Thèse de doctorat

Université de Limoges

Université de Limoges

École Doctorale Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Énergétique et Aéronautique (ED 522)

Groupe d'Étude des Matériaux Hétérogènes - GEMH

Thèse pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Limoges

Génie Civil

Présentée et soutenue par

Amine JAMAAOUI

Le 8 décembre 2017

Durabilité et comportement hygroscopique du Douglas en relation avec son patrimoine génétique

Thèse dirigée par Octavian POP

JURY :

Rapporteurs

M. Rémy MARCHAL	Directeur de Recherche, CIRAD Montpellier
M. Romain REMOND	Maître de Conférences, HDR, ENSTIB, Université de Lorraine

Examinateurs

M. Joseph GRIL	Directeur de Recherche CNRS, Université Clermont Auvergne
M. Guy COSTA	Maître de Conférences, HDR, LCSN, Université de Limoges
M. Frédéric DUBOIS	Professeur des Universités, GEMH, Université de Limoges
M. Octavian POP	Maître de Conférences, HDR, GEMH, Université de Limoges

Invités

M. Gael LAMOURY	Directeur de L'Interprofession BOISLIM

A mes parents : Seddik JAMAAOUI et Fatima KHAFDI.
A mon épouse : Sabrina VIZET JAMAAOUI.
A mes frères : Achraf et Mostapha.
A ma sœur : Hiba.

BY-NC-ND

Remerciements

Ce mémoire de thèse, établi dans le cadre de la chaire ‘Ressources Forestières & Usages du Bois’ rend compte des travaux menés durant trois ans au sein du Groupe d’Étude des Matériaux Hétérogènes (GEMH) de l’Université de Limoges sur le site d’Egletons. Je tiens à exprimer ici mes plus sincères remerciements à M. Jean-Marie BARONNET et l'association ADER-LPC, qui a financé mon contrat de thèse via une donation à la Fondation Partenariale de l'Université de Limoges.

Je souhaite remercier mon directeur de thèse, M. Octavian POP, pour sa générosité intellectuelle, ses conseils et surtout son soutien indéfectible. Je lui adresse ici l’expression de ma profonde gratitude.

J’adresse mes remerciements à mes co-encadrants de thèse, M. Frédéric DUBOIS et M. Guy COSTA, pour leur aide, leurs conseils avisés et aussi pour la confiance qu’ils m’ont accordée tout au long de ces années de thèse.

Je souhaite remercier M. Rémy MARCHAL et M. Romain REMOND pour avoir accepté d’être les rapporteurs de ce travail.

Mes remerciements vont aussi à M. Joseph GRIL, pour avoir accepté de participer à ce jury.

Je souhaite adresser ma gratitude à M. Hamidou SEBBAH et Mme. Fazia FOUCHAL pour leur grande contribution pour la réalisation du protocole expérimental.

Mes remerciements s’étendent également à tout le personnel du campus universitaire de Génie Civil d’Egletons, pour leurs conseils qui m’ont permis de réaliser ce travail.

Enfin, à mes collègues et amis, un grand merci pour leurs encouragements et les échanges durant ces années passées ensemble, et merci à tous ceux qui, de près comme de loin, ont contribué à la réalisation de ce projet.

Je n’oublie pas évidemment mes parents, mes frères, ma sœur et mon épouse, qui, chacun à sa manière, ont su me soutenir.

BY-NC-ND

Droits d’auteurs

Cette création est mise à disposition selon le Contrat :
« **Attribution-Pas d'Utilisation Commerciale-Pas de modification 3.0 France** »
disponible en ligne : *http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/3.0/fr/*

BY-NC-ND

Nomenclature

a	Constante de calibration du modèle thermodynamique	/
A	Constante liée à la chaleur totale de mouillage	/
B_m	Nombre de Biot	/
C	Chaleur spécifique	J/kg.K
D_0	Coefficient de diffusion à l'état anhydre	m²/s
$\overline{\overline{D_w}}$	Tenseur de diffusion hydrique	/
e	Epaisseur d'échantillon	m
F	Fonction objective	/
h	Humidité relative	%
$\vec{J}$	Vecteur flux massique	/
k	Coefficient de non linéarité du processus de diffusion	/
L	Chaleur latente de vaporisation de l'eau libre	J/kg
L'	Chaleur de vaporisation de l'eau liée	J/kg
M	Masse molaire	g/Mol
m_{eau}	Masse d'eau dans le bois	kg
$m_{sèche}$	Masse anhydre du bois	kg
m_{totale}	Masse totale du bois	kg
P_s	Pression de vapeur saturante	pa
p_v	Pression de vapeur sèche	pa
R	Constante des gaz parfaits	/
S	Coefficient d'échange surfacique	m/s
t	Temps	s
T	Température	°C
T_e	Température de l'air ambiant	°C
T_{surf}	Température de surface	°C
w	Teneur en eau	%
w^*	Teneur en eau adimensionnelle	/
w_{eq}	Teneur en eau d'équilibre	%

BY-NC-ND

$w_{\exp}$	Teneur en eau expérimentale	%
w_S	Teneur en eau saturante	%
ρ	Paramètre thermodynamique	/
ρ_s	Masse volumique	kg/m^3
ΔH_s	Chaleur de sorption	J/kg
δ_n	Solutions successives d'une équation	/
λ	Conductivité thermique	W/m.K

BY-NC-ND

Liste des Abréviations

A	Adénine
ADN	Acide désoxyribonucléique
G	Guanine
C	Cytosine
T	Thymine
SNP	Single nucleotide polymorphism
PCR	Polymerase Chain Reaction
dNTP	Désoxynucléotide
ddNTP	Didésoxynucléotides
NGS	New Generation Sequencing
RFLP	Restriction Fragment Length Polymorphism
RAPD	Random Amplified Polymorphic DNA
AFPL	Amplified Fragment Lenght Polymorphism
SSR	Simple Sequence repeats
STR	Short Tandem Repeats
VNTR	Variable Number Tandem Repeats

BY-NC-ND

Sommaire

Nomenclature 5

Sommaire 8

Introduction 9

Chapitre I. Le bois et sa durabilité 11
I.1. Le matériau bois : de l'arbre à la molécule 11
I.2. Durabilité du bois : les risques biologiques 19
I.3. Traitement chimique du bois 28
I.4. Comportement mécanique du bois en présence de l'humidité 29
I.5. Conclusion. Une vision alternative de la préservation 32

Chapitre II. Le Douglas - génotypage 33
II.1. Introduction du Douglas en Europe et en France 33
II.2. Notions de variabilité génétique 35
II.3. L'ADN 38
II.4. Analyse des quatre génotypes mis à l'étude 49
II.5. Conclusion 54

Chapitre III. L'hygroscopie du bois 55
III.1. L'eau dans le bois 55
III.2. Diffusion hydrique 57
III.3. Caractérisation expérimentale du comportement hygroscopique 70
III.4. Conclusion 87

Chapitre IV. Evaluation des paramètres de diffusion par méthodes inverses 88
IV.1. Modèle de diffusion par éléments finis 89
IV.2. Méthode inverse pour l'évaluation des paramètres de diffusion 91
IV.3. Stratégie d'optimisation 97
IV.4. Conclusion. Stratégie d'identification retenue 113

Chapitre V. Caractérisation numérique du comportement hygroscopique 115
V.1. Isothermes de sorption 115
V.2. Diffusion hydrique 120
V.3. Retrait-gonflement 127
V.4. Application à un élément structurel à l'échelle 1 128
V.5. Conclusion 136

Conclusion 138

Références bibliographiques 140

BY-NC-ND

Introduction

Bien que le bois soit un matériau de construction pouvant répondre aux enjeux environnementaux actuels par sa faible consommation d'énergie grise et sa capacité à stocker le gaz carbonique, son utilisation est encore aujourd'hui restreinte pour des raisons liées à sa durabilité. Certaines essences comme le Mélèze ou le Douglas présentent des capacités de durabilité naturelle remarquables vis-à-vis des attaques biologiques. Cependant, l'emploi de ces essences dans des applications structurelles comme, par exemple, les ouvrages d'art, nécessitent d'accroitre ce degré de durabilité afin de limiter le recour systématique à des traitements de préservation, souvent agressifs vis-à-vis de l'environnement, et dont les interventions de maintenance sont coûteuses.

La durabilité des constructions en bois est principalement corrélée aux risques d'attaques biologiques et de fissuration tempérés par les conditions environnementales et, plus particulièrement, par l'exposition à l'humidité. Naturellement durable en classe de risque 3, l'utilisation de Douglas nécessité des traitements spécifiques dans le cadre d'expositions plus sévères à l'humidité. Des traitements qui sont le plus souvent conditionnées par la faible imprégnabilité de l'essence.

Il est admis aujourd'hui que les risques d'attaques biologiques sont réduits lorsque l'humidité interne est au-deçà de 20%. Dans des zones à risque ou exposées aux intempéries, plusieurs stratégies peuvent être employées. Celles-ci peuvent se limiter à des simples solutions architecturales ayants comme rôle de protéger les éléments exposés comme, par exemple, des débords de toitures et de tabliers, ou des éléments de protection rapportés comme des profilés métalliques sur les menuiseries ou sur les béquilles de pont. Le cas échéant, on s'oriente vers des traitements physico-chimiques préventifs et/ou curatifs (c-à-d lasure, peinture, traitements thermiques, etc.), et ce, avec des impacts environnementaux encore trop marqués aujourd'hui.

Fortement présent dans le Massif Central, le Douglas constitue aujourd'hui la principale ressource forestière émergente du territoire national. Originaire de la Côte Ouest du continent nord-américain, cette essence s'est principalement installée en France au cours du XXème siècle. Dès lors, des programmes de sélection de l'essence débutent afin d'améliorer l'acclimatation de l'essence. Ces recherches ont permis de sélectionner quelques clones jugés intéressants pour les sylviculteurs et par ailleurs, contribuer à enrichir le patrimoine génétique dont dispose le territoire français.

Dans ce contexte, et dans le cadre de la chaire 'Ressources Forestières & Usages du Bois' mise en place par l'Université de Limoges et en partenariat avec l'INRA d'Orléans, le PIAF et l'Institut Pascal de Clermont Ferrand, nous présentons une approche originale avec comme objectif d'accroitre ce degré de durabilité naturelle du douglas, en travaillant directement sur le potentiel que nous offrent la variabilité génétique de l'essence. Cette approche de la durabilité repose sur une transversalité entre patrimoine génétique de différentes familles de Douglas et la durabilité structurelle en employant, comme 'marqueur', le comportement hygroscopique du matériau. Une transversalité entre biologie végétale et mécanique du bois, qui reflète la volonté de développement pluri et transdisciplinaire encouragée par le Groupement De Recherche Sciences du Bois.

BY-NC-ND

Concernant la structuration de ce mémoire de thèse, le premier chapitre présente un état de l'art sur le matériau bois et sa durabilité. Une première partie porte sur la structure du bois à différentes échelles et sur l'ensemble des risques biologiques associés à son emploi. La seconde partie se présente sous la forme d'un recensement non exhaustif des différentes techniques employées aujourd'hui pour limiter ces risques, tout en permettant, par ailleurs, d'introduire notre vision alternative sur la durabilité du matériau. Et ce, afin qu'il puisse retrouver une position de choix dans la famille des matériaux structuraux du Génie Civil, liés aux enjeux environnementaux actuels.

Le deuxième chapitre est entièrement consacré au matériel végétal faisant l'objet de cette étude. En premier lieux, on y retrouve un recensement de quelques travaux qui confirme que l'effet de la variabilité génétique peut aller au-delà du caractère phénotypique et atteindre également les propriétés mécaniques du matériau. La seconde partie du chapitre, porte sur la caractérisation génétique des échantillons prélevés afin de vérifier que leurs patrimoines génétiques est bel et bien distincts.

Avant d'aborder la caractérisation expérimentale du comportement hygroscopique des différents génotypes sélectionnés, il est nécessaire de maitriser le principe de la mesure de l'état hydrique du bois, et de caractériser les propriétés pilotant le processus de diffusion hydrique associé à la recherche de l'équilibre hygroscopique du matériau, vis-à-vis des variations climatiques.

Cette caractérisation expérimentale fait l'objet du troisième chapitre. Elle sera suivie par une optimisation du protocole expérimental mis en place pour la caractérisation du comportement hydrique et du phénomène du retrait gonflement. Les résultats, en termes d'isotherme de sorption et de cinétique de diffusion propres à chaque échantillon, concluent ce chapitre.

Si l'expérimentation est la base de l'identification, les choix des modèles et des méthodes d'analyse ne le sont pas moins. Les outils numériques utilisés pour l'identification des paramètres de diffusion, à savoir, le modèle numérique, la méthode d'analyse inverse, et le choix d'une stratégie d'inversion font l'objet du quatrième chapitre. La stratégie d'identification est guidée par l'objectif de séparer les différents génotypes pour en faire un classement dont le critère est le comportement à la diffusion hydrique.

Enfin, le dernier chapitre se présente sous la forme d'une synthèse du travail d'identification en termes des paramètres d'isotherme de sorption, des paramètres de diffusion ainsi que les coefficients du retrait gonflement. Le bilan de ce travail et les argumentations vis-à-vis de la durabilité reposent sur une simulation numérique du comportement d'éléments structurels employant les quatre génotypes étudiés, et ce, selon une mise en situation climatique relevée sur le site d'Egletons.

BY-NC-ND

Chapitre I. Le bois et sa durabilité

Le bois est une ressource renouvelable avec des multiples utilisations. Caractérisé par un comportement mécanique complexe, l'utilisation du matériau bois dans le domaine du Génie Civil nécessite une bonne connaissance et maîtrise de ses propriétés mécaniques. Sa variabilité intra-arbre ou intra-essence impacte directement son comportement mécanique et par conséquent sa durabilité. De plus, son hétérogénéité, son anisotropie ou encore son comportement mécanique différé en font un matériau atypique. Même avec une structure moléculaire et des propriétés relativement bien connues, le bois reste un matériau complexe et hétérogène qui rend chaque « individu » unique.

Les conditions environnementales de service (c-à-d : la température et l'humidité relative) impactent également son comportement et en sont des facteurs déterminants dans la définition de sa durabilité. Dans ces conditions, il est primordial « d'adapter » le matériau bois à ses conditions environnementales de service. Cependant, cette notion « d'adaptabilité » nécessite une connaissance approfondie du matériau bois dans tous ses états, de l'arbre à la molécule. Comme nous allons le voir à travers ce chapitre, plusieurs stratégies peuvent être mises en place pour préserver ou protéger le matériau bois. Cependant, le choix d'une solution nécessite un diagnostic des facteurs de risques présents dans l'environnement et leurs impacts sur la durabilité du matériau et des structures en bois.

Aujourd'hui, on est unanime sur le fait que le principal facteur impactant la pérennité d'une structure en bois est son exposition à l'humidité à travers la teneur en eau. Par conséquent, la maitrise de la teneur en eau dans une structure en bois doit assurer la durabilité de celle-ci. Assurer une teneur en eau inférieure à 20% est une des conditions qui permet de préserver et protéger le matériau bois utilisé en structure. C'est d'ailleurs le point central de ce travail qui propose une analyse du comportement thermo-hydrique de quatre génotypes de Douglas. Comme rappelé dans l'introduction générale, ce travail se focalise sur la durabilité du matériau bois vis-à-vis de son patrimoine génétique en employant comme critères de sélection la diffusion hydrique et le comportement thermo-hydrique.

I.1. Le matériau bois : de l'arbre à la molécule

Afin de définir les propriétés du matériau bois, nous allons définir les différents échelles d'observation du matériau (Harrington 1998), (Nguyen 2014) et rappeler quelques notions.

A l'échelle macroscopique, nous pouvons identifier deux zones principales, Figure I-1, à savoir :

- Une partie souterraine composée du système racinaire responsable du prélèvement des nutriments et de l'ancrage au sol.
- Une partie aérienne composée du tronc et du houppier par lequel se produit le processus de photosynthèse.

BY-NC-ND

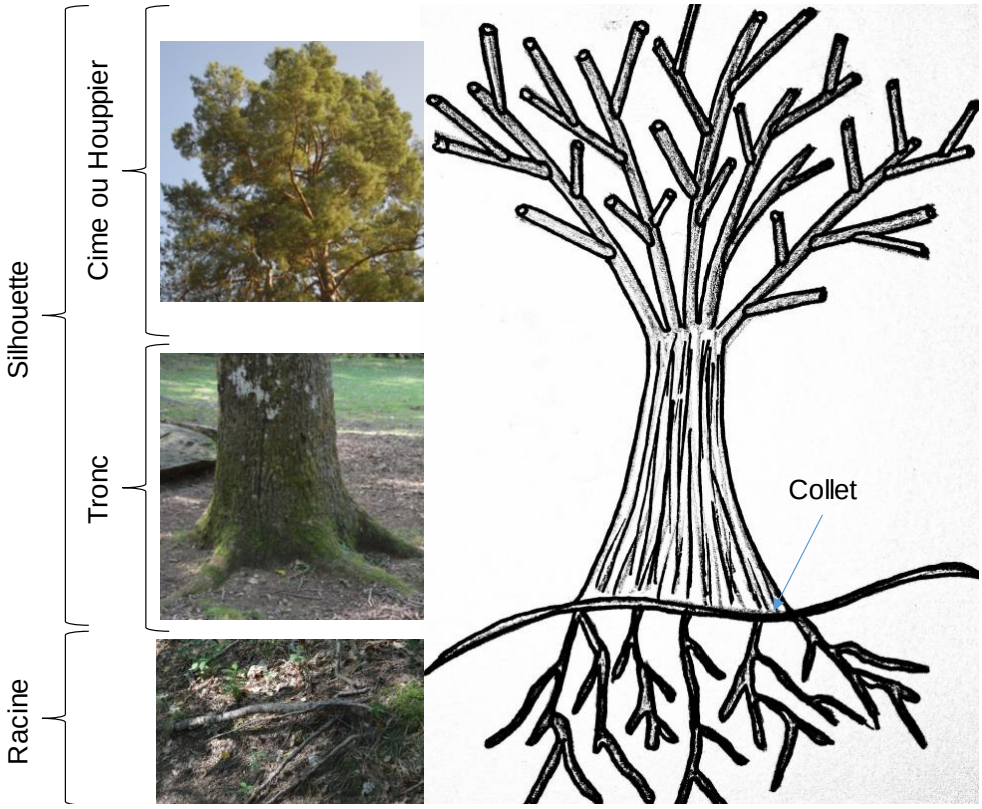

Figure I-1. Structure du bois de l'échelle macroscopique

L'observation macroscopique du tronc permet de distinguer différents tissus sous la forme de couches concentriques, Figure I-2. De l'extérieur vers l'intérieur, nous observons :

- L'écorce qui assure une fonction protectrice ;
- Le cambium qui est la zone de multiplication des cellules ;
- Le liber produit par le cambium vers l'extérieur, qui assure le transport de la sève élaborée ;
- L'aubier qui transporte la sève.

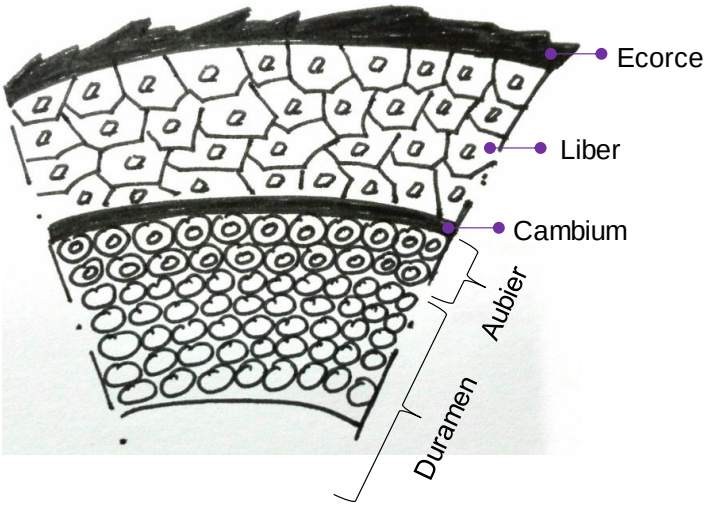

Figure I-2. Constitution du tronc d'arbre

BY-NC-ND

La croissance et la reproduction de cellules vivantes sont conditionnées par les cycles saisonniers. Année après année, le cambium produit un nouveau cerne qui voisine l'extérieure du cerne de l'année précédente. Si la reproduction est abondante et rapide au printemps, elle est ralentie en été et l'automne pour stagner en hiver, Figure I-3.

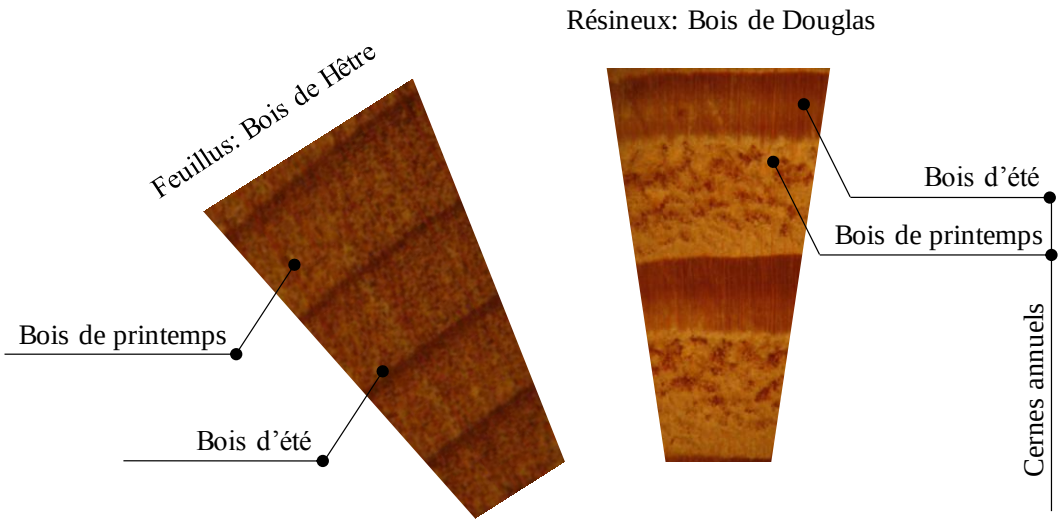

Figure I-3. Les cernes de croissance

Tandis que des nouvelles cellules naissent, d'autres meurent. L'accumulation des cellules mortes forme le duramen appelé également bois parfait. Ce dernier a également le rôle de support ou de colonne vertébrale pour l'arbre.

L'orientation des cellules dans l'axe du tronc ainsi que la croissance par cercles concentriques définissent trois plans de référence conférants au bois une symétrie orthotrope. Comme indiquée sur la Figure I-4, trois directions principales d'orthotropie en ressortent, à savoir, la direction longitudinale L, radiale R et tangentielle T (Moutee 2006).

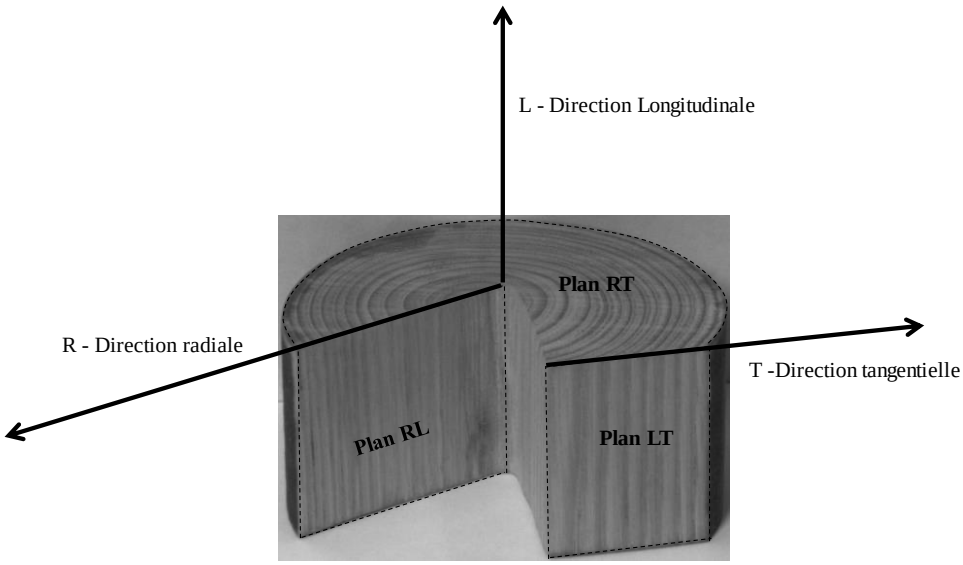

Figure I-4. Plans de référence : L-Longitudinale ; R-radiale ; T-tangentielle

BY-NC-ND

Comme il est montré sur la Figure I-5, il existe deux grandes familles d'essences, les conifères et les feuillus.

Figure I-5. Conifères et feuillus

La Figure I-6 illustre la structure microscopique d'un résineux. Elle est caractérisée par la présence de nombreuses cellules ou de canaux résinifères organisés en une structuration de type nid d'abeilles. Elles jouent, à la fois, un rôle structurel et conducteur de la sève. Les connexions entre les cellules se font via des ponctuations aréolées. On peut distinguer les trachéides de printemps (avec des parois minces et un diamètre intérieur important) et les trachéides d'été, (avec un diamètre plus faible mais des parois plus épaisses) leur conférant une densité plus importante. Parallèlement aux trachéides, des canaux résinifères acheminent la sève élaborée dans des cellules voisines. Enfin, les rayons ligneux (ou parenchymes) transportent la sève dans le sens radial.

BY-NC-ND

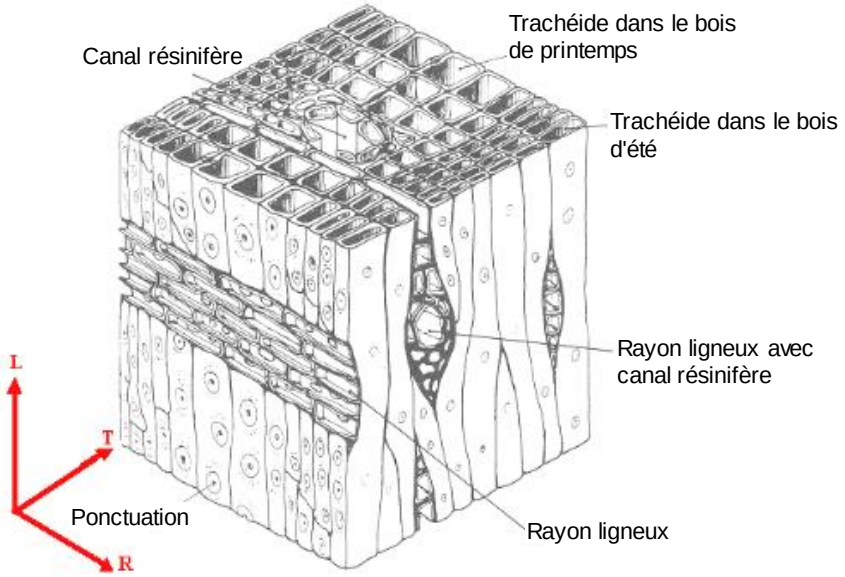

Figure I-6. Structure microscopique des résineux (Guitard, 1987)

Comme il est illustré en Figure I-7, les feuillus se caractérisent par une structure beaucoup plus complexe avec plus d'éléments constructifs et un agencement plus variable. La conduction de la sève et le soutien de l'arbre ne sont plus assurés par les trachéides mais par des vaisseaux et des fibres. Les vaisseaux permettent le transport de la sève. Ils sont implantés de manière longitudinale et sont placés en bout à bout. Les fibres, quant à elles, assurent une fonction structurelle.

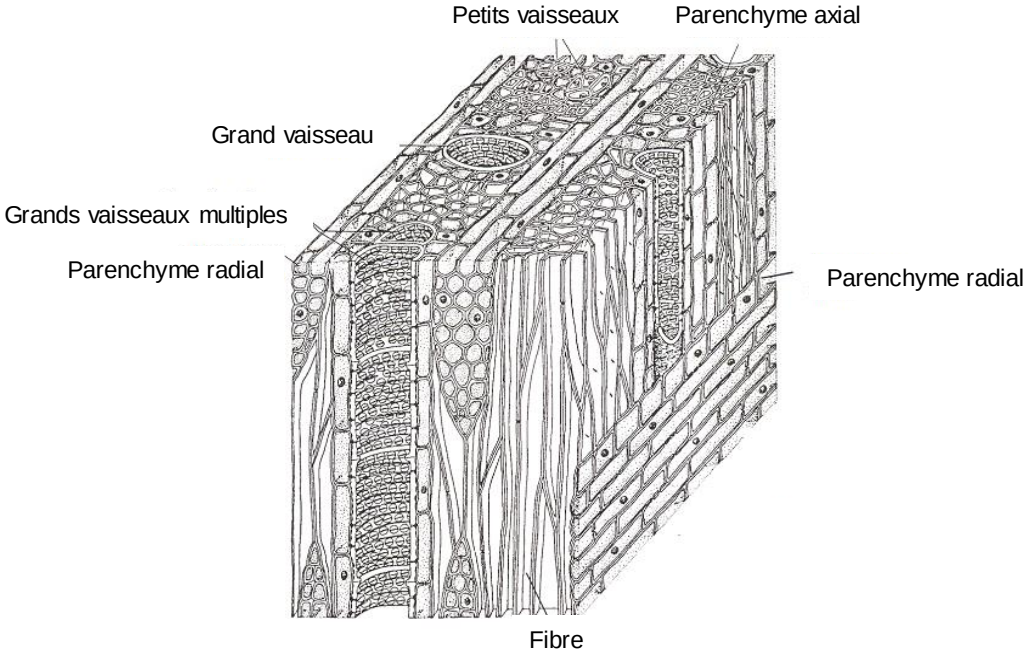

Figure I-7. Structure microscopique des feuillus (Fahn, 1990)

BY-NC-ND

I.1.1. L'ultrastructure du bois

A l'échelle de l'ultra structure du bois, l'agencement des cellules est une constante quelque soient les cellules et quelque soient les espèces ou les essences. Selon la Figure I-8, la structuration d'une cellule présente trois régions (Abbasi 2013) :

- La paroi primaire est principalement constituée de lignine et d'hémicelluloses réparties de façon aléatoire avec un angle de microfibrilles qui peut varier de 0° à 90° par rapport à l'axe longitudinal de la cellule.

- La paroi secondaire est plus épaisse et forme une structure rigide. La paroi secondaire est composée en partie de lignine imperméable à l'eau. Cette paroi permet le transfert intercellulaire grâce à ses ponctuations.

- La lamelle mitoyenne est principalement composée de substances pectiques et de lignines. Elle représente la frontière adhérente entre deux cellules.

Il faut ajouter que la paroi secondaire est caractérisée par une orientation des microfibrilles plus ordonnée que la paroi primaire. Elle se divise en 3 couches (S1, S2, S3) qui se distinguent par l'orientation des microfibrilles de cellulose et par leur épaisseur. Avec un angle de microfibrilles variant de 10° à 30°, la couche S2 occupe la majeure partie de la paroi. Cette dernière assure le soutien mécanique dont l'arbre a besoin pour croître.

Le cœur de la cellule est un espace vide appelé lumen. Formé par l'élimination du protoplasme des cellules mortes, le lumen permet la circulation de l'eau libre.

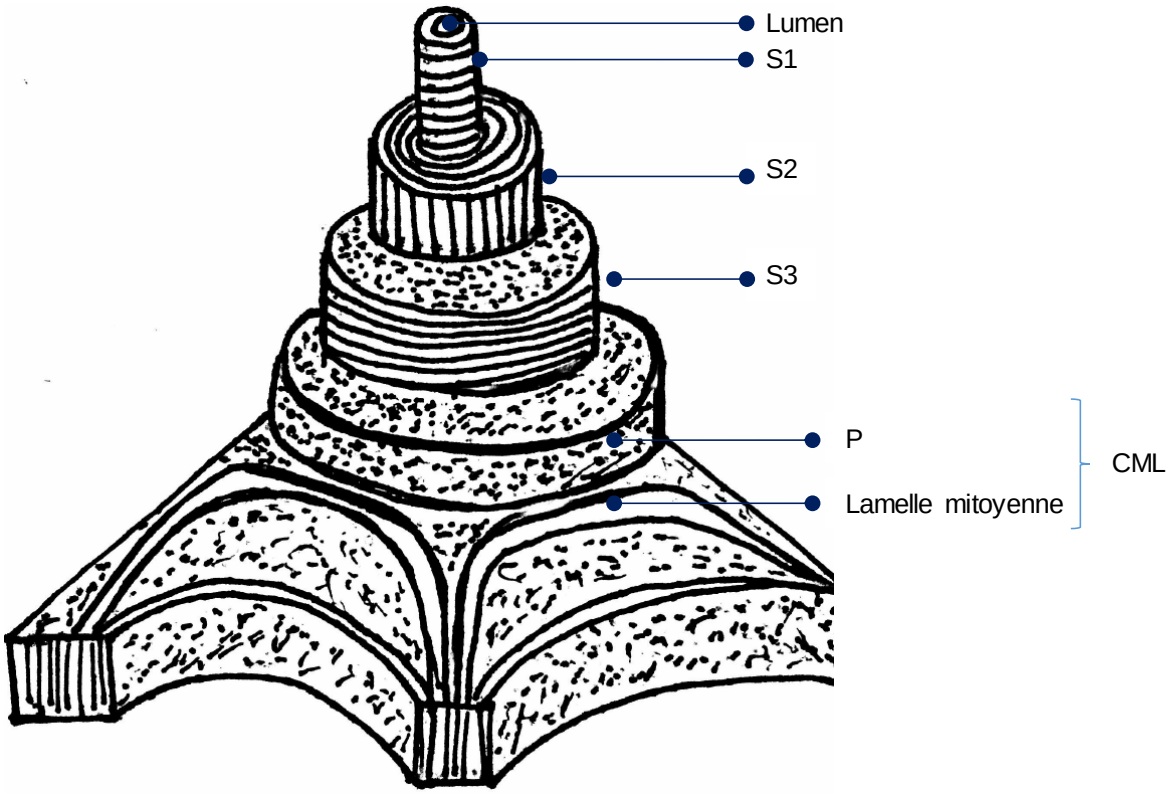

Figure I-8. Représentation schématique de la structure du bois

BY-NC-ND

Deux blocs sont formés respectivement par la paroi primaire et la lamelle mitoyenne et par les couches S1 et S2. Sous sollicitation mécanique, ces deux blocs peuvent glisser entre eux. Ce déplacement relatif est facilité et amplifié en présence d'eau liée.

I.1.2. Composition biochimique du bois

D'un point de vu chimique, le bois est constitué essentiellement de polysaccharides (qui regroupent la cellulose, l'hémicellulose), de pectine et de polymères phénoliques dont la lignine (NAVI & HEGER 2005).

La cellulose est le biopolymère le plus abondant dans la nature (Pignolet 2008), Figure I-9. Elle est constituée de plusieurs unités de glucopyranoses reliées par des liaisons formant de longues chaines linéaires de glucose. Le degré de polymérisation de la cellulose du bois natif est de l'ordre de 10000 unités. Ces chaînes moléculaires s'associent entre elles par des liaisons hydrogènes inter et intramoléculaires pour former des microfibrilles dont la structure peut être plus ou moins ordonnée (structure cristalline ou amorphe).

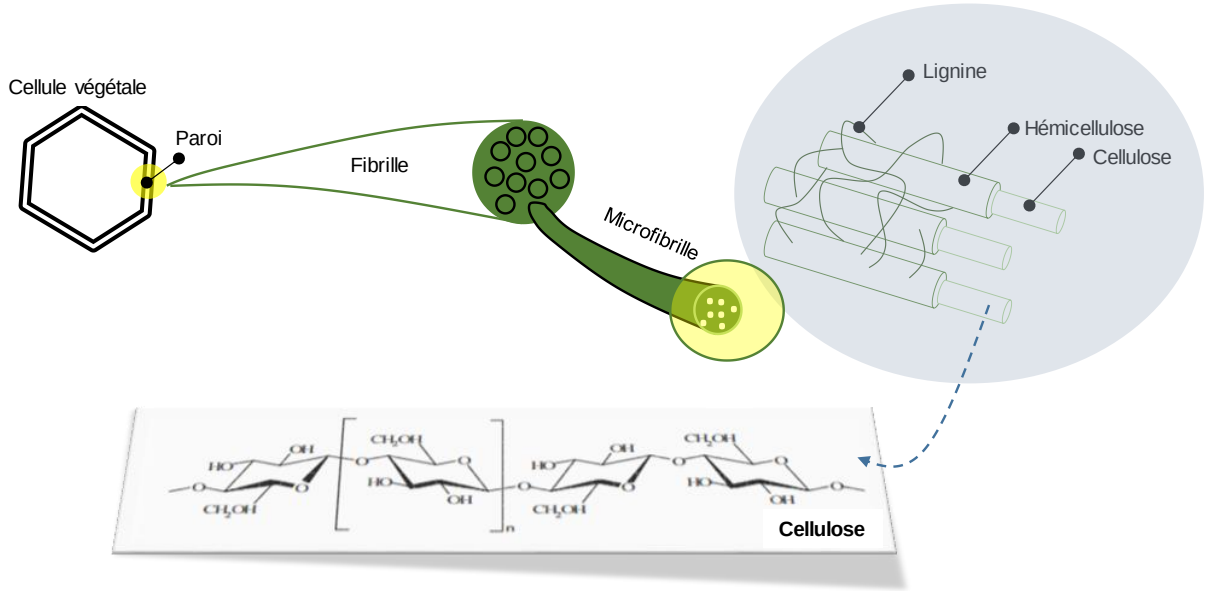

Figure I-9. Structuration moléculaire de la cellulose

L'hémicellulose regroupe l'ensemble des polysaccharides, autres que la cellulose. Tous les grands groupes d'hémicellulose sont présents dans le bois mais leurs proportions respectives varient selon l'essence. Dans les résineux, nous retrouvons principalement du galactoglucomannan qui représente environ 20% des polysaccharides présents dans le bois (NAVI & HEGER 2005; Pierre 2011), Figure I-10.

La lignine, très différente des hémicelluloses et de la cellulose, est un polymère tridimensionnel résultant de la polymérisation oxydante de trois alcools phénoliques (Adler 1977, Pignolet 2008), Figure I-10. Sa composition et sa structure varient selon les essences. Cependant, nous noterons que les lignines des résineux présentent uniquement des monomères de type alcool coniférylique. Contrairement à la cellulose, la lignine est une molécule hydrophobe permettant la circulation de la sève à travers les pores. Par ailleurs, la

BY-NC-ND

lignine sert de lien entre les molécules de cellulose et en assure la cohésion et la capacité de soutien.

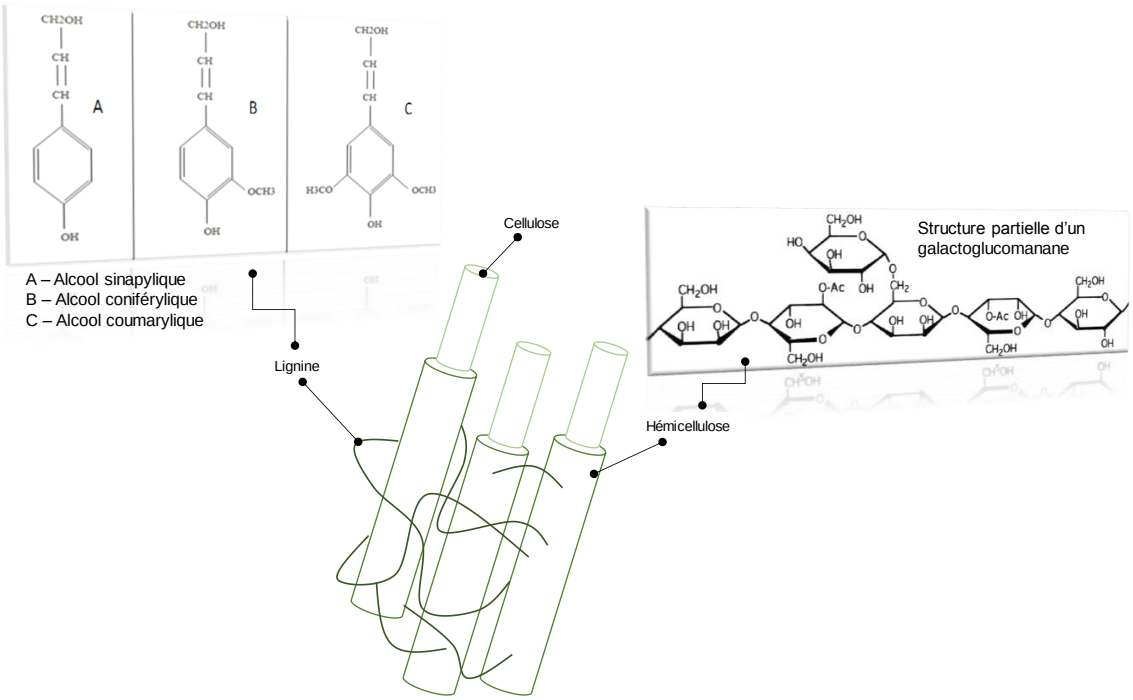

Figure I-10. Structure partielle de l'hémicellulose et de la lignine

Les extractibles sont des substances très légères possédant une faible masse molaire. Ils recouvrent les composés tels que les terpènes, les cires et résines. On peut trouver des composés phénoliques comme les lignanes, les flavonoïdes ou les tanins. Certains extractibles ont une action antifongique remarquable (Rowe W.J. 1979). En effet, ils peuvent présenter une toxicité vis-à-vis des bactéries, des champignons ou des termites. D'autres confèrent des propriétés telles que la couleur ou l'odeur. Ils peuvent être la cause de changements physicochimiques impactant la densité et les propriétés mécaniques.

