51 – Recouvrement fongique après 8 semaines d'inoculation	101
 Figure 52 – Propriétés mécaniques en compression axiale	102
 Figure 53 – Détermination des constituants du bois sur creusets frittés	106
 Figure 54 – Evolution du taux de lignine selon l'essence	106
 Figure 55 – Proportions des constituants chimiques de l'eucalyptus	107
 Figure 56 – Modules élastiques moyens après traitement	111
 Figure 57 – Module de rupture moyen après traitement	111
 Figure 58 – Relation entre perte de masse et données mécaniques	112
 Figure 59 – Relation perte de masse-comportement hygroscopique du bois	115
 Figure 60 – Test de durabilité face aux termites	116
 Figure 61 – Dégradation sévère des éprouvettes, quel que soit le traitement	117
 Figure 62 – Perte de masse des bois et mortalité des termites	117

Figure 63 – Analyse GC/MS des substances extraites par le traitement thermique	119
Figure 64 – H% au sortir des bocal de culture	122
Figure 65 – Performances mécaniques moyennes au cours de la dégradation	123
Figure 66 – Propriétés physiques selon la proportion de bois	127
Figure 67 – Interaction entre fibres de bois et matrice cimentaire, à l'échelle de 20 µm	128
Figure 68 – Développement du mycélium sur Bois/ciments	129
Figure 69 – Gain de masse calculé après dégradation fongique	129
Figure 70 – Phénomène de carbonatation observé par MEB	130

4^{ème} Chapitre :

Figure 71 – Bâts de vieillissement naturel exposés au Sud	138
Figure 72 – Protocole général	138
Figure 73 – Diagramme ombrothermique de Gaussen à Cestas Pierroton	139
Figure 74 – Ecart moyen journalier d'humidité du bois	141
Figure 75 – Trois profils en un	143
Figure 76 – Corrections pour passer d'un profil total (en rouge) à un profil de rugosité (en noir)	144
Figure 77 – Evolution des critères d'amplitude au cours du vieillissement	146
Figure 78 – Evolutions de "Rsk" et "Rku" au cours du vieillissement	148
Figure 79 – Coordonnées chromatiques du système CIELab	151
Figure 80 – Différences de couleur selon les traitements	153
Figure 81 – Evolution globale de la couleur, au travers de la mesure de ΔE^*	153
Figure 82 – Grisaillement hétérogène, selon la nature du bois exposé	156
Figure 83 – Relation entre modules élastiques, avant et après traitement chimique	157
Figure 84 – Lessivage de produits de préservations (les valeurs indiquent les moyennes calculées)	159
Figure 85 – Baisse des modules élastiques en %, suite au vieillissement	160
Figure 86 – Baisse de la résistance en compression, après biodégradation	163
Figure 87 – Recouvrement fongique total sur éprouvettes traitées par oléothermie	164
Figure 88 – Relations entre le lessivage et la baisse de contrainte mécanique des bois imprégnés	166
Figure 89 – Simulation d'une ouverture de fissure de 13 mm, sur éprouvette de douglas, modélisée par éléments finis	168

Liste des Tableaux

— Tableau I – Organisation de la cellulose dans la paroi secondaire	7
— Tableau II – Comparaisons de pertes de masse	16
— Tableau III – Classes de durabilité naturelle face aux champignons lignivores	19
— Tableau IV – Classes d'emploi	20
— Tableau V – Comparaison de produits suite à 12 semaines d'attaque de <i>T.versicolor</i>	23
— Tableau VI – Paramétrage des principaux procédés de traitement thermique	41
— Tableau VII – Date d'apparition des phénomènes observés	55
— Tableau VIII – Diminution moyenne des propriétés selon les conditions de dégradation	59
— Tableau IX – Homogénéité des éprouvettes par prélèvement	71
— Tableau X – Conséquences de la dégradation sur les propriétés physiques	74
— Tableau XI – Différences constatées "Après - Avant" dégradation	85
— Tableau XII – Influence des traitements sur la densité du bois	99
— Tableau XIII – Modules d'élasticité (en MPa) obtenus pour les différents tests	99
— Tableau XIV – Effet de la diffusion de produit sur les propriétés physiques du bois	101
— Tableau XV – Perte de masse due au traitement thermique	112
— Tableau XVI – Comportement hygroscopique du bois thermo-traité	114
— Tableau XVII – Quantités à respecter lors de la confection des éprouvettes	125
— Tableau XVIII – Propriétés moyennes selon la configuration du composite (Ecart-types entre parenthèses)	127
— Tableau XIX – Comparaison avant et après dégradation, pour les 2 types de ciment confondus	130
— Tableau XX – Données climatiques journalières endurées par les échantillons	140
— Tableau XXI – Ecart d'humidité du bois par période de vieillissement	141
— Tableau XXII – Calcul des paramètres de rugosité	145
— Tableau XXIII – Ratios "Après"/"Avant vieillissement"	147
— Tableau XXIV – Evolution des coordonnées chromatiques	154
— Tableau XXV – Influence des traitements chimiques sur les propriétés physiques	157
— Tableau XXVI – Pertes de masse des éprouvettes non traitées, après vieillissement	158
— Tableau XXVII – Evolution de la contrainte en compression axiale, après vieillissement	161

Liste des Equations

Equation 1 – Teneur en eau du bois	51
Equation 2 – Perte de masse	52
Equation 3 – Contrainte maximale en compression	57
Equation 4 – Loi de Hooke	58
Equation 5 – Mesure de la densité	67
Equation 6 – Calcul d’une masse anhydre initiale	70
Equation 7 – Facteur d’intensité de contrainte K_q	70
Equation 8 – Energie de rupture G_f	71
Equation 9 – Rétention d’un produit de préservation	95
Equation 10 – Formule de Bernoulli	96
Equation 11 – Module de rupture en flexion 3 points	96
Equation 12 – Module de Young en flexion 3 points	97
Equation 13 – Perte de masse due à un champignon ; correction de la diffusion du produit de préservation	98
Equation 14 – Gonflement du bois	113
Equation 15 – Coefficient anti-gonflement (ASE)	113
Equation 16 – Calcul de la quantité d’eau nécessaire pour confection de bois/ciment	125
Equation 17 – Détermination du critère colorimétrique ΔE^*	152

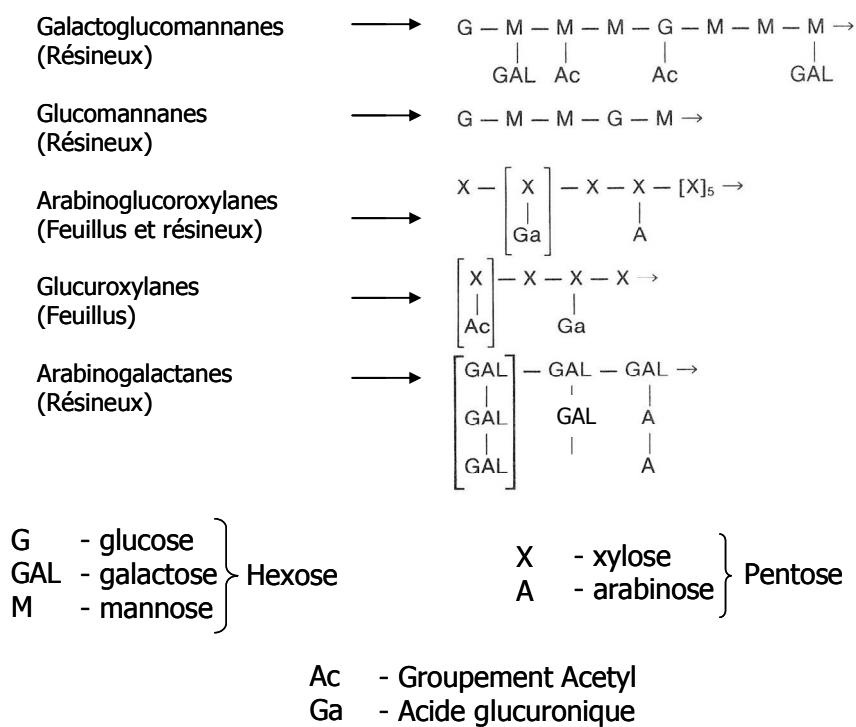
Liste des Annexes

- **Annexe 1** – Composition des hémicelluloses ;
- **Annexe 2** – Durabilité naturelle de bois de région tempérée (NF EN 350-2 (1994)) ;
- **Annexe 3** – Imprégnabilité des bois : Définitions et liste de bois (NF EN 350-2 (1994)) ;
- **Annexe 4** – Evolution du hêtre dégradé par *C. versicolor* ;
- **Annexe 5** – Interface du logiciel TestXpert II®;
- **Annexe 6** – Comportement hygroscopique du bois - Phénomène d’hystérésis ;
- **Annexe 7** – Cycle de traitement thermique – Exemple à 230°C ;
- **Annexe 8** – Analyse par couplage GC/MS – Principe SPDE ;
- **Annexe 9** – Détermination de l’équilibre hygroscopique du bois ;
- **Annexe 10** – Paramètres de rugosité mesurés sur le profil de rugosité.