Comme indiquée en Figure I-11, la proportion de ces composants peut varier d'une couche à l'autre.

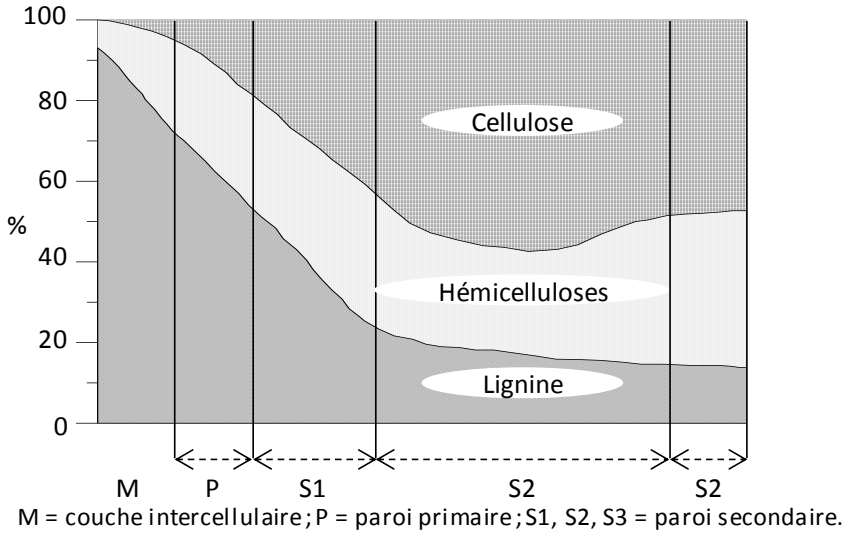

Figure I-11. Proportion relative en cellulose, hémicelluloses et lignine dans la paroi cellulaire.

BY-NC-ND

I.2. Durabilité du bois : les risques biologiques

La structure anatomique et la composition chimique du bois sont responsables des propriétés macroscopiques comme la résistance mécanique, la stabilité dimensionnelle, etc... Cependant, selon l'environnement dans lequel il évolue, le bois peut être le siège d'attaques biologiques, que ce soit au cours de sa croissance, de sa transformation ou de son utilisation finale en structure. La nature de ces attaques varie selon son environnement. Ces organismes, qu'ils soient insectes xylophages (à l'état de larves ou adultes) ou champignons, dégradent la cellulose, les hémicelluloses et les lignines. Les conséquences sont parfois très lourdes, allant jusqu'à la réduction totale des sections résistantes.

Le bois est aussi un matériau hygroscopique dont l'état hydrique dépend des conditions climatiques (humidité et température) de l'environnement dans lequel il évolue. La colonisation du bois en service par ces organismes est particulièrement conditionnée par son état hydrique. Cependant, la survie de ces organismes repose à la fois sur la présence d'eau et d'oxygène. Ceci se traduit par l'existence d'une plage d'humidité propice à ces attaques biologiques. Il est admis aujourd'hui qu'en deçà de 20% d'humidité interne, le développement biologique est limité. Egalement, au-delà du point de saturation des fibres, correspondant à une valeur limite d'humidité interne de l'ordre de 30%, on considère que les attaques biologiques sont bloquées (bois verts gorgés d'eau ou bois immergés) par manque d'oxygène. Au final, nous considérons que le bois est soumis aux attaques biologiques pour une tranche d'humidité interne comprise entre 20% et 30%.

En générale, l'ampleur des attaques biologiques est évaluée à travers la perte de masse qui en résulte (notion d'endommagement volumique). En effet, la réduction des propriétés mécaniques est corrélée à la perte de masse qui renseigne l'état de progression des agents de dégradation dans le matériau (Faraji 2005). Cependant, seuls les essais mécaniques sont capables de différencier deux attaques biologiques, de nature différente, entrainant la même perte de masse.

I.2.1. Les champignons lignivores

Les champignons lignivores réduisent la matière ligneuse à une simple matière organique par action diastasique. Cela peut se traduire par une simple coloration ou décoloration, mais peut également entrainer une consommation quasi-totale de la matière ligneuse. Plusieurs études ont permis de cerner ces conditions favorisant l'activité des champignons (Greaves 1971; Greaves 1969; Boutelje & Kiessling 1964; von Aufsess et al. 1968). Ces études ont mis en évidence que le développement de ces champignons nécessite un approvisionnement constant et suffisant en eau (c-à-d : 20-50% de teneur en eau), en oxygène et sous une plage de température favorable de 25 à 30°C. Cela permet de conclure que tout bois, quelle que soit sa sensibilité intrinsèque, est protégé des attaques fongiques tant qu'il est normalement sec (teneur en eau inférieure à 20%). Cependant, pour les ouvrages en extérieurs, la question de l'attaque par champignons reste complète.

BY-NC-ND

Les champignons peuvent être classés en fonction des dégâts provoqués (Fougerousse M. 1960; Becker 1974). Plusieurs types de dégradation sont reconnus, à savoir : la pourriture brune, la pourriture blanche appelée également pourriture molle, Figure I-12.

La **pourriture brune** est causée par des champignons de la classe des basidiomycètes. L'arsenal diastasique brise les chaines cellulosiques et les transforment en éléments solubles assimilables. Le bois, touché par ces champignons, voit sa couleur évoluer vers le brun rougeâtre traduisant l'élimination des hydrates de carbone composant la lignine. Cette transformation engendre un retrait longitudinal anormalement élevé laissant apparaitre un motif cubique croisé rappelant le bois calciné.

La **pourriture blanche** est causée par des champignons de la classe des basidiomycètes. Ces champignons sont plus radicaux et dégradent tous les constituants du bois, y compris la lignine. Ces attaques se traduisent par une décoloration importante et un ramollissement du bois.

Figure I-12. Pourriture brune et blanche[1]

D'autres champignons sont à l'origine d'une simple décoloration ou coloration du bois. Cependant, leurs effets sur la résistance mécanique restent négligeables.

I.2.2. Les coléoptères, les isoptères et les hyménoptères

Les coléoptères, les isoptères et les hyménoptères sont les trois familles d'insectes susceptibles d'attaquer le matériau bois (Pignolet 2008; ADAM 2008; El Ajjouri 2013). Certains d'entre eux s'attaquent au bois sec mis en œuvre (exemple des coléoptères et des termites). D'autres préfèrent le bois vert ou dépérissant au regard d'un taux d'humidité élevé. Ils passent la plus grande partie de leur vie sous forme de larve en se nourrissant de la matière lignocellulosique. Ils deviennent, par la suite, des insectes adultes capables de se reproduire et de disséminer leurs œufs. La cellulose est la source d'alimentation en carbone des insectes. Il existe également des insectes uniquement lignicoles.

Les coléoptères sont fréquemment rencontrés dans des bois dont le taux d'humidité est inférieur à 20%. Il s'agit, dans la plupart du temps, des capricornes des maisons, des

[1] http://www.mycologie.net/nutritiondeschampignons.html

BY-NC-ND

hespérophanes, des lyctus et des vrillettes, Figure I-13. Leurs larves se nourrissent en creusant des galeries dont le diamètre varie entre 1 à 10 mm.

Figure I-13. Larve de capricorne des maisons et dégâts occasionnés dans le bois

I.2.3. Les termites

Les termites sont des insectes primitifs qualifiés d'insectes "sociaux" car ils vivent en colonies organisées, tout comme les abeilles, les guêpes ou les fourmis. Leurs colonies sont souvent très importantes (Pignolet 2008). Bien que nombreuses dans les régions tropicales (Afrique, Amérique Centrale, du Sud, Extrême-Orient), elles se sont aussi retrouvées dans des régions tempérées comme l'Europe (France, Espagne…). Les termites sont capables de digérer la cellulose du bois à l'aide des micro-organismes symbiotiques qui produisent des enzymes de dégradation réduisant celle-ci en acétates utilisés comme nutriments. Le bois attaqué prend un aspect feuilleté résultant de l'attaque différentielle du bois de printemps (plus tendre) et du bois d'été (plus dur), Figure I-14.

Figure I-14. Termites ouvriers de la famille des Reticulitermes et dégâts occasionnés dans le bois

BY-NC-ND

I.2.4. Les Bactéries et les térébrants marins

Les Bactéries se développent dans les bois gorgés d'eau et en contact avec le sol. Elles se développent dans un milieu anaérobique et se nourrissent des réserves présentes dans les parenchymes. On distingue plusieurs types de bactéries : les bactéries tunnelle qui se propagent de façon linéaire en formant des lignes de dégradation et les bactéries d'érosion qui forment des cavités de dégradation dans la paroi secondaire.

Les térébrants marins s'attaquent au bois immergé dans des eaux saumâtres ou salées. On en distingue trois types : les pholades qui sont des mollusques qui se fixent sur le bois à l'état de larves et y creusent des alvéoles d'habitation sur une profondeur pouvant dépasser six centimètres ; les limnories qui sont des crustacées armés de mandibules avec lesquelles ils creusent des loges individuelles ; les tarets qui pénètrent dans le bois à l'état de jeune larve et se développent sous la forme de vers pouvant atteindre un mètre de longueur et un centimètre de diamètre. Si les dégâts causés par les pholades et limnories ne sont pas négligeables, ils sont loin d'atteindre les dégradations induites par les tarets, Figure I-15.

Source: Cirad et Wikipédia

Figure I-15. Bois dégradé par des térébrants marins

I.2.5. Classes d'emploi

Afin de protéger les structures bois par rapport aux éventuelles attaques, la norme EN 335 définit cinq classes d'emploi qui correspondent aux différentes situations en service auxquelles peut être exposé le matériau. Comme il est montré dans le Tableau I-1, chaque classe d'emploi fournit des informations sur les agents biologiques selon l'environnement considéré.

BY-NC-ND

Tableau I-1. Classes d'emploi (norme EN 335)

Classe d'emploi	Situation de service	Agent de dégradation		Zone vulnérable
		Champignons	Insectes	
1	Toujours à l'abri des intempéries		Coléoptères, termites, selon régions	0 à 3 mm
2	Toujours à l'abri des intempéries Humidité élevée occasionnelle	Champignons (décoloration, champignons) Virulence faible	Coléoptères, termites, selon régions	0 à 3 mm
3a	Bois exposé aux intempéries et soumis à des humidifications fréquentes sur périodes courtes	Champignons (décoloration, champignons) Virulence faible	Coléoptères, termites, selon régions	0 à 3 mm
3b	Bois exposé aux intempéries et soumis à des humidifications fréquentes sur des périodes longues Accumulation d'eau fréquente	Champignons (décoloration, champignons) Virulence forte	Coléoptères, termites, selon régions	5 à 10 mm
4	Humidifications fréquentes ou permanentes Contact direct avec le sol ou l'eau douce	Champignons (décoloration, champignons) Virulence faible	Coléoptères, termites, selon régions	Dégradation totale
5	Bois immergé ou partiellement immergé dans l'eau salée	Champignons (décoloration, champignons) Virulence faible	Térébrants marins	Dégradation totale

I.2.6. Durabilité naturelle du bois

La norme EN 335 définie la durabilité naturelle comme étant la résistance intrinsèque du bois aux attaques des organismes destructeurs. Elle constitue un élément important de sa fiche d'identité, au même titre que les propriétés physiques et mécaniques. Cette propriété rend compte de la résistance naturelle des essences, dans des conditions données, face au attaques biologiques, et ce, en absence de tout traitement de préservation. Elle est

BY-NC-ND

extrêmement variable et dépend de l'essence, du patrimoine génétique et même du site de culture. La durabilité est due essentiellement à l'anatomie complexe du matériau et de sa composition chimique dont la nature des extractibles (Gierlinger et al. 2004; Schultz & Nicholas 2000).

La production des extractibles accompagne le processus de duraminisation de l'aubier provoquée par la mort des cellules de parenchymes (Taylor et al. 2002). Ce processus engendre une obstruction des cellules conductrices et libère des substances phénoliques qui s'accumulent au niveau des parois cellulaires et des lumens pour former le duramen (Taylor et al. 2002). La duraminisation confère au bois une résistance remarquable face aux agents biologiques ainsi qu'une stabilité dimensionnelle, comparée à celle de l'aubier. Elle régulerait également la proportion d'aubier dans un arbre, en termes de dépenses énergétiques et de transport de sève brute. En effet, l'aubier consomme beaucoup plus d'énergie que le duramen. Ainsi, la transformation de l'aubier en duramen permet d'optimiser cette dépense. La diminution de la perméabilité ralentie le processus de diffusion entrainant une augmentation de l'inertie hydrique. Ainsi, la diminution des quantités d'air et d'humidité nécessaires au développement des champignons est un levier direct sur la durabilité naturelle du matériau, et ce, en complément de la présence d'extractibles toxiques capables d'empêcher ou de ralentir les attaques biologiques. Pour certaines essences, la mort des cellules de parenchyme est accompagnée de sécrétion de phénols oxydés (Schultz & Nicholas 2000). Ils sont à l'origine de la pigmentation du duramen. Ce changement de pigmentation caractérise les essences dont la durabilité naturelle est assurée.

Le Tableau I-2 regroupe le classement selon les agents de dégradation. Ce classement découle d'essais accélérés en laboratoire.

Tableau I-2. Classes de durabilité naturelle (Pignolet 2008)

Agents de dégradation	Classes de durabilité	description
Champignons lignivores	1	Très durable
	2	Durable
	3	Moyennement durable
	4	Faiblement durable
	5	Non durable
Coléoptères	D	Durable
	S	Sensible
Termites	D	Durable
	M	Moyennement durable
	S	Sensible

BY-NC-ND

Le Tableau I-3 présente la durabilité et la sensibilité vis-à-vis des champignons et des insectes xylophages pour quelques essences employées en Europe (Pignolet 2008).

Tableau I-3. Durabilités naturelles de quelques essences couramment employées en Europe

Essences	Durabilité naturelle			
	champignons	capricornes	vrillettes	termites
Douglas	3	S	S	S
Epicéa	4	S	S	S
Pin Sylvestre	4	S	S	S
Hêtre	5	D	S	S
Sapin	4	S	S	S
Chêne	2	D	S	M
châtaigner	2	D	S	M

Une relation peut être établie entre les classes d'emploi et la durabilité naturelle du bois. Le Tableau I-4 permet d'évaluer la durabilité naturelle d'une essence choisie dans une situation environnementale donnée (El Ajjouri 2013). Au-delà de cette durabilité naturelle, il est nécessaire de recourir à des traitements (durabilité conférée).

Tableau I-4. Classes de durabilité naturelle vis-à-vis des champignons

Classes d'emploi	Classes de durabilité naturelle vis-à-vis des champignons				
	1 Très durable	2 Durable	3 Moyennement Durable	4 Faiblement durable	5 Non durable
1	○	○	○	○	○
2	○	○	○	△	△
3a et 3b	○	○	△	△	△
4	○	△	○	□	□
5	○	○	○	□	□

○ Durabilité naturelle suffisante

△ Durabilité naturelle suffisante, mais un traitement de préservassions et parfois recommandé

○ Traitement de préservation recommandé

△ Traitement de préservation parfois nécessaire

□ Traitement de préservation obligatoire

BY-NC-ND

I.2.7. Les traitements

La compatibilité entre la classe de risque (domaine d'emploi) et la durabilité d'une essence peut nécessiter un traitement de préservation lorsque la classe de durabilité n'est pas suffisante. En effet, l'optimisation économique et environnementale actuelle vise l'emploi d'essences locales pour lesquelles la durabilité naturelle n'est plus un critère de choix. Dans ces conditions, des traitements permettent d'accroitre la durabilité naturelle de l'essence employée.

Le bois traité devient toxique pour la plupart des organismes susceptibles de le dégrader. Cependant, les produits de préservation présentent un risque aussi pour l'homme et pour l'environnement. Même si leur toxicité a largement diminué ces dernières années, il faut garder à l'esprit que le vrai danger se retrouve sur les sites de traitement. Dans le Tableau I-5, nous présentons les differents produits de préservation selon la chronologie de leur développement (Barnes & Murphy 1995; Thévenon 1999).

Tableau I-5. Produits et les procédés classiques de préservation du bois

Année	Produit / procédé
1681	Créosote
1838	Procédé Bethell à cellule pleine
1902	Procédé Rüping à cellule vide
1906	Procédé Lowry
1931	Pentachlorophénol et dérivés
1933	Solutions de préservation à base de chrome-cuivre-arsenic
1950-1960	Procédé trempage/diffusion avec des borates inorganiques
1980-1990	Composés alkyl-ammonium
1990	Solutions de préservation sans arsenic ni chrome

L'imprégnabilité d'une essence est sa capacité à faire diffuser le produit de préservation de la surface vers le cœur de l'élément à traiter. Comme le montre le Tableau I-6, quatre classes d'imprégnabilité sont proposées par la norme EN 350-2.

BY-NC-ND

Tableau I-6. Les différentes classes d'imprégnabilité selon la norme EN 350-2

Classe d'imprégnabilité	Description	Explication
1	Imprégnable	Facile a traiter. le bois scié peut être pénétré complètement avec un traitement sous pression.
2	Moyennement imprégnable	Assez facile à traiter. Une pénétration complète n'est pas possible. Après 3h de traitement sous pression, une pénétration latérale de plus de 6 mm peut être atteinte.
3	Peu imprégnable	Difficile à traiter. Après 3h à 4h de traitement sous pression, une pénétration latériale de 3 à 6 mm peut être atteinte.
4	Non imprégnable	Quasi impossible à traiter. Moins de 3 mm de pénétration après 3h ou 4 h de traitement sous pression pénétration.

Le Tableau I-7 rappelle quelques essences employées en Europe.

Tableau I-7. Classe d'imprégnabilité de quelques essences

Essences	Imprégnabilité (Duramen)
Douglas	4
Epicéa	3-4
Pin sylvestre	3-4
Hêtre	1
Sapin	2-3
Chêne	4
Châtaigner	4

Aujourd'hui, plusieurs méthodes de traitements peuvent être appliquées sur le bois afin d'améliorer sa durabilité.

BY-NC-ND

I.3. Traitement chimique du bois

Les démarches qui conduisent à l'obtention d'un bois traité chimiquement adapté à un usage spécifique ne sont pas aisées. En effet, les traitements de préservation dépendent de la nature biologique des essences, de leurs propriétés physiques et physico-chimiques (R.E.C 2003), sans parler du composé chimique qui doit répondre à une multitude de normes et d'exigences (Dupraz et al. 2009). Il existe différents procédés d'application des produits de préservation dépendant principalement de l'imprégnabilité de l'essence. Les deux principaux sont l'imprégnation de surface (badigeon, trempage) et en profondeur sous pression.

Les traitements chimiques destinés à la stabilisation dimensionnelle du bois consistent en la substitution des molécules d'eau liées par des molécules inertes. Cela abaisse la capacité de stockage d'eau tout en diminuant les effets de retrait-gonflement. Ainsi, deux effets additionnels subsistent. L'abaissement du taux d'humidité diminue les risques d'attaques biologiques. La stabilité dimensionnelle permet de limiter les risques de fissuration lors des cycles d'adsorption et de désorption. Parmi ces produits et traitements, on peut citer :

- **L'acétylation** est une réaction de l'anhydride acétique sur les groupements hydroxyles des constituants du bois, ainsi les sites hydroxyles libres sont remplacés par des groupements acétyles plus gros que les derniers, d'où une augmentation de masse importante qui peut atteindre 25% chez les résineux. L'acétylation permet d'améliorer considérablement la stabilité dimensionnelle du bois.
- **La furfurylation** consiste à utiliser de l'alcool furfurylique. Ces molécules sont suffisamment petites et polaires pour pénétrer dans la paroi cellulaire où elles peuvent être polymérisées par élévation de température. Le bois furfurylé est plus dense que le bois non traité. Sa stabilité dimensionnelle est améliorée ainsi que sa résistance fongique due à la modification chimique de la paroi cellulaire qui empêche la reconnaissance du substrat par les enzymes fongiques.

Comme il a été rappelé précédemment, les produits chimiques de préservation ou de stabilisation ont un impact non négligeable vis-à-vis de l'environnement et la santé humaine. C'est pourquoi d'autres techniques de substitution sont aujourd'hui mises en œuvre. Les traitements thermiques confèrent un caractère hydrophobe (diminution de l'hygroscopicité). Le matériau voit ainsi sa résistance aux attaques fongiques augmentée et sa stabilité dimensionnelle améliorée. Cependant, si les augmentations de stabilité et de durabilité sont avérées, les modifications peuvent affaiblir le matériau de manière significative et diminuer le caractère ductile de sa rupture pouvant mettre hors course le matériau pour un usage structurel (nous citerons en exemple de procédé de rétification) (Yildiz 2002; Militz 2002; Hakkou et al. 2005; Mburu et al. 2008).

Depuis les années 80, une diversité de procédés de traitement ont vu le jour dont la plupart sont maintenant des marques déposées. L'ensemble des procédés diffèrent selon plusieurs paramètres de traitement (nature de l'atmosphère, temps du traitement, la température de chauffe, pression, etc.).

BY-NC-ND

Le procédé par rétification® a été développé dans les années 80 à l'Ecole nationale supérieure des mines de Saint Etienne. Ce procédé utilise un gaz inerte comme vecteur thermique. Il se déroule en trois phases. Une première phase endothermique consiste à sécher le bois sous une température comprise entre 20 et 150°C. Cette étape est suivie d'une phase de thermolyse des hémicelluloses et de réticulation de la lignine (entre 180 et 250°C) et se termine par une phase de dégradation de la lignines et de la cellulose (à partir de 250°C) (Pierre 2011).

Le procédé hollandais Plato®, développé par la société Plato au début des années 90 (Pierre 2011), est basé sur un traitement hygrothermique en quatre étapes. Une première étape d'hydrothemolyse consiste à chauffer le bois sous pression dans un milieu aqueux (ici, la vapeur d'eau), et ce, à une température de 180°C. Cette étape permet de rendre la lignine plus réactive au greffage de chaines d'alcanes. Il s'ensuit un séchage classique dans des séchoirs conventionnels. Puis de nouveau, le bois est chauffé sous pression atmosphérique à une température de 180°C permettant la réticulation de la lignine et son durcissement. Le bois est ensuite conditionné à une humidité proche de son utilisation en service (Repellin 2006; CRIQ 2003).

Le Technical Research Center of Finland (VTT) propose une variante avec l'utilisation de vapeur d'eau à pression atmosphérique sous une température comprise entre 150 et 200°C. Il s'agit du procédé **Thermowood®**.

L'oléothermie® est un des procédés qui utilise l'huile, d'une part, comme vecteur thermique et, d'autre part, comme substitut à l'eau liée. Il a été développé en France par le CIRAD-FORET. Il consiste à immerger le bois dans un bain d'huile à des températures comprises entre 160 et 200°C. La température interne du matériau augmente et l'eau présente dans les cellules s'évapore en générant une surpression à l'intérieure du matériau. Le bois est ensuite immergé dans un autre bain d'huile froid. Il en résulte une condensation de l'eau entraînant une dépression interne et favorise ainsi la diffusion de l'huile dans les pores du bois (Grenier et al. 2003).

Un procédé similaire a été développé en Allemagne par la société Menz Holz. Il utilise une enceinte autoclave pour chauffer le bois trempé dans de l'huile végétale. La température de l'huile est comprise entre 180 et 260 °C. Sous une pression pouvant atteindre 14 bars, le bois se retrouve facilement imprégné d'huile, et ce, en profondeur et quel que soit l'imprégnabilité de l'essence traitée.

I.4. Comportement mécanique du bois en présence de l'humidité

Les risques liés à l'exposition du bois à l'humidité ne se limitent pas aux attaques biologiques. En effet, les groupements hydroxyles, présents au niveau de ces constituants chimiques, sont susceptibles de se lier entre eux mais également de capter des molécules d'eau liées aux parois. On dit que le bois est hydrophile. Ce caractère hydrophile est dû aux constituants des parois cellulaires, et plus particulièrement aux hémicelluloses qui sont beaucoup plus hydrophiles que la cellulose et la lignine. Des liaisons hydrogènes permettent de lier les molécules d'eau aux groupements hydroxyles, et ce, jusqu'à atteindre la saturation des fibres.

BY-NC-ND

Cette interaction entre l'humidité dans et entre les parois cellulaires se traduit par des variations dimensionnelles qui correspondent à une déformation interne de retrait-gonflement des plans ligneux. Lorsqu'elles captent de l'eau, les parois cellulaires gonflent et se rétractent quand celles-ci en cèdent. Chaque variation d'humidité implique une déformation libre du matériau. Dû à ses propriétés hygroscopiques, le bois, en tant que matériau de construction, est dimensionnellement instable. Au-delà des variations dimensionnelles, selon les systèmes constructifs plus ou moins contraints (zones d'assemblage par exemple), le retrait-gonflement peut induire une fissuration accentuée par la présence des contraintes hydriques de tension. Ce phénomène dépend principalement du coefficient de retrait-gonflement et de la rigidité matérielle au regard de la résistance en traction du matériau.

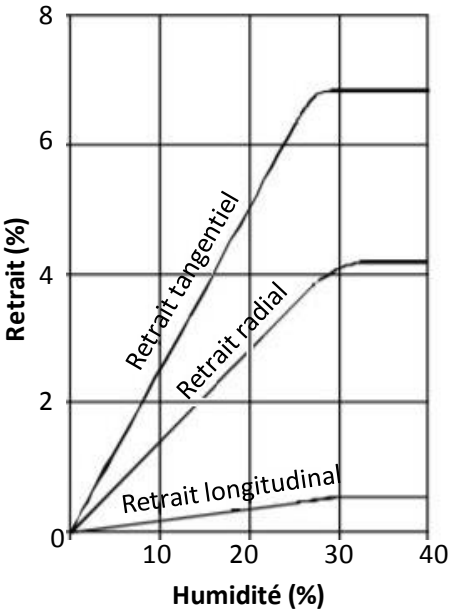

Figure I-16. Courbe de retrait dans les directions d'orthotropie

Tableau I-8. Coefficients de rétractibilité de quelques essences

Essences	Densité (min-max) à 12% en g/cm^3	Coefficient de retrait tangentiel %/% d'humidité	Coefficient de retrait radial %/% d'humidité
Douglas	0.51-0.55	0.27	0.17
Epicéa	0.44-0.47	0.31	0.17
Pin sylvestre	0.50-0.54	0.31	0.17
Hêtre	0.69-0.75	0.42	0.25
Sapin	0.44-0.48	0.31	0.14
Chêne	0.67-0.76	0.32	0.15

BY-NC-ND

L'orthotropie du bois se retrouve également dans le processus de retrait-gonflement. Comme le montre la Figure I-16 et le Tableau I-8 (Merakeb 2006), les variations dimensionnelles se manifestent différemment selon les trois directions principales d'orthotropie. Le retrait - gonflement longitudinal reste faible devant les variations transversales. Ceci peut s'expliquer par l'orientation des microfibrilles dans la couche S2, la paroi cellulaire la plus épaisse. Cette orientation peut prédire, en grande partie, la manière dont les variations vont se produire. La plupart des microfibrilles sont quasi parallèles à l'axe longitudinal des cellules. Suite à l'arrivé ou au départ d'eau liée, elles se rapprochent ou s'éloignent, ce qui se traduit par des variations plus marquées dans les directions transversales (Shmulsky et Jones 2011). Les variations tangentielles sont généralement plus importantes que celles dans la direction radiale. L'explication, la plus répandue, met en cause les tissus des rayons qui seraient relativement moins sensible à l'humidité et qui limiteraient ainsi les variations radiales par rapport aux variations tangentielles. Enfin, les rayons ligneux limiteraient également l'expansion radiale.

Un des premiers effets visibles de cette orthotropie est la déformation observée après séchage selon le débit, Figure I-17, (AUBAGNAC et al. 2008; Fournier 2014). Ce phénomène est dû à l'orthotropie du retrait-gonflement mais également du caractère orthotrope cylindrique induit par la courbure des cernes de croissance, (Damay 2014).

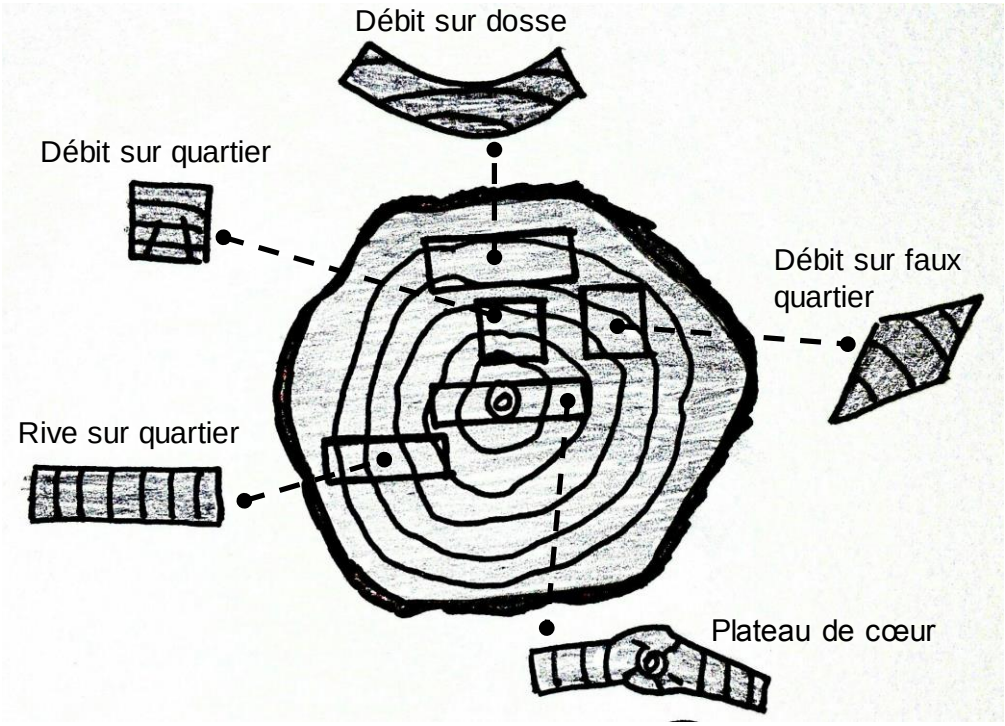

Figure I-17. Déformation des sections en fonction du mode de débit

BY-NC-ND

I.5. Conclusion. Une vision alternative de la préservation

Initialement, le bois, comme matériau de construction, avait une position de choix vis-à-vis des enjeux environnementaux de par sa faible consommation d'énergie grise, sa capacité d'être un puits de carbone ou encore de représenter une ressource régénérable. Cependant, la problématique de durabilité conduit aujourd'hui à recourir à des traitements avec un impact non négligeable sur l'environnement et la santé publique réduisant très largement le gain environnemental apporté. C'est d'autant plus vrai lorsque les constructions exposent le bois à l'environnement extérieur.

Vis-à-vis des attaques biologiques, nous avons vu que l'exposition à un environnement humide est la principale problématique à résoudre. Des ajustements architecturaux peuvent être employés pour protéger les éléments exposés comme, par exemple, des débords de toitures ou de tabliers d'ouvrages d'art. Des éléments de protection rapportés peuvent être utilisés comme des profilés métalliques sur des menuiseries ou sur des parties d'ouvrages largement exposées. Cependant, s'il faut encourager cette ingénierie souvent de bon sens, elle n'apportera pas des solutions à toutes les problématiques de durabilité.

L'alternative que nous allons défendre dans ce mémoire est de travailler directement sur le potentiel de durabilité naturelle qu'offrent certaines essences duraminisées. Dans un contexte régional fort, Le Douglas présente une résistance remarquable vis-à-vis des attaques biologiques en classe de risque 3, Tableau I-7, tout en proposant une certaine stabilité dimensionnelle, Tableau I-8, et ce, tout en présentant de bonnes propriétés de résistance mécanique et une croissance rapide. Originaire de la Côte Ouest du continent nord-américain, cette essence s'est principalement installé France au cours du XXème siècle et constitue aujourd'hui la principale ressource forestière émergente du territoire national. Cependant, l'emploi de cette essence en Génie Civil, pour des expositions sévères à l'humidité, peut demander des traitements complexes ; une complexité due essentiellement à sa faible imprégnabilité. Pourtant, cette faible imprégnabilité est un atout vis-à-vis de la durabilité car elle freine et atténue le processus de diffusion hydrique. Dans la famille Douglas, n'existe-t-il pas un individu, signé génétiquement et caractérisé par une région de croissance, qui présenterait une durabilité accrue ?

BY-NC-ND

La sélection génétique semble aujourd'hui une alternative pertinente pour répondre à la problématique de durabilité du matériau bois. Diminuer la vitesse de diffusion et/ou limiter l'augmentation de la teneur en eau (<20%) sont deux critères qui peuvent avoir un impact positif sur la durabilité du matériau. En partant de ces considérations, nous nous proposons d'étudier le comportement hygroscopique de quatre génotypes de Douglas. L'objectif de ce travail est d'observer si le patrimoine génétique de quatre génotypes impacte le comportement hydrique. Et si c'est le cas, dans quelle mesure ?

Comme il a été annoncé précédemment, le choix s'est porté sur le Douglas, une essence prédominante dans notre région. De plus, comme il a été montré dans le chapitre précédent, le Douglas affiche une bonne durabilité naturelle vis-à-vis des attaques biologiques (classe de risque 3) et une bonne stabilité dimensionnelle.

II.1. Introduction du Douglas en Europe et en France

Le Douglas vert (Pseudotsuga menziesii) est un arbre originaire de la côte ouest des Etats Unis, Figure II-1. Comme illustré en Figure II-1, l'aire naturelle de ce conifère américain possède la plus vaste distribution, en termes de latitude, le long de la côte du pacifique, depuis le Canada jusqu'en Californie.

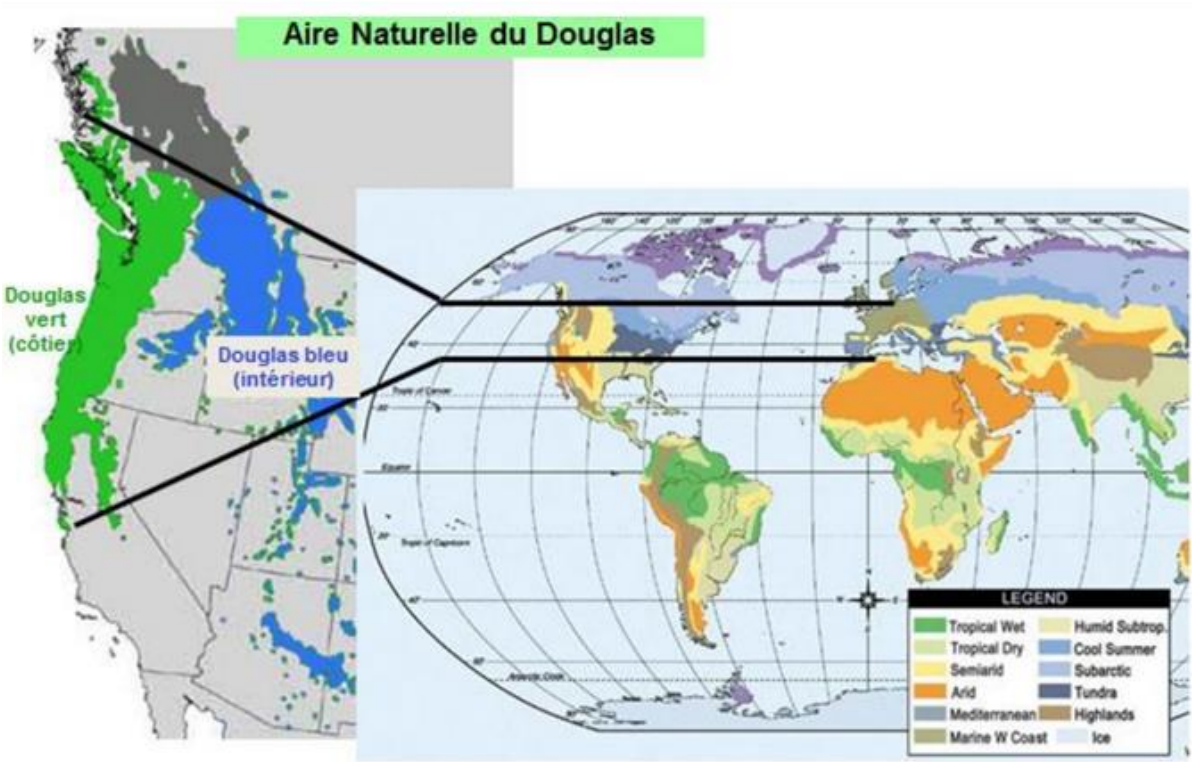

Figure II-1. Cartographie de l'aire d'origine du Douglas (source Fcba 2016)

BY-NC-ND

D'Est en Ouest, on le trouve depuis le niveau de la mer jusqu'au sommet de la chaine des cascades. Sur une aire de répartition aussi vaste, les conditions climatiques varient bien sûr considérablement (température moyenne de 7 à 13°C, pluviosité de 400 à 2 000 mm/an).

Les Anglais fut les premiers à introduire des graines de Douglas en Europe en 1827 (Hickel 1922) suivi de peu, en 1829, par les allemands. En France, les premiers Douglas dateraient des années 1840 (Bastien 1997). Dans la plupart des autres pays d'Europe, l'introduction de l'espèce est intervenue dans la seconde moitié du dix-neuvième siècle (Gillon et al. 1997). Il faut tout de même souligner le rôle des « pionniers » dans le développement de l'espèce, qui ont réalisé, à leurs risques, les premières plantations forestières en petite échelle mais qui s'étendaient de la Sologne à la Normandie, de la Bretagne au Massif Central en passant par l'Alsace. Aujourd'hui, la France possède le premier massif de Douglas européen avec plus de 100 millions de m^3 sur pied et un accroissement annuel de plus de 5 millions de m^3. Le Douglas, avec 8 millions de plants produits annuellement, est la seconde espèce de reboisement en France, derrière le pin maritime (Fcba 2016).

Figure II-2 Répartition du Douglas en France en 2004 (source France-Douglas)

BY-NC-ND

Comme le montre la cartographie représentée sur la Figure II-2, le Douglas occupe une surface de 420 000 ha sur cinq régions (Limousin, Bourgogne, Rhône-Alpes, Auvergne et Midi-Pyrénées. Il concentre à lui seul plus de 70 % des peuplements.

II.2. Notions de variabilité génétique

Toute plantation nécessite d'être domestiquée et améliorée pour répondre aux besoins en quantité et en qualité attendus par les acteurs de la seconde transformation. Plusieurs critères peuvent être utilisés pour évaluer les performances du bois de structure comme, par exemple, la germination, l'accroissement en hauteur, en diamètre et en volume ou encore, plus généralement, les propriétés mécaniques. Or, ces paramètres varient d'un individu à un autre et au sein des provenances d'où la notion de variabilité génétique. Pour un lieu sylvicole donné (on parlera par la suite de provenance) et pour une essence donnée, ces différents critères peuvent être dictés par le patrimoine génétique.

On parle de l'effet de provenance lorsqu'il s'agit d'arbres d'une même essence qui proviennent de différents endroits (ou régions) et que leurs descendants évoluent dans les mêmes conditions environnementales en termes de climats et de topographies. Une provenance définie un groupe d'individus qui provient de plusieurs arbres mères ayant une origine géographique commune (Rakotovololonalimanana 2013). D'ailleurs, peu de temps après l'introduction des Douglas en Europe, les reboiseurs, dépendant uniquement des graines récoltées dans l'air naturelle, se sont rapidement aperçu que la qualité des arbres n'était pas toujours au rendez-vous (Fcba 2016). C'est ainsi que l'effet provenance a été reconnu comme un facteur important influençant les caractéristiques phénotypiques des arbres comme, par exemple, leur vigueur et leur adaptabilité (Kohnle et al. 2012; Neophytou et al. 2016), (Figure II-3 et Figure II-4).

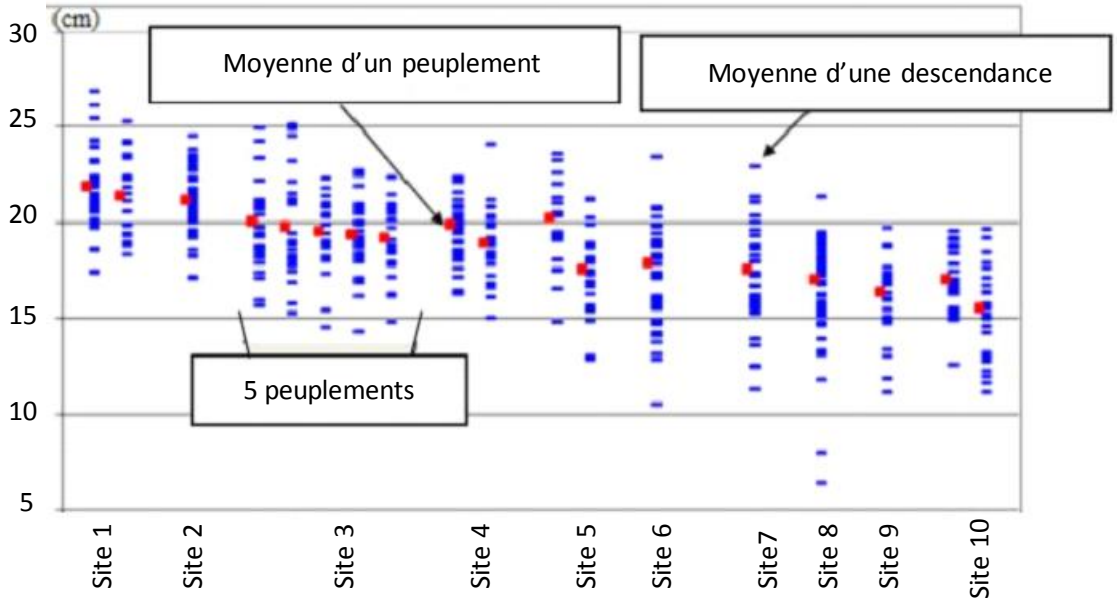

Figure II-3 Variabilité de la croissance entre les descendances et provenances (diamètres à 25 ans) (Fcba 2016)

BY-NC-ND

Cette notion de provenance conduit à considérer le génotype et l'héritabilité, facteurs de grande importance pour la sélection génétique. L'héritabilité est une statistique qui exprime la part de variance phénotypique relevant de la variance génotypique. Autrement dit, elle sert à quantifier la part des facteurs environnementaux acquis et des facteurs génétiques innés dans la constitution du phénotype d'une population.

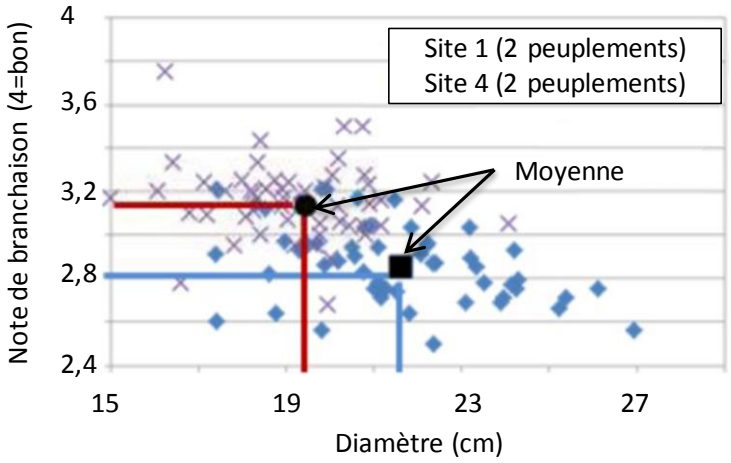

Figure II-4 Variabilité entre descendances issues de 2 provenances sur des critères de croissances (diamètres à 25 ans) (Fcba 2016)

L'effet de l'environnement de croissance est également très important. Les différences de croissance et de multiplication dans différents environnements de plantation peuvent être plus marquantes que celles dues à la provenance (Morgenstern 1996). Néanmoins, une sélection basée sur la provenance est plus adéquate pour les plantations forestières, lorsque les conditions environnementales favorisent la croissance de l'arbre en permettant à ce dernier d'exprimer le potentiel génétique, se traduisant par une plus forte variation phénotypique. De plus, l'effet environnemental peut être appréhendé car s'il est possible de choisir l'environnement de plantation ; l'effet provenance n'étant prédictible qu'à posteriori.

Plusieurs instituts de recherche tels que FCBA et l'INRA se sont penchés sur l'effet de la provenance dès les années 70, et ce, à travers des séries d'essais dans le but d'identifier la variabilité de différents critères tels que l'adaptation au milieu, la vigueur, etc… Ces essais ont permis de publier quelques recommandations concernant la récolte de graines que ce soit dans l'aire naturelle du Douglas ou parmi les descendances française (Fcba 2016). Par la même occasion, ce travail va permettre d'enrichir le patrimoine génétique du Douglas en France.

II.2.1. L'effet de variabilité génétique sur les propriétés du bois

Les programmes de sélection génétique se sont principalement reposés sur des critères d'adaptabilité et non sur des propriétés intrinsèques du bois final. L'effort consacré à

BY-NC-ND

l'amélioration de la qualité intrinsèque des arbres reste faible, et ce, malgré les avantages qu'ils présentent en termes d'héritabilité.

Tableau II-1. Variabilité génétique de la densité et de l'hétérogénéité du bois chez le Douglas

	Provenances représentées	Moyennes des provenances ou descendances extrêmes et signification de l'effet génétique			Type de matériel végétal et effectif
		Densité du bois (g/dm^3)	Hétérogénéité de la densité du bois (g/dm^3)		
			Contraste de densité	Ecart-type des densités	
Variabilité entre provenances	17 provenances du Canada et des USA	378 à 435	403 à 467	-	Plantation de 10 ans dans 2 milieux (Limousin, Vosges) ; Près de 24 arbres par provenance
	10 provenances de l'Etat de Washinton	463 à 489	678 à 714	217 à 234	Plantation de 11 ans
	15 descendances Maternelles par provenances				150 arbres par provenance
Variabilité entre descendances	Provenances la plus variable	436 à 508	-	195 à 250	10 arbres par descendance
	Provenances la moins variable	440 à 486	-	215 à 250	
	Descendances extrêmes	435 à 547	-	195 à 255	

Tout comme la croissance, les propriétés du bois sont également influencées par la variabilité génétique. Les propriétés physico-chimiques de base peuvent différer d'une provenance à une autre. La diversité génétique fournit une base pour toute amélioration variétale. Les propriétés du bois sont peu prises en compte (Pâques 2001). Sa densité est l'une des plus importantes car elle présente une bonne corrélation avec la résistance mécanique. Il a été également montré que la croissance des arbres est inversement corrélée à la densité. Optimiser la croissance ne peut donc pas aboutir à un gain de performance.

Les travaux de Nepveu (1984) mettent en évidence l'importance de l'effet de la variabilité génétique sur la densité pour le Douglas, et ce, pour un éventail géographique assez large,

BY-NC-ND

Tableau II-2 (Thoby 1975; Birot et al. 1983; Vonnet 1983; Nepveu 1984). Il distingue la variabilité des provenances (ou variabilité intra-spécifique) de la variabilité entre clones ou descendances à l'intérieur des provenances (ou variabilité génétique individuelle). Dans le Tableau II-2 figure également l'hétérogénéité du bois qui quantifie la variabilité de la densité à l'intérieur des cernes de croissance (bois d'été et bois de printemps), (Nepveu 1984). Etant donné que la masse volumique du bois est considérée comme l'une des propriétés les plus importantes pour la prédiction des propriétés mécaniques, la corrélation génétique négative, entre la croissance et la masse volumique de l'arbre, pousse à croire qu'il existerait une corrélation du même type entre la croissance et les propriétés mécaniques (Panshin & De Zeeuw 1980; Montes 2006). Les travaux de (Poku *et al.* 2001) mettent en évidence cette corrélation. En effet, la masse volumique a été corrélée positivement avec le module d'élasticité longitudinal.

Un grand nombre d'auteurs s'accordent également à dire que des critères de qualité de bois comme, à titre d'exemple, le module d'élasticité ou le retrait volumétrique seraient soumis à un contrôle génétique (Nepveu 1986; Sarter in Nepveu 1984;Frascaria et al. 1991).

Aujourd'hui, l'influence du génotype sur les propriétés du bois telles que la densité ou les propriétés mécaniques est pourtant un fait bien établi. Ainsi, dans le cadre de ce travail, l'influence du génotype sur les caractéristiques de durabilité naturelle de l'essence du Douglas sera étudiée à travers une approche biologique. En effet, s'il est admis que les questions de durabilité, vis-à-vis des attaques biologiques, sont largement pilotées par l'humidité, cherchons à cibler des génotypes présentant des propriétés intrinsèques de diffusion hydrique permettant de limiter les zones à risques entre 20% et 30%. Cette approche se présente donc sous la forme d'une transversalité entre patrimoine génétique de différentes familles de Douglas et durabilité structurelle, en employant, comme 'marqueur', le comportement hygroscopique du matériau.

Après l'introduction du Douglas en France, les sylviculteurs se sont vite rendus compte de l'importance du facteur provenance ou origine des graines ainsi que son influence sur les caractéristiques phénotypiques des plantations en termes de vigueur et d'adaptabilité. Depuis, le lien a été intuitivement établi avec les variations génétiques entre individus de différentes provenances. Récemment, des investigations ont été portées sur ce lien de causalité dans le but d'identifier les associations entre les variations alléliques des gènes candidats et les variations phénotypiques (Eckert et al. 2009).

Avant de présenter les différentes techniques qui permettent de caractériser la variabilité génétique chez une espèce, il nous a semblé utile de rappeler quelques notions sur **l'ADN support de l'information génétique**.

II.3. L'ADN

L'information génétique, présente essentiellement dans le noyau de la cellule, détermine les caractères de la plante. Elle se transmet des parents à leurs descendants. Elle est conservée pendant chaque division cellulaire. L'expression de cette information est spécifique selon la fonction et le rôle de la cellule.

BY-NC-ND

Le support de l'information génétique est l'acide désoxyribonucléique (ADN). Il se constitue de deux chaines complémentaires et antiparallèles, enroulées en double hélice, Figure II-5. Les deux chaines, appelées brins, résultent d'un assemblage de nucléotides. Ces derniers sont des molécules élémentaires comprenant l'une des quatre bases azotées : adénine (A), guanine (G), cytosine (C) et thymine (T). Les chromosomes résultent de l'association de l'ADN enroulé à des protéines (histones). L'ADN est organisé autour de régions codantes encore appelées gènes et de régions non-codantes. Les gènes portent à un caractère héréditaire et constituent l'unité d'information génétique codant une protéine. Chaque gène a, par conséquence, deux copies, appelées allèles. Le génome est l'ensemble des gènes d'un individu et on appelle locus l'emplacement occupé par le gène sur le chromosome. Dans la cellule végétale, on distingue trois génomes différents : le génome du noyau ou génome nucléaire avec un peu prés 95 pour cent de l'information génétique, le génome des mitochondries et le génome des chloroplastes avec respectivement 1 et 4 pour cent de l'information génétique.

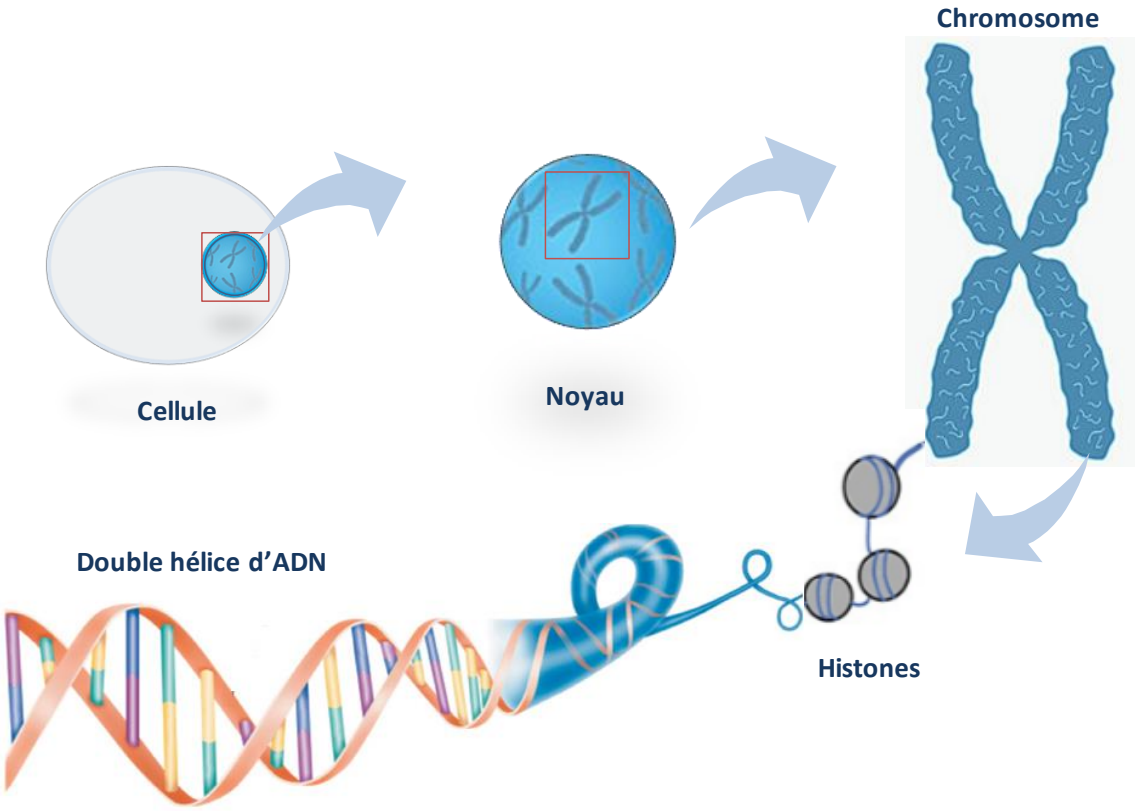

Figure II-5 : ADN dans une cellule végétale

La diversité des espèces résulte des variations des séquences. D'un point de vue biologique, les variations génétiques se caractérisent par des mutations produites par :

- des substitutions des nucléotides (polyphormismes d'un seul nucléotide-SNP),
- l'élimination ou l'insertion de fragments d'ADN de différentes longueurs,
- la duplication ou l'inversion de fragments d'ADN.

BY-NC-ND

La diversité génétique a longuement été abordée en ne tenant compte que des caractères observables (phénotypiques). Grâce aux avancées de la biologie moléculaire, des nouvelles perspectives se sont aujourd'hui ouvertes face aux sélectionneurs. Il est dorénavant possible d'étudier la diversité génétique au niveau du génome avec des marqueurs ADN dits marqueurs moléculaires contrairement aux marqueurs classiques associés au phénotype (marqueurs morphologique, biochimique et cytologique).

Caractériser la structure de la population, via des marqueurs génétiques neutres (sans effet sur le phénotype), s'est avéré une étape importante qui permet, à la fois, d'éviter toute mauvaise association entre génotype et phénotype et de caractériser la diversité génétique dans une population (Neophytou et al. 2016).

Dans ce travail, nous nous intéressons d'avantage aux marqueurs moléculaires définis comme des segments particuliers d'ADN qui offrent la possibilité de révéler des mutations génétiques, de détecter du polymorphisme entre différents génotypes ou entre différents allèles d'un gène (copie d'un gène sur les chromosomes homologue), Figure II-6 (Jiang 2013).

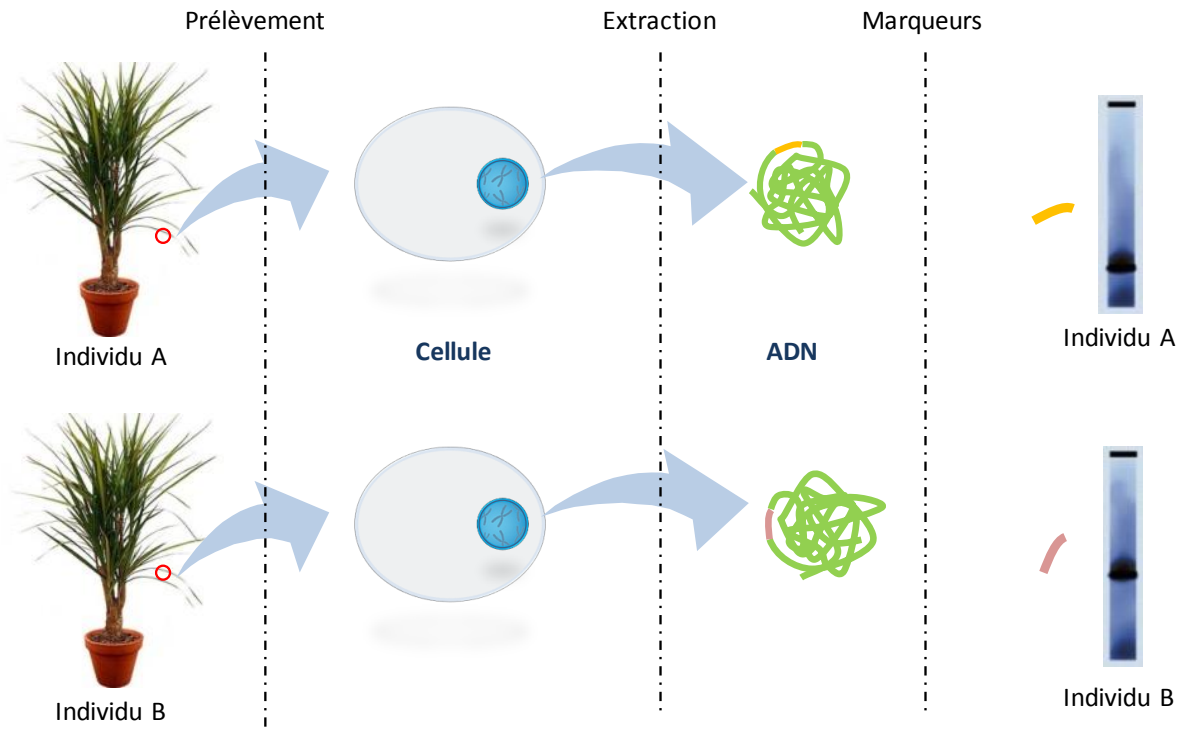

Figure II-6 : Exemple utilisation des marqueurs moléculaires

Comparés aux marqueurs classiques, les marqueurs génomiques sont plus stables et détectables quel que soit le stade de développement et sur n'importe quel organe de la plante (Agarwal et al. 2008). Avant d'aborder les différentes techniques mettant en jeu les marqueurs moléculaires, nous présenterons quelques outils (fragments, Amplification et visualisation d'ADN) essentiels aux analyses des génomes.

BY-NC-ND

II.3.1. Outils pour analyser les génomes

- **Fragmentation d'ADN** - En biologie moléculaire et à partir d'une molécule d'ADN entière, on peut découper une séquence d'ADN ou un fragment d'ADN en utilisant des enzymes extraites des bactéries dits enzymes de restriction. Ces derniers sont utilisés comme des ciseaux biologiques ayant une spécificité de reconnaissance d'une séquence nucléotidique de l'ADN. Les fragments, qui en résultent, sont appelés fragments de restriction. Ils sont de tailles différentes et plus facilement utilisables que ce soit pour l'analyse de la variabilité génétique que pour la construction d'ADN recombiné.

- **Hybridation moléculaires** - La molécule d'ADN est constituée de deux brins de nucléotides enroulés en hélice. Cet appariement est dû à la présence de liaisons covalentes entre les bases d'ADN (A, T, G et C). Les liaisons entre les bases peuvent casser sous l'action de la température et/ou d'agents chimiques (dénaturation) et contraindre l'ADN à passer de l'état double brin à l'état simple brin. Inversement, l'ADN simple brin peut être renaturé pour former un double brin stable. La dénaturation et la renaturation des brins d'ADN peuvent alors être mises à profit pour identifier et cibler des séquences nucléotidiques d'intérêts. Ainsi, si nous utilisons une sonde nucléotidique (petit fragment d'ADN simple brin d'une vingtaine de nucléotide) marquée à la biotine ou à l'aide au ^{32}P, on peut identifier dans un génome complexe de plus de 3 Gb des gènes et/ou séquences cibles grâce à une méthode appelée l'hybridation moléculaire, Figure II-7.

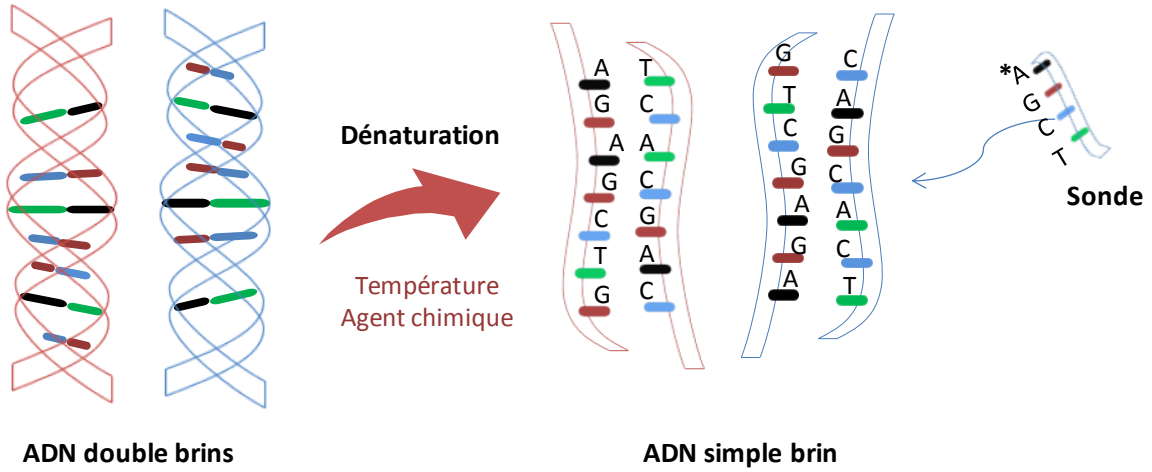

Figure II-7 : Principe de l'hybridation moléculaire

- **Amplification de fragments d'ADN : PCR** - A partir de quelques pico grammes d'ADN, la technique PCR (Polymerase Chain Reaction) permet d'obtenir un grand nombre de copies d'un fragment donné, Figure II-8. Elle repose principalement sur la méthode d'amplification de l'ADN, similaire à sa réplication naturelle, en sachant qu' ici, pour particularité, cette réplication est réalisée *in vitro,* avec, non pas sur un cycle de réplication, mais x cycles successifs. Chaque cycle de réplication/amplification est constitué de trois phases (dénaturation, hybridation et élongation). La première phase

BY-NC-ND

consiste à dénaturer l'ADN par élévation de la température dans le but de désapparier les brins. Cette action est suivie d'une phase d'hybridation où un couple d'amorces spécifiques et complémentaires s'hybride sur la séquence que l'on souhaite amplifier. Il s'agit toujours d'un couple d'amorces qui encadre le fragment à répliquer. La dernière phase du cycle est une phase d'élongation des amorces par une ADN-polymèrase capable d'ajouter des nucléotides complémentaires de la matrice à amplifier (dNTP ; deoxynucléotide triphosphate N=A,C,T,G). Elle reconstitue une copie du fragment initial. Des cycles successifs de PCR permettent une amplification exponentielle de L'ADN.

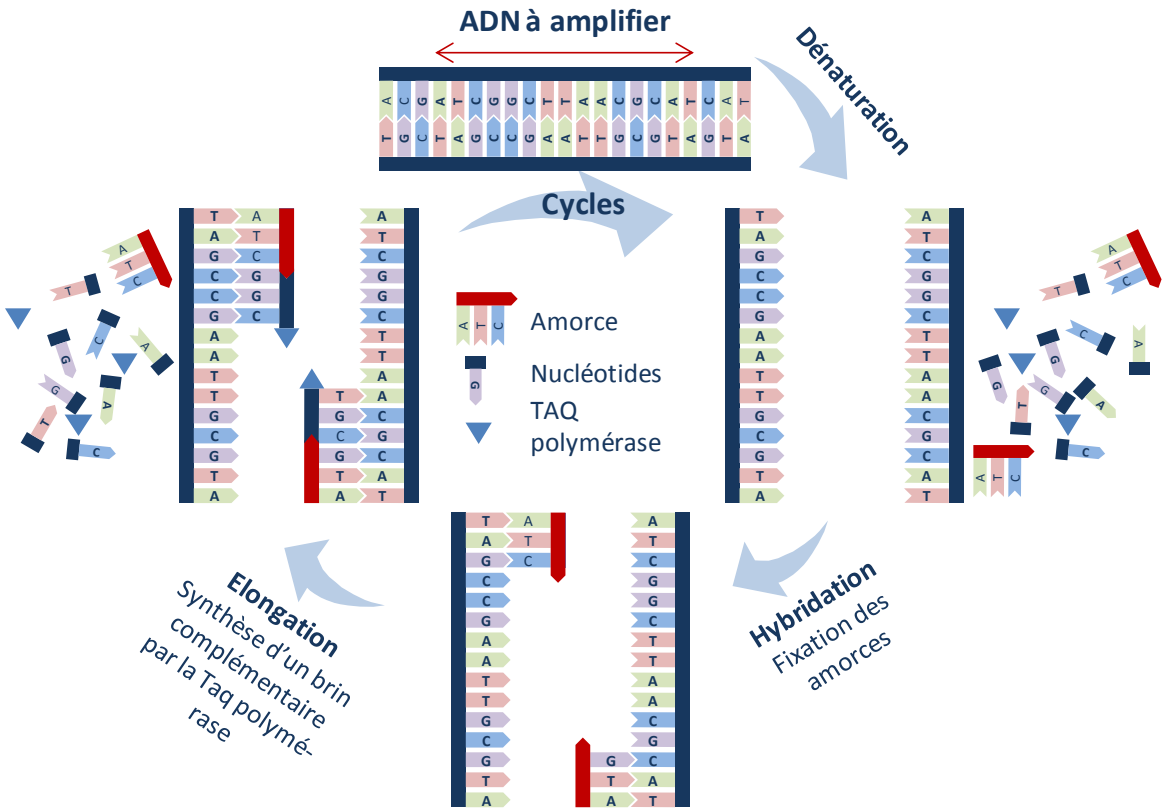

Figure II-8 : Principe de l'amplification PCR

- **Visualisation de fragments d'ADN** - Les fragments d'ADN, obtenus soit après amplification soit après digestion enzymatique, peuvent être séparés sur un gel d'électrophorèse. Les fragments d'ADN chargés négativement sont séparés sous l'effet d'un champ électrique dans un gel de porosité définie par la concentration d'un polysaccharide : l'agarose. La célérité des séquences nucléotidiques étant dépendantes de leur taille, les fragments les plus petits vont migrer plus vite et donc plus loin dans le gel alors que les gros fragments, de par leur taille et leur conformation tridimensionnelle, vont migrer très lentement permettant ainsi de produire un profil de migration pour chaque amplifiat ou chaque fragment de restriction. Pour visualiser l'ADN, des fluorophores, telles que le bromure d'éthidium,

BY-NC-ND

sont capables de s'intercaler entre le double de brin d'ADN et de produire une lumière orange/rouge à 605 nm après excitation à 285 nm. Les tailles des fragments d'ADN sont ensuite estimées par comparaison des distances de migration avec un standard de taille moléculaire, Figure II-9. Il est également possible de repérer une séquence d'ADN, parmi d'autres, en utilisant une technique d'hybridation moléculaire dite du Southern Blot mise au point par (Southern 1975), Figure II-10. Cette dernière consiste à transférer les fragments nucléotidiques résultants de la digestion enzymatique par capillarité sur un papier de nitrocellulose, et ce, après les avoir préalablement séparés par électrophorèse et dénaturés. La présence d'une séquence particulière est mise en évidence en incubant le papier dans une solution contenant une sonde marquée chimiquement ou radioactivement de la séquence recherchée. La sonde s'hybride avec la séquence sur le filtre. Cette hybridation est ensuite révélée par autoradiographie ou réaction enzymatique selon la sonde employée.

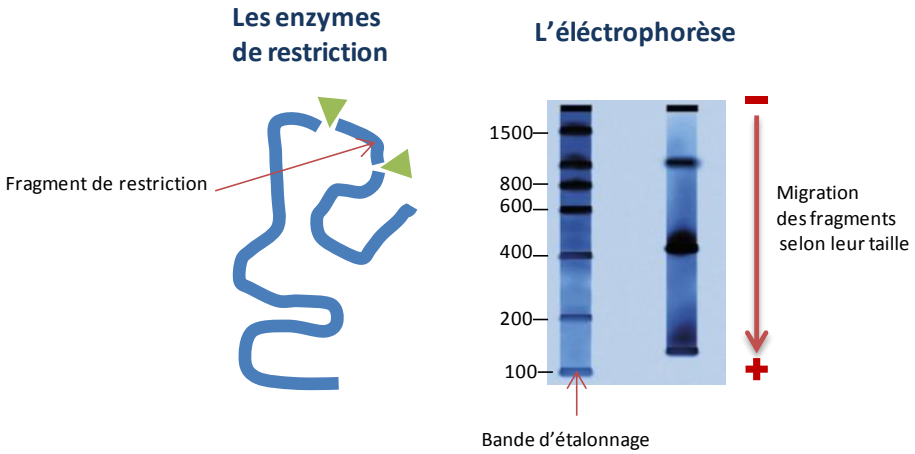

Figure II-9 : Principe de l'électrophorèse

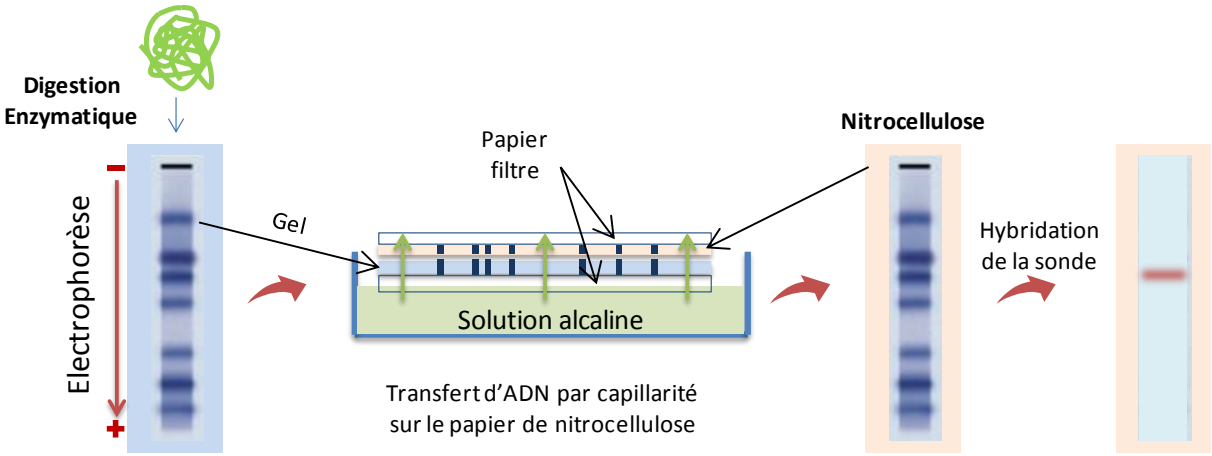

Figure II-10 : Technique Southern Blot

BY-NC-ND

II.3.2. Le séquençage

La connaissance de la séquence d'ADN, c'est-à-dire la succession des nucléotides (adénine (A), guanine (G), cytosine (C) et la thymine (T)), a révolutionné la biologie moléculaire, et ce, depuis seulement une vingtaine d'années après l'établissement de la structure de l'ADN. Ainsi, le séquençage a beaucoup évolué et il est désormais automatisé. Il repose principalement sur la présence de l'ADN à séquencer, d'une amorce de dNTP et d'ADN polymérase (Enzyme qui a pour rôle de synthétiser un brin d'ADN selon le principe des brins complémentaires). Le milieu réactionnel contient également des didésoxynucléotides en petite quantité (ddNTP). Ce sont ces derniers qui bloquent l'élongation et permettent de produire de proche en proche une séquence nucléotidique. Etant donné le nombre de réactions ayant lieu dans le tube d'essai, il existe statistiquement des chaines de toutes les tailles. Des chaines commencent au même endroit (déterminé par l'amorce). Elles sont ensuite séparées par électrophorèse selon leurs tailles (gel et plus classiquement électrophorèse capillaire). Il suffit de lire la succession des couleurs pour connaitre la séquence d'ADN. La méthode décrite ici est dite la méthode de Sanger (Sanger et al. 1977).

Aujourd'hui, le séquençage est réalisé par d'autres méthodes et forme les techniques de séquençage de nouvelle génération (NGS). Depuis, des méthodes de séquençage plus rapides et moins couteuses ont été mises en place, comme le pyroséquençage où les dNTP fluorescents sont ajoutés l'un après l'autre libérant un pyrophosphate (Ahmadian *et al.* 2006). Plus récemment encore, des séquenceurs de seconde et troisième génération ont été développés (NGS ; new generation sequencing). Ces techniques sont capables de séquencer non pas 800 à 1000 nucléotides par « run » mais plusieurs milliards de nucléotides à la fois. Si la seconde génération de séquenceurs est actuellement en fonction dans de nombreux laboratoires (séquences courtes amplifiées), la 3ème génération, qui s'affranchit de la phase d'amplification des séquences nucléotidiques à séquencer tout en permettant le séquençage de long fragment d'ADN, n'est pas encore totalement au point. Ces techniques peuvent être utilisées soit pour faire du typage moléculaire sur un grand nombre d'individu simultanément, soit pour faire de la génomique fonctionnelle (associer une fonction biologique à une expression différenciée des gènes) et/ou de la métagénomique (analyser simultanément l'ensemble des populations microbiennes présentes dans un écosystème par exemple).

II.3.3. Techniques de génotypages par marqueurs moléculaires

Les techniques permettant d'identifier les polymorphismes de séquence de l'ADN sont diverses. Elles peuvent être subdivisées en deux catégories, à savoir, les techniques basées sur l'hybridation (absence de PCR) et les techniques basées sur la PCR. La diversité de ces méthodes est telle qu'il est impossible d'en faire un inventaire exhaustif. Nous nous limiterons donc à détailler quelques techniques choisies pour mettre en évidence les principales tendances de l'évolution de ces méthodes.

BY-NC-ND

II.3.3.1. Les techniques basées sur l'hybridation

Dans cette catégorie, on retrouve la technique de polymorphisme de longueur de fragments de restriction (RFLP Restriction Fragment Lenght Polymorphisme) qui, selon la Figure II-11, consiste à visualiser la variabilité entre les individus sur la base d'une différence de longueur de certains fragments de restriction. L'ADN est coupé en fragments par une enzyme de restriction, puis séparé par électrophorèse sur gel d'agarose. La détection du polymorphisme peut se faire soit après addition de EtBr à 285 nm, soit après hybridation des fragments d'intérêt suivant la technique du Southern Blot (Figure II-11).

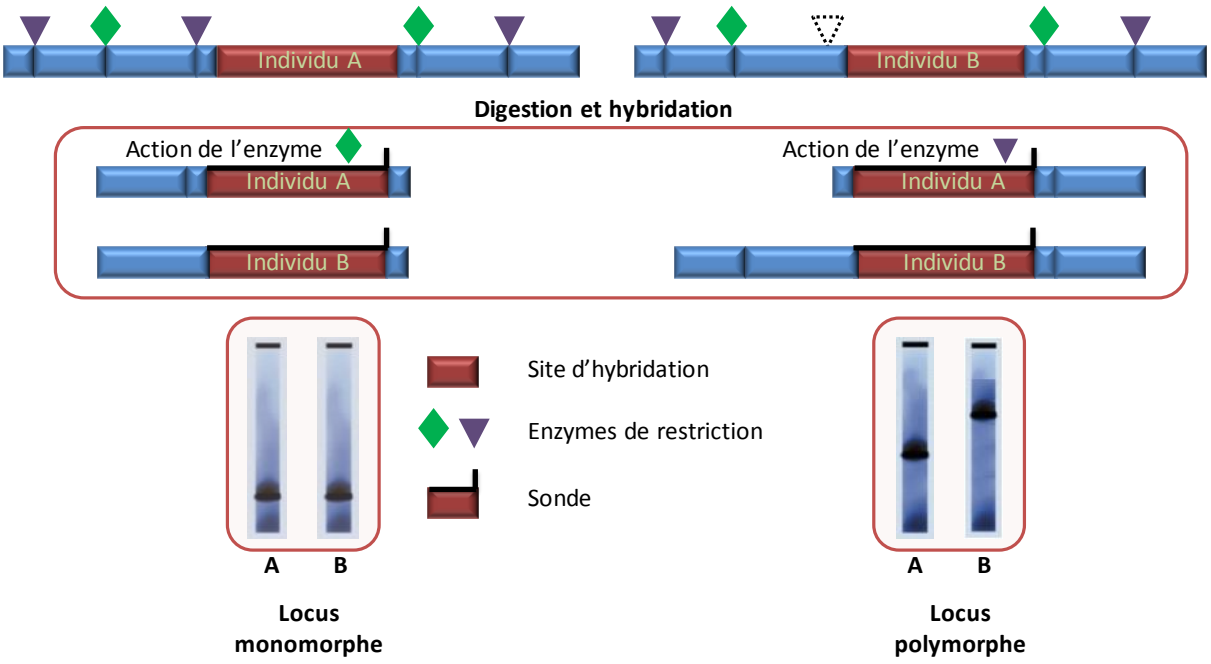

Figure II-11 : Principe des marqueurs RFLP

L'ADN des deux individus est digéré séparément par un set d'enzymes de restriction puis hybridés contre une sonde spécifique. Le couple enzyme/sonde constitue le marqueur. Pour l'exemple donné en Figure II-11 (schéma de droite), l'action de l'enzyme (triangle) révèle deux fragments de tailles différentes permettant d'identifier un locus polymorphe, contrairement à l'autre enzyme (losange) où aucun polymorphisme n'est mis en évidence. Cependant, cette technique est peu utilisée car couteuse en temps et nécessite une grande quantité d'ADN de qualité. C'est principalement pour cette raison que les techniques basées sur la PCR sont plus largement développées.

II.3.3.2. Les techniques basées sur la PCR

Les techniques basées sur la PCR peuvent être subdivisées en deux catégories : les techniques basées sur amplification de séquences non-spécifiques et celles basées sur amplification de séquences spécifiques cibles.

BY-NC-ND

Parmi ces marqueurs, on retrouve la technique de d'amplification aléatoire d'ADN polymorphe **(RAPD-Random amplified polymorphic DNA)**, Figure II-12. En utilisant un couple d'amorces ayant une séquence nucléotidique arbitraire et courte (une dizaine de nucléotides), on procède à une amplification PCR dans des conditions de stringence d'hybridation faible. En entend ici par stringence, les conditions physiques d'hybridation imposées au cours de chaque cycle de PCR. De par sa composition ($\Sigma AT+\Sigma CG$ qui définit la température de fusion (Tm) d'une amorce), une amorce peut se lier de façon plus ou moins forte avec sa cible. Lorsque l'hybridation de l'amorce au cours des cycles de PCR se fait bien en dessous du Tm des amorces, on observe des hybridations partielles de ces dernières sur leur cible. Cette méthode permet alors d'utiliser des couples d'amorces non-spécifiques d'une cible pour une amplification par PCR. Les amorces s'hybrident de manière aléatoire sur le génome. Si les amorces s'hybrident sur des séquences nucléotidiques complémentaires proches les unes des autres sur chacun des 2 brins, alors l'amplification aura lieu (individu A). En revanche, deux sites éloignés limitent l'amplification (individu B). Le polymorphisme du site d'hybridation apparait suite à une électrophorèse des fragments amplifiés (présence d'une bande sur le gel pour l'individu A et absence de la même bande chez l'individu B). L'amplifiant constitue donc le marqueur.

La technique des marqueurs RAPD offre l'avantage d'être rapide et de simple technicité car elle nécessite ni digestion enzymatique ni de connaissances préalables du génome. Cependant, elle est peu reproductible à cause des faibles températures d'hybridation des amorces sur l'ADN génomique. En conséquence, la qualité de l'ADN, les conditions de PCR sont autant de paramètres susceptibles d'affecter la qualité de l'analyse. Pour pallier ces problèmes, une évolution de cette technologie a été mise au point: le polymorphisme de longueur des fragments amplifiés **(AFLP-Amplified Fragment Lenght Polymorphism)** a été développé (Vos et al. 1995), Figure II-13.