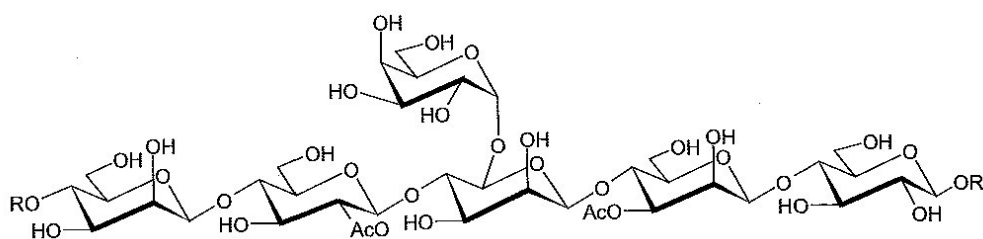
Annexes

Annexe 1 – Composition des hémicelluloses

a) Structure simplifiée de différents types d'hémicelluloses



b) Glucomannane de résineux



Annexe 2 – Durabilité naturelle de bois de région tempérée (NF EN 350-2 (1994) ^[4] ^(*))

		<i>Durabilité naturelle du duramen</i>		<i>Durabilité naturelle de l'aubier</i>	
		Champignons lignivores	Termite	Capricorne	Vrillette
RESINEUX	<i>Essences</i>				
	Douglas	3 à 4	S	S	S
	Epicéa	4	S	S	S
	Mélèze	3 à 4	S	S	S
	Pin maritime	3 à 4	S	S	S
	Pin sylvestre	3 à 4	S	S	S
	Pin noir et laricio	4	S	S	S
	Sapin	4	S	S	S
FEUILLUS	Western Red Cedar	2	S	S	S
	Charme	5	S	Le capricorne n'attaque pas les feuillus	S
	Châtaignier	2	S		S
	Chêne	2	S		S
	Erable	5	S		S
	Frêne	5	S		S
	Hêtre	5	S		S
	Orme	5	S		S
	Peuplier	4	S		S

S = Sensible

^{*} Pour les données en rouge, le duramen est considéré aussi sensible que l'aubier.

Annexe 3 – Imprégnabilité des bois : Définitions et liste de bois (NF EN 350-2 (1994) ^[4])

a)

<i>Classes</i>	<i>Dénomination</i>	<i>Description</i>
1	Imprégnable	Facile à traiter, le bois scié peut être pénétré complètement avec un traitement sous pression, sans difficulté
2	Moyennement imprégnable	Assez facile à traiter ; habituellement une pénétration complète n'est pas possible, mais après 2 ou 3 h de traitement sous pression, une pénétration latérale de plus de 6 mm peut être atteinte dans les résineux et une large proportion des vaisseaux peut être pénétrée dans les feuillus
3	Peu imprégnable	Difficile à traiter, 3 à 4 h de traitement sous pression ne peuvent donner plus de 3 à 6 mm de pénétration latérale
4	Non imprégnable	Virtuellement impossible à traiter ; peu de produit de préservation absorbé même après 4 h de traitement sous pression. Pénétrations latérale et longitudinale minimales

b)

<i>Résineux</i>			<i>Feuillus</i>		
<i>Nom</i>	<i>Classe d'imprégnabilité</i>		<i>Nom</i>	<i>Classe d'imprégnabilité</i>	
	<i>Duramen</i>	<i>Aubier</i>		<i>Duramen</i>	<i>Aubier</i>
<i>Douglas</i>	4	2 à 3	<i>Charme</i>	1	1
<i>Epicéa</i>	3 à 4	3	<i>Châtaignier</i>	4	2
<i>Mélèze</i>	4	2	<i>Chêne</i>	4	1
<i>Pin maritime</i>	4	1	<i>Erable</i>	1	1
<i>Pin sylvestre</i>	3 à 4	1	<i>Frêne</i>	2	2
<i>Pin noir et laricio</i>	3 à 4	1	<i>Hêtre</i>	1	1
<i>Sapin</i>	2 à 3	2	<i>Orme</i>	3	1
<i>Western Red Cedar</i>	3 à 4	3	<i>Peuplier</i>	2 à 3	3