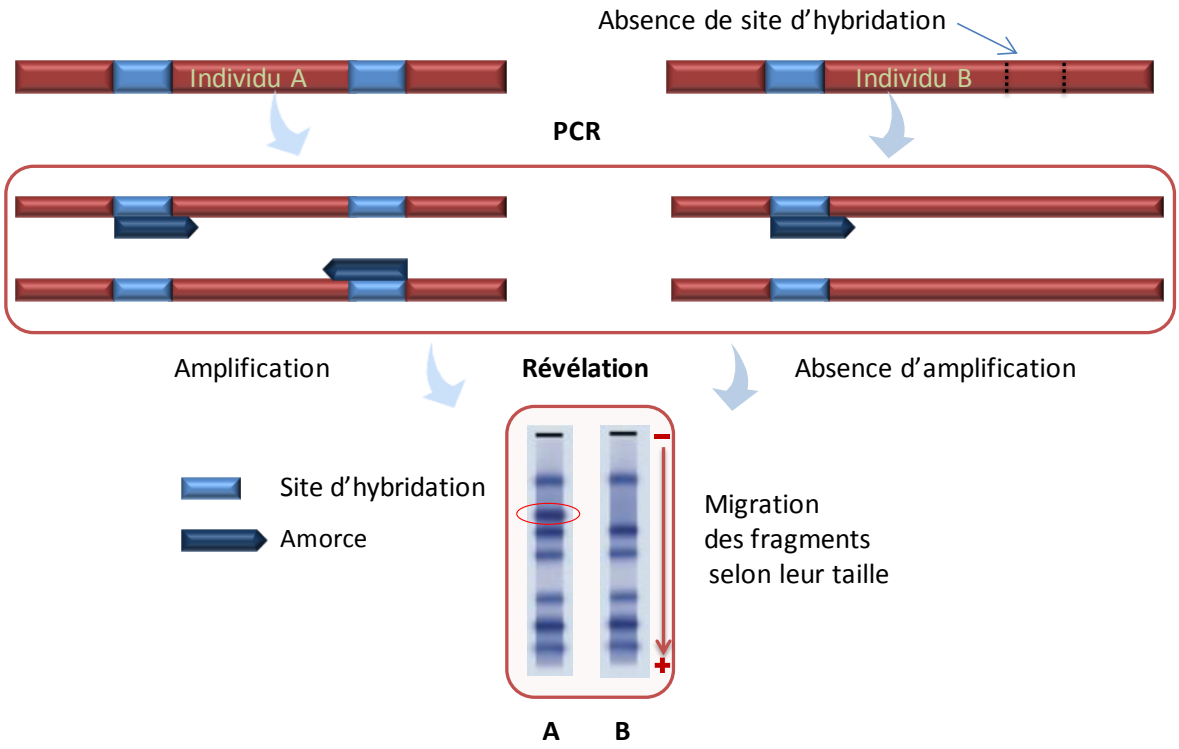

Figure II-12 : Principe des marqueurs RAPD

BY-NC-ND

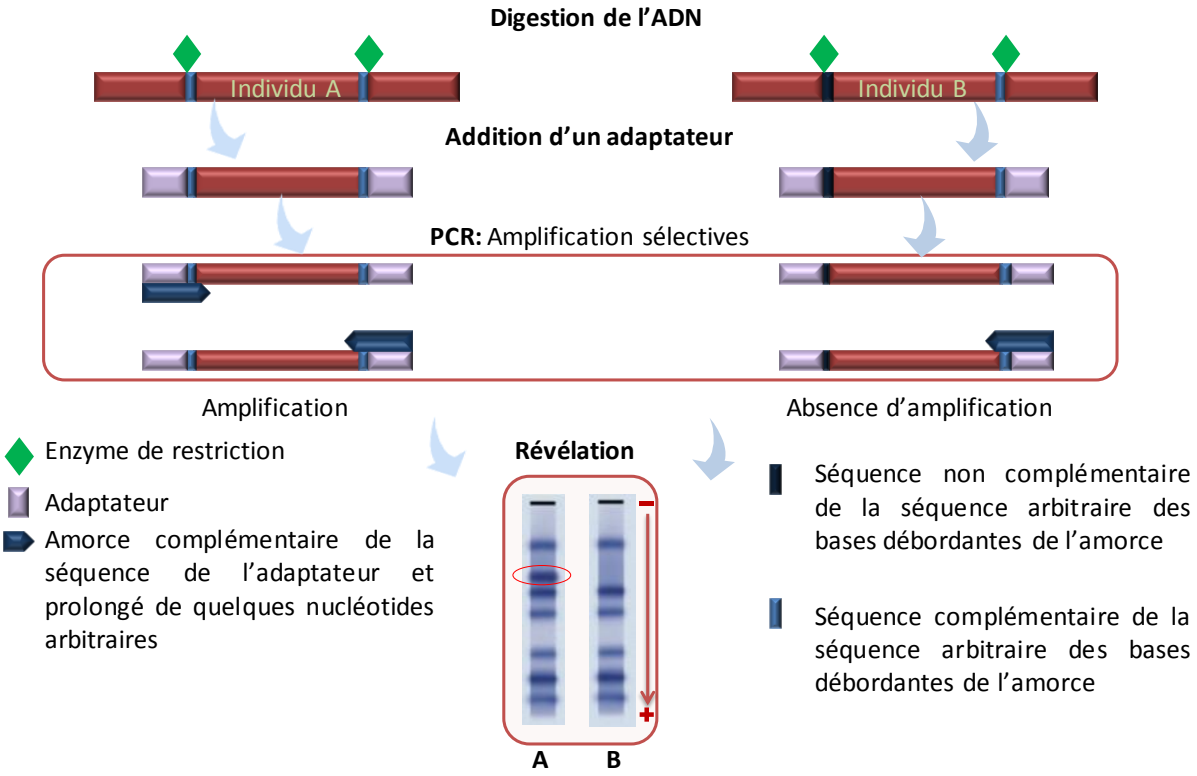

Figure II-13 : Principe des marqueurs AFLP

En plus d'être fiable, elle cumule les avantages de la RAPD. La technique consiste en une amplification sélective des fragments par PCR. En effet, après une digestion enzymatique, deux adaptateurs sont ligaturés aux extrémités des fragments de restriction. Ils sont ensuite amplifiés en utilisant des amorces dont la séquence nucléotidique est complémentaire à celle des adaptateurs prolongés de quelques nucléotides arbitraires dits bases débordantes. Ces dernières permettent de réduire le nombre de fragments amplifiés car seuls les fragments avec des bases complémentaires à celles des bases arbitraires sont amplifiés. L'analyse du polymorphisme se fait ensuite par électrophorèse. C'est le couple enzyme/amorce qui constitue le marqueur AFLP permettant de détecter le polymorphisme du locus et d'hybridation d'une amorce de séquence arbitraire.

II.3.3.3. Amplification de séquence cible

Toujours dans le cadre des avancées de la biologie moléculaire, de grandes quantités de séquences d'ADN de génomes de différents végétaux sont générées. Ainsi, des techniques de marqueurs moléculaires, basées sur des séquences spécifiques, ont été développées. Parmi ces techniques, on retrouve les marqueurs microsatellites Figure II-14.

BY-NC-ND

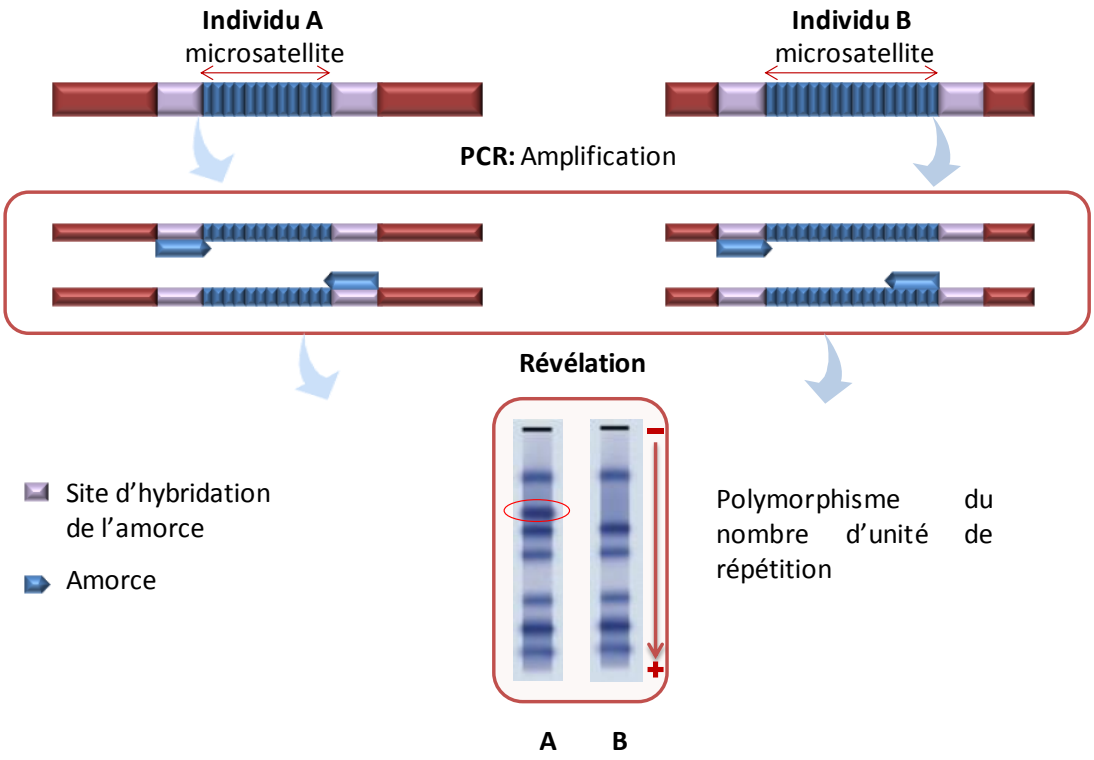

Figure II-14 : Principe des marqueurs microsatellites

Ce sont des séquences formées d'unités répétées de 1 à 6 nucléotides qui sont retrouvées à des fréquences élevées dans tous les génomes. Plusieurs noms leur ont été attribués (SSR-Simple Sequence repeats ; STR- Short Tandem Repeats ; VNTR- Variable Number Tandem Repeats). Le nombre de répétition de la séquence varie en général de quelques unités à plusieurs dizaines. Les microsatellites sont encadrés par des séquences dites flanquantes très conservées entre individus d'une même espèce, contrairement aux microsatellites qui présentent un polymorphisme important, de par des mécanismes de délétion ou d'insertion nucléotides au cours des divisions mitotiques successives (Schlötterer & Tautz 1992). Révéler le polymorphisme des microsatellites consiste tout simplement à réaliser une amplification PCR en utilisant une paire d'amorces complémentaires aux séquences flanquantes des régions microsatellitaires. La différence de longueur de ces séquences entre individus est ensuite révélée par électrophorèse. La technique est de simple utilisation car elle consiste en une simple PCR. En revanche, elle nécessite une connaissance préalable des séquences flanquantes. Une cinquantaine de marqueurs microsatellites ont été identifiés chez le Douglas (Amarasinghe & Carlson 2002). L'utilisation de 15 microsatellites a été reconnue comme un outil fiable pour le génotypage du Douglas (Slavov et al. 2004).

Plus récemment, un nouveau groupe de marqueurs a été caractérisé : polymorphisme d'un seul nucléotide (SNP-Single Nucleotide polymophism). Le terme SNP désigne un changement de nucléotides à une position du génome donnée. Généralement, la technique met en jeu deux mécanismes moléculaires, à commencer par une hybridation d'une sonde complémentaire sur la séquence d'ADN contenant le SNP, suivi par une élongation qui consiste à ajouter des oligonucléotides à l'extrémité des amorces en libérant les fluorochromes fixés sur les sondes. Le polymorphisme est révélé par quantification de la

BY-NC-ND

fluorescence chez chaque individu. Les techniques basées sur les marqueurs SNP conviennent à l'automatisation et sont rapides à mettre en œuvre pour de nombreuses applications (Agarwal et al. 2008). Chez le Douglas, près de 200 000 marqueurs ont pu être identifiés.

II.4. Analyse des quatre génotypes mis à l'étude

Cette partie a pour objectif de caractériser génétiquement les Douglas étudiés dans le cadre de ce travail. Les procédures mises en pratique sont celles décrites ci-dessus. Issus de populations clonales sélectionnées, les Douglas étudiés sont, dans un premier temps, génotypés afin de confirmer le génotype des arbres et de vérifier que le patrimoine génétique est bel et bien identique entre arbres d'une même population et différent entre arbres de populations clonales distinctes.

II.4.1. Matériel végétal

En France, le programme de sélection a débuté dans les années 50, commençant par l'évaluation des graines provenant de l'air naturelle et testées dans différents environnements. Au fil du temps, le programme a mis en évidence quelques provenances jugées plus intéressantes que d'autres. C'est le cas des graines qui provenaient, à l'origine, de l'ouest de l'état de Washington ou encore du nord-ouest de l'Oregon à basse altitude. Sur la base des tests de provenance et descendances, des centaines de clones ont été présélectionnés. Ce travail a permis la plantation des 8 vergers à graines français et fait encore l'objet d'évaluations dans de nombreux sites disséminés en France (Bastien et al. 2013). Le Douglas, dont fait l'objet de ce travail, en est un exemple. Il provient en effet de la multiplication par bouturage de certains de ces clones.

Les douglas proviennent ainsi d'une parcelle située en Corrèze (19) et, plus exactement, de la commune de Gimel les cascades. Elle appartient à Lionel Say (Directeur général de la Coopérative Forestière Bourgogne Limousin) et elle est gérée par l'institut technologique FCBA. La parcelle a été plantée en 1994. Elle comporte des jeunes plants issus de populations sélectionnées sur des caractères phénotypiques d'intérêt pour les sylviculteurs. Les critères retenus sont la performance de croissance, le débourrement, la rectitude du tronc et l'angle de branchaison. Elle est organisée en blocs constitués, pour chacun, d'arbres appartenant à la même population clonale. Du fait de leur abondance dans chaque bloc, quatre génotypes ont été sélectionnés.

II.4.2. Extraction de l'ADN

Des aiguilles ont été prélevées sur différents arbres, appartenant à la même population, pour procéder à la vérification de leur patrimoine génétique. Après les avoir broyées dans de l'azote liquide, l'ADN est ensuite extrait à partir de ces prélèvements. Pour ce faire, il existe

BY-NC-ND

beaucoup de kits d'extraction et de purification de l'ADN dans le commerce. Pour des raisons d'efficacité, le kit « DNAeasy plant mini kit – Quiagen » a été employé. L'ensemble de procédures décrites ci-dessous ont été réalisées au laboratoire LCSN de l'Université de Limoges.

A partir des aiguilles prélevées sur site, le génotypage a été réalisé par B. Le Guerroué (CGAF-Conservatoire Génétique des Arbre Forestiers, Office national des Forêts, Centre INRA). Le génotypage est réalisé à partir de 11 séquences microsatellites nucléaires identifiées chez le Douglas et décrites comme étant des outils fiables pour l'identification des génotypes (Slavov et al. 2004), Tableau II-2.

Tableau II-2 : Présentation des motifs des microsatellites et les amorces pour l'amplification

Locus	Amorce sens	Amorce anti-sens	Motif
1F9	CCTCATGCATTGGACACTC	GGATTCTTGAGCAGGTAGG	$(AG)_{34}$
2C2	TAAATCCGCAGCTCATAGAATC	GGGTGGTGGCTAGGGAAAC	$(AC)_{32}...(CT)_{4}$
2C3	AAAGACAACATTATGAAAGG	GTAATGGTTCGAAAAATAATG	$(TC)_{24}(AC)_{18}$
2D4	TTATTGCACATGAGTATTATGA	CAGATGTTGTTTTTTATACCAC	$(AT)_{4}..(TG)_{18}(AG)_{26}$
2G12	CAAGGACTCATATGGGAAA	AACATCAGTAATAACCTTTT	$(AC)_{11}...(AC)_{19}…(GCAC)_{5}.$ $(GCAC)_{4}(AC)_{7}...(AC)_{6}$
3B2	CTTTGGAGTTCTTAATATAG	GATAATAGCACCCCACCATA	$(TG)_{22}(CG)_{7}$
3D5	GGCATCCTATTTTTCATTTT	GTGATTACCTAACTTGTGC	$(TG)_{16}(AG)_{26}$
3F1	GACTAGATCATCGCAACTT	GGTATTCTTATGGTTTTTAT	$(TG)_{6}...(TG)_{7}(AG)_{27}...(AC)_{4}$
3G9	ATTCCTTTTGAGACCTACTT	CTTCAAAAATTCCTACAACA	$(TG)_{12}(AG)_{28}$
4A7	TTGTAAAAATTCCCATGTAT	AAGTGGGGGAGTGTGTAAT	$(TG)_{5}...(TG)_{5}...(CG)_{7}(TG)_{4}...(TG)_{29}...(ATC)_{5}$
4G2	ATTTTTTGTATTGTGCTTG	TGGATATATTTGCATTTTAC	$(AT)_{6}...(AG)_{29}$

Les onze marqueurs microsatellites nucléaires sont regroupés en trois kits multiplexes développés par B. Le Guerroué, Tableau II-3. Le protocole d'amplification des microsatellites nucléaires par PCR se résume en une dénaturation durant 15 minutes à une température de 95°C. Cette dénaturation est suivie de cycles thermiques répétitifs constitués de 30 secondes à 94°C, 60 secondes à 56°C pour l'hybridation des amorces et une élongation durant 45 secondes à 72°C. Enfin, une dernière élongation est réalisée à 60°C pendant 10 minutes. Pour faciliter la lecture des résultats et confirmer la reproductibilité du processus, des témoins ont été placés dans chaque plaque PCR. La migration a été effectuée avec un séquenceur automatique (ABI3500 - Applied Biosystem, USA). La lecture des données

BY-NC-ND

obtenues est effectuée via le logiciel de cartographie (GeneMapper V4.1 – Applied Biosystem, USA).

Tableau II-3 : Volume (*) des composants nécessaires à l'amplification

	Dmix1				Dmix2			Dmix3			
Marqueurs	2C3	2G12	3B2	3D5	3F1	3G9	4A7	1F9	2C2	4G2	2D4
Tampon Quiagen	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Amorce sens	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.15	0.5	0.09	0.08	0.55	0.25
Amorce anti-sens	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.15	0.5	0.09	0.08	0.55	0.25
Eau	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.1	1.4	2.22	2.24	1.3	1.9
ADN	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6

(*) Volumes exprimés en µl

II.4.3. Résultats et discussions

Après amplification des microsatellites nucléaires, la taille d'amplicon, obtenue pour chaque locus et pour chacun des arbres des quatre populations clonales, est présentée dans le Tableau II-4. Pour plus de lisibilité, notons que les arbres, appartenant aux mêmes populations clonales, sont de la même couleur. Les arbres sont notés avec une lettre correspondant à la période du prélèvement et un chiffre correspondant à la population clonale.

A correspond à un prélèvement automnal, H hivernal, P printanier et E estival. Les populations clonales sont numérotées de 1 à 4. Les résultats des amplifications, présentés dans le Tableau II-4, affichent clairement quatre génotypes distincts. En effet, pour la majorité des locus, les tailles des amplicons sont identiques pour les arbres faisant partie de la même population clonale et différentes entre les arbres de populations clonales différentes. Pour certains locus, les tailles d'amplicon sont identiques entre arbres appartenant à des populations clonales différentes. En revanche, les tailles relevées chez les seconds allèles se diffèrent pour les génotypes en question. Toutefois, pour le génotype 3, la taille de l'amplicon, pour un allèle au locus 3F1 (marqueur jaune), présente une différence de 2 pb par rapport aux autres arbres du même génotype. Afin d'éliminer une potentielle erreur de réplication, lors de l'amplification des microsatellites, d'autres prélèvements ont été effectués sur des arbres appartenant au même génotype mais provenant d'une autre parcelle située à Saint-Gence en Haute-Vienne. Le génotypage des nouveaux prélèvements a été réalisé à partir des mêmes séquences microsatellites que pour ceux provenant du site du Gimel-Les-Cascades. Les tailles des amplicons, obtenues pour chaque locus, sont présentées pour 9 arbres dans le Tableau II-5.

BY-NC-ND

Tableau II-4 : Taille des amplicons (pb) obtenue pour les locus de Slavov

Locu	2G12		3B2		3D5		2C3		3F1		3G9		4A7		1F9		2C2		2D4		4G2	
Allèle	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2
A1	264	268	149	149	136	140	170	195	213	215	139	139	311	354	246	248	150	165	136	153	155	155
H2	264	268	149	149	136	140	170	195	213	215	139	139	311	354	246	248	150	165	136	153	155	155
P1	264	268	149	149	136	140	170	195	213	215	139	139	311	354	246	248	150	165	136	153	155	155
E1	264	268	149	149	136	140	170	195	213	215	139	139	311	354	246	248	150	165	136	153	155	155
A2	260	284	144	144	136	150	183	183	213	213	171	171	216	294	225	229	152	198	152	156	159	161
H2	260	284	144	144	136	150	183	183	213	213	171	171	216	294	225	229	152	198	152	156	159	161
P2	260	284	144	144	136	150	183	183	213	213	171	171	216	294	225	229	152	198	152	156	159	161
E2	260	284	144	144	136	150	183	183	213	213	171	171	216	294	225	229	152	198	152	156	159	161
A3	260	262	114	114	126	150	173	201	203	236	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
H3	260	262	114	114	126	150	173	201	203	234	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
P3	260	262	114	114	126	150	173	201	203	234	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
E3	260	262	114	114	126	150	173	201	203	234	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
A4	251	256	163	163	136	142	177	212	218	226	137	137	230	288	196	227	156	171	150	150	139	151
H4	251	256	163	163	136	142	177	212	218	226	137	137	230	288	196	227	156	171	150	150	139	151
P4	251	256	163	163	136	142	177	212	218	226	137	137	230	288	196	227	156	171	150	150	139	151
E4	251	256	163	163	136	142	177	212	218	226	137	137	230	288	196	227	156	171	150	150	139	151

BY-NC-ND

Tableau II-5 : Taille des amplicons (pb) obtenue pour les locus de Slavov (site de St-Gence)

Locus	2G12		3B2		3D5		2C3		3F1		3G9		4A7		1F9		2C2		2D4		4G2	
Allèle	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2	All1	All2
1	260	262	144	144	126	150	173	201	203	234	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
2	260	262	144	144	126	150	173	201	203	236	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
3	260	262	144	144	126	150	173	201	203	236	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
4	260	262	144	144	126	150	173	201	203	234	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
5	260	262	144	114	126	150	173	201	203	234	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
6	260	262	144	144	126	150	173	201	203	234	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
7	260	262	144	144	126	150	173	201	203	236	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
8	260	262	144	144	126	150	173	201	203	234	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167
9	260	262	114	114	126	150	173	201	203	234	137	137	241	266	219	240	150	161	125	132	149	167

BY-NC-ND

La taille des amplicons obtenue confirme les précédents constats pour le troisième génotype. Elles sont identiques pour tous les locus analysés. Pour l'allèle du locus 3F1, six arbres sur neuf présentent une taille de 134 pb, et une taille de 136 pb pour les restants. La différence de taille correspond à la suppression ou l'ajout d'un dinucléotide dans la séquence microsatellite. Suites à tous ces résultats, nous observons bel et bien quatre génotypes différents.

II.5. Conclusion

Le Douglas, qui fait l'objet de ce travail, provient de la multiplication par bouturage de certains clones jugés intéressants vis-à-vis des sylviculteurs. La parcelle se situe en Corrèze (19), plantée en 1994 et est gérée jusqu'à aujourd'hui par l'institut technologique FCBA. Quelques échantillons ont donc été prélevés sur les arbres abattus dans le cadre de l'étude et analysés par la suite pour la vérification du patrimoine génétique.

Après extraction de l'ADN et grâce aux marqueurs microsatellites identifiées chez le Douglas, l'analyse de celui-ci a permis de confirmer que les arbres, supposés appartenir à un même génotype, avaient bien le même patrimoine génétique tandis que des différences au niveau de certains locus étaient observées entre arbres de génotype différent. Cette confirmation d'appartenance permet, par ailleurs, d'accéder à la deuxième partie de ce travail, à savoir l'étude d'un éventuel lien entre le patrimoine génétique et une durabilité accrue de l'essence.

En rappelant le lien étroit entre les risques fongiques et l'état hydrique du matériau tout en étant conscient de l'étendue de sa variabilité, la suite de ce travail repose sur une optimisation de l'ensemble du protocole expérimental basée sur des contraintes relevées lors d'expériences similaires, présentées dans la littérature scientifique. L'objectif de l'étude vise, d'une part, une caractérisation du comportement hygroscopique des différents génotypes étudiés et, d'autre part, à classer et sélectionner les génotypes présentant des critères de durabilité accrue.

BY-NC-ND

Chapitre III. L'hygroscopie du bois

Le bois est un matériau hygroscopique du fait qu'il possède la capacité d'adsorber des molécules d'eau présente dans l'air ambiant puis de les restituer lorsque l'air devient plus sec. La proportion d'eau dans le bois dépend de sa structure et de l'environnement dans lequel il évolue.

III.1. L'eau dans le bois

L'arbre sur pied ou fraichement abattu contient une grande quantité d'eau au-delà de ce que peut fixer la matière ligneuse. Cette eau se présente sous différentes formes, voir Figure III-1:

- L'eau libre ou capillaire remplit les vides cellulaires. Elle est soumise aux forces capillaires et de gravité, responsables également du transport de la sève brute et élaborée. Dès l'abattage, une grande quantité d'eau libre s'évacue par gravité.
- L'eau liée ou hygroscopique est adsorbée au niveau des parois cellulaires (propriétés hydrophiles des macromolécules de cellulose) par des liaisons hydrogènes (liaisons de type Van der Waals). Les propriétés mécaniques sont particulièrement influencées par cette quantité d'eau liée. De plus, la désorption ou l'adsorption entraine respectivement le phénomène de retrait ou de gonflement (Perré 1994). Le transport de l'eau liée s'effectue par diffusion et nécessite un échange énergétique (chaleur latente d'adsorption et de vaporisation).
- La vapeur d'eau se loge dans les cavités cellulaires et dans les micropores quand ils ne sont pas saturés en eau liée. Il s'agit également de l'eau de constitution qui entre dans la composition chimique des molécules du squelette du matériau. Elle fait partie intégrante des fibres et ne peut être extraite sans dégrader les cellules.

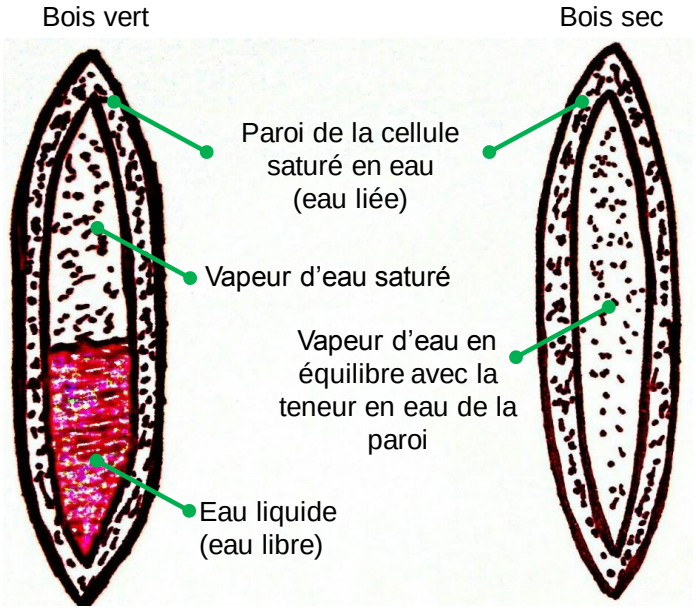

Figure III-1 Modes de stockage de l'eau contenue dans les fibres du bois

BY-NC-ND

Nombreux sont les passages qui permettent à l'eau de circuler dans le matériau bois. Nous citerons, en particulier, les cavités dans les cellules ainsi que les ponctuations dans leurs parois, Figure III-2. Ces dernières assurent un transport dans le sens longitudinal et transversal de cellule en cellule.

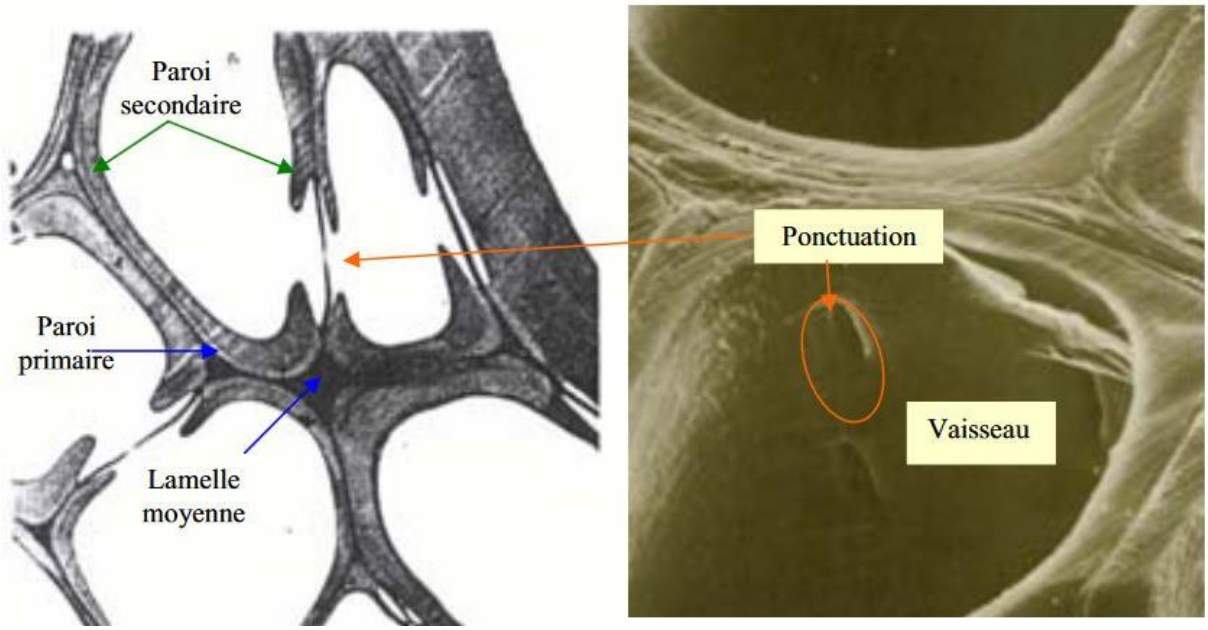

Figure III-2 Communication entre deux cellules (NGUYEN 2014)

Plusieurs potentiels thermodynamiques sont à l'origine du transport de l'eau. L'eau libre migre suivant un gradient de pression capillaire. L'eau, sous phase vapeur ou adsorbée, se déplace par diffusion fickienne sous l'influence d'un gradient hydrique. On parle alors de diffusion hydrique. Ce transport d'eau s'effectue aisément dans la direction longitudinale grâce à l'orientation privilégiée des cellules et aux lumens ainsi que dans la direction radiale due à la présence des rayons ligneux. De plus, les ponctuations permettent la communication entre les vaisseaux, fibres et rayons ligneux.

III.1.1. Point de saturation des fibres

Le point de saturation des fibres correspond à la valeur limite d'humidité pour laquelle, d'une part, le lumen est vidé de l'eau libre et, d'autre part, les parois cellulaires sont saturées d'eau liée. En dessous de ce point de saturation des fibres, le comportement mécanique du bois dépend fortement de son état hydrique. De plus, toute variation d'humidité entraine des déformations de retrait-gonflement. On est dans le domaine hygroscopique, état caractéristique du bois, dans la construction.

Ce point de saturation des fibres est un des paramètres clé dans cette étude car il définit la capacité qu'a le matériau à stocker l'eau liée. Il dépend de plusieurs paramètres tels que la température ou la masse volumique. Sa valeur varie de 20% à 40% selon les essences. Comme il a été vu dans le premier chapitre, plus le PSF est bas, plus les conditions sont défavorables pour les agents biologiques.

BY-NC-ND

III.1.2. Etat hydrique du bois

L'état hydrique du matériau est caractérisé par sa teneur en eau w. Pour un volume donné, elle est définie comme étant le rapport de la masse d'eau m_{eau} qu'il contient et sa masse anhydre $m_{sèche}$. Cette masse peut être obtenue après un séchage dans une étuve (selon la norme NF EN ISO 483). La teneur en eau peut être définie, à une échelle centimétrique, en évaluant par pesée la masse de l'échantillon m_{totale}. Son expression est alors la suivante :

$$w = \frac{m_{eau}}{m_{sèche}} = \frac{m_{totale} - m_{séche}}{m_{séche}} \qquad \text{III-1}$$

L'humidité du bois peut être déterminée avec diverses méthodes expérimentales parmi lesquelles on peut citer :

- La méthode de la double pesée est l'une des méthodes les plus couramment employées. Elle consiste à calculer une humidité moyenne d'un échantillon en procédant à une pesée à un instant donné et une pesée après séchage complet dans une étuve à 103°C. Le taux d'humidité est alors calculé selon l'équation (III-1). C'est une méthode destructive qui ne peut être appliquée que pour des échantillons à l'échelle du laboratoire.
- Les méthodes électriques sont des méthodes non destructives qui permettent une détermination instantanée de l'humidité. La méthode résistive est basée sur la corrélation entre la résistivité du bois et son humidité interne. La méthode capacitive est basée sur la relation entre la teneur en eau du bois et ses propriétés diélectriques du milieu. Ces méthodes peuvent être employées sur des structures en service pour réaliser un travail de monitoring. Cependant, ces méthodes ne permettent pas d'atteindre des humidités en deçà de 10% pour des questions de hautes résistivités et ne permettent pas d'avoir des mesures à cœur (NGUYEN 2014).
- La méthode gamma métrique, qui est une technique non destructive, utilise une source radioactive de rayons gamma pour la détermination de l'humidité du matériau par atténuation différentielle su rayon lorsqu'il croise des molécules d'eau. Elle permet d'obtenir des profils hydriques avec une bonne précision. Cependant, la méthode, pour des raisons de sécurité évidentes, reste une méthode de laboratoire.

III.2. Diffusion hydrique

Par définition, la diffusion hydrique est le mode de transport d'eau au sein d'un matériau sous l'effet d'une force motrice. Le processus de transport est différent selon que l'on étudie l'eau libre gazeuse ou liée. Dans le domaine hygroscopique, seules l'eau liée et la vapeur d'eau sont présentes dans le bois. Le phénomène de diffusion se traduit par une migration de l'eau des zones les plus humides vers les zones les plus sèches sous l'effet d'un gradient de teneur en eau ou de la pression partielle de vapeur d'eau. Ce phénomène a été étudié et

BY-NC-ND

expliqué intensivement par différents auteur tels que (Reyes & Jensen 1985; Zohoun 1998; Time 1998; Mouchot et al. 2000; Manfoumbi Boussougou 2012) pour ne citer qu'eux.

III.2.1. Loi de diffusion

Le processus de diffusion de l'eau liée ou vapeur dans un matériau poreux est décrit par la première loi de Fick. Elle établit le lien entre le flux massique induit et le gradient d'une force motrice responsable de la migration d'eau telle que la teneur en eau, grandeur souvent utilisée quand il s'agit du bois. Du fait du caractère orthotrope du bois, la diffusion, dans les trois directions principales d'orthotropie, est différente. Sous sa forme tridimensionnelle, la première loi de Fick s'écrit comme suit :

$$\vec{J} = -\overline{\overline{\lambda}}\vec{\nabla}w \qquad \text{III-2}$$

$\vec{J}$ désigne le vecteur flux massique, $\overline{\overline{\lambda}}$ le tenseur de diffusion et w la teneur en eau. Pour mettre en évidence l'évolution temporelle du flux hydrique, le processus de diffusion est établi en considérant la conservation de la masse qui stipule que la somme des flux entrant et sortant d'un volume, délimité par une surface fermée, est égale au taux de variation de la quantité de matière présente dans le volume. Dans des conditions isothermes, la loi de Fick s'écrit ainsi :

$$\frac{\partial w}{\partial t} = div(\overline{\overline{D_w}}.\vec{\nabla}w) \qquad \text{III-3}$$

$\overline{\overline{D_w}}$ désigne le tenseur de diffusion hydrique dont les valeurs propres sont D_L, D_R, D_T dans une base orientée par les directions d'orthotropie L, R et T. Cette équation peut être également exprimée en fonction des différentes forces responsables du mouvement d'eau telle que la pression de vapeur d'eau ou la concentration d'humidité. A noter que pour le matériau bois, la teneur en eau est choisie pour des raisons de simplicité de mesure (Droin-Josserand et al. 1988; Agoua et al. 2001; Manfoumbi Boussougou 2012; NGUYEN 2014). Dans une cinétique de diffusion uni axiale, en considérant un échantillon d'épaisseur e, la loi de Fick s'écrit sous la forme, Figure III-3 :

$$\frac{\partial w}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial t}\left(D\frac{\partial w}{\partial t}\right), \qquad 0 < x < e \quad ; \quad t > 0 \qquad \text{III-4}$$

Figure III-3 Diffusion uni axiale

BY-NC-ND

Le processus de diffusion est conditionné par deux phénomènes concurrentiels, à savoir, une résistance interne qui se développe au sein du matériau qui est décrite par le coefficient de diffusion mais également une résistance externe qui se développe au niveau de l'interface entre les premières fibres du matériau et l'air ambiant. En surface, le flux hydrique s'exprime par l'intermédiaire d'un coefficient d'échange convectif hydrique S entre l'humidité de l'air ambiant représentée par le taux d'humidité équivalent w_{eq} (équilibre hydrique entre les premières fibres et l'ambiance) et le matériau, dont les premières fibres sont à l'humidité d'équilibre w_{surf}. Cette expression est la suivante :

$$D\frac{\partial w}{\partial x} = S\left(w_{surf} - w_{eq}\right) \qquad \text{III-5}$$

Si on néglige la résistance de transfert hydrique externe à la surface de l'échantillon, la condition de bord s'exprime comme suit :

$$w_{surf} = w_{eq} \quad , \quad x = 0 \quad ; \quad x = e \quad ; \quad t > 0 \qquad \text{III-6}$$

Dans le cas où on considère un processus de diffusion isotherme et non linéaire, le coefficient de diffusion peut s'exprimer sous forme d'une exponentielle de la teneur en eau (Droin-Josserand et al. 1988), et ce, selon l'expression ci-dessous :

$$D = D_0 \exp\left(k.w\right) \qquad \text{III-7}$$

D_0 désigne le coefficient de diffusion à l'état anhydre. La non linéarité est traduite par la constante k.

On rappelle que la teneur en eau d'équilibre est déduite à partir des isothermes de sorption.

III.2.2. L'équilibre hygroscopique et hystérésis

Dans le domaine hygroscopique, l'équilibre entre l'eau dans le bois et dans l'air environnant se traduit par une isotherme de sorption. Comme indiquée en Figure III-4, cet équilibre se définit comme étant le lien entre l'humidité relative de l'air et l'humidité interne dans un élément de bois en équilibre, et ce, pour une température donnée (Manfoumbi Boussougou 2012; NGUYEN 2014). Toutefois, ce lien reste borné par deux isothermes d'adsorption et de désorption formant une hystérésis.

BY-NC-ND

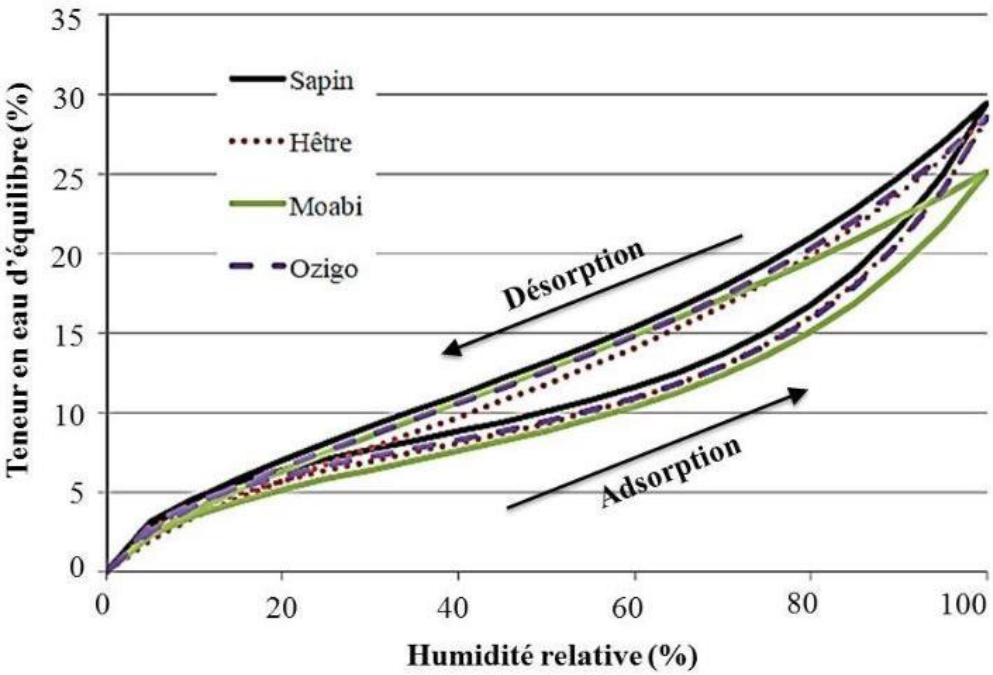

Figure III-4 Isothermes de sorption pour différentes essences (Manfoumbi Boussougou 2012)

La Figure III-5 met en exergue ces isothermes de sorption pour différentes températures.

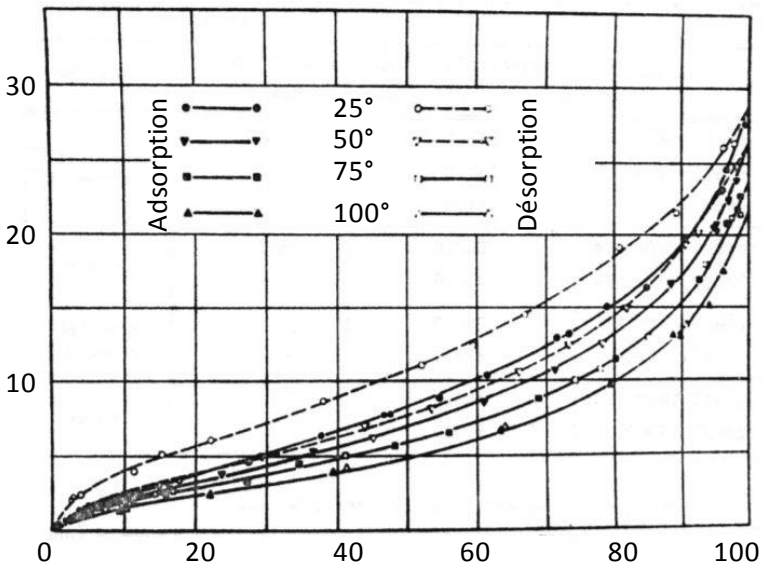

Figure III-5. Effet de la température sur l'équilibre hygroscopique (Weichert 1963) (Almeida 2006)

Plusieurs modèles décrivent l'équilibre de l'eau dans des matériaux hygroscopiques comme le bois. Construits à partir de considérations théoriques ou empiriques, ces modèles permettent de mettre en relation la teneur en eau d'un matériau hygroscopique avec la température et l'humidité relative ambiante. Les isothermes de sorption sont discrétisées en trois zones correspondant à différents modes de fixation de l'eau sur les parois du matériau bois, Figure III-6 :

BY-NC-ND

- La première zone, située aux basses humidités relatives, correspond aux fixations progressives des premières molécules d'eau sur la surface du matériau jusqu'à constituer une monocouche recouvrant toute la surface d'échange.
- La deuxième zone, située aux humidités relatives intermédiaires, débute dès la saturation de la surface d'échange. Elle est caractéristique d'une adsorption multimoléculaire sur d'autres couches déjà fixées ou sur de nouveaux sites avec un épaississement progressif des couches adsorbés. Dans cette zone, l'isotherme est linéaire.
- La troisième zone, située aux fortes humidités relatives *h*, correspond à la fixation des dernières molécules sur les irrégularités de surface. Ainsi le phénomène de condensation capillaire débute (Merakeb et al. 2009).

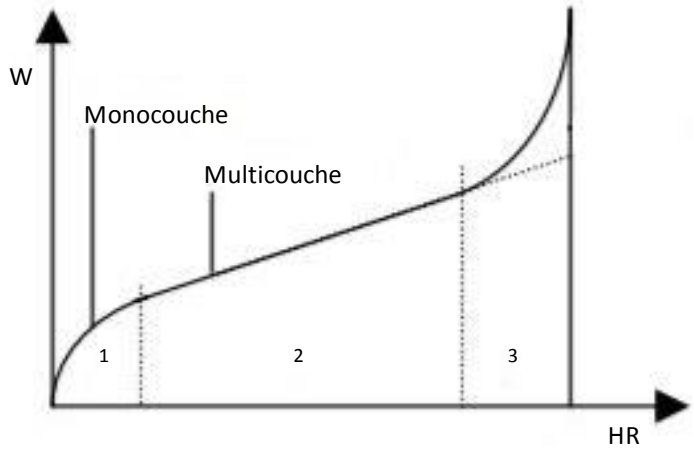

Figure III-6 Différentes zones des isothermes de sorption

III.2.2.1. Modèles mathématiques

Le Tableau III-1 résume quelques modèles mathématiques, rencontrés dans la littérature, qui permettent de traduire les isothermes de sorption (Langmuir 1916; Brunauer et al. 1938; Hailwood & Horrobin 1946; Dent 1977; Van Den Berg 1984).

Tableau III-1. Modèle pour les isothermes de sorption

Auteurs	Modèle	Paramètres	Domaine
Langmuir	$w = w_{12}\frac{c.h}{1+c.h}$ III-8	c, w_{12}	Zone 1
Guggenheim ; Anderson; Boer (G.A.B) Brunauer ;	$w = w_0\frac{c.h}{1-h}\quad\frac{1-(n+1)h^n + n.h^{n+1}}{1+(c-1)h + c.h^{n+1}}$ III-9	c, w_0 n : nombre de couches	Zone 2

BY-NC-ND

Emmet ; Teller (B.E.T)	$\frac{h}{(1-h).w} = \frac{1}{c.w_0} + \frac{c-1}{c.w_0}h$	III-10	c, w_0 $n = 1$ h^2 négligé	Zone 1
Dent	$w = \frac{w_0.h.c.k}{(1-h.h)(1+h.c.k-h.k)}$	III-11	$c = c_0 \exp\left(\frac{H_1 - H_m}{RT}\right)$ $k = k_0 \exp\left(\frac{H_1 - H_q}{RT}\right)$ w_{12}	Courbe complète
Harkings	$h = \exp\left(k - \frac{n}{w^2}\right)$	III-12	k ; n	Courbe complète
Henderson	$h = 1 - \exp\left(-A(T+B)w^c\right)$	III-13	A ; B ; C	Courbe complète
Oswin	$h = \left[1 + \left(\frac{A+B.T}{w}\right)^c\right]^{-1}$	III-14	A ; B ; C	Courbe complète
Chung	$h = \exp\left[\left(\frac{k}{RT}\right)\exp\left(-n.w\right)\right]$	III-15	k ; n	Courbe complète
Hailwood Horrobin	$w = \frac{18}{M_p}\left[\frac{k.h}{1-k.h} + \frac{\sum_{i=1}^{n} i(k.h)^i \prod_{i=1}^{n} k_i}{1+\sum_{i=1}^{n} i(k.h)^i \prod_{i=1}^{n} k_i}\right]$	III-16	k ; n	Courbe complète
Kaleemu-llah	$h = A - B.\exp\left(-C.T.w^D\right)$	III-17	A ; B ; C ; D	Courbe complète

Toutefois, ces modèles traitent le problème de manière empirique. En effet, les paramètres utilisés ne prennent en compte ni le sens de variation de l'humidité relative, ni l'état hydrique initial du matériau. Or, comme expliqué précédemment, les phases d'adsorption et de désorption ne coïncident pas et présentent une hystérésis traduisant un effet mémoire.

BY-NC-ND

III.2.2.2. Modèle thermodynamique

Une intention particulière est attribuée au modèle proposé par Merakeb (Merakeb et al. 2009). Ce modèle s'appuie sur une approche thermodynamique de l'équilibre des phases de l'eau. Il en ressort que l'équilibre thermodynamique est atteint lorsque les potentiels chimiques des deux phases s'égalisent (vapeur et eau liée). La pression de vapeur saturante P_S et la chaleur latente de vaporisation L sont deux propriétés thermodynamiques qui caractérisent l'eau à l'état liquide. La première traduit la pression d'équilibre à laquelle la vapeur d'eau est en équilibre avec l'état liquide. La seconde traduit l'énergie de liaison des molécules d'eau en surface. Les deux grandeurs varient uniquement selon la température T. La formule de Clapeyron permet de faire le lien entre les deux propriétés ainsi :

$$L = \frac{RT^2}{M}\frac{d\ln P_s}{dT} \qquad \text{III-18}$$

M et R sont, respectivement, la masse molaire et la constante des gaz parfaits.

Le potentiel chimique caractérise une force thermodynamique qui agit sur les échanges de matières entre deux espèces. Dans le cas où les potentiels chimiques de deux espèces s'égalisent, on estime que l'équilibre thermodynamique de l'eau liquide et sa pression de vapeur saturante est atteint avec une vitesse de condensation de la vapeur égale à la vitesse d'évaporation de l'eau liquide. Le potentiel chimique de la vapeur d'eau s'écrit comme suit :

$$H^g = H_S^g + RT\ln\left(\frac{p_v}{p_s}\right) = H_S^g + RT\ln(h) \qquad \text{III-19}$$

p_V est la pression de vapeur sèche, H^g l'enthalpie molaire de la vapeur d'eau et H_S^g l'enthalpie molaire à la pression de vapeur saturante.

De la même façon, et par analogie avec l'eau liquide, Merakeb (Merakeb et al. 2009) considère l'équilibre hygroscopique comme une propriété thermodynamique de l'eau liée dans le bois. La condensation et la vaporisation de l'eau libre sont assimilées respectivement aux phénomènes d'adsorption et de désorption.

BY-NC-ND

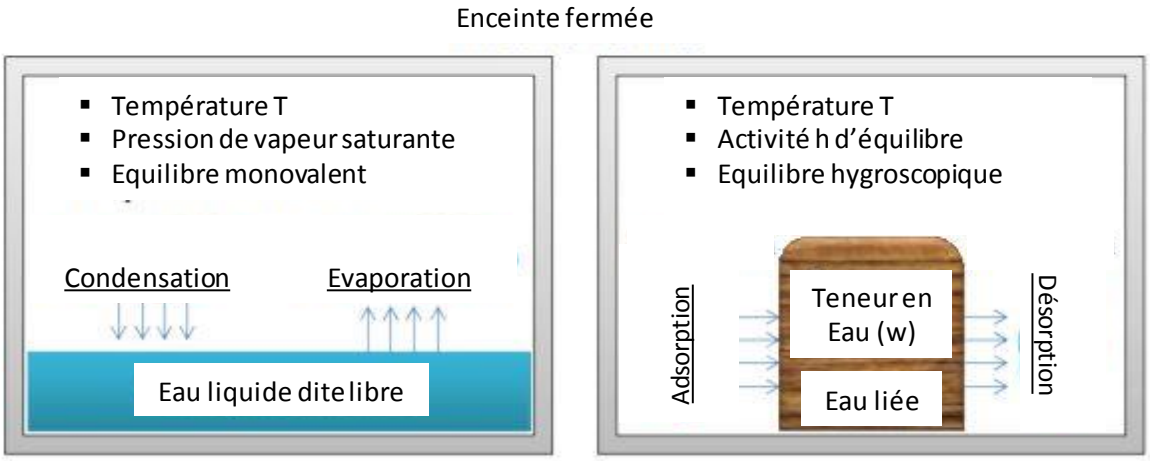

Figure III-7 Représentation des équilibres de l'eau libre et l'eau liée (Manfoumbi Boussougou 2012)

A température constante, l'eau libre cherche sans cesse à s'équilibrer avec une pression de vapeur fixe sachant que sa chaleur latente ne dépend que de la température. Si nous considérons que le processus se réalise à température constante, on en déduit que la chaleur de sorption est également constante. Contrairement à l'eau libre, la chaleur de sorption de l'eau liée dépend de l'état hydrique du matériau, d'où le phénomène d'hystérésis. La Figure III-7 illustre de façon sémantique la différence entre l'équilibre de l'eau libre et celui de l'eau liée (Manfoumbi Boussougou 2012). La pression de vapeur saturante d'équilibre n'est pas influencée par la quantité d'eau présente dans l'enceinte de gauche (chaleur de sorption constante). Tandis que dans celle de droite, la pression de vapeur d'équilibre est variable selon l'état hydrique du matériau. On s'attend donc que la pression de vapeur soit variable en fonction de la chaleur de sorption. Par analogie, l'équilibre de l'eau liée est caractérisé comme suit :

$$L' = \frac{RT^2}{M}\frac{d\ln P_v}{dT} \qquad \text{III-20}$$

La chaleur de sorption peut se déduire comme la différence de la chaleur de vaporisation de l'eau libre et celle de l'eau liée :

$$\Delta H_s = L' - L = \frac{RT^2}{M}\frac{d\ln h}{dT} \quad avec \quad h = \frac{P_v}{P_s} \qquad \text{III-21}$$

Cette grandeur peut être assimilée à un potentiel chimique d'une espèce en équilibre (Equation III-19). Son expression dépend d'une fonction d'état qui est la pression (Merakeb et al. 2009). L'auteur propose également une nouvelle expression semi-empirique (Equation III-22) de la chaleur de sorption sous la forme d'une fonction logarithmique de la teneur en eau w :

BY-NC-ND

$$\Delta H_s = \frac{dQ}{dw} = A.\ln\left(\frac{w}{w_s}\right) \qquad \text{III-22}$$

A est une constante liée à la chaleur totale de mouillage (énergie dégagée lors du passage de l'état anhydre a la saturation des fibres). En postulant le principe thermodynamique d'équilibre, Merakeb a établi un lien entre la teneur en eau et l'humidité relative en égalisant les potentiels chimiques de l'eau liée et de la vapeur d'eau (Equation III-19 et III-22). L'expression est enfin pondérée par une fonction exponentielle de l'humidité pour accentuer la non linéarité du processus vis-à-vis de l'humidité relative :

$$\ln\left(\frac{w}{w_s}\right) = \rho \ln(h).\exp(a.h) \qquad \text{III-23}$$

ρ est un paramètre thermodynamique. w_S caractérise le point de saturation des fibres. *a* désigne une constante permettant de simuler les courbes d'isotherme d'adsorption et de désorption sur une plage d'humidité relative complète avec de fortes variations de teneur en eau en basse humidité. Pour un environnement variable, l'auteur propose également la même expression avec un terme additif de la même forme (Equation III-24) qui permet de simuler des isotherme quelque soient l'état hydrique initiale (Merakeb et al. 2009). La forme suivante permet en outre de prendre en compte le phénomène d'hystérésis partiels :

$$\ln\left(\frac{w}{w_s}\right) = \rho \ln(h).\exp(a.h) + \Delta\rho \ln(h).\exp(\alpha.h) \qquad \text{III-24}$$

$\Delta\rho, \alpha$ sont deux paramètres qui permettent de prendre en compte l'écart entre les isothermes partielles et totales. On rappelle que les isothermes de sorption renseignent l'état hydrique du matériau seulement quand l'équilibre hygroscopique est atteint.

III.2.3. Identification des paramètres de diffusion

L'expérimentation est la base du processus. Cependant, le choix de la méthode d'analyse des résultats est indispensable. En effet, le processus est régi par une série d'équations aux dérivés partielles non linéaires dont la résolution est très complexe. Dans la littérature, diverses méthodes sont présentées pour évaluer le coefficient de diffusion, et ce, à partir des courbes de cinétiques de diffusion. Elles peuvent être catégorisées selon deux approches, les méthodes analytiques et les méthodes numériques.

BY-NC-ND

III.2.3.1. Méthodes analytiques

On rappelle que les méthodes présentées ci-après concernent principalement le régime transitoire. Celui-ci est basé sur la deuxième loi de Fick (Equation III-3). Dans le but de faciliter le raisonnement, nous supposons une diffusion unidirectionnelle. En début de processus, nous supposons que l'humidité est uniforme. Enfin, le régime de diffusion est supposé linéaire avec un coefficient de diffusion constant. La seconde loi de Fick est réécrite en fonction d'une teneur en eau adimensionnelle définie par (Agoua 2001):

$$w^* = \frac{w - w_{ini}}{w_{eq} - w_{ini}} \qquad \text{III-25}$$

$$\frac{\partial w^*}{\partial t} = D \frac{\partial^2 w^*}{\partial x^2} \qquad \text{III-26}$$

Milieux semi-infini

Dans un milieu semi infini, la résistance aux transferts externes est négligée. Considérons le changement de variable suivant :

$$\eta = \frac{x}{\sqrt{4Dt}} \qquad \text{III-27}$$

En introduisant le changement de variable (Equation III-27), la loi de Fick devient :

$$\frac{\partial^2 w^*}{\partial \eta^2} + 2.\eta.\frac{\partial w^*}{\partial \eta} = 0 \qquad \text{III-28}$$

Avec comme conditions limites :

$$w^*(\eta \to \infty) = 0 \quad et \quad w^*(\eta = 0) = 1 \qquad \text{III-29}$$

En considérant une épaisseur d'échantillon e, la solution analytique de l'équation (III-26) permet d'écrire :

BY-NC-ND

$$\overline{w^*}(t) = \frac{\Delta m(t)}{\Delta m_{total}} = \frac{4}{e}\sqrt{\frac{D.t}{\pi}} \qquad \text{III-30}$$

Milieux finis

En supposant un milieu fini, Crank (1975) a exprimé, par la méthode de séparation des variables (temporelles et spatiales), la solution sous forme de produit de deux fonctions. La première est une fonction du temps *t* et la seconde une fonction de *x* :

$$w^*(x,t) = 1 - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{4}{(2n+1).\pi} \exp\left[-\left(\frac{(2n+1)\pi}{e}\right)^2 Dt\right].\sin\left(\frac{2n+1}{e}.\pi.x\right) \qquad \text{III-31}$$

L'humidité moyenne résulte d'une intégration sur l'épaisseur totale e.

$$\overline{w^*}(t) = \frac{1}{e}\int_0^e w^*(x,t)dx = 1 - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8}{(2n+1)^2.\pi^2} \exp\left[-\left(\frac{(2n+1)\pi}{e}\right)^2 Dt\right] \qquad \text{III-32}$$

En négligeant les échanges surfaciques convectifs, la fonction exponentielle décroissante fait que le premier terme de l'équation est suffisant pour déterminer le coefficient de diffusion. Si on considère le temps d'un demi monté, correspondant à l'évolution de la moitié de la teneur en eau moyenne ($\overline{w}^*(t_{0.5}) = 0.5$), le coefficient de diffusion est donné par :

$$D = \frac{e^2}{\pi^2.t_{1/2}}.\ln\left(\frac{16}{\pi^2}\right) \qquad \text{III-33}$$

En revanche, si on considère les échanges surfaciques convectifs, les conditions aux limites associées à l'équation (III-26) sont :

$$\begin{aligned} &t = 0, \quad \forall(-e/2\langle x\langle +e/2), \quad w^*(0,x) = 1 \\ &t\rangle 0, \quad -D\left.\frac{\partial w}{\partial x}\right|_{x=\pm e/2} = S.(w_{\pm e/2} - w_{eq}) \end{aligned} \qquad \text{III-34}$$

s désigne le coefficient d'échange convectif. La résolution analytique des équations (III-26 et III-34) donne la solution suivante :

BY-NC-ND

$$\overline{w^*}(x,t) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2.\sin\delta_n}{\delta_n + \sin\delta_n.\cos\delta_n}.\exp(-\delta_n^2.\tau).\cos\left(\delta_n.\frac{x}{e}\right) \qquad \text{III-35}$$

Où δ_n sont les solutions successives de l'équation :

$$\delta \tan\delta = \frac{S.e}{D.\rho_0} = B_m \qquad \text{III-36}$$

B_m est le nombre de Biot défini comme le rapport entre la résistance interne (diffusion massive) et la résistance externe (échanges convectifs). De la même façon, l'humidité moyenne résulte d'une intégration sur l'épaisseur e de l'échantillon.

$$\overline{w^*}(x,t) = 1 - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2.\sin\delta_n}{\delta_n + \sin\delta_n.\cos\delta_n}.\exp(-\delta_n^2.\tau) \qquad \text{III-37}$$

L'équation permet de représenter l'évolution de la teneur en eau en fonction de l'épaisseur, le coefficient de diffusion et le coefficient de convection. Une résolution numérique est nécessaire pour identifier ces paramètres. Dans la Figure III-8, on retrouve l'impact de la prise en compte (($S = 10^{-7}$ m/s) ou non ($S = \infty$)) des échanges convectifs en surface (Nguyen 2014), (Agoua 2001).

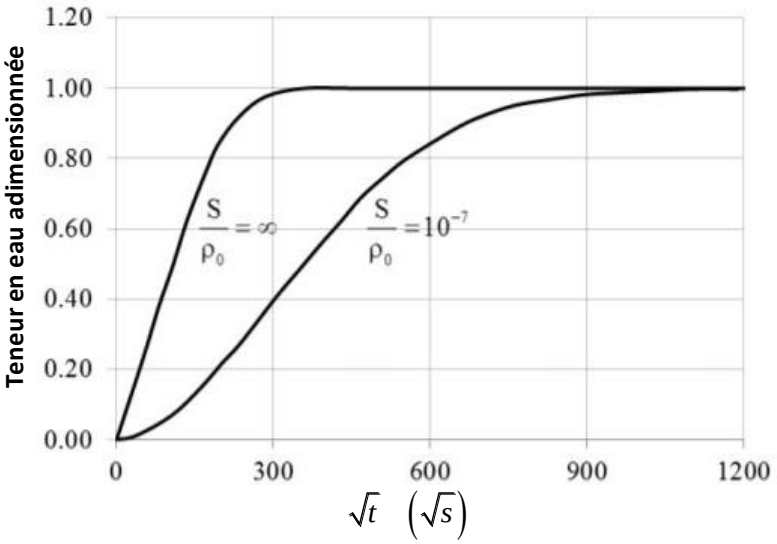

Figure III-8 Evolution de la teneur en eau moyenne adimensionnée

BY-NC-ND

Cependant, les résultats peuvent se montrer très diversifiés, selon les hypothèses considérées. Dans les travaux d'Agoua (Agoua 2001), on retrouve une comparaison d'application de ces différentes hypothèses sur les mêmes échantillons Tableau III-2.

Tableau III-2 Coefficient de diffusion (m²/s) determinés sous trois hypothèses différentes

Echantillon (Direction)	Milieu semi infini	Milieu fini sans échanges convectifs	Milieu fini avec échanges convectifs
Hêtre (L)	1.94 E-09	1.43 E-09	1.54 E-09
Hêtre (R)	1.81 E-10	1.68 E-10	1.92 E-10
Hêtre (T)	9.40 E-11	1.43 E-10	9.90 E-11
Pin sylvestre (L)	1.86 E-09	1.65 E-09	1.80 E-09
Pin sylvestre (R)	4.16 E-10	3.30 E-10	4.29 E-10
Pin sylvestre (T)	2.76 E-10	2.32 E-10	2.87 E-10

Enfin, les méthodes analytiques sont restreintes à des problèmes simples en termes de géométries, de conditions initiales et de conditions aux limites. De plus, le matériau bois ayant un régime de diffusion orthotrope, les solutions analytiques sont inexistantes. Cependant, elles restent aujourd'hui un outil efficace pour valider les futurs modèles numériques.

III.2.3.2. Méthodes numériques

L'identification des paramètres de diffusion par méthodes numériques repose principalement sur un modèle direct de simulation numérique du processus de transfert de masse, et ce, associé à un algorithme de résolution inverse. La précision et la vitesse de calcul font d'elles des outils plus adaptés pour la résolution des équations complexes qui régissent le transfert de masse (géométries quelconques, 3D, orthotropie, etc.). Elles permettent également de prendre en compte des conditions initiales et aux limites plus complexes. Le modèle direct permet d'évaluer les champs et les profils spatiaux de la teneur en eau ainsi que son évolution dans le temps. Dans la littérature, les méthodes de résolution numérique sont diverses. Nous pouvons citer en exemple la méthode des différences finies (NGUYEN 2014), la méthode des éléments finis (Olek et al. 2011) ou encore des volumes finis (KOUCHADE 2004). Quant à la résolution inverse, elle permet d'identifier les paramètres du modèle en minimisant l'écart entre le calcul numérique et les mesures. Le schéma global de calcul est présenté en Figure III-9. Dans un premier temps, le modèle direct est alimenté avec des paramètres initiaux souvent issus de la littérature. L'ensemble des équations est ensuite résolu numériquement. Les résultats, en termes d'humidité moyenne, sont comparés aux résultats expérimentaux, et ce, pour chaque pas de mesure et de calcul. Les écarts sont

BY-NC-ND

déterminés en employant une fonction objective. Cette fonction fait généralement référence à la méthode des moindres carrés. Selon l'écart entre les données, l'algorithme évalue la correction de chacun des paramètres de façon itérative dans le but de minimiser la fonction objective. Cet ensemble itératif est répété jusqu'à obtenir un écart acceptable entre la mesure et le calcul. Dans la suite de notre caractérisation expérimentale, nous retiendrons cette approche. L'algorithme de minimisation retenu est la méthode du simplexe développée ultérieurement.

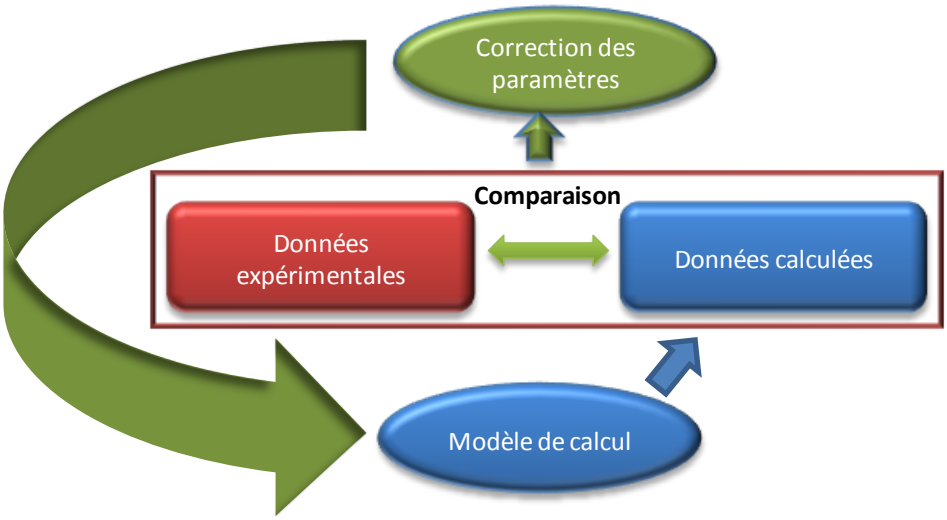

Figure III-9 Schéma de la méthode inverse

III.3. Caractérisation expérimentale du comportement hygroscopique

Cette partie sera entièrement dédiée au plan d'expérience mis en place afin de caractériser le comportement hygroscopique des quatre génotypes en termes d'isothermes de sorption et de cinétiques de diffusion. Les variations dimensionnelles, dues à l'hygroscopie du matériau, sont également étudiées. L'objet de cette caractérisation est de mettre en exergue des comportements distincts selon les patrimoines génétiques sélectionnés.

III.3.1. Particularités expérimentales

Le principe de l'expérimentation consiste en un suivi de l'évolution de la teneur en eau d'un échantillon placé dans une ambiance soumise à des variations contrôlées de l'humidité relative. L'échantillon est préalablement mis en équilibre hygroscopique dans un environnement à température et humidité contrôlée. Suite aux changements de conditions

BY-NC-ND

hygrométriques et dû à son hygroscopie, l'échantillon perd ou gagne en masse. L'évolution massique est usuellement quantifiée par la technique gravimétrique (double pesée) jusqu'à l'obtention de l'équilibre hygroscopique (stabilité de la masse accompagnant une stabilité de teneur en eau et l'annulation de gradients hydriques).

Afin de mettre en évidence la problématique, liée à la caractérisation du comportement hydrique du bois, nous reprenons ici comme exemple la démarche expérimentale présentée dans les travaux de thèse de Manfoumbi Boussougou (2012). Ces travaux reposent sur une comparaison des propriétés de sorption de différentes essences tropicales et tempérées. Sous des conditions hygrométriques contrôlées, les isothermes de sorption ont été caractérisées sur des échantillons de 2 mm d'épaisseur. Elles comportent 8 états hydriques différents pour chacune des phases d'adsorption et de désorption. Chaque état d'équilibre correspond à une mise en conditionnement des éprouvettes dans des cloches à vide dans lesquelles les humidités relatives sont différentes. Les conditions sont schématisées dans la Figure III-10.

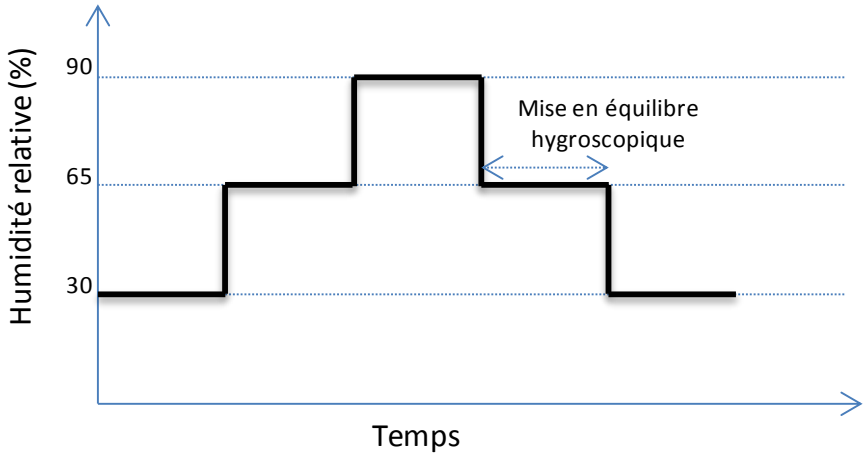

Figure III-10. Histoire de mise en conditionnement des éprouvettes

La Figure III-11 montre les cinétiques de diffusion obtenues dans la direction transverse par Manfoumbi Boussougou (2012).

BY-NC-ND

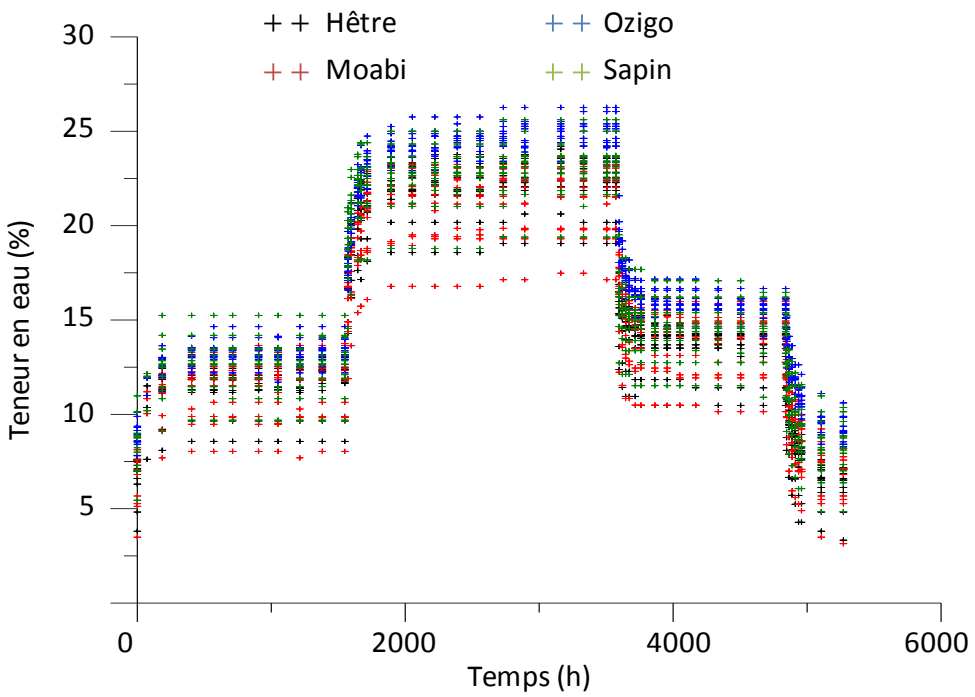

Figure III-11 : cinétique de diffusion dans la direction transverse

L'analyse de ces résultats montre que :

- La dispersion des résultats au sein de la même essence se traduit au final par des isothermes très proches, d'où la difficulté de séparer de façon objective les différentes essences.
- Il est noté une grande dispersion des résultats, en termes de cinétique de prise de masse des éprouvettes, bien que les échantillons soient soumis aux mêmes conditions hygrométriques.
- Les écarts entre les états d'équilibre sont trop importants au sein de la même essence. Cette variabilité intrinsèque est si importante que les équilibres hygroscopiques sont confondus pour 3 essences sur 4.
- Toutefois, l'essence Ozigo se distingue avec des teneurs en eau d'équilibre assez élevées comparées aux autres essences malgré les résultats sur isothermes de sorption où les teneurs en eau d'équilibres sont du même ordre de grandeur.

Notre travail ayant comme ambition de distinguer le comportement de différents génotypes, le principal enjeu est de limiter la dispersion expérimentale souvent rencontrée dans les sciences du bois, et ce, pour pouvoir relever la part de cette variabilité, due au génotype de la variabilité intrinsèque du matériau bois. Un recensement des difficultés rencontrées par Manfoumbi a permis de relever quelques points de faiblesse.

- L'utilisation des cloches pourrait être, en effet, une cause éventuelle des dispersions observées.
- Le temps de stabilisation de l'humidité relative dans les cloches est relativement lent et peut atteindre les 72 heures selon le volume.

BY-NC-ND

- Les prises de masse se font généralement à l'extérieur des cloches, et selon le nombre d'éprouvettes, les mesures peuvent prendre plusieurs dizaines de minutes, perturbant ainsi l'environnement climatique des cloches, voir induire des variations climatiques remettant en cause les conditions hydriques des échantillons.
- L'utilisation des enceintes climatiques n'est pas sans inconvénients, notamment lorsqu'il s'agit de la régulation des humidités extrêmes.
- Si on isole une courbe de cinétique, correspondant à une éprouvette parmi celles présentes dans la Figure III-10, on constate des perturbations de l'évolution de la masse même à l'approche de l'équilibre.
- On constate enfin une nette insuffisance du nombre de points de mesure dans la zone transitoire du processus. En effet, les éprouvettes tendent vers l'équilibre après seulement quatre intervalles de mesures, Figure III-12.
-

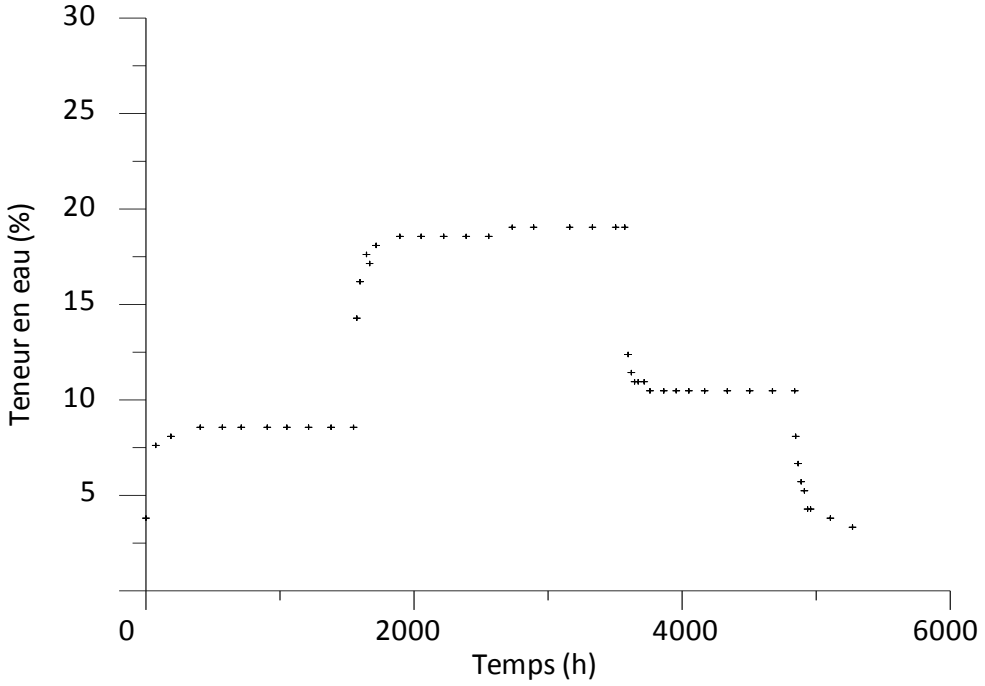

Figure III-12 : Cinétique de diffusion d'une éprouvette du Hêtre

L'ensemble de ces difficultés induit du bruit expérimental et un manque de données influençant les résultats en termes d'identification des paramètres de diffusion. Ainsi, le protocole mis en place par la suite a pour objectif de diminuer les perturbations de mesures, induites par la méthode expérimentale retenue.

BY-NC-ND

III.3.2. Matériel et méthode

III.3.2.1. Dessiccateur

Afin de pallier toutes les difficultés énumérées précédemment, nous nous sommes orientés vers la conception d'un dessiccateur adapté à nos besoins expérimentaux, Figure III-13. Sa conception a été réalisée dans le respect de la norme NF EN ISO 483 concernant les petites enceintes de conditionnement et les essais utilisant des solutions aqueuses pour maintenir l'humidité relative de l'ambiance à une valeur constante stable.

Le dessiccateur a un volume utile de 195 dm^3. Ce volume permet d'introduire l'ensemble des éprouvettes prévues pour l'expérience. Elles seront donc toutes soumises aux mêmes conditions environnementales. En fonction des humidités relatives recherchées, un panel de solutions aqueuses est proposé par la Norme NF EN ISO 483. Le Tableau III-5 résume les solutions salines à utiliser en fonction des humidités relatives recherchées, et ce, pour une plage de température comprise entre 5 et 70 °C.

Tableau III-3. Humidité relative de l'air en fonction des solutions salines aqueuses

Solutions salines aqueuses saturées		Humidité relative (%) à la température θ										
		5 °C	10 °C	15 °C	20 °C	25 °C	30 °C	35 °C	40 °C	50 °C	60 °C	70 °C
1	Hydroxyde de potassium (KOH)[a]	14	12	11	9	8	7	7	6	6	6	
2	Chlorure de lithium (LiCl, xH_2O)[b]	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	
3	Acétate de potassium (CH_3COOK)		23	23	23	23	22					
4	Chlorure de magnésium hexahydraté ($MgCl_2$, $6H_2O$)[b]	34	34	33	33	33	32	32	32	31	29	
5	Carbonate de potassium dihydraté (K_2CO_3, $2H_2O$)[b]	43	43	43	43	43	43					
6	Nitrate de magnésium hexahydraté [$Mg(NO_3)_2$, $6H_2O$][b]	59	57	56	54	53	51	50	48	45		
7	Bromure de sodium (NaBr)	64	62	61	59	58	56	55	53	51	50	
8	Potassium iodide (KI)	73	72	71	70	69	68	67	66	65	63	62
9	Chlorure de sodium (NaCl)[b]	76	76	76	75	75	75	75	75	74	75	
10	Sulfate d'ammonium [$(NH_4)_2SO_4$][b, c]	82	82	82	81	81	81	80	80	79		
11	Chlorure de potassium (KCl)	88	87	86	85	84	84	83	82	81	80	
12	Nitrate de potassium (KNO_3)[b]	96	96	95	95	94	92	91	89	85		
13	Sulfate de potassium (K_2SO_4)	99	98	98	98	97	97	97	96	96		

Le placement des échantillons est prévu sur des étagères à tiroirs coulissants. Un système de rangement permet à la fois une optimisation de l'espace et une manipulation aisée à l'intérieur de l'enceinte. Les tiroirs sont conçus avec des plaques en acier inoxydable perforées en nid d'abeille. Le pourcentage de vide dépasse les 70%, ce qui assure une circulation d'air efficace entre les tiroirs. La circulation normale de l'air, au-dessus de la surface des solutions salines, est assurée par deux ventilateurs. Ils sont placés à l'intérieur du dessiccateur et au-dessus des étagères. Avec un débit de brassage de 29 m^3/s, les deux

BY-NC-ND

ventilateurs permettent une homogénéisation de l'humidité relative dans tout l'espace de l'enceinte et sans, pour autant, perturber la surface libre de la solution. Le dessiccateur est placé dans une pièce ou la température est régulée à 20°C (forte inertie thermique en été et chauffage en période froide).

L'évolution de la teneur en eau moyenne est relevée par pesage tout au long de l'essai. Cette teneur en eau est mesurée par pesées successives. Une balance, d'une précision de 10^{-3} (g), est placée dans le dessiccateur. Les mesures de masse, tout au long de l'expérimentation, sont donc effectuées dans le dessiccateur. Pour éviter toute ouverture du dessiccateur, toutes les manipulations de mesures sont effectuées via des manchettes étanches.

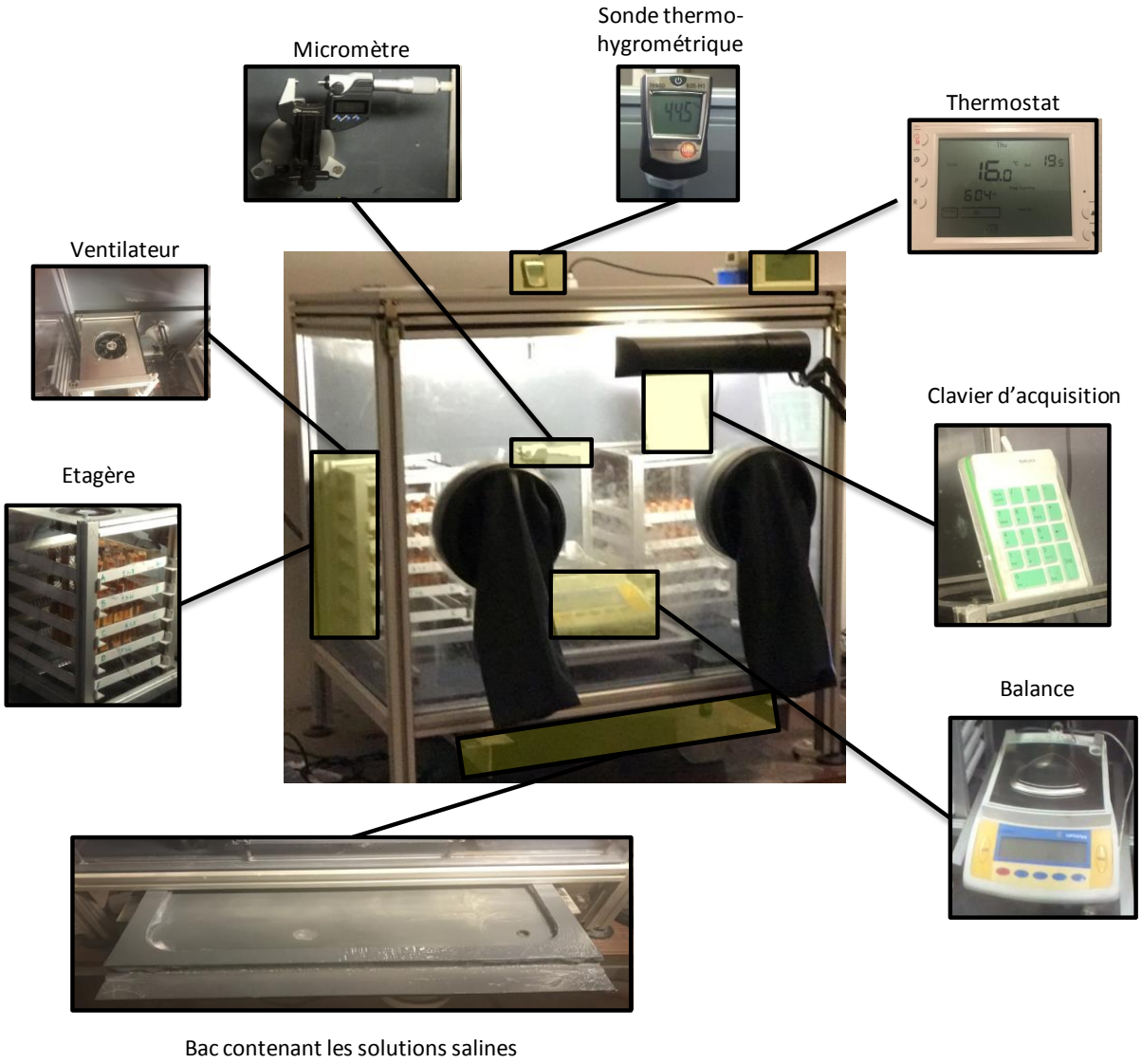

Figure III-13 : Dessiccateur avec passage de mains

Les solutions salines sont contenues dans un bac situé au niveau bas de l'enceinte. Un joint en silicone et des vis de pression assure l'étanchéité de l'ensemble de la boite. Une réservation, dont la surface dépasse la moitié de la surface totale du dessiccateur, permet

BY-NC-ND

l'échange de l'air ambiant dans le dessiccateur et la solution saline. Deux trappes, situées également dans sa partie basse, permettent d'isoler le dessiccateur lors du changement de la solution saline pour obtenir un nouveau plateau hydrique.