Annexe 4 – Evolution du hêtre dégradé par *C. versicolor*

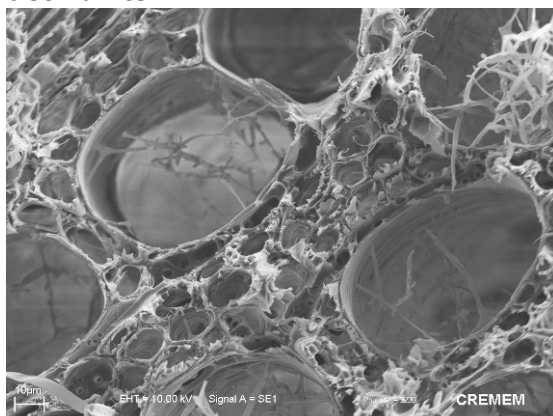
Témoin



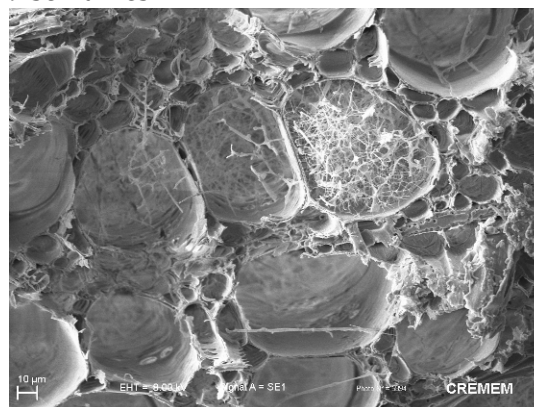
3 semaines



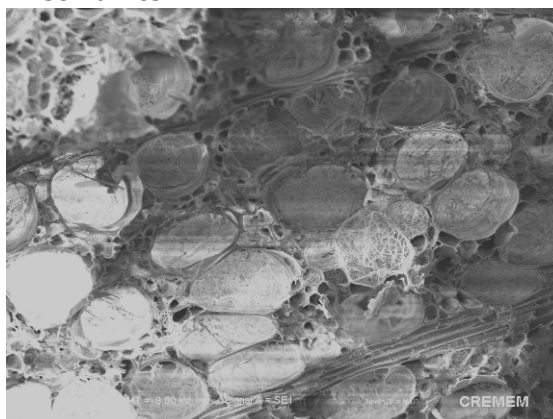
6 semaines



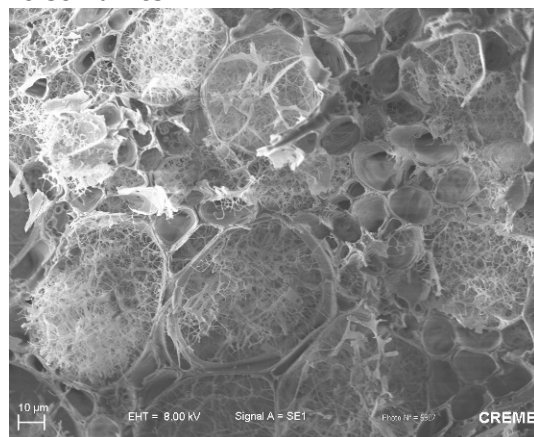
9 semaines



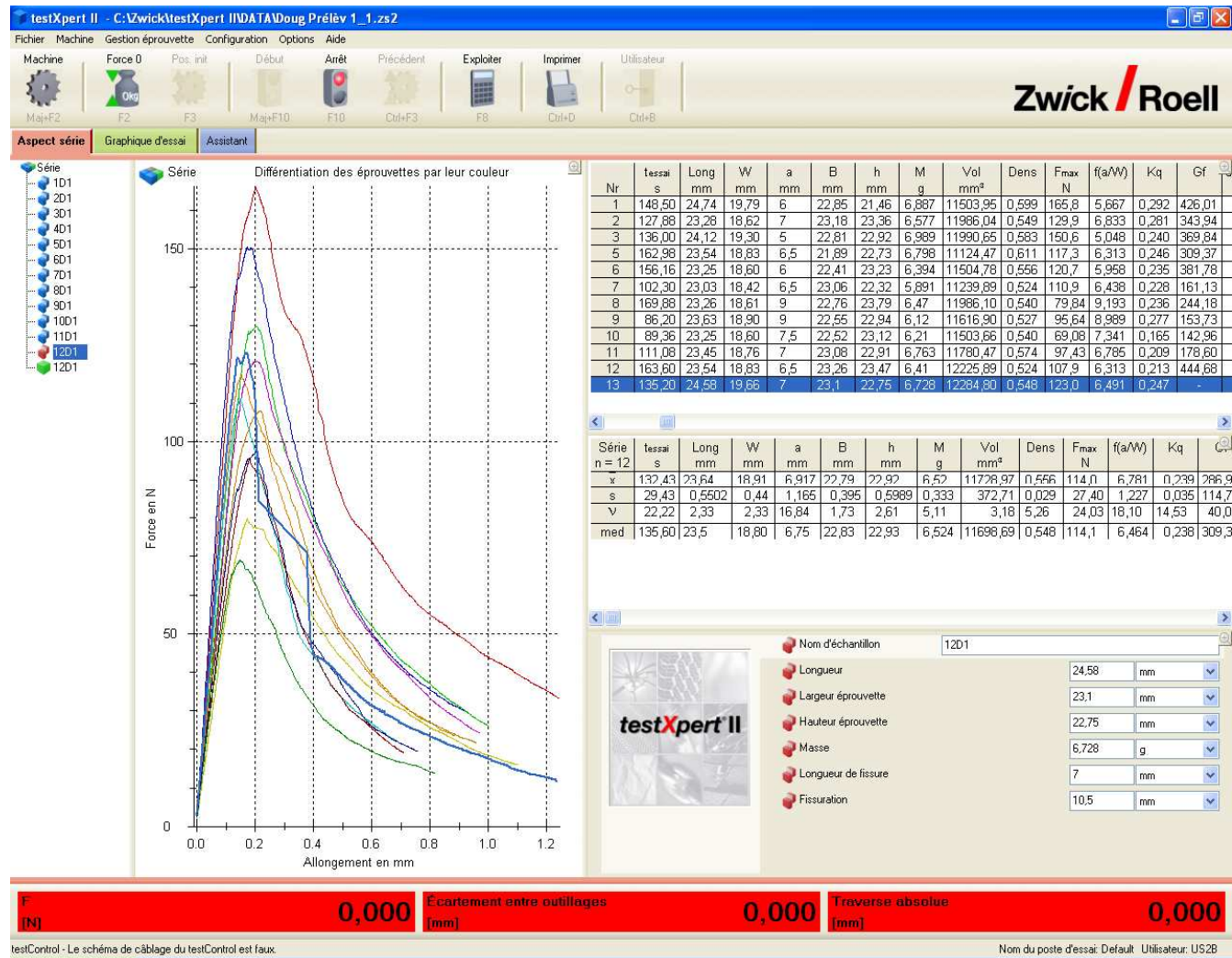
12 semaines



15 semaines

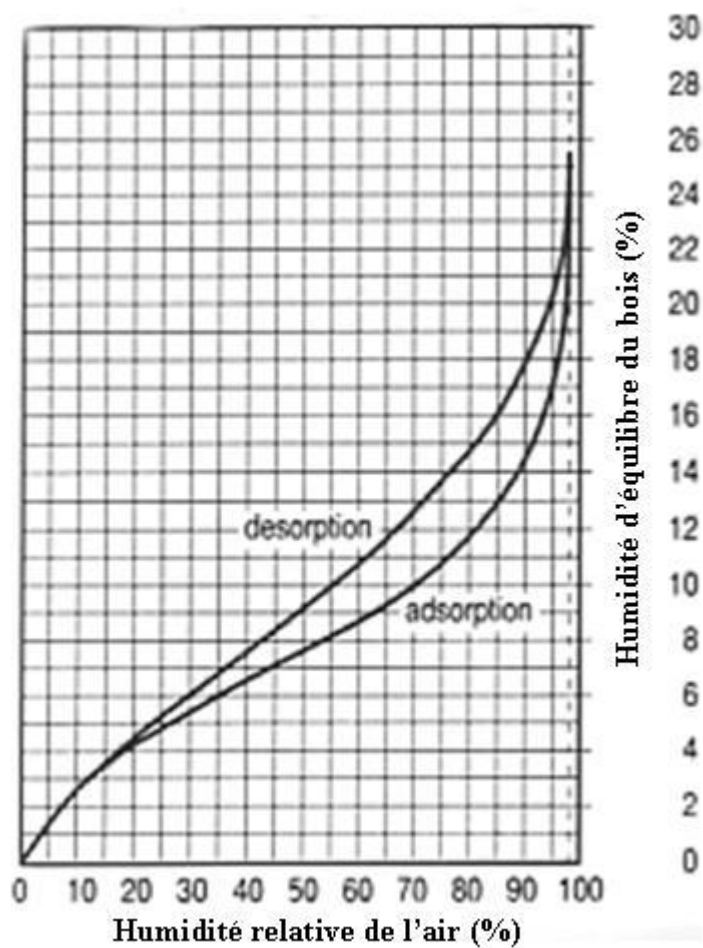


Annexe 5 – Interface du logiciel TestXpert II®