L'expérimentation fait également l'objet d'un suivi des variations dimensionnelles des éprouvettes. Dans ce cas, un micromètre est placé au-dessus de la balance.

Enfin, un clavier étanche permet l'acquisition des données mesurées (pesées, mesures dimensionnelles).

Le contrôle de l'ambiance est réalisé au moyen d'une sonde thermo-hygrométrique. La précision de la sonde est de ± 3% en humidité relative et ± 0.1°C en température.

Le but de l'expérience est de caractériser à la fois les cinétiques de diffusion, les isothermes de sorption et les variations dimensionnelles. Les éprouvettes sont exposées à différentes conditions hygrométriques d'amplitude croissante et décroissante, de manière à balayer l'ensemble du domaine hygroscopique.

L'étude du processus de diffusion est menée selon les trois directions d'orthotropie (Longitudinal, Radial, Tangentiel). Comme indiqué Figure III-14, en considérant des échantillons cubiques, quatre faces sur six sont étanchées à l'aide d'une fine couche de résine, afin de produire un flux hydrique unidirectionnel.

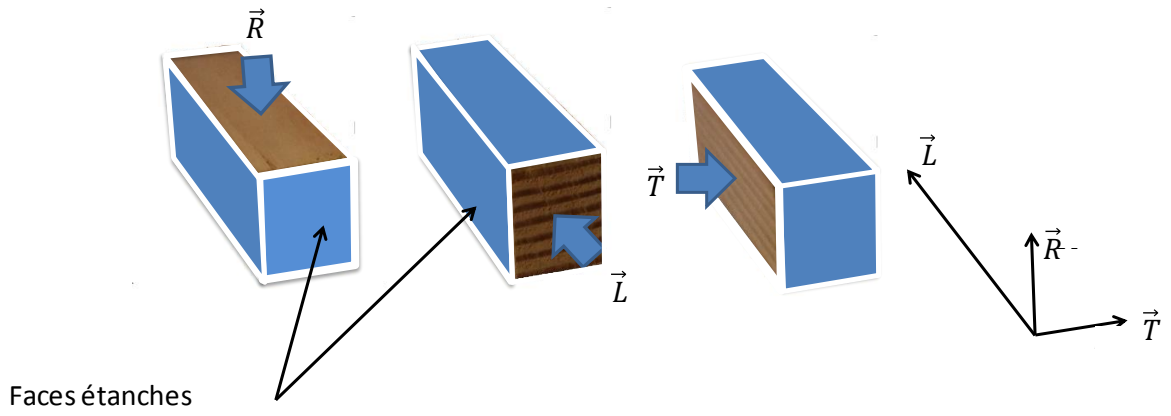

Figure III-14 : Diffusion unidirectionnelle

Enfin, la caractérisation des isothermes de sorption porte également sur des échantillons non étanchéifiés.

III.3.2.2. Optimisation géométrique des échantillons

La caractérisation des isothermes de sorption et des cinétiques de diffusion en régime transitoire auront lieu simultanément dans le même dessiccateur. Une optimisation du temps expérimental, dépendant principalement du temps d'équilibre pour chaque créneau d'humidité, a fait l'objet d'une étude spécifique.

BY-NC-ND

Pour optimiser le temps d'expérimentation, des pré-simulations du processus de diffusion ont été réalisées suivant les 3 directions d'orthotropie. Le modèle de diffusion sera présenté de manière plus explicite dans le quatrième chapitre. L'ensemble des paramètres nécessaires pour alimenter le modèle repose principalement sur des données provenant d'autres travaux effectués au laboratoire GEMH d'Egletons. Plus particulièrement, les travaux de Merakeb (2006), Manfoumbi Boussougou (2012), et Nguyen (2014) ont permis d'avoir un ensemble de propriétés à injecter dans notre modèle de diffusion. Le Tableau III-4 représente les valeurs des paramètres d'isothermes de sorption, identifiées dans le cadre des travaux de thèse de Manfoumbi Boussougou (2012).

Tableau III-4 : Valeurs des paramètres thermodynamiques par essence testée

Paramètres	Sapin	Hêtre	Moabi	Ozigo
w_s	29 %	29 %	25 %	29 %
ρ_a	0.68	0.73	0.74	0.69
a_a	1.63	1.59	1.41	1.67
ρ_d	0.74	0.85	0.78	0.77
a_d	0.90	0.82	0.46	0.85

Sur cette base expérimentale, Nguyen (2014) a déterminé l'ensemble des paramètres de diffusion pour les trois directions d'orthotropie, Tableau III-5. Dans le sens transverse, un rapport de deux a été implémenté entre les coefficients de diffusion radiale et transversale.

Tableau III-5 : Paramètres de diffusion par essence testé

Direction	Paramètres	Sapin	Hêtre	Moabi	Ozigo
Longitudinale	D_L	1.04E-09	5.24E-10	4.50E-10	5.34E-10
	k	0	0	0	0
Radiale	D_R	2.47E-11	1.79E-11	7.20E-11	7.70E-11
	k	0.249	0.248	4.80	3.12
Tangentielle	D_T	1.24E-11	8.96E-11	3.60E-11	3.85E-11
	k	0.249	0.248	4.80	3.11

Dans notre cas, nous utilisons les données obtenues pour le Sapin, essence résineuse la plus proche du Douglas. Plusieurs simulations, comprenant différentes configurations, ont été établies avec, à chaque fois, des géométries d'éprouvettes et des conditions d'hygrométrie différentes. Deux configurations sont présentées ci-après. La première simulation correspond à la géométrie utilisée dans le cadre de la thèse de Manfoumbi 15x15x15 mm3. La seconde simulation correspond à la géométrie choisie 20x15x10 mm3. Les conditions d'humidité relative diffèrent également entre les deux simulations. Ceci a pour but de justifier notre choix pour le nombre d'états d'équilibre contraint par le temps expérimental.

BY-NC-ND

Les premiers résultats concernent l'évolution de la teneur en eau moyenne dans les cubes, et ce, pour les deux configurations considérées. La Figure III-15 représente la première configuration qui compte plus de huit états d'équilibre hygroscopique pour la caractérisation des isothermes de sorption. De cette figure, il ressort clairement que la durée d'un mois n'est pas suffisante pour atteindre l'équilibre dans les deux directions radiale et tangentielle induisant un temps expérimental global supérieur à deux années.

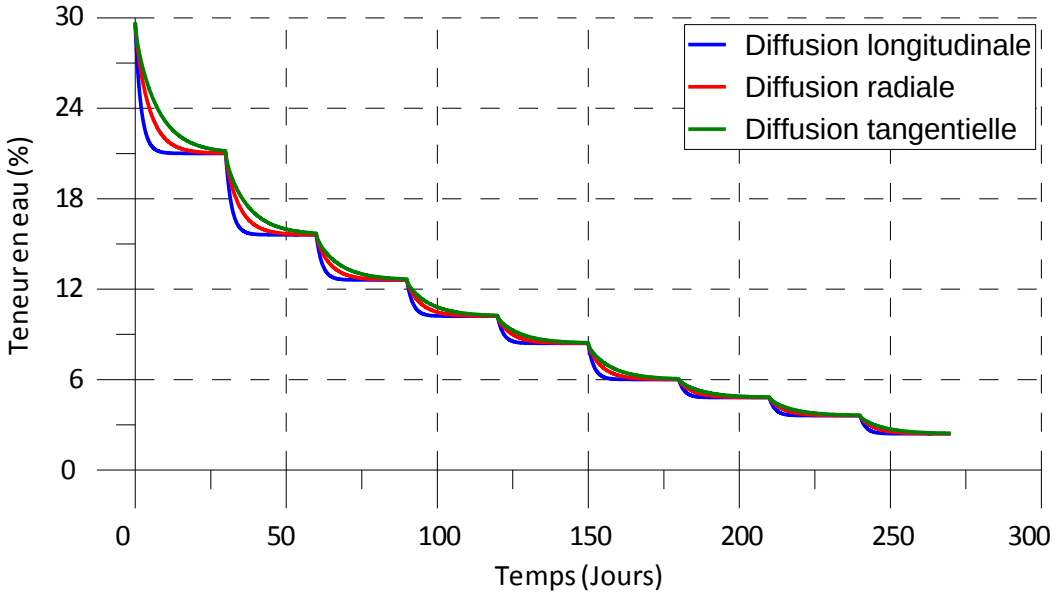

Figure III-15 : Cinétiques de diffusion pour la première configuration en désorption

Concernant la deuxième configuration, La Figure III-16 présente l'évolution de la teneur en eau moyenne durant les phases respectives de désorption et d'adsorption. Contrairement à la configuration précédente, celle-ci révèle un temps expérimental de 11 mois, regroupant les phases d'adsorption et de désorption.

BY-NC-ND

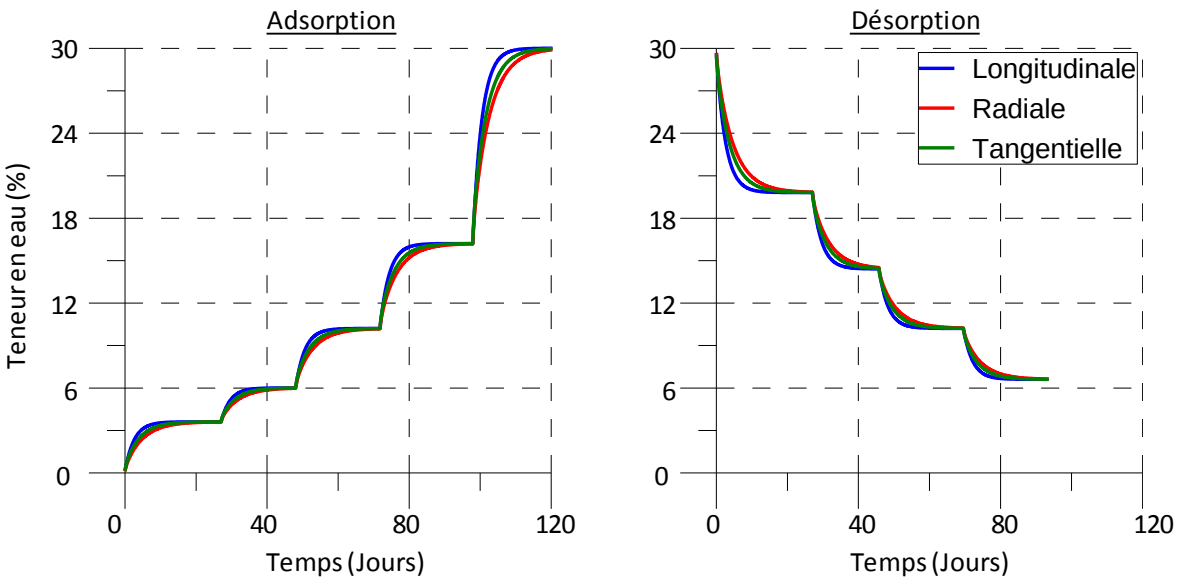

Figure III-16 : Phases de désorption et d'adsorption pour la seconde configuration

La Figure III-17 donne une estimation des variations dimensionnelles suivant chaque direction (Longitudinale, Radiale et Tangentielle). Les coefficients de retrait gonflement, utilisés pour la simulation, sont résumés dans le Tableau III-6. Les variations ne dépassent pas 0.2 mm suivant la direction longitudinale. Intuitivement, on peut s'attendre à des mesures complexes selon l'outil choisi. Dans les directions radiale et tangentielle, les variations dépassent 0.7 mm, lors de la phase d'adsorption. La différence de variation entre la phase d'adsorption et de désorption est due à l'hystérésis entre les états d'équilibres lors de ces deux phases. Malgré un coefficient de retrait plus important dans la direction tangentielle, les variations radiales sont plus marquées. Ceci est dû uniquement à l'asymétrie de la géométrie des éprouvettes optimisée en termes de temps d'équilibre hydrique dans chaque direction.

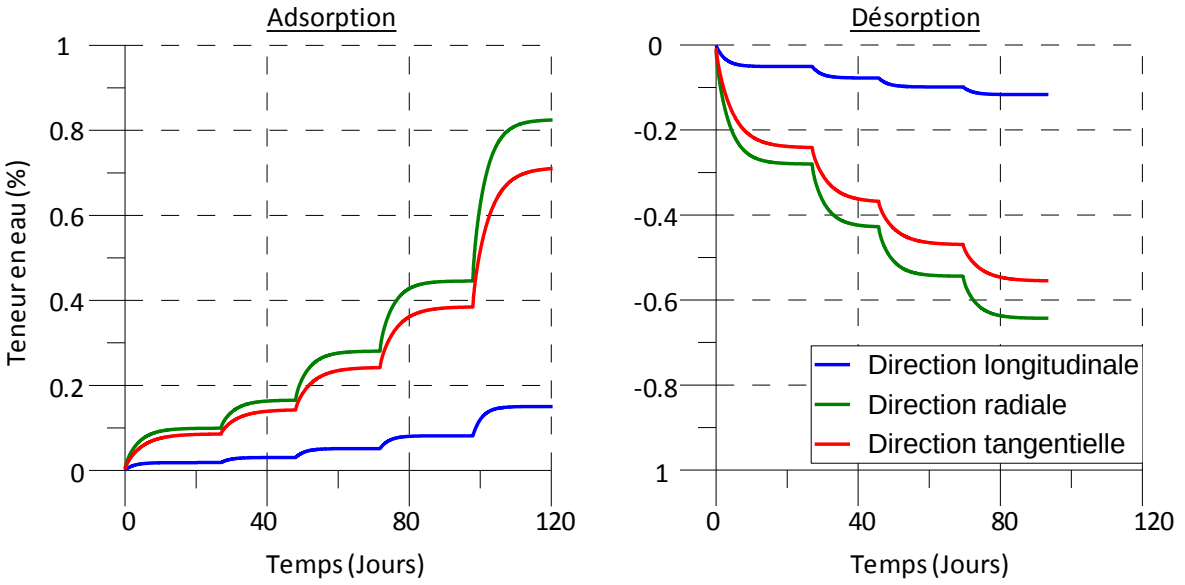

Figure III-17 : Retrait hydrique en désorption pour la seconde configuration

BY-NC-ND

Tableau III-6 : Coefficients du retrait gonflement dans les directions d'orthotropie (Guitard 1987)

Coefficients	Retrait longitudinal en (%/% de w)	Retrait Radial en (%/% de w)	Retrait tangentiel en (%/% de w)
Douglas	0.03	0.19	0.33

L'ensemble des simulations a permis d'établir un plan d'expérience. Il comporte cinq états d'équilibres hygroscopiques, pour la phase d'adsorption et de désorption, et ce, en accord avec la norme NF ISO 12571. Les dimensions retenues sont celles qui correspondent à la deuxième configuration, à savoir, 20 mm suivant l'axe L, 15 mm suivant l'axe R et 10 mm dans la direction T. Nous rappelons également qu'avant l'essai, l'ensemble des éprouvettes sont conditionnées afin d'avoir un état hydrique initial homogène et commun pour chaque échantillon.

III.3.2.3. Plan d'expérience

Les conditions d'humidité relative imposées dans le dessiccateur sont résumées en Figure III-18. Elles sont fixées pour un régime transitoire jusqu'à obtention de l'équilibre hygroscopique de l'ensemble des échantillons. Le premier palier correspond à une mise en conditionnement des éprouvettes sous une humidité relative de 12 % (humidité relative la plus basse qu'on puisse atteindre selon les sels dont on dispose). Le but de ce palier est de commencer les isothermes et les cinétiques à partir d'un état hydrique relativement sec.

.

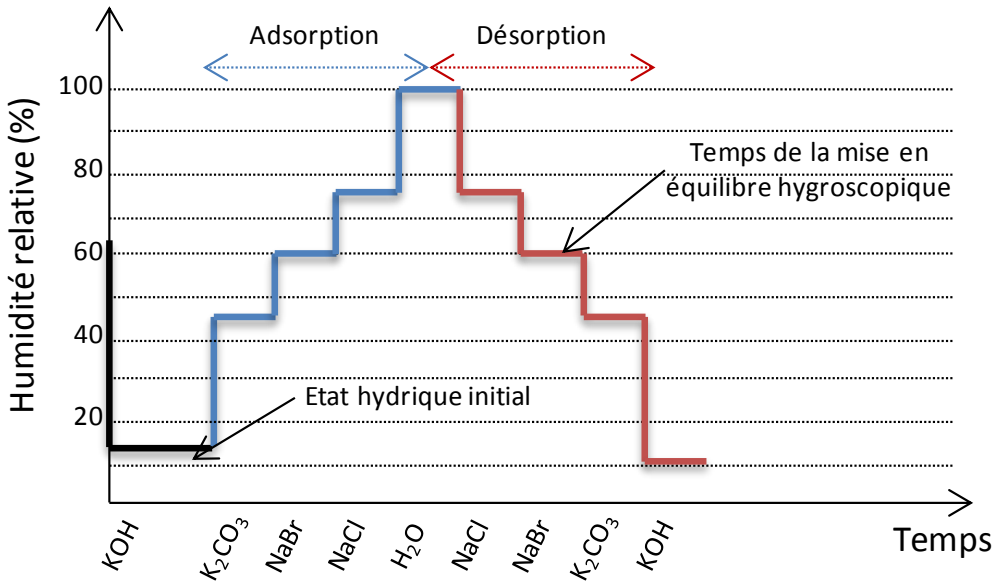

Figure III-18 : Conditionnement des éprouvettes

BY-NC-ND

En accord avec les simulations précédentes, cinq solutions salines ont été sélectionnées parmi le panel proposé dans le Tableau III-3. Des essais préliminaires ont eu lieu avant de commencer les essais, pour vérifier l'humidité relative obtenue avec les sels. Ces résultats sont résumés dans le Tableau III-7. Les résultats permettent de conclure que :

- L'écart entre les valeurs données dans la norme et les valeurs mesurées correspond à la précision des capteurs utilisés (±3%).
- Le temps de stabilisation est, en moyenne, inferieur à 24h.
- Les cinq solutions permettent une caractérisation simultanée des isothermes de sorption et des cinétiques de sorption. Les courbes d'isothermes sont établies à partir de ces états d'équilibre.

Dans le cadre de ces essais, la caractérisation des isothermes de sorption est basée essentiellement sur les différents états hydriques obtenus. Les cycles d'adsorption et de désorption permettent une représentation de l'hystérésis entre les deux phases. Or, le suivi de masse durant le régime transitoire permet une caractérisation des cinétiques de sorption des échantillons à différents états hydriques. Par ailleurs, lors de l'identification des paramètres de diffusion, ces cinétiques obtenues pour chaque état hydrique permettent de vérifier le caractère non linéaire du processus en fonction de la teneur en eau.

Tableau III-7 : Vérification des humidités relative recherchées

Solutions aqueuses	Solubilité dans l'eau (g/l)	Humidité relative théorique à 20°C	Humidité relative mesurée
Hydroxyde de potassium (KOH)	1070-1780	9%	13.4%
Carbonate de potassium (K_2CO_3)	1120-1560	43%	45%
Bromure de Sodium (NaBr)	795-1186	59%	60%
Chlorure de sodium (NaCl)	357-3912	75%	77%
Eau distillé		99%	100%

III.3.2.4. Préparation, conditionnement et traitement des échantillons

Deux arbres appartenant aux quatre familles génétiques ont été abattus sur la parcelle expérimentale. Les échantillons sont prélevés uniquement dans le duramen. Pour minimiser la variabilité intra-arbre, les planches ont été prélevées à une distance d'environ 5 cm de part et d'autre du cœur de la grume à une hauteur comprise entre 1m20 et 2m. Les éprouvettes sont ensuite usinées suivant les différentes géométries évoquées précédemment. 35 éprouvettes ont été retenues par génotype, Tableau III-8.

BY-NC-ND

Tableau III-8 : Nombre des éprouvettes retenues par génotype

Objet de l'étude	Géométrie	Direction de diffusion	Nombre d'éprouvettes	Total
Cinétique de diffusion et isothermes de sorption	20 x 15 x 10 mm^3 (L x R x T)	Longitudinale	10	35
		Radiale	10	
		Tangentielle	10	
Isotherme de sorption		Simultanément les 3 directions	5	

Dans un premier temps, les éprouvettes ont été pesées afin d'avoir leur masse avant la mise en place de la résine d'étanchéité. Dans un second temps, les différentes faces sont étanchées en accord avec la Figure III-14, et ce, à l'aide d'une fine couche de résine. Au total, 140 échantillons ont été répartis dans les tiroirs du dessiccateur selon le génotype et la direction de diffusion considérée.

Les relevés de masse sont effectués 24 heures après chaque mise en conditionnement (le temps de la stabilisation de l'humidité imposée dans le dessiccateur). Le temps de mesure est d'environ une heure pour les relevées de masse et 3 heures pour les variations dimensionnelles. La fréquence de mesure dépend des prises de masse des éprouvettes. En général, deux mesures par jour sont effectuées les deux premiers jours où la prise de masse est très significative. Ensuite, la fréquence des mesures ralentie dès lors que la masse commence à se stabiliser. Les mesures des variations dimensionnelles sont effectuées à la fin de chaque palier lorsque les éprouvettes sont à l'équilibre hygroscopique.

A l'issue des cycles d'adsorption et de désorption, les échantillons sont séchés à l'étuve à une température de 103 °C. La masse anhydre permet ensuite de calculer, pour chaque point de mesure, le taux d'humidité moyen réel.

III.3.3. Résultats

Les essais ont duré 13 mois. Nous présentons dans cette partie les résultats expérimentaux bruts, à savoir les isothermes de sorption et les cinétiques de diffusion. Les relevés des conditions de températures et humidité relative, qui ont été enregistrés dans le dessiccateur durant l'essai, sont présentés Figure III-19.

BY-NC-ND

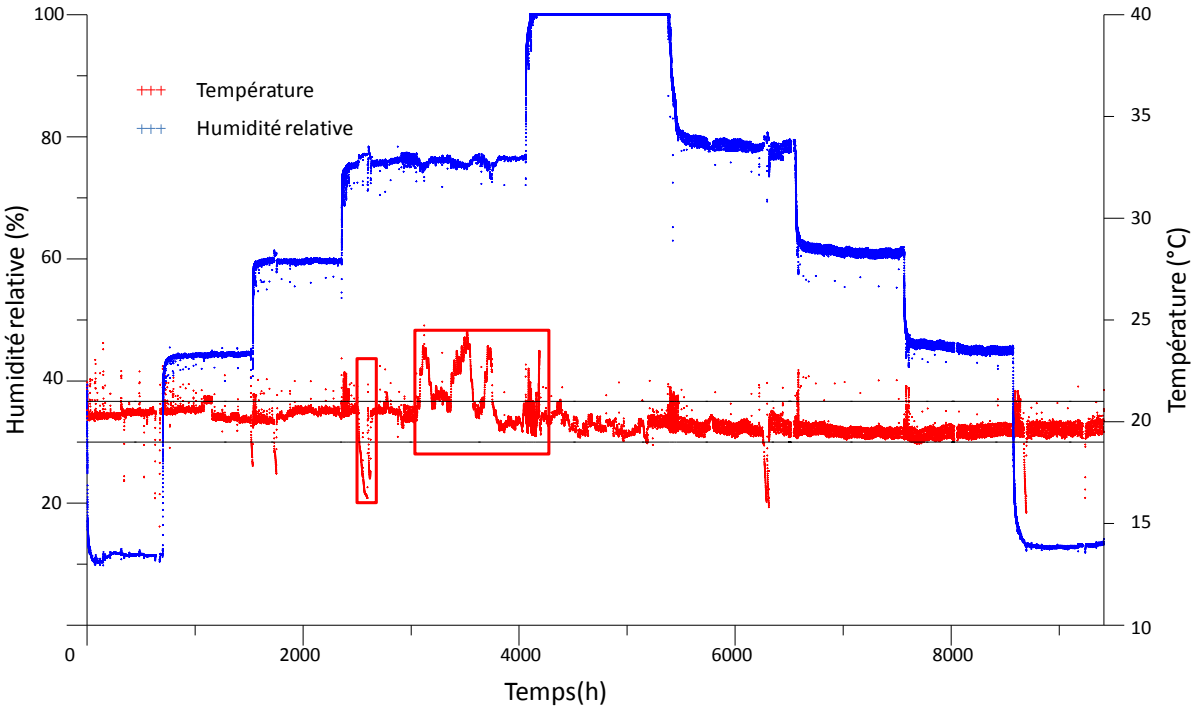

Figure III-19 : Relevé de température et d'humidité relative dans le dessiccateur

Les 13 mois d'expérimentation ont connu quelques perturbations de température suite à des coupures électriques. Pour la plupart, les conséquences sont peu significatives sur les résultats expérimentaux car des interventions dans les heures qui ont suivi les incidents ont pu avoir lieu. Les perturbations les plus marquantes sont encadrées sur la figure. Elles sont dues à des pannes matérielles (Climatiseur, thermostat). Les mesures ont donc été interrompues le temps de remplacer le matériel défectueux. En dehors de ces petits incidents, la température a pu être maintenue globalement à 20 ± 1°C.

III.3.3.1. Isothermes de sorption

Les différentes teneurs en eaux observées après chaque équilibre hydrique permettent, pour chaque génotype, de tracer les isothermes de sorption présentes en Figure III-20. Comme nous pouvions nous y attendre, les isothermes de sorption sont indépendantes du sens de diffusion car seul l'état d'équilibre est considéré. Cependant, pour chaque génotype, les résultats montrent une bonne répétabilité de la mesure et permettent également une première différentiation au voisinage de 100% d'humidité relative, là où les différences sont les plus marquées. Plus précisément, le deuxième et le quatrième génotype présentent deux comportements extrêmes, avec un écart qui dépasse les 2% d'humidité interne à 100%HR. En revanche, les isothermes correspondant respectivement, au premier et troisième génotype sont comparables.

BY-NC-ND

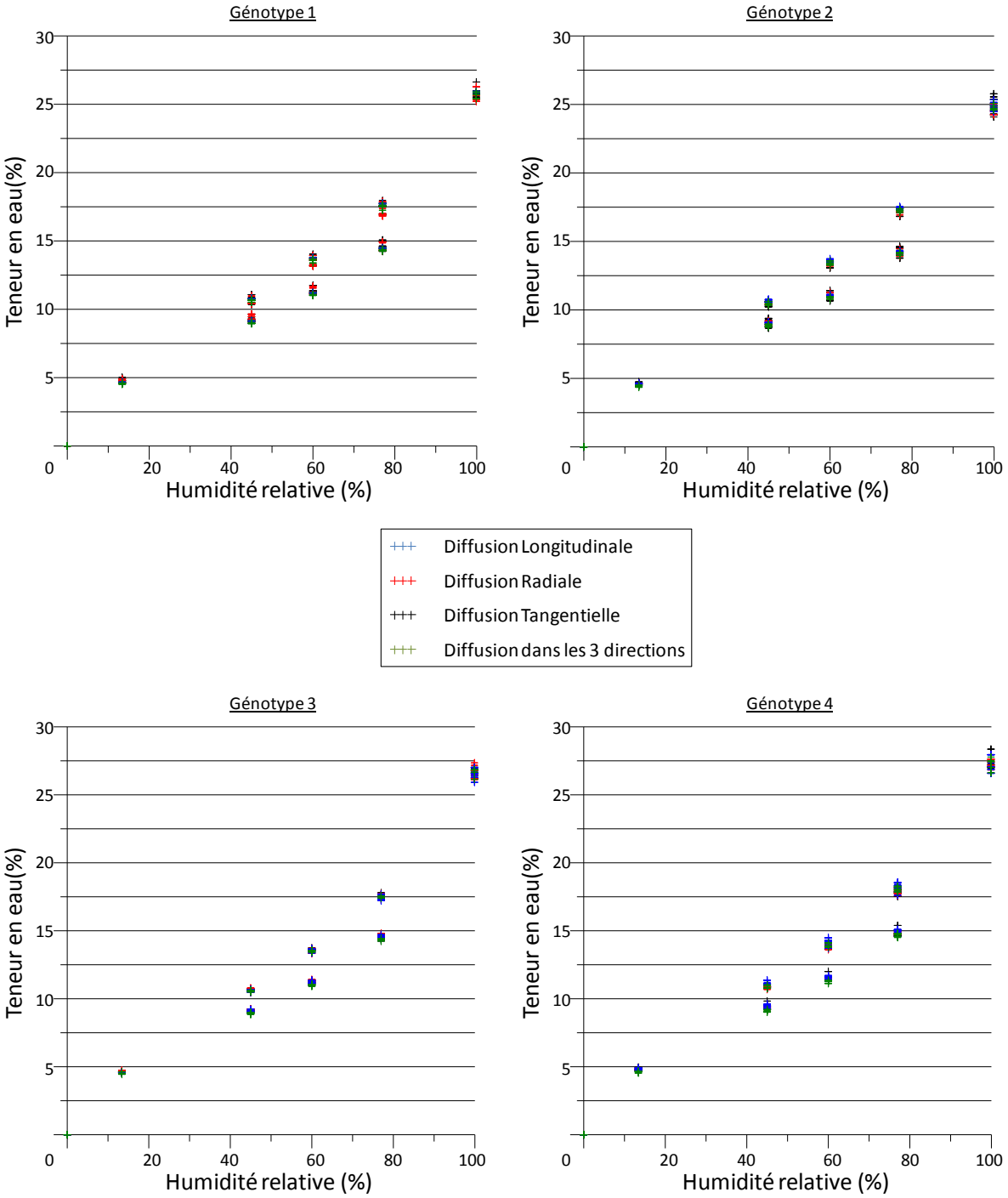

Figure III-20 : Isothermes de sorption

III.3.3.2. Cinétiques de sorption

Les figures Figure III-21, Figure III-22, Figure III-23, Figure III-24 mettent en exergue les réponses en termes de cinétique de sorption des différents génotypes associés aux directions de diffusion. Même si on observe certaines tendances, permettant une séparation des génotypes avec deux extrêmes (1 et 4), il est difficile de tirer des conclusions plus avancées car les teneurs en eau d'équilibre étant différentes, elles seules peuvent expliquer une différence de cinétique d'adsorption et de désorption. Une analyse plus fine et chiffrée fait l'objet de la suite de l'étude.

BY-NC-ND

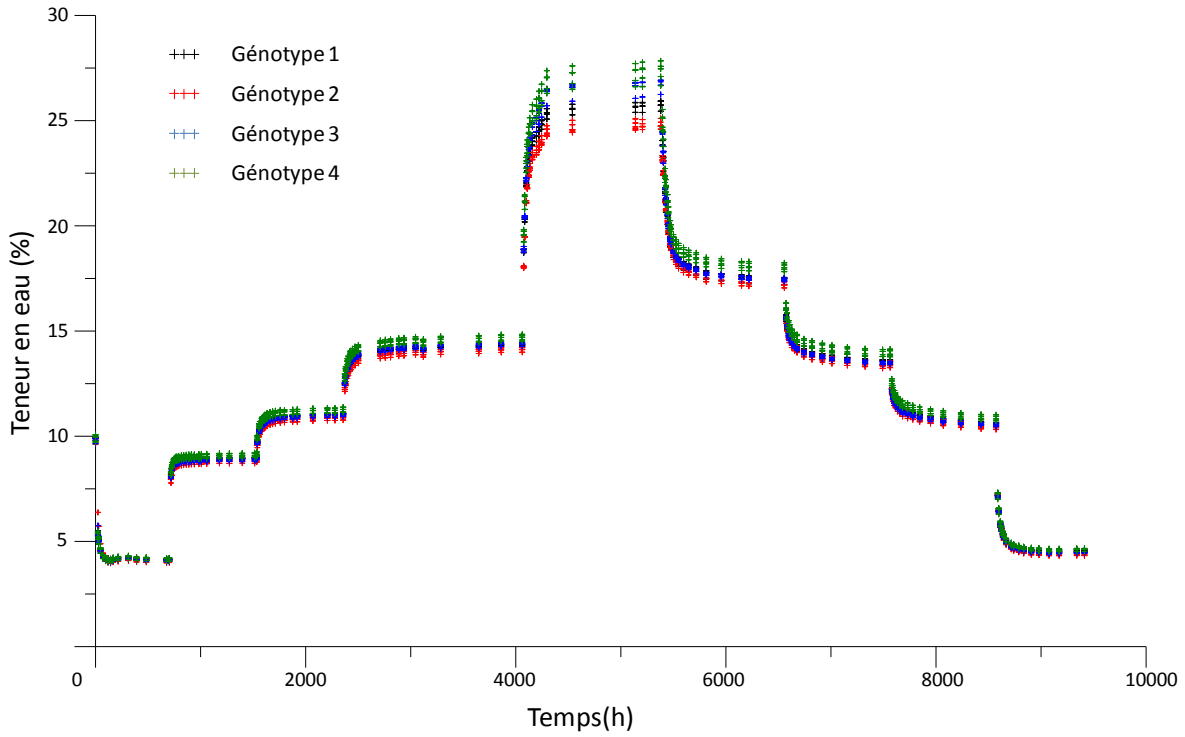

Figure III-21 : Cinétique de sorption dans la direction 3D

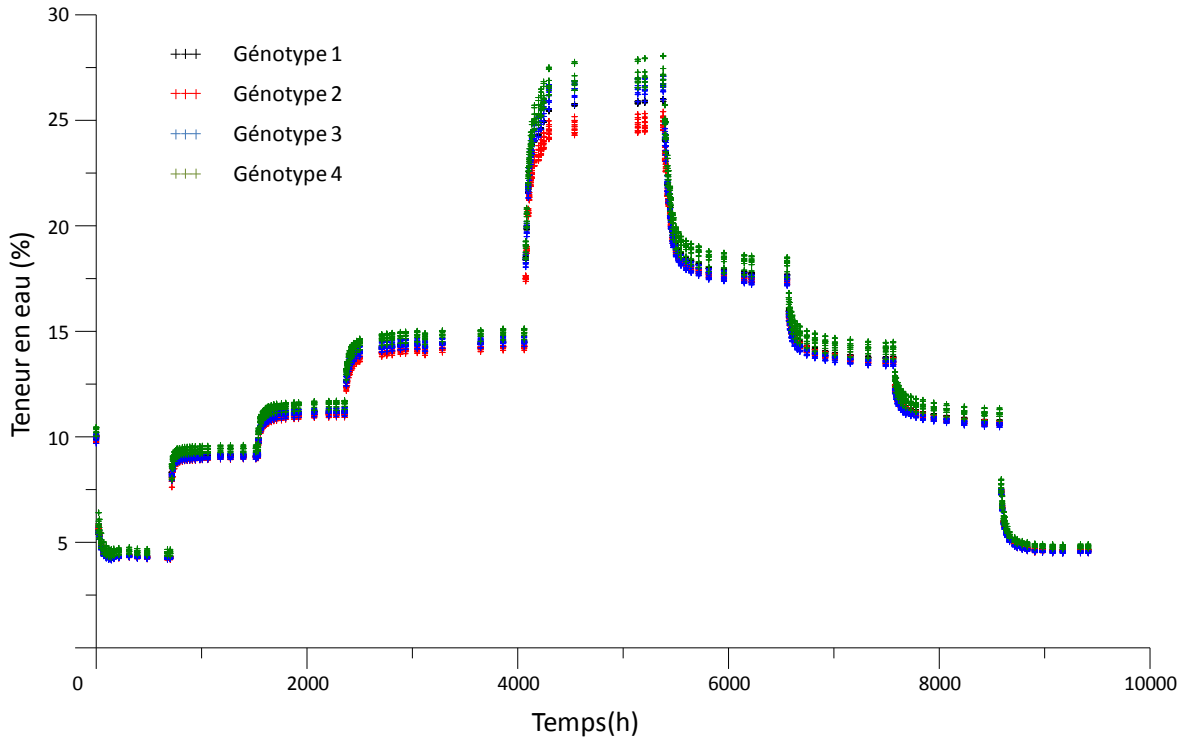

Figure III-22 : Cinétique de sorption dans la direction Longitudinale

BY-NC-ND

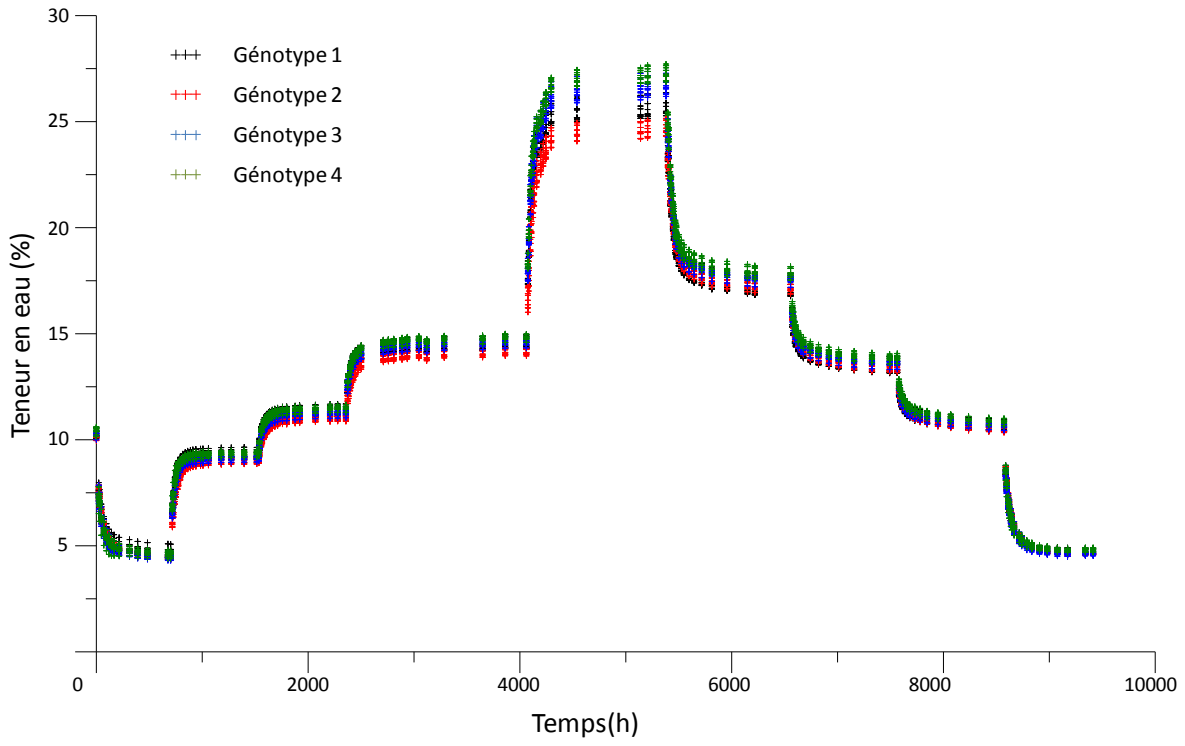

Figure III-23 : Cinétique de sorption dans la direction Radiale

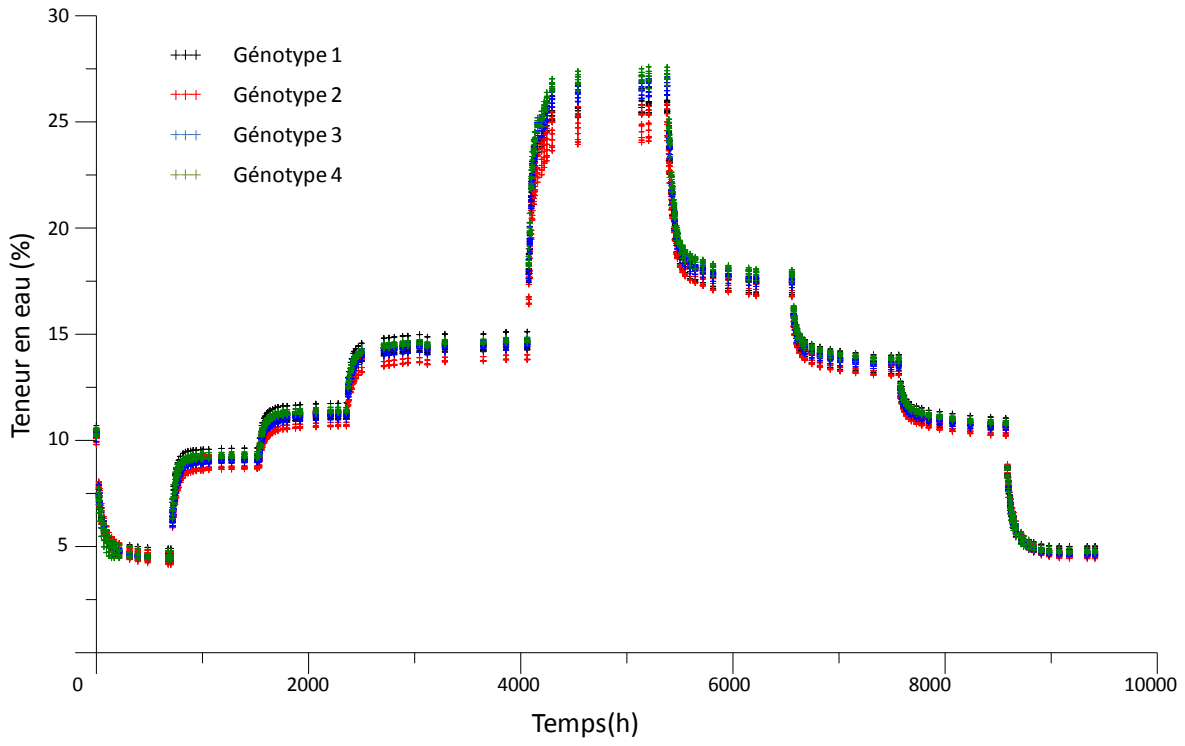

Figure III-24 : Cinétique de sorption dans la direction Tangentielle

BY-NC-ND

III.4. Conclusion

En s'inspirant de la littérature et à travers des études similaires visant la caractérisation du comportement hygroscopique, ce chapitre a fait l'objet d'un recensement des difficultés rencontrées dans le but de mettre en place un plan d'expérience optimisé et efficace, dont l'objectif est d'isoler la part de variabilité due au patrimoine génétique. En effet, la difficulté majeure de ce travail ressort de l'étendue de la variabilité que présente le matériau bois, et qui peut, par ailleurs, masquer toute corrélation entre le comportement hygroscopique et le patrimoine génétique de l'essence. Pour mener à bien cette étude, un dessiccateur a été spécifiquement conçu dans le respect des normes en vigueur.

Le temps expérimental a été optimisé par des pré-simulations du processus de diffusion selon différentes configurations. Elles ont permis de définir le déroulement de l'expérience en termes de nombre de paliers hydriques et en termes de géométrie des éprouvettes étudiées. Finalement, les 13 mois d'expérience ont pris leur place dans les trois années d'études.

Durant les essais, les différentes teneurs en eaux relevées suite à chaque équilibre hydrique ont permis de tracer les isothermes de sorption de chaque éprouvette. De même, le suivi des teneurs en eau a permis de caractériser expérimentalement les cinétiques de sorption. Les résultats expérimentaux obtenus sont propres et riches en mesures, comparés à ce que la littérature nous propose. Ils représentent la base de données exploitée dans la suite de ce travail.

BY-NC-ND

Chapitre IV. Evaluation des paramètres de diffusion par méthodes inverses

Les chapitres précédents ont mis en évidence le lien de causalité entre l'hygroscopicité du bois et les risques liés aux attaques biologiques. Les outils numériques permettent, en occurrence, une estimation de l'état hydrique des ouvrages en extérieur et d'appréhender les zones à haut risque biologique. La connaissance des conditions métrologiques moyennes de l'environnement de l'ouvrage considéré, permet, en appui des modèles numériques, d'évaluer les champs de teneur en eau ainsi que leur évolution dans le temps, dès lors que les paramètres de diffusion sont renseignés.

La connaissance des paramètres de diffusion est basée principalement sur la caractérisation expérimentale. En effet, les cinétiques de diffusion ainsi que les isothermes de sorption, propres aux matériaux, constituent une base indispensable pour l'évaluation de ces paramètres.

Le processus de diffusion est modélisé par une série d'équations aux dérivés partielles, dont la résolution demeure complexe et nécessite l'emploi d'une discrétisation (ici éléments finis) tridimensionnelle. L'identification repose alors sur une analyse inverse minimisant l'écart entre les calculs fournis par le modèle et les mesures expérimentales. Un algorithme d'optimisation de type Simplex est alors associé au modèle direct de transfert de masse. Cet algorithme utilise une fonction objective pour lui permet de converger vers un ensemble de propriétés de transfert de masse. Dans le sens des moindres carrés, cette fonction objective se définit comme l'écart entre les résultats expérimentaux et le modèle numérique. Dans ces conditions, plusieurs stratégies peuvent être approchées selon les plages expérimentales introduites dans la procédure d'optimisation ; l'objectif à terme étant de comparer et d'isoler les différents génotypes dans l'espoir d'une sélection répondant au critère de durabilité explicité précédemment.

BY-NC-ND

IV.1. Modèle de diffusion par éléments finis

IV.1.1. Modèle numérique

La modélisation du processus de diffusion (loi de Fick) se met en place en opérant une analogie avec le processus de transfert de chaleur (loi de Fourrier) Figure IV-1.

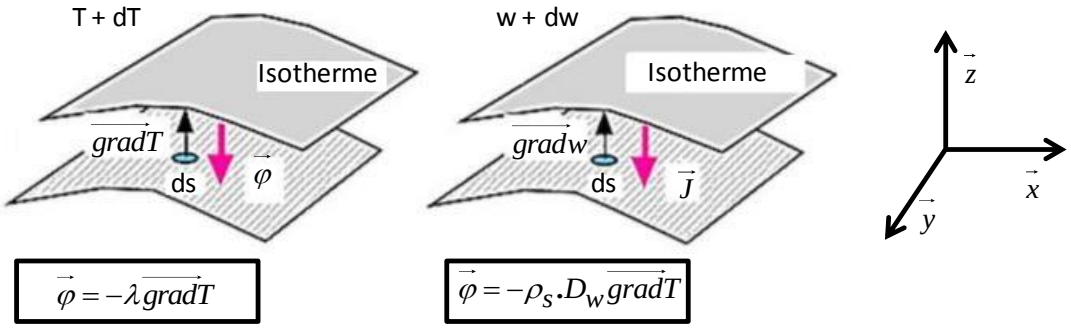

Figure IV-1 : Analogie entre le transfert thermique et Hydrique

Le Tableau IV-1 résume l'ensemble des équations qui régissent le processus de diffusion hydrique et thermique, ainsi que les correspondances entre grandeurs et coefficients analogues. Pour des raisons de simplicité, les équations sont décrites selon un processus de transfert unidirectionnel.

Tableau IV-1 : Equations de transfert

Diffusion thermique	Diffusion hydrique
Densité surfacique de flux (Fourrier) : [W.m^{-2}] $\varphi = -\lambda \frac{dT}{dx}$	Densité surfacique de flux (FIck) : [kg.m^{-}2.s^{-1}] $\varphi_W = -\rho_S D_W \frac{dw}{dx}$
Conservation de l'énergie thermique : $\rho C \frac{dT}{dt} = \frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x}\right)$	Conservation de la masse : $\frac{dw}{dt} = \frac{\partial}{\partial x}\left(D_W \frac{\partial w}{\partial x}\right)$
Echange superficiel : $\lambda \frac{\partial T}{\partial x} = h\left(T_e - T_{surf}\right)$	Echange superficiel : $D_W \frac{\partial w}{\partial x} = S\left(w_{eq} - w_{surf}\right)$ w_{eq} : Teneur en eau d'équilibre (Isotherme de sorption)

BY-NC-ND

ρ : masse volumique (kg/m³) C : Chaleur spécifique [J/kg.K] λ : Conductivité thermique [W/m.K] T_{surf} : Température surface d'échange [K] T_e : Température ambiante [K] h : coefficient d'échange convectif [W/m².K]	$\rho = 1$ $C = 1$ D_w [m²/s] w_{surf} [kg $_{eau}$ / kg $_{matériau\ sec}$] w_{eq} [kg $_{eau}$ / kg $_{matériau\ sec}$] S [m/s]

Cette analogie offre la possibilité d'utiliser l'ensemble des outils de transfert de chaleur proposé par le code aux éléments finis Castem. Ce dernier a été choisi comme plateforme de développement. En effet, le calcul utilise une procédure qui permet une résolution d'un problème thermique transitoire. La stratégie adoptée consiste à présenter les équations hydriques sous forme d'une équation de diffusion thermique linéaire ou non linéaire. Le traitement du problème hydrique a nécessité des développements spécifiques dans l'environnement Castem. Il s'agit d'une adaptation de la méthode implicite de thermique transitoire (Translin). La procédure « PASAPAS », habituellement utilisée en diffusion transitoire, a été remplacée par des appels répétés à une procédure de résolution spécifique s'inspirant de la procédure incrémentale TRANSLIN existante. Après chaque pas de résolution, les propriétés matériaux sont réactualisées afin de prendre en compte un comportement non linéaire. Dans un second temps, le post-traitement des résultats permet de représenter les profils spatiaux des champs hydriques en fonction du temps. Par intégration volumique des champs, la procédure calcule l'humidité moyenne dans l'échantillon ; une donnée globale directement comparable au taux d'humidité mesuré par la méthode gravimétrique. Ainsi, les données d'évolution d'humidité moyenne entrent dans le processus d'optimisation.

IV.1.2. Discrétisation géométrique

Le maillage éléments finis permet une discrétisation du volume de l'échantillon. Pour être le plus représentatif de la réalité, le modèle prend en compte l'orientation des cernes via un repère orthotrope cylindrique dont l'origine est positionnée au centre de la moelle virtuelle du support, Figure IV-2. Ainsi, pour un point M donné, on considère un repère local, composé de la direction longitudinale (parallèle au cœur), de la direction radiale (colinéaire aux cernes de croissance) et de la direction tangentielle (tangente aux cernes de croissance).

BY-NC-ND

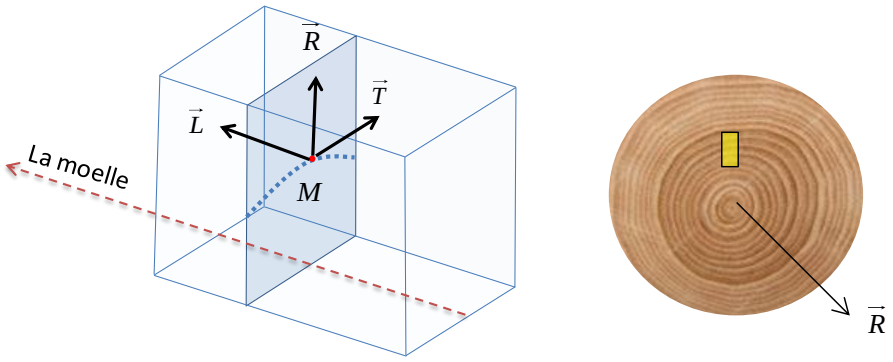

Figure IV-2 : Repère locale cylindrique orthotrope

IV.1.3. Conditions limites imposées

Les conditions aux limites imposées sont de deux sortes. Sur les faces étanchéifiées, des conditions de flux normal nul sont imposées. Sur les surfaces libres d'échange hydrique, des conditions convectives sont considérées. Les essais gravimétriques imposant des paliers d'humidité relative, le taux d'humidité d'équilibre w_{eq} correspondant (via les isothermes de sorption) est imposé et induit un flux hydrique entre l'air et la surface d'échange. Comme indiqué en Figure IV-3, les conditions initiales correspondent aux valeurs des premiers équilibres atteints suite à la première mise en conditionnement de chaque éprouvette. Ceci entraîne une mise en place d'un gradient hydrique entre les extrémités de l'échantillon et son cœur tendant à s'équilibrer peu à peu jusqu'à atteindre un équilibre hydrique homogène w_{eq}.

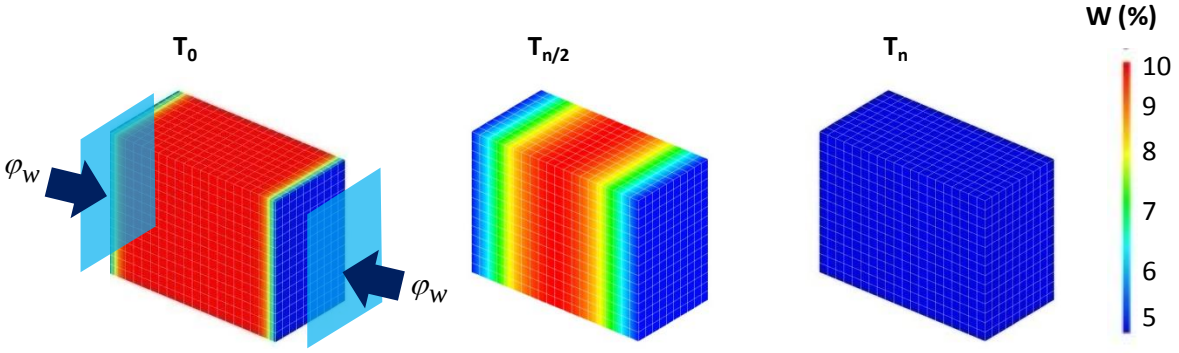

Figure IV-3 : Modèle directe de diffusion (diffusion uni-axiale)

IV.2. Méthode inverse pour l'évaluation des paramètres de diffusion

La méthode inverse est une méthode indirecte qui permet d'identifier les propriétés inconnues. Déjà mentionnée dans le premier chapitre, cette méthode se constitue de trois étapes : l'essai expérimental, le développement d'un modèle mathématique ou numérique et un algorithme de minimisation de l'écart entre les données expérimentales et le modèle. Elle est exigeante du point de vue expérimentale mais rigoureuse en termes d'interprétation des données. Les deux premières étapes, étant déjà présentées au fil de ce manuscrit, nous

BY-NC-ND

présentons ici l'algorithme de minimisation d'écart « Downhill simplex method » dit le Simplex.

IV.2.1. Méthode du Simplexe

Plusieurs méthodes de minimisation sont proposées dans la littérature. Parmi celles-ci, on peut citer les méthodes de Gauss-Newton, de Levenberg-Maquaardt ou de Newton-Rraphson (Kern 2002 ; Marquardt 1983 ; Méité et al. 2014). Elles s'appliquent aux fonctions à une ou plusieurs variables.

Dans le cadre de notre étude, l'algorithme du Simplexe sera appliqué, et représente une généralisation à plusieurs variables d'une dichotomie, la variable inconnue étant remplacée par un vecteur dont les composantes sont constituées de différentes variables à déterminer. La méthode a été introduite par Nelder et Mead en 1965 et permet, contrairement aux autres algorithmes, de déterminer les minima d'une fonction objective, sans aucune dérivation de la fonction (Nelder & Mead 1965). Ainsi, pour des problèmes ayant peu de paramètres à évaluer, cette technique reste parmi les plus performantes et robustes. Elle est également appréciée par sa simplicité de programmation et son faible temps de calcul, critère qui a son importance lorsqu'on connait les temps de résolution du modèle de transfert tridimensionnel.

Le principe du Simplex se résume à la mise en œuvre d'une figure géométrique à n dimensions et (n+1) sommets, dit Simplex ; n étant le nombre de paramètres à identifier. Chaque sommet correspond à une valeur de la fonction objective. Suite à de simples transformations géométriques successives (réduction, extension de la figure), un nouveau simplex est recherché dans le but de se rapprocher d'un minimum global. Les transformations dépendent d'une série de comparaisons entre les valeurs de la fonction objective correspondants aux sommets, et ce, afin de remplacer la valeur maximale par un nouveau point fixe. Petit à petit, le simplexe se réduit en rapprochant les sommets jusqu'à aboutir à un point de convergence.

Considérons $X_i(1 \text{ à } n)$ sommets du simplex donnant comme fonctions objectives $f(X_i)$. Systématiquement, il est proposé une hiérarchisation comme suit :

$$f(X_1) \leq f(X_2) \leq \ldots \leq f(X_{n+1}) \qquad \text{IV-1}$$

$F(X_1)$ et $f(X_{n+1})$ correspondent, respectivement, au minima et au maxima de la fonction objective. Chaque étape du simplex consiste à remplacer le point X_{n+1}, dont la fonction objective est la plus forte (point le plus éloigné de la solution optimale), par un nouveau point symétrique, d'un point intercalé entre ce dernier et le barycentre de la figure géométrique. Un premier point est donc calculé de tel façon qu'il soit symétrique au sommet X_{n+1} par rapport à $\overline{X}$, et dont les coordonnées sont données par :

$$X_f = (1+\alpha)\overline{X} - \alpha X_{n+1} \quad (usuellement \alpha = 1) \qquad \text{IV-2}$$

BY-NC-ND

- Si $f\left(X_f\right) < f\left(X_1\right)$, on cherche une solution éloignée mais dans la même direction telle que :

$$X_e = \overline{X} + \gamma(X_f - \overline{X}) \quad (\gamma > 1, usuellement \gamma = 2) \qquad \text{IV-3}$$

Dans ce cas ; soit $f(X_e) \leq f(X_f)$ correspondant à une expansion du simplex, Figure IV-4 :

$$X_{n+1} = X_e \qquad \text{IV-4}$$

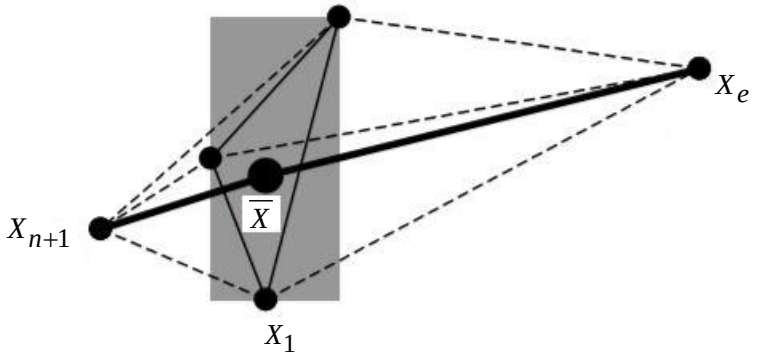

Figure IV-4 : Expansion du simplex (KOUCHADE 2004)

Soit, on se limite au point X_f correspondant à une réflexion du simplex, Figure IV-5, se traduisant par :

$$X_{n+1} = X_f \qquad \text{IV-5}$$

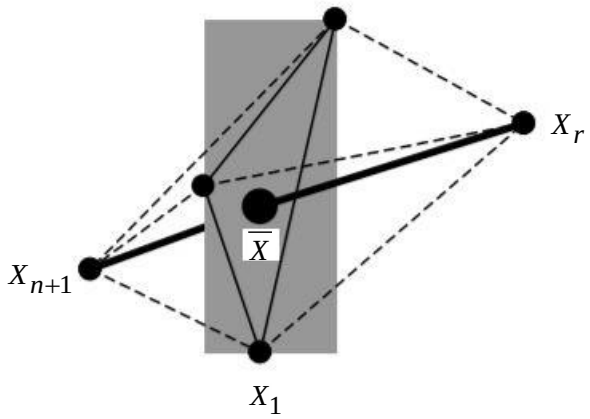

Figure IV-5 : Expansion du simplex (KOUCHADE 2004)

BY-NC-ND

- Si $f\left(X_f\right) > f\left(X_1\right)$, le simplexe demande à être réduit. Cela se traduit par de nouveaux points situés au centre des deux segments $\left|\overline{X}, X_f\right|$ et $\left|\overline{X}, X_{n+1}\right|$, tels que :

$$\begin{aligned} X_{ce} &= \overline{X} + \beta\left(X_f - \overline{X}\right) \\ X_{ci} &= \overline{X} - \beta\left(X_f - \overline{X}\right) \end{aligned} \qquad \text{IV-6}$$

Comme précédemment, soit $f(X_{ci})$ ou $f(X_{ce}) < f(X_n)$, il s'agit alors d'une contraction, respectivement interne ou externe du simplex, Figure IV-6:

$$X_{n+1} = X_{ce} \quad ou \quad X_{n+1} = X_{ci} \qquad \text{IV-7}$$

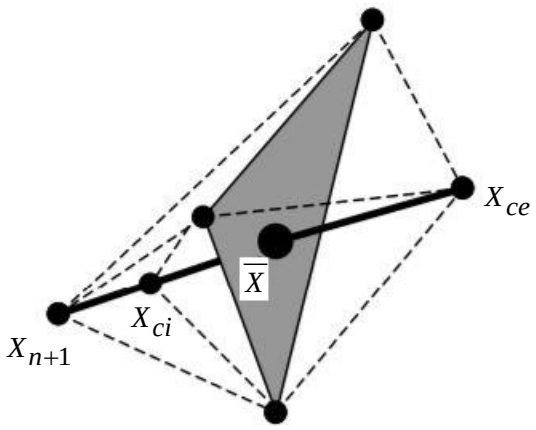

Figure IV-6 : Contraction interne (X_{ci}) et Externe (X_{ce}) du Simplex (KOUCHADE 2004)

Soit, $f(X_{ci})$ et $f(X_{ce}) < f(X_n)$, le simplex est rétréci, Figure IV-7. Seul le point le plus proche du minimum est gardé, les autres seront remplacés par les milieux des segments tels que :

$$\forall i \in (2, n+1), v_i = X_1 + \sigma\left(X_i - X_1\right) \qquad \text{IV-8}$$

BY-NC-ND

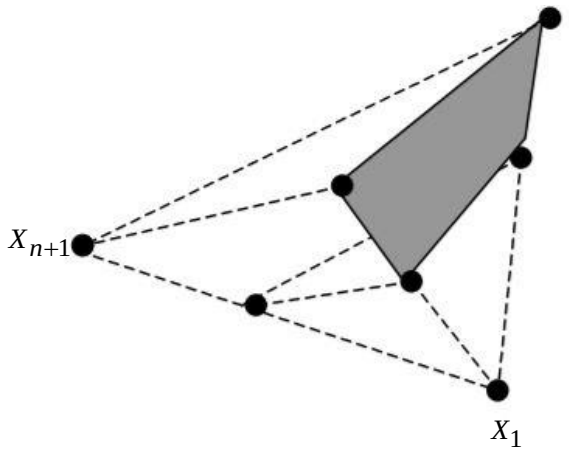

Figure IV-7 : Rétrécissement du simplex (KOUCHADE 2004)

Les points sont réordonnés selon l'inéquation (IV-1). L'algorithme est ensuite réitéré afin de réduire pas après pas, la taille du simplexe jusqu'à obtenir son optimisation. Idéalement, cette optimisation doit aboutir à une convergence unique. Cependant, selon le réalisme du modèle, on doit souvent se satisfaire d'une minimisation de la géométrie du simplex.

IV.2.2. Schéma de détermination des paramètres de diffusion

Le schéma de détermination des paramètres de diffusion est présenté en Figure IV-8.

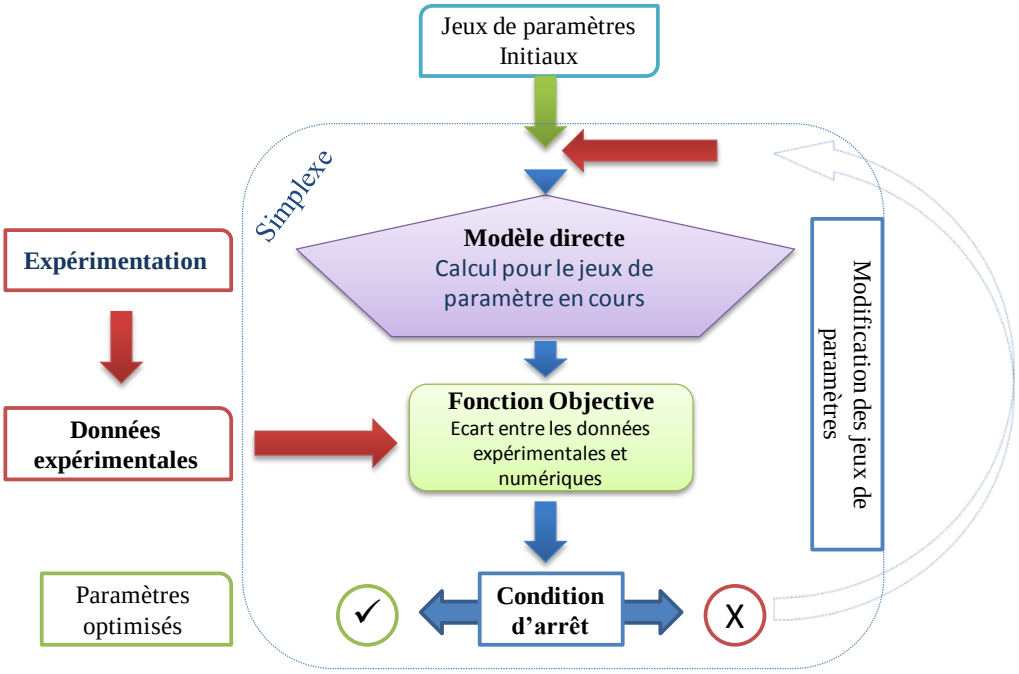

Figure IV-8 Schéma de détermination des paramètres de diffusion

L'algorithme du Simplexe est implémenté dans l'environnement éléments finis Castem. Dans un premier temps, les paramètres initiaux sont choisis selon des données disponibles dans la bibliographie afin de limiter le nombre d'itérations. Les différentes phases de

BY-NC-ND

l'expérimentation sont ensuite modélisées à l'aide du modèle direct. L'algorithme du simplexe est ensuite mis en œuvre jusqu'à sa convergence.

Selon la pertinence du modèle employé, l'algorithme peut converger vers des minimas locaux dépendants souvent de la géométrie initiale du simplexe. La robustesse de la méthode nécessite donc de réitérer l'algorithme en choisissant plusieurs géométries de simplexe initiales. La convergence vers une solution commune permet alors de valider les paramètres identifiés.

IV.2.3. Fonction objective

La fonction objective a pour rôle d'identifier l'écart ou « l'erreur » entre les données expérimentales et celles de la simulation. Dans notre cas, les données sont l'évolution temporelle de la teneur en eau moyenne, dans le sens des moindres carrés. Ainsi, pour chaque instant t_i, la teneur en eau expérimentale $W_{\exp}$ et numérique W_{num} permettent de définir la fonction objective de la façon suivante :

$$F = \frac{1}{N}\sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left(W_{num}(t_i) - W_{\exp}(t_i)\right)^2} \qquad \text{IV-9}$$

IV.2.4. Critères d'arrêt

L'arrêt du processus d'optimisation est basé sur la recherche d'un minimum de la fonction objective. Le critère d'arrêt peut alors s'exprimer de la façon suivante :

$$F(X_{n+1}) \leq F_n \qquad \text{IV-10}$$

F_n est la valeur minimale de la fonction objective.

Cependant, la convergence parfaite de l'algorithme n'étant que théorique, le critère d'arrêt est basé sur une minimisation de la variation du vecteur inconnu entre deux pas successifs d'optimisation. Dans notre cas, le critère d'arrêt retenu est le suivant :

$$\left|\frac{X_{i+1} - X_i}{X_i}\right| \leq F_m \qquad \text{IV-11}$$

BY-NC-ND

F_m représente la valeur maximale de variation des paramètres entre deux itérations successives. Il s'agit d'une variable d'adaptation du processus qui peut représenter, dans la pratique, la robustesse de la méthode.

IV.3. Stratégie d'optimisation

L'objectif de l'analyse inverse est d'évaluer les paramètres de diffusion. Ceux-ci sont caractérisés principalement par le coefficient D_0 pour une diffusion linéaire et le coefficient de non linéarité K s'il s'agit d'une diffusion non linéaire. Plusieurs auteurs s'accordent sur le fait que la diffusion dans le matériau bois et ses propriétés sont dépendantes de l'état hydrique de l'instant. Cette non linéarité fera l'objet de discussions dans le cadre de l'analyse des données expérimentales.

Egalement, la question des échanges hydriques convectifs fera l'objet d'une caractérisation globale. En effet, les échanges hydriques entre l'air ambiant et les fibres de bois en surface des échantillons sont modélisés via le coefficient d'échange surfacique S_w, paramètre plus intrinsèque aux conditions expérimentales contrôlées (flux d'air local, état de surface des échantillons, etc.).

IV.3.1. Coefficient d'échange surfacique

Le dessiccateur intègre deux ventilateurs en partie supérieure assurant un brassage d'air régulier. Une première série de simulations numériques, couplées à de l'analyse inverse, est réalisée afin de vérifier que la vitesse locale du flux d'air correspond à un échange hydrique direct entre l'air et la surface des échantillons. Dans un premier temps, nous considérons un processus de transfert de masse linéaire afin d'isoler plus facilement, d'une part, le coefficient de diffusion et le coefficient d'échange surfacique, d'autre part. Comme indiqué dans le Tableau IV-2, l'algorithme de simplex est mis en œuvre en considérant deux séries de paramètres initiaux (géométrie à 3 sommets et deux inconnues). Dans un premier temps, seule la première éprouvette appartenant au premier génotype est considérée (G1-Ep1).

Tableau IV-2 Résultats des identifications

	D_0 (m²/s)	S (m/s)	F
Identification 1	5.98	8.01E-01	3.5345E-05
Identification 2	5.98	7.92E-02	3.5345E-05

Les résultats mettent en évidence deux aspects significatifs. Le premier concerne le coefficient de diffusion D_0 qui converge vers une valeur unique, et ce, avec la même valeur de convergence de la fonction objective. Le second concerne le coefficient d'échange surfacique S. Les deux procédures d'inversion induisent des valeurs très différentes. Nous pouvons en déduire qu'à ce stade de notre étude, le coefficient d'échange surfacique

BY-NC-ND

présente un poids très négligeable sur le processus d'inversion. D'ailleurs, au regard de la Figure IV-9 dans laquelle sont comparées les cinétiques d'adsorption expérimentales et numériques, les deux valeurs de S conduisent aux mêmes cinétiques simulées. Enfin, les chemins d'évolution des paramètres de diffusion, durant les différentes étapes de convergence, montrent une convergence identique du coefficient de diffusion mais associée à une convergence très différente de S, Figure IV-10.

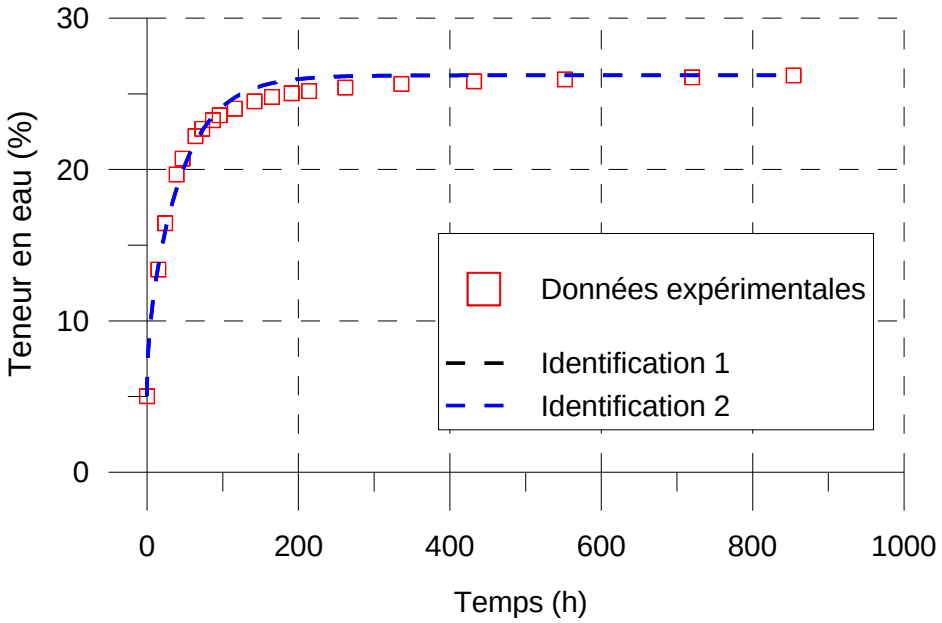

Figure IV-9 : Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique

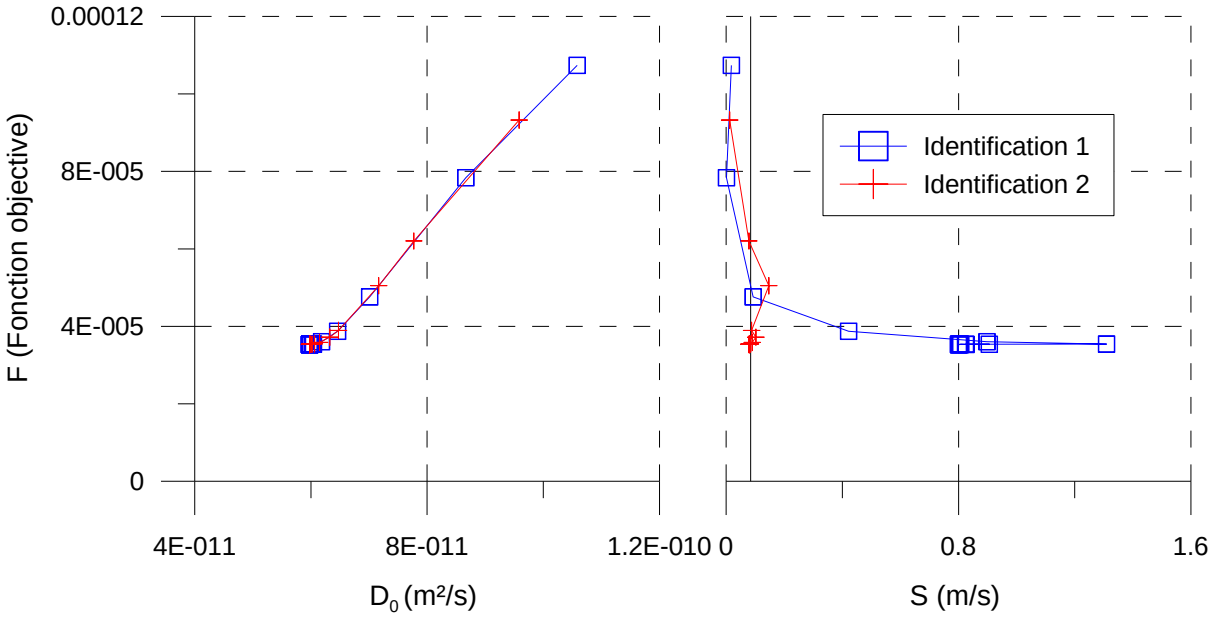

Figure IV-10 Chemins d'identification pour D_0 et S

BY-NC-ND

Enfin, la sensibilité du paramètre S est étudiée en réalisant une étude paramétrique du processus d'adsorption. La Figure IV-11 montre qu'au-delà d'un coefficient d'échange surfacique de 10^{-6}m/s, les résultats de simulation sont identiques et convergent vers la mesure expérimentale avec une constance du coefficient de diffusion, Tableau IV-3. Au-delà de 10^{-6} m/s, cela correspond à imposer directement le taux d'humidité d'équilibre en surface de l'échantillon ($S \rightarrow \infty \; m/s$). Dans la suite de notre étude, nous nous placerons dans cette configuration, Figure 12.

Tableau IV-3 Résultats des identifications avec des valeurs différentes du coefficient d'échange convectif

Valeurs du coefficient d'échange (m/s)	Coefficient de diffusion D0 (m²/s)	Valeur de la fonction objective F
10E-09	4.72E-05	2.24E-02
10E-08	4.72E-05	3.70E-03
10E-06	6.20E-11	3.64E-05
10E-03	5.98E-11	3.53E-05
Teneur en eau imposée	5.98E-11	3.53E-05

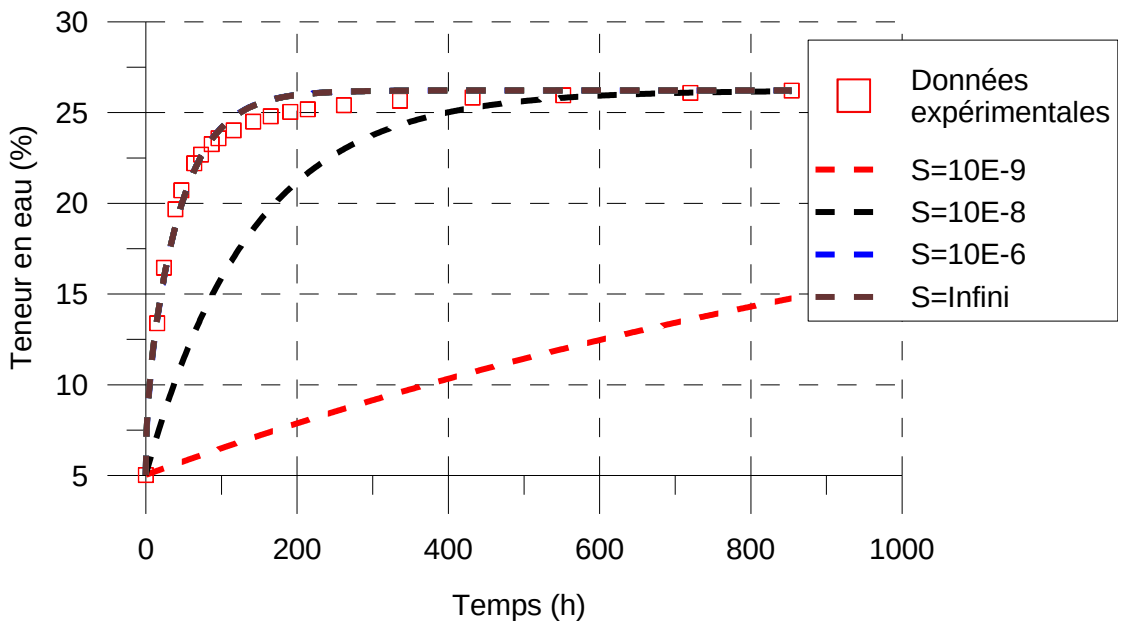

Figure IV-11 Influence du coefficient d'échange S sur l'identification des paramètres de diffusion

BY-NC-ND

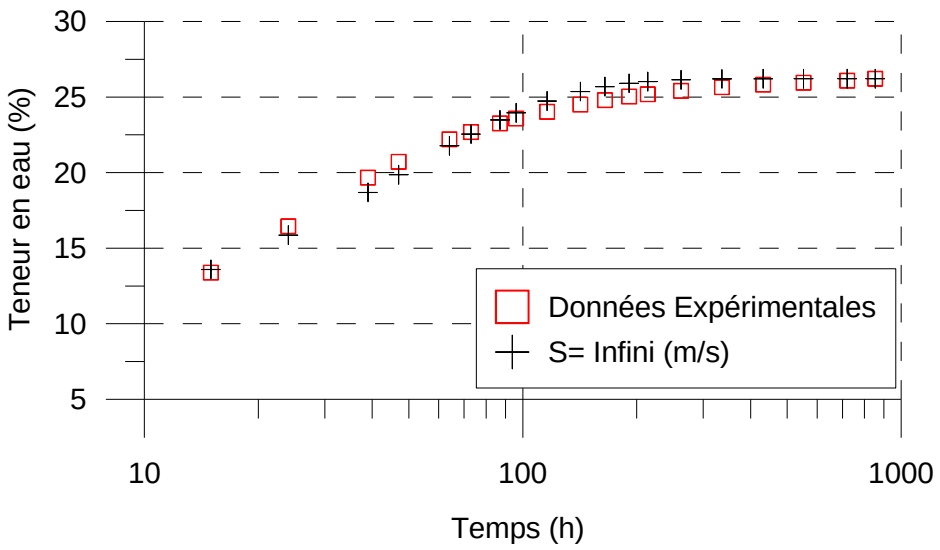

Figure IV-12 Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique

IV.3.2. Coefficient de diffusion

Sur la base des résultats expérimentaux, plusieurs approches d'inversion peuvent être abordées. Il s'agit donc de choisir la meilleure qui permettra, par la suite, de différencier les quatre génotypes. Dans cette section, deux stratégies sont étudiées. Le protocole expérimental de caractérisation des paramètres de diffusion consiste à définir un chemin d'adsorption et de désorption par paliers d'humidité relative, et ce, sous des conditions isothermes. Pour étudier le caractère non linéaire du processus de diffusion, la première stratégie consiste à identifier les paramètres de diffusion palier par palier. La seconde stratégie consiste en une caractérisation globale intégrant l'ensemble des paliers d'adsorption et de désorption.

IV.3.2.1. Identification palier par palier

Cette partie fera l'objet de l'identification du coefficient de diffusion en se basant sur les données expérimentales relatives à chaque palier. Suite à l'étude précédente, nous considérons un coefficient d'échange surfacique infiniment grand. Les teneurs en eau initiale et d'équilibre, relatives à chaque palier, représentent les conditions initiales et finales en termes de simulation numérique. Chaque palier représente une variation limitée d'humidité, nous considérons donc des cinétiques de diffusion linéaire par palier. En considérant la même éprouvette G1-Ep1 (Génotype n°1 – Eprouvette n°1), le Tableau IV-4 présente le coefficient de diffusion optimisé pour chaque palier ainsi que la fonction objective obtenue après convergence du processus d'optimisation. Nous noterons que le premier palier n'est qu'indicatif car l'état hydrique initial est mal défini en termes d'homogénéité de l'humidité dans l'échantillon.