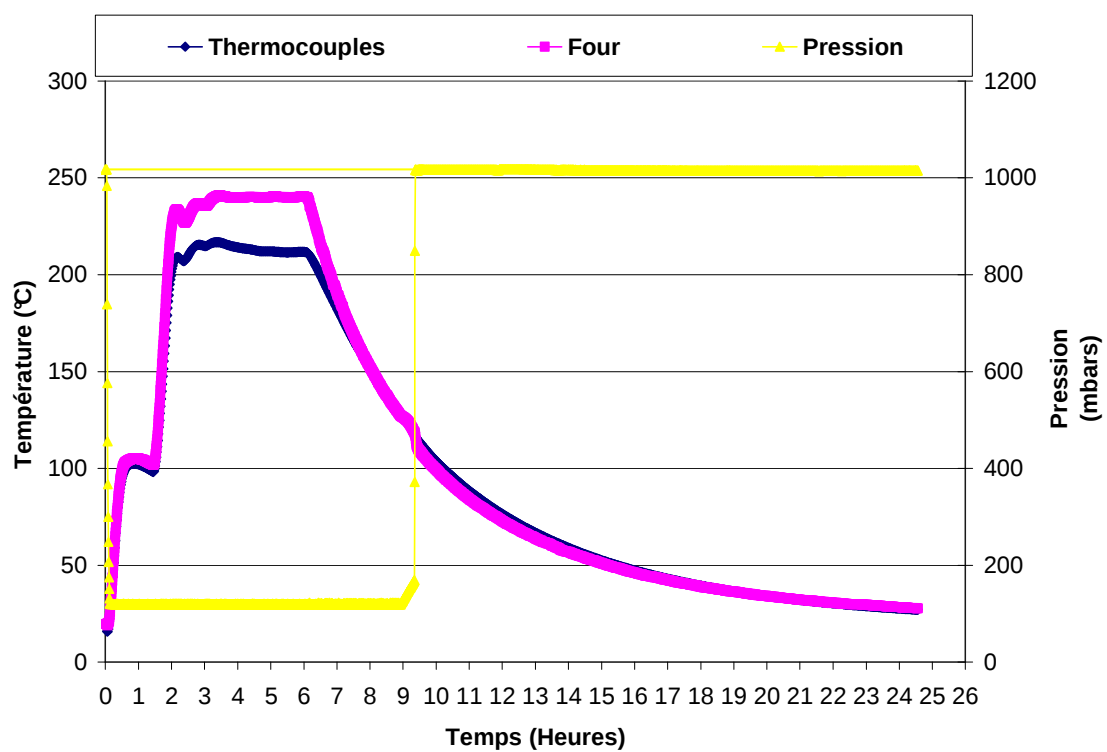


Annexe 6 – Comportement hygroscopique du bois - Phénomène d'hystérésis

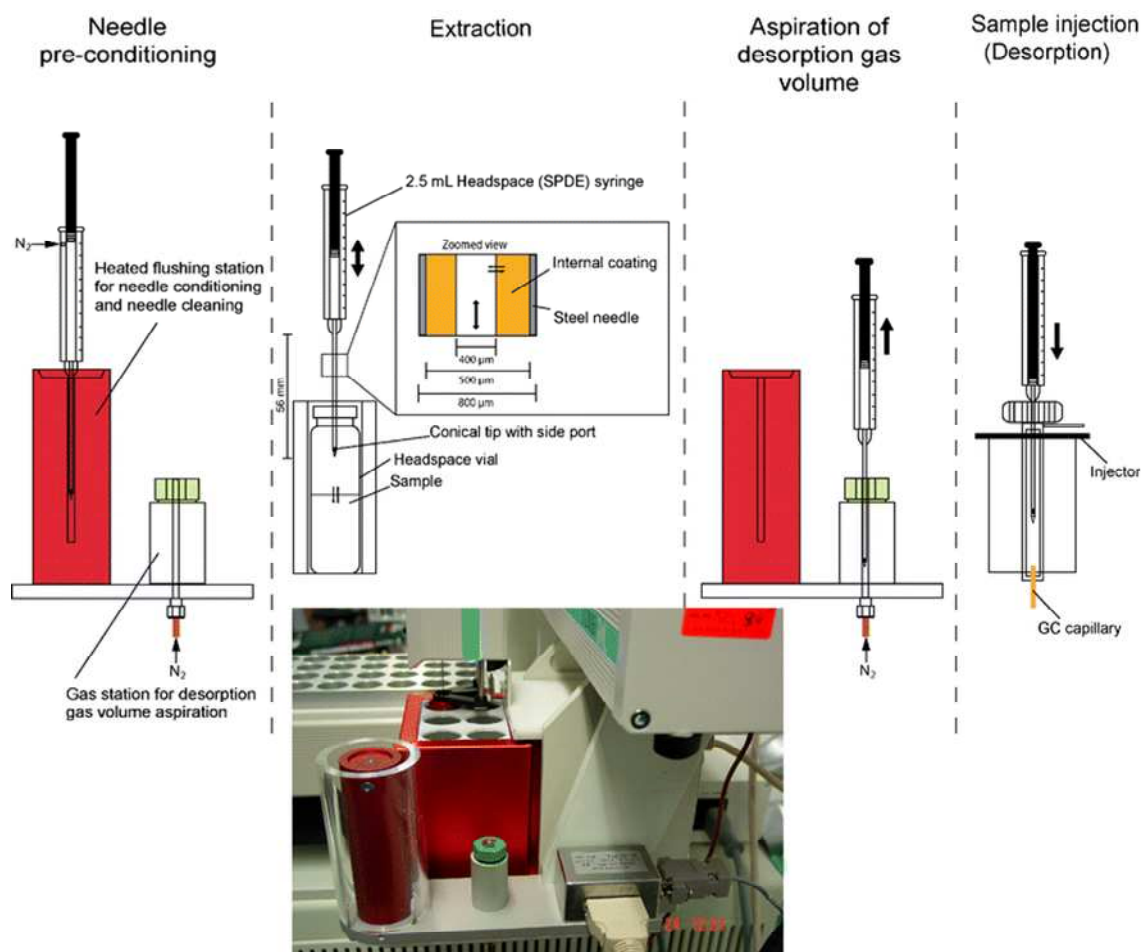
(Source : Raymond and Lee Dessy <http://www.recorderhomepage.net/wood.html>)



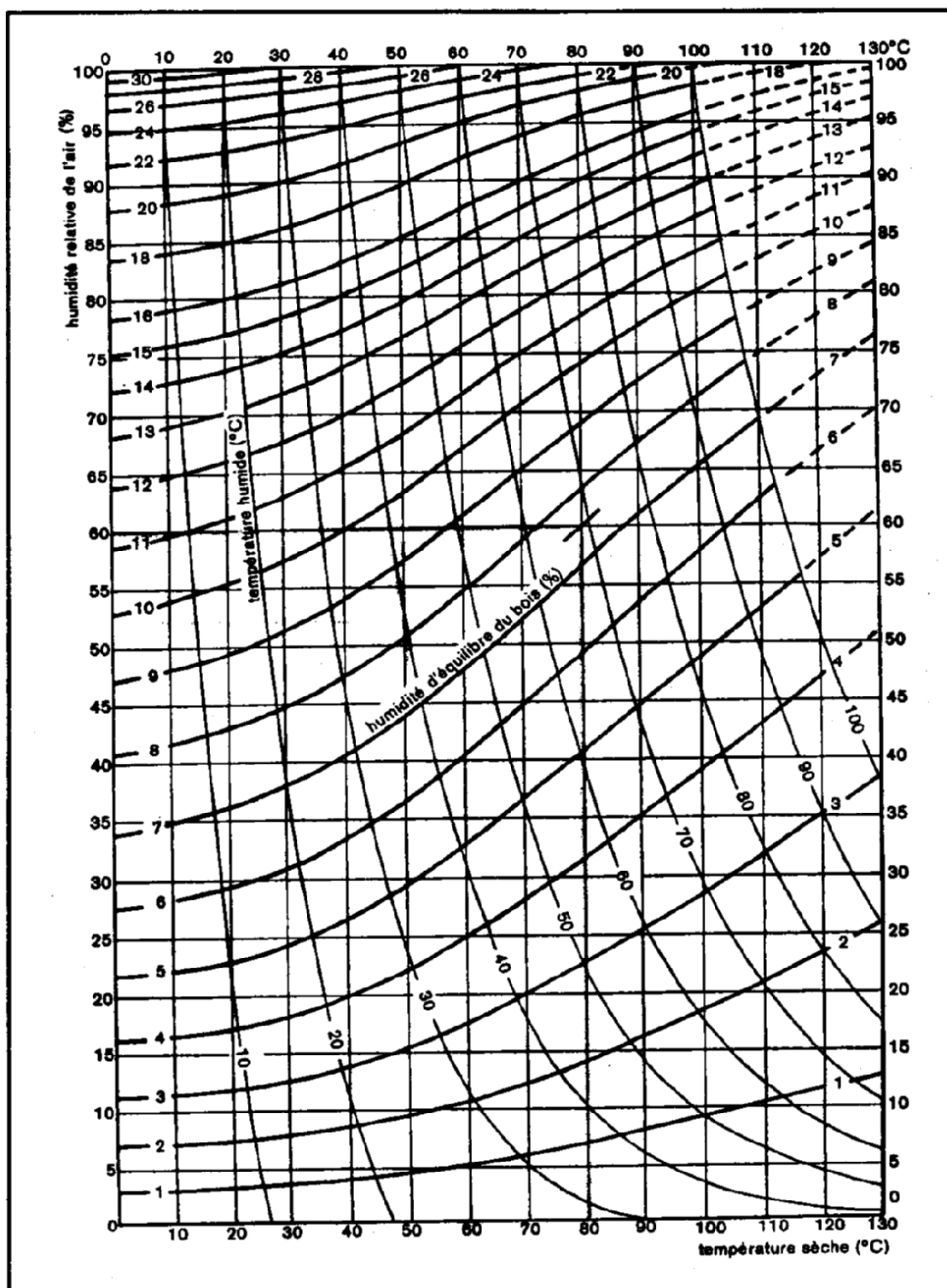
Annexe 7 – Cycle de traitement thermique – Exemple à 230°C



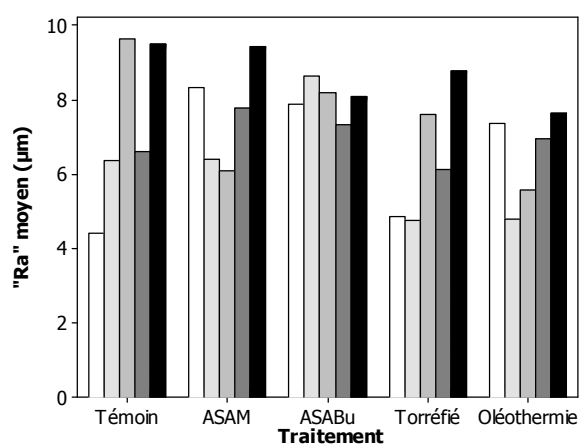
Annexe 8 – Analyse par couplage GC/MS – Principe SPDE



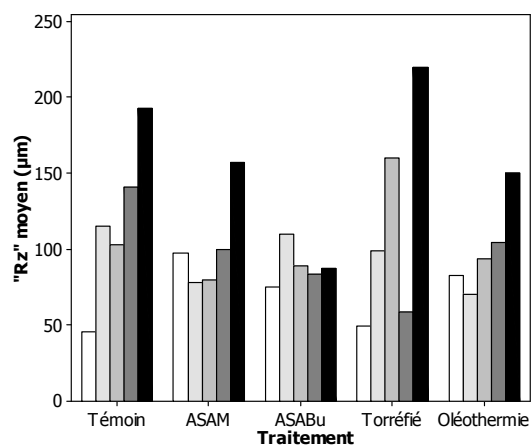
Annexe 9 - Détermination de l'équilibre hygrosopique du bois



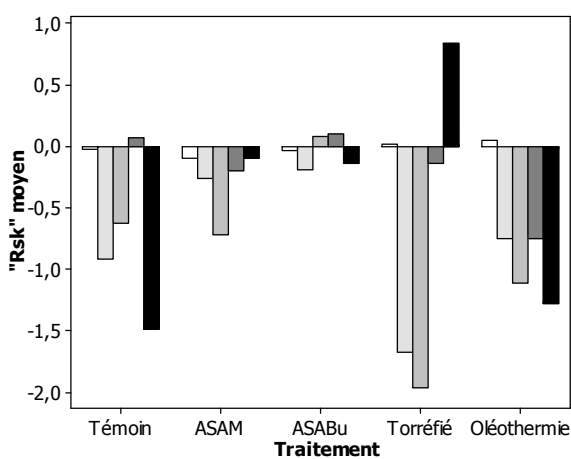
Annexe 10 – Paramètres de rugosité mesurés sur le profil de rugosité



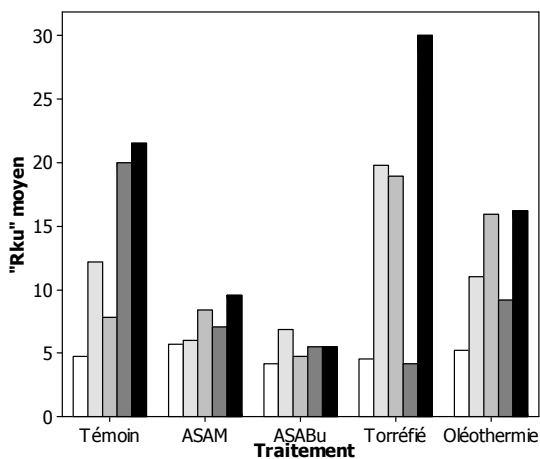
a) Ecart moyen « Ra »



b) Amplitude maximale « Rz »



c) Facteur d'asymétrie « Rsk »



d) Facteur d'aplatissement « Rku »