BY-NC-ND

Tableau IV-4 Identifications linéaires palier - par palier

Plages d'humidité relative	D_w (m²/s)	F
Ambiante – 13.4%	6.08E-11	1.45E-04
13.4% - 45%	7.30E-11	5.04E-05
45% - 60%	5.09E-11	5.72E-05
60% - 77%	4.21E-11	1.03E-04
77% - 100%	4.68E-11	5.27E-04
100% - 77.8%	3.28E-11	3.78E-04
77.8% - 60.9%	5.35E-11	2.18E-04
60.9% - 45%	4.54E-11	2.17E-04
45% - 13.4%	5.11E-11	1.11E-04

La reconstruction individuelle de chaque palier de la cinétique de sorption (adsorption et désorption) est présentée dans la Figure IV-13. Chaque couleur correspond à un palier, et pour une lecture plus aisée, le même code couleur sera employé par la suite de cette section. Les résultats montrent que le modèle reproduit fidèlement les résultats expérimentaux avec une très bonne correspondance entre les cinétiques expérimentales et numériques. En revanche, les valeurs et la variabilité du coefficient de diffusions identifiées mettent clairement en évidence une dépendance avec la plage d'humidité relative étudiée, signe d'un comportement non linéaire du processus de diffusion.

BY-NC-ND

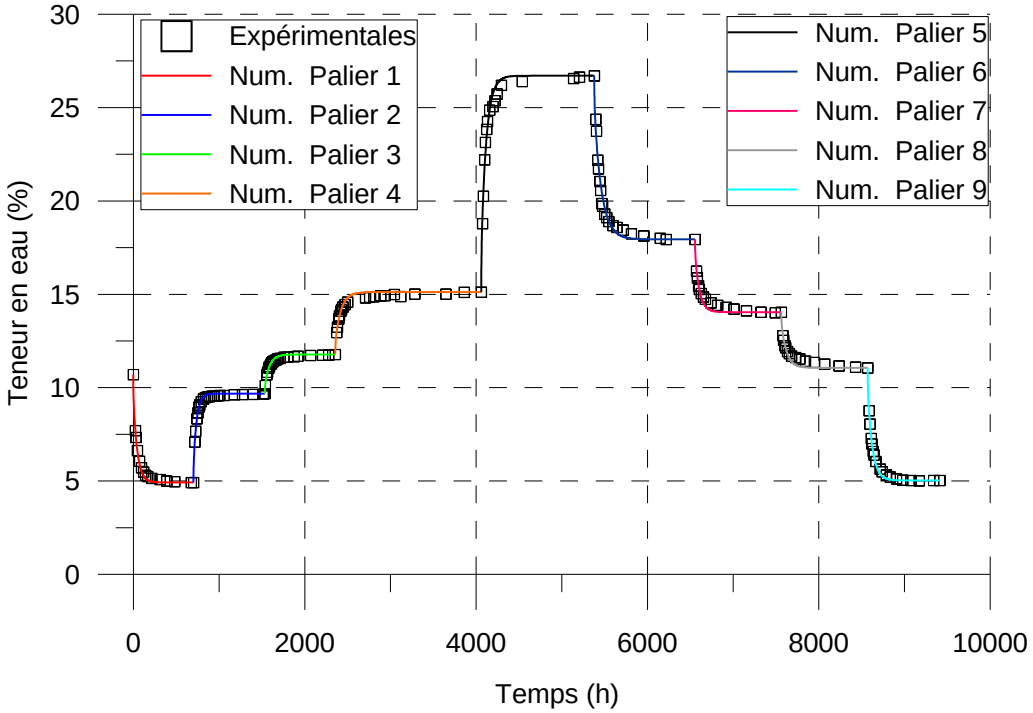

Figure IV-13 Evolution de la teneur en eau expérimentale et Numérique - palier par palier

Pour prendre en compte cette non linéarité, une deuxième identification est établie en considérant un modèle non linéaire, avec un coefficient de diffusion qui dépend de l'état hydrique du matériau. Les résultats sont présentés dans le Tableau IV-5. Nous noterons que les valeurs de la fonction objective présentées, permettent seulement de comparer les deux modèles sur la base du même palier considéré.

Tableau IV-5 Identifications non linéaires - palier par palier

Plages d'humidité relative	D_0 (m²/s)	K	F
Ambiante – 13.4%	2.34E-11	13.30	7.20E-05
13.4% - 45%	8.75E-11	-2.28	5.00E-05
45% - 60%	6.46E-11	-2.13	5.65E-05
60% - 77%	2.63E-11	3.42	1.05E-04
77% - 100%	2.96E-11	2.03	5.24E-04
100% - 77.8%	5.55E-11	-2.51	3.68E-04
77.8% - 60.9%	1.19E-11	9.68	1.97E-04
60.9% - 45%	1.47E-11	9.05	2.05E-04
45% - 13.4%	2.78E-11	8.23	9.35E-05

BY-NC-ND

Pour cette identification, la convergence de l'algorithme n'est pas établie. Le critère d'arrêt a donc été modifié sur la base des valeurs de la fonction objective obtenues lors de l'identification précédente. Les chemins d'inversion, pour chacun des deux paramètres ainsi que le coefficient de diffusion et le coefficient de non linéarité, sont présentés dans la Figure IV-14. Il en ressort que, pour chaque palier, le système admet plusieurs solutions possibles en fonction du couple D_0 et K.

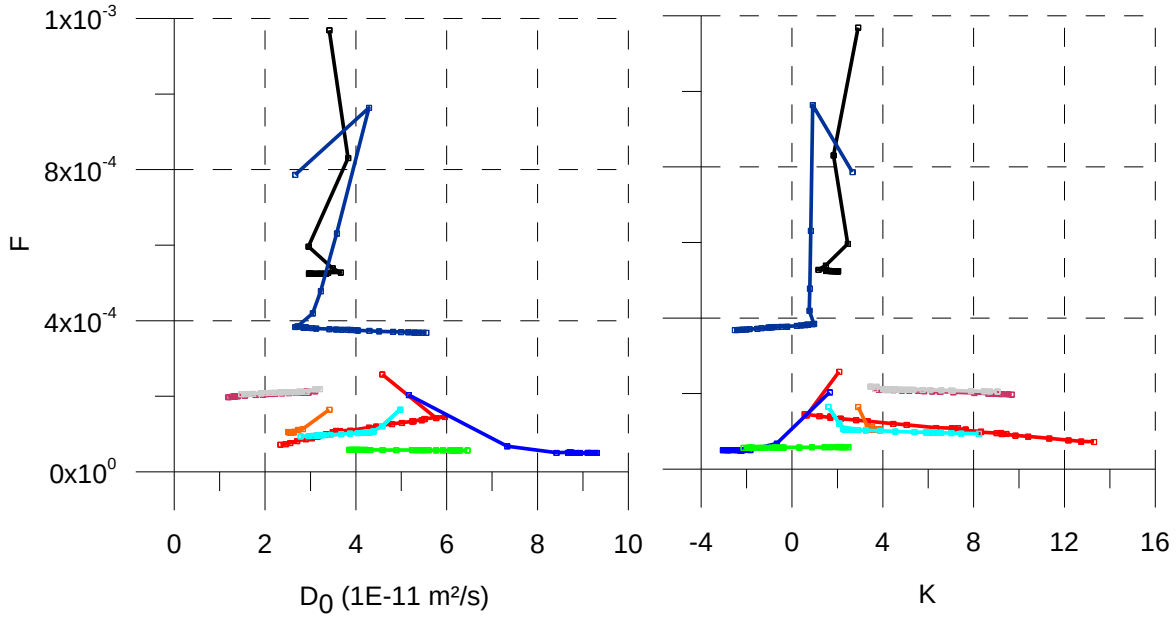

Figure IV-14 Chemins d'identification D_0 et K pour les différents paliers

A titre de comparaison, la Figure IV-15 montre l'évolution du coefficient de diffusion pour chaque plage d'humidités relatives correspondantes aux deux modèles utilisés.

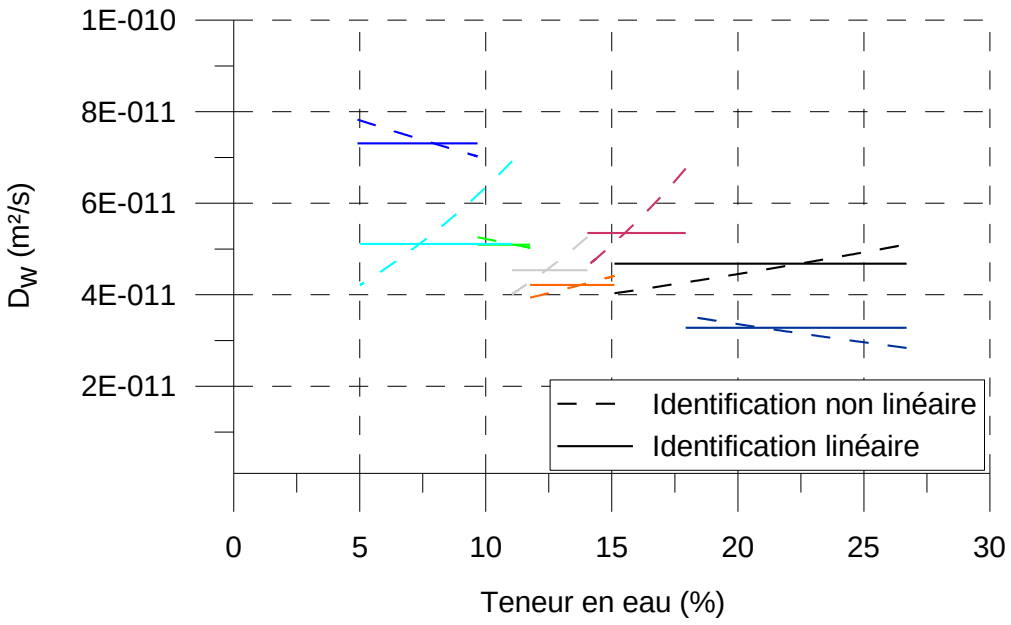

Figure IV-15 Evolution du coefficient de diffusion avec l'état hydrique du matériau – palier par palier

BY-NC-ND

En se basant sur une comparaison des valeurs de la fonction objective obtenues lors des deux identifications, on peut affirmer que le modèle non linéaire permet une meilleure identification que le modèle linéaire.

En revanche, plusieurs couples de valeurs D_0 et K permettent de reproduire le même résultat pour chacun des paliers étudiés. Non seulement, ce constat remet en cause la robustesse de la méthode mais rend aussi difficile, la comparaison des différents génotypes.

Un nouveau chemin hydrique est alors étudié intégrant la totalité de la plage d'humidité relative avec un balayage complet du domaine hygroscopique.

IV.3.2.2. Identification en adsorption continue

Cette identification fait suite aux essais présentés précédemment. Les conditions hydriques initiales de cette identification correspondent donc à l'état final précédent. L'ensemble des échantillons ont, par conséquent, subi une isotherme complète de désorption après avoir atteint w_s correspondant à une humidité relative de 100%HR avant séchage jusqu'à la stabilisation à 5% d'humidité interne. L'ensemble des génotypes est toujours placé dans le dessiccateur dans lequel on impose une humidité relative de 100%HR. La Figure IV-16 présente les résultats expérimentaux avant l'optimisation numérique. Nous remarquons, dans un premier temps, des faisceaux de courbes permettant de discriminer les génotypes avec, dans les cas extrêmes, une différence de 5% sur l'humidité à saturation w_s, paramètre que nous avons identifié comme étant un marqueur de durabilité complémentaire au coefficient de diffusion.

BY-NC-ND

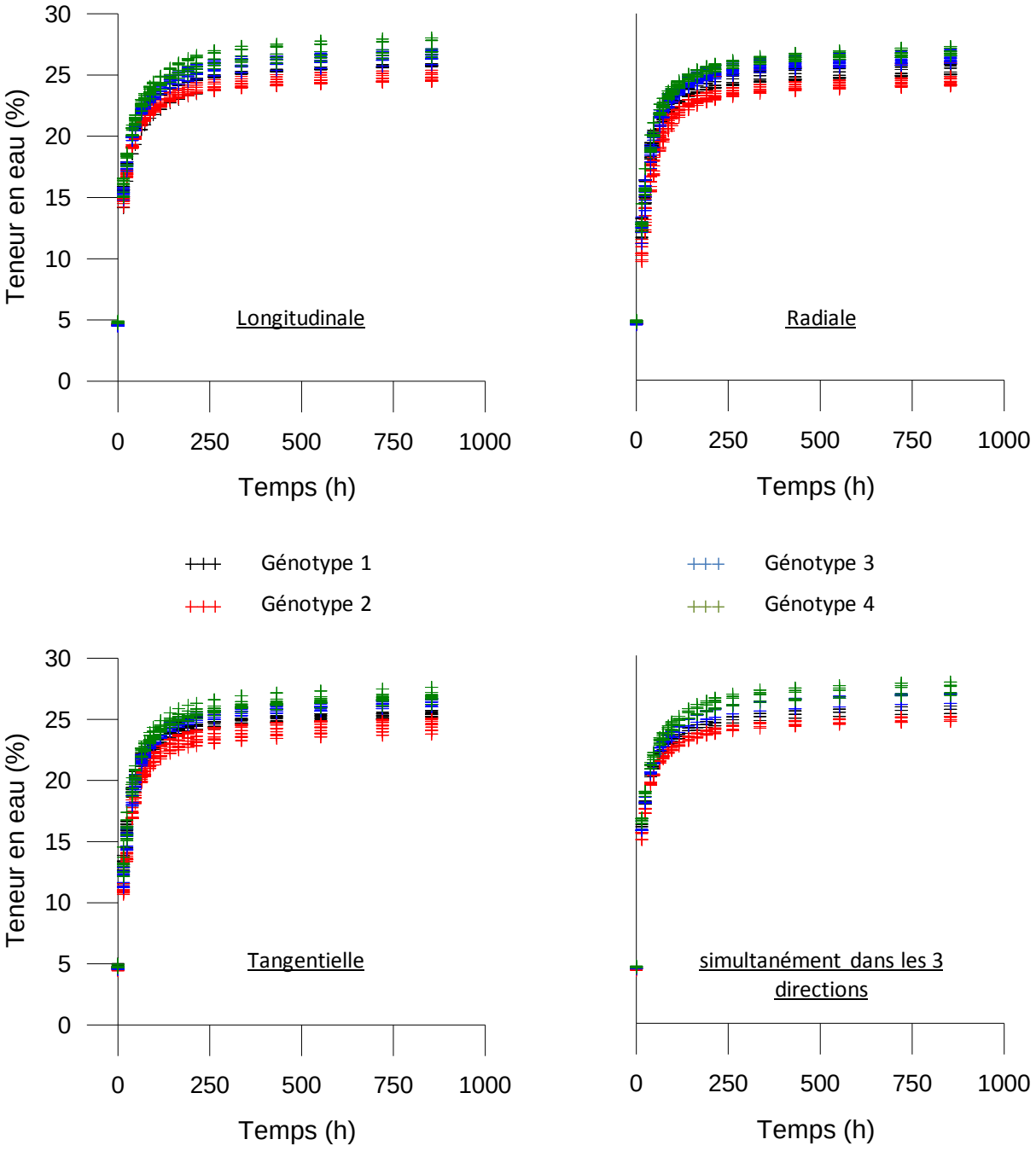

Figure IV-16 Cinétiques de sorption selon la direction de diffusion

Sur la base de ces nouveaux essais, l'optimisation numérique est mise en œuvre en considérant une cinétique d'adsorption linéaire et non linéaire. Afin de comparer les stratégies employées, l'identification est basée sur la cinétique de l'éprouvette (G1-Ep1). Les résultats sont présentés dans le Tableau IV-6

BY-NC-ND

Tableau IV-6 Résultats des identifications sur palier unique

Modèle	D_0 (m²/s)	K	F
linéaire	6.28E-11	0	5.28E-04
Non linéaire	8.30E-11	-1.52	5.18E-04

Les paramètres de diffusion identifiés permettent de reproduire la cinétique numérique lors d'un calcul direct, Figure IV-17.

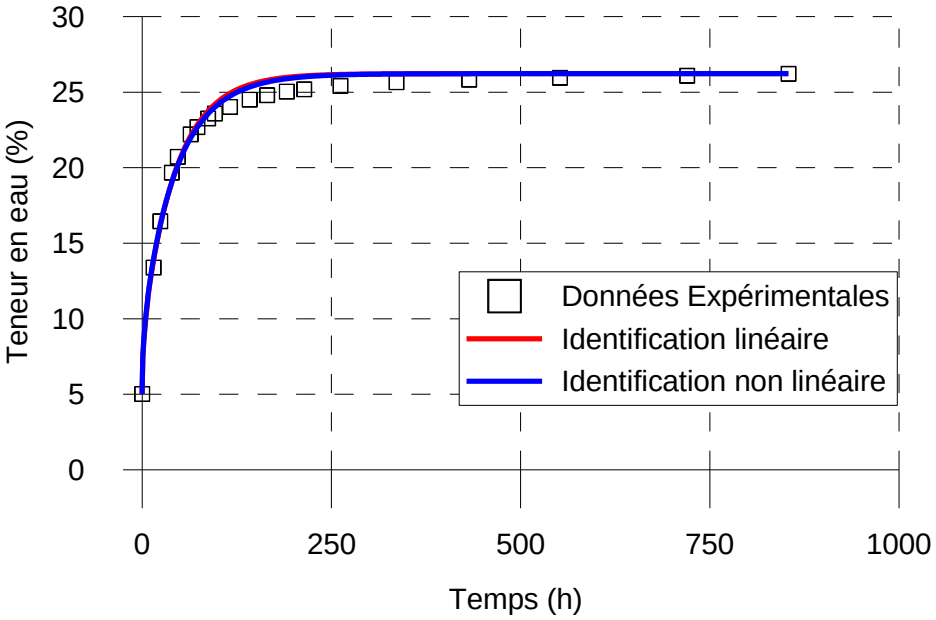

Figure IV-17 Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique sur palier unique

Si la flexibilité du modèle non linéaire permet un calage optimal se manifestant par une minimisation de la fonction objective, en comparaison avec le modèle linéaire, les chemins d'identification (Figure IV-18) révèlent, de nouveau, un algorithme qui ne converge pas. En effet, au fil de l'optimisation, même si la valeur de la fonction objective présente un minimum, les paramètres ne convergent pas. Ainsi, plusieurs couples de valeurs de D_0 et K peuvent être considérés comme solution.

Des identifications similaires sont établies à partir d'autres cinétiques des éprouvettes appartenant au même génotype. Les résultats des optimisations sont présentés dans le Tableau IV-7. Ils mettent en évidence une meilleure stabilité des solutions convergentes pour le modèle linéaire et montrent que l'algorithme employant un modèle non linéaire présente une faiblesse de robustesse de la méthode. Or, une bonne pertinence de la convergence peut garantir une meilleure discrimination et sélection des génotypes en termes de propriétés de diffusion.

BY-NC-ND

Tableau IV-7 Résultats des identifications sur palier unique

Modèle	Eprouvettes	D_0 (m²/s)	K
Linéaire	1	6.28E-11	0
	2	6.03E-11	0
	3	6.60E-11	0
Non linéaire	1	8.30E-11	-1.52
	2	7.05E-11	-0.87
	3	1.05E-10	-2.77

Les résultats des identifications linéaires sont encourageants du fait que les valeurs obtenues sont comparables. Au contraire, les résultats obtenus lors des identifications non linéaires sont dispersés. Cependant, le fait que l'algorithme ne converge pas vers une solution unique de D_0 et K, ne permet pas de comparer les résultats. Car si on se réfère au chemin d'identification de la première éprouvette (Figure IV-18), on constate que l'algorithme non linéaire a également identifié un couple de valeurs proche de celles identifiées avec le model linéaire. On peut donc en conclure, suite à ces constats, qu'une identification basée sur une seule cinétique, serait insuffisante pour l'optimisation des paramètres de diffusion, et ce, malgré la très bonne correspondance entre les données expérimentales et les résultats de la simulation.

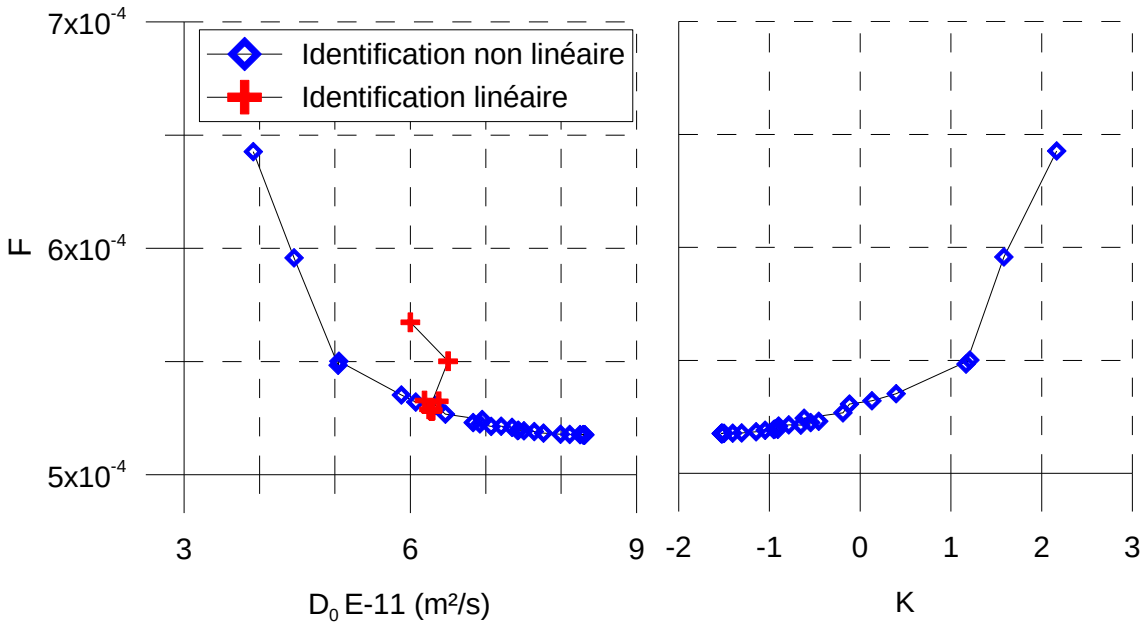

Figure IV-18 Chemins D'identification pour D_0 et K sur palier unique

BY-NC-ND

IV.3.2.3. Identification globale

Cette dernière identification consiste en un regroupement des résultats expérimentaux par échelon d'humidité (adsorption et désorption) suivis de la seconde phase d'adsorption continue. Ainsi, les paramètres de diffusion sont communs à chaque palier. La fonction objective est calculée sur l'ensemble des données expérimentales. Il est cependant admis que ces paramètres sont différents selon le sens de la diffusion (adsorption, désorption).

IV.3.2.3.1. Phase d'adsorption et de désorption

Sur la base de la même éprouvette (G1-Ep1), le Tableau IV-8 résume les paramètres identifiés lors des identifications linéaire et non linéaire pour chacune des phases, adsorption et désorption.

Tableau IV-8 Résultats des identifications globales (phases d'adsorption et de désorption)

	Modèle	D_0 (m²/s)	K	F
Adsorption	linéaire	5.02E-11	-	3.00E-04
	Non linéaire	7.69E-11	-2.16	2.62E-04
Désorption	linéaire	3.92E-11	-	3.32E-04
	Non linéaire	5.83E-11	-2.33	2.74E-04

Les coefficients de diffusion obtenus sont nettement plus importants pour la phase d'adsorption que pour la phase de désorption, et ce, aussi bien pour un modèle linéaire que non linéaire. Quant aux coefficients de non linéarité, les valeurs identifiées restent très proches.

Une reconstruction des cinétiques d'adsorption et de désorption est présentée, respectivement, en Figure IV-19 et Figure IV-20. Les données optimisées, insérées dans le modèle, montrent une interpolation très satisfaisante des données expérimentales. Ce résultat montre que la méthode employée permet une caractérisation des propriétés intrinsèques au matériau et non à la méthode d'optimisation employée.

BY-NC-ND

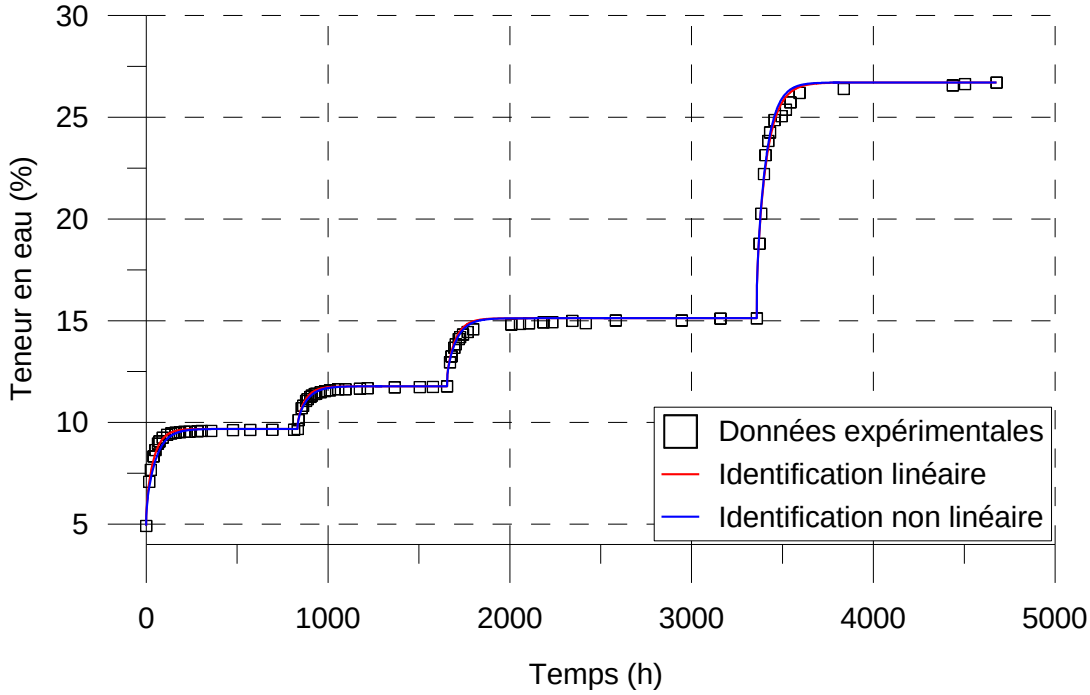

Figure IV-19 Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique (adsorption)

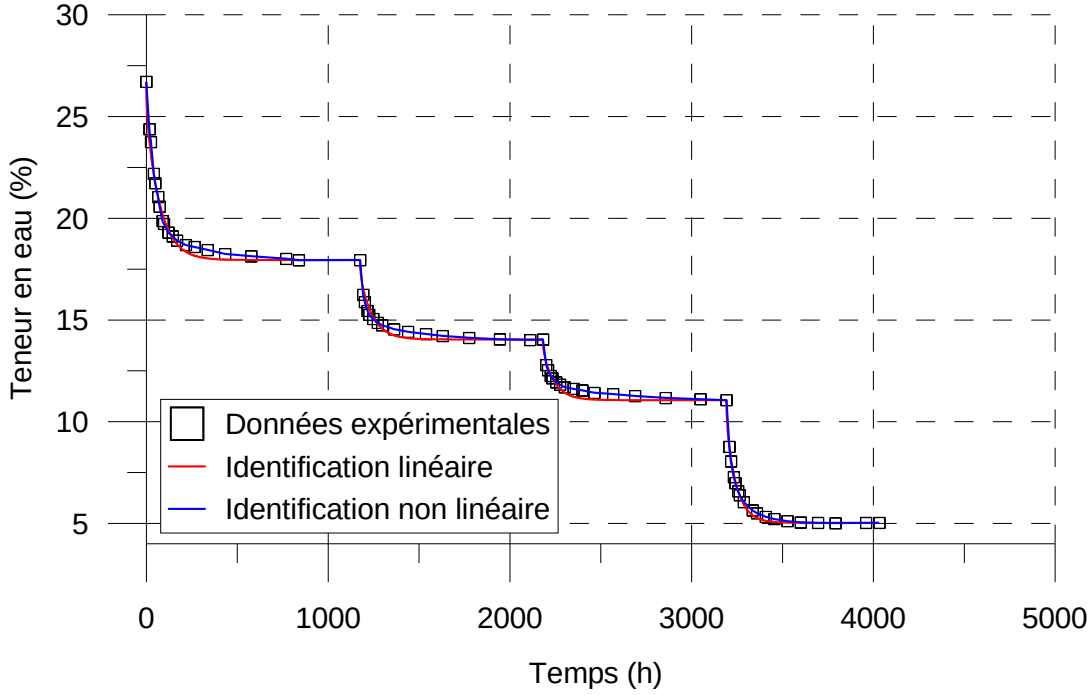

Figure IV-20 Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique (désorption)

Les chemins d'identification, lors des phases adsorption et désorption, sont également présentés dans la Figure IV-21. L'analyse de cette figure révèle une identification robuste en employant un modèle linéaire, ce qui n'est toujours pas le cas pour une approche non linéaire. En fait, l'intégration d'un plus grand nombre de données expérimentales contraint d'avantage l'algorithme vers une convergence unique.

BY-NC-ND

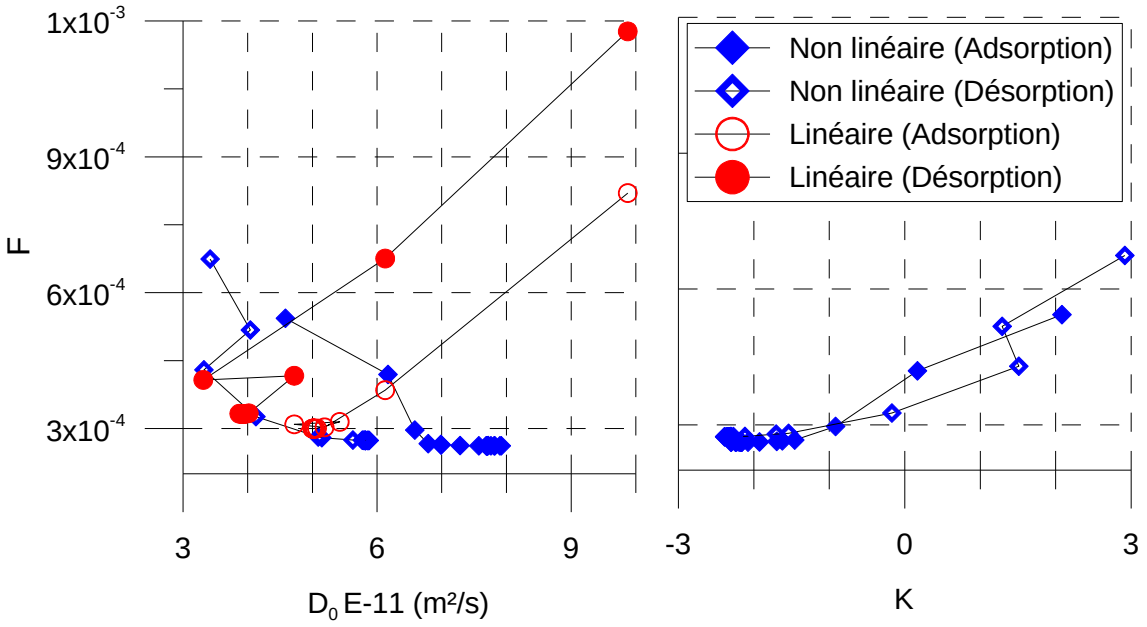

Figure IV-21 Chemins d'identification des paramètres de diffusion

IV.3.2.3.2. Phase d'adsorption et désorption confondues

Contrairement au paragraphe précédent, cette identification repose sur l'ensemble des données acquis toute au long de l'expérimentation sans faire de distinction entre les phases de désorption et d'adsorption. Ainsi, un seul jeu de paramètres est identifié, Tableau IV-9.

Tableau IV-9 Résultats des identifications globales

Modèle	D_0 (m²/s)	K	F
linéaire	5.42E-11	-	3.10E-04
Non linéaire	7.25E-11	-1.57	3.02E-04

Les valeurs obtenues se rapprochent relativement des valeurs identifiées lors de la phase d'adsorption. Les valeurs de la fonction objective relative aux deux modèles sont également très proches. Les cinétiques expérimentales et numériques sont représentées dans la Figure IV-22.

BY-NC-ND

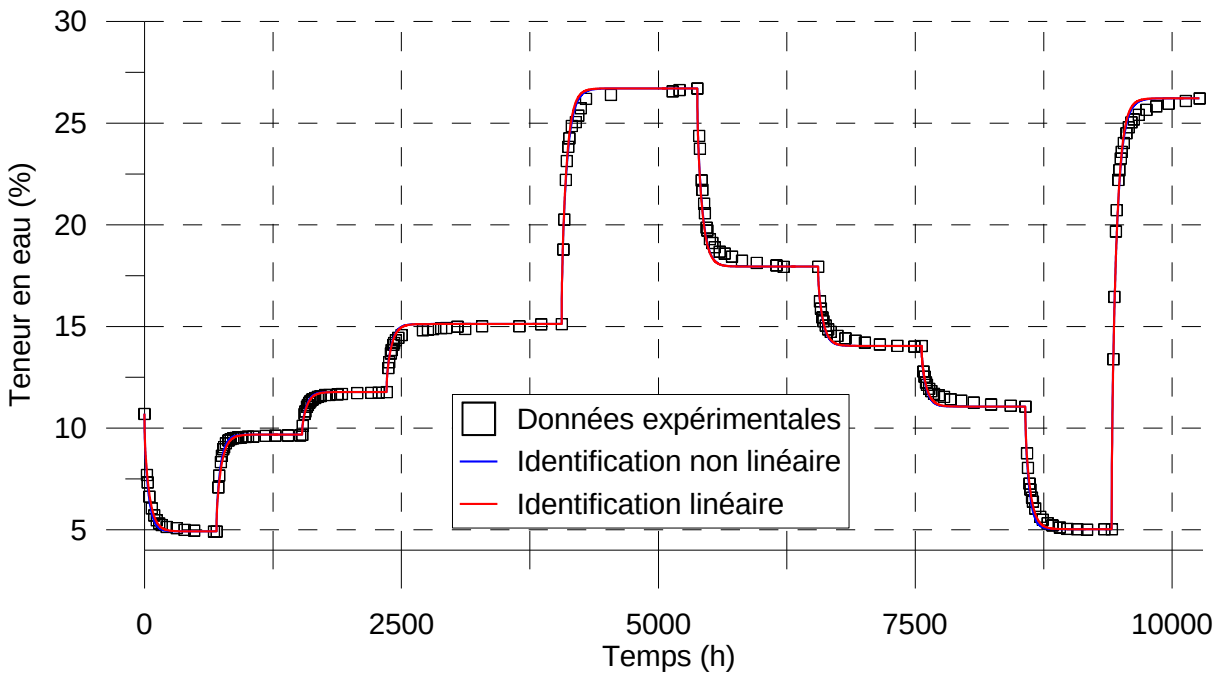

Figure IV-22 Cinétiques expérimentales et numériques

Les résultats de l'identification, proches des valeurs obtenues lors de l'identification établie que sur la phase d'adsorption, sont dus au nombre de mesures expérimentales, plus important durant cette phase.

Afin d'identifier des paramètres distincts vis-à-vis du sens de diffusion, il s'impose d'établir un équilibre entre le nombre de données expérimentales relatives à chaque phase. Le premier palier, correspondant à un conditionnement initial des éprouvettes, et le dernier palier, couvrant une large plage d'humidité relative, sont abandonnés pour l'identification à suivre.

Les données relatives à chaque palier sont également équilibrées de façon à avoir le même nombre de mesures par palier. Des points expérimentaux sont donc éliminés de chaque palier tout en gardant des intervalles de temps similaires entre chaque mesure. Les résultats de l'identification établie sur la nouvelle base des données expérimentales, sont présentés dans le Tableau IV-10 avec une représentation graphique en Figure IV-23.

Tableau IV-10 Résultats des identifications globales

Modèle	D_0 (m²/s)	K	F
Linéaire	4.49E-11	-	2.74E-04
Non linéaire	6.21E-11	-1.59	2.68E-04

BY-NC-ND

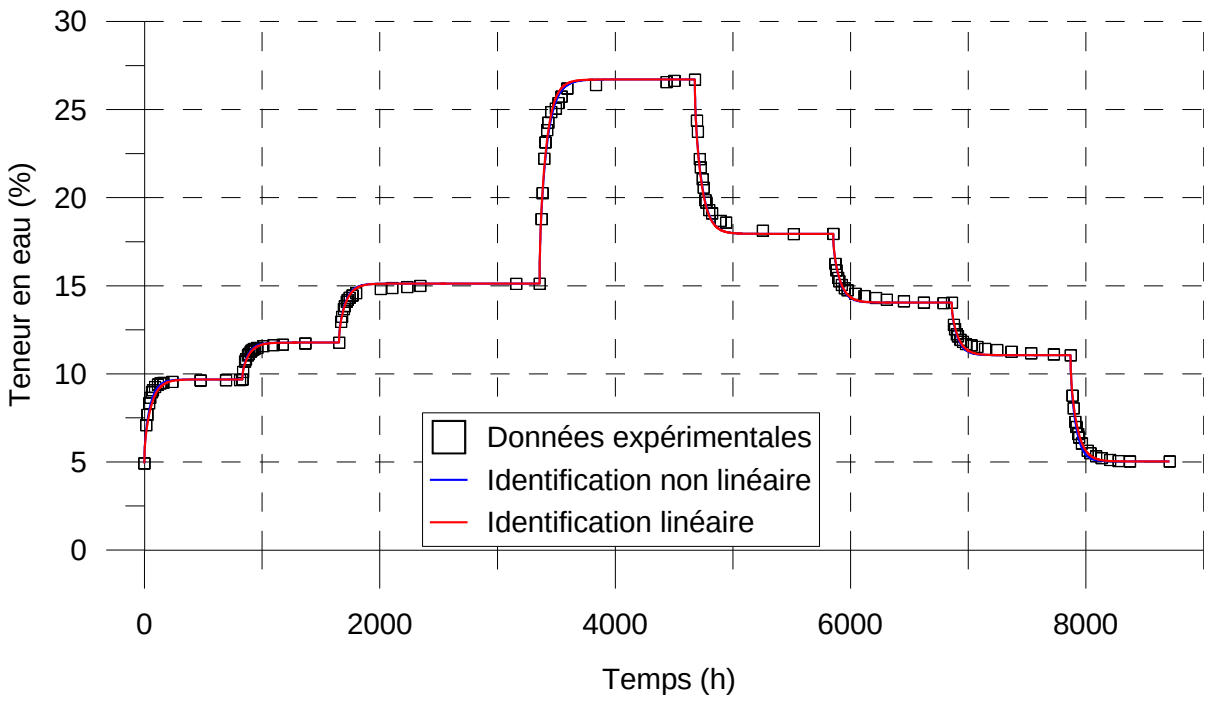

Figure IV-23 Cinétiques expérimentales et numériques

En accord avec la synthèse des différentes stratégies d'identification, (Figure IV-24 et Figure IV-25), nous pouvons à présent conclure que l'optimisation globale permet d'aboutir à une bonne caractérisation des propriétés de diffusion linéaire. Cette approche ne demande qu'un coefficient de diffusion pour chaque direction d'orthotropie, et ce, indépendamment d'une phase d'adsorption et de désorption.

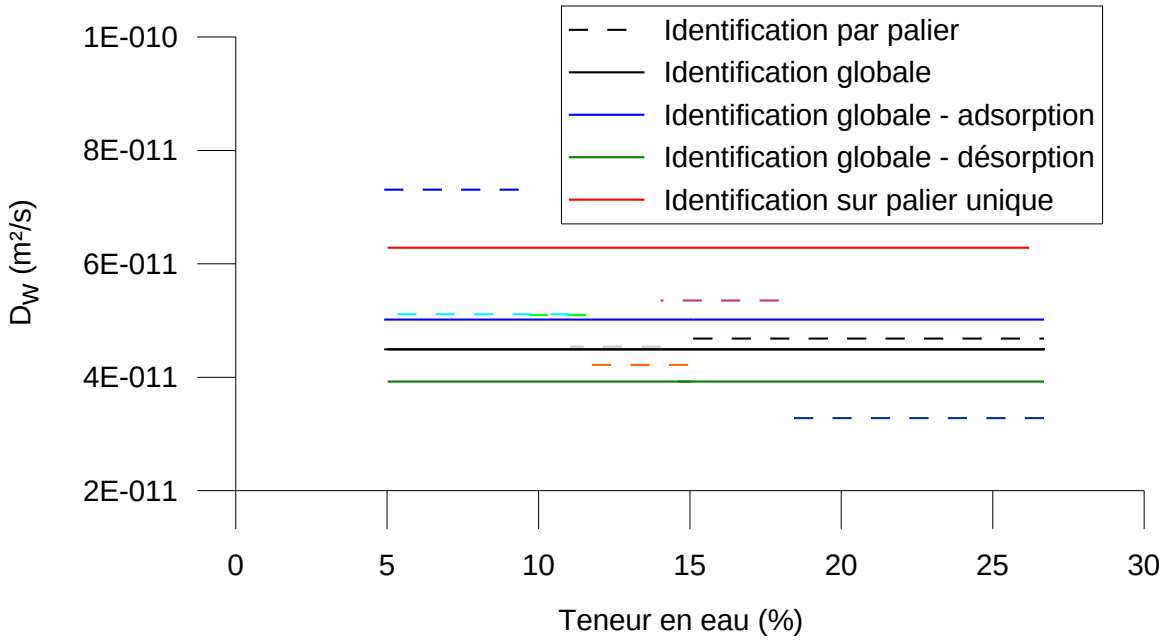

Figure IV-24 Evolution du coefficient de diffusion avec l'état hydrique (Modèle linéaire)

BY-NC-ND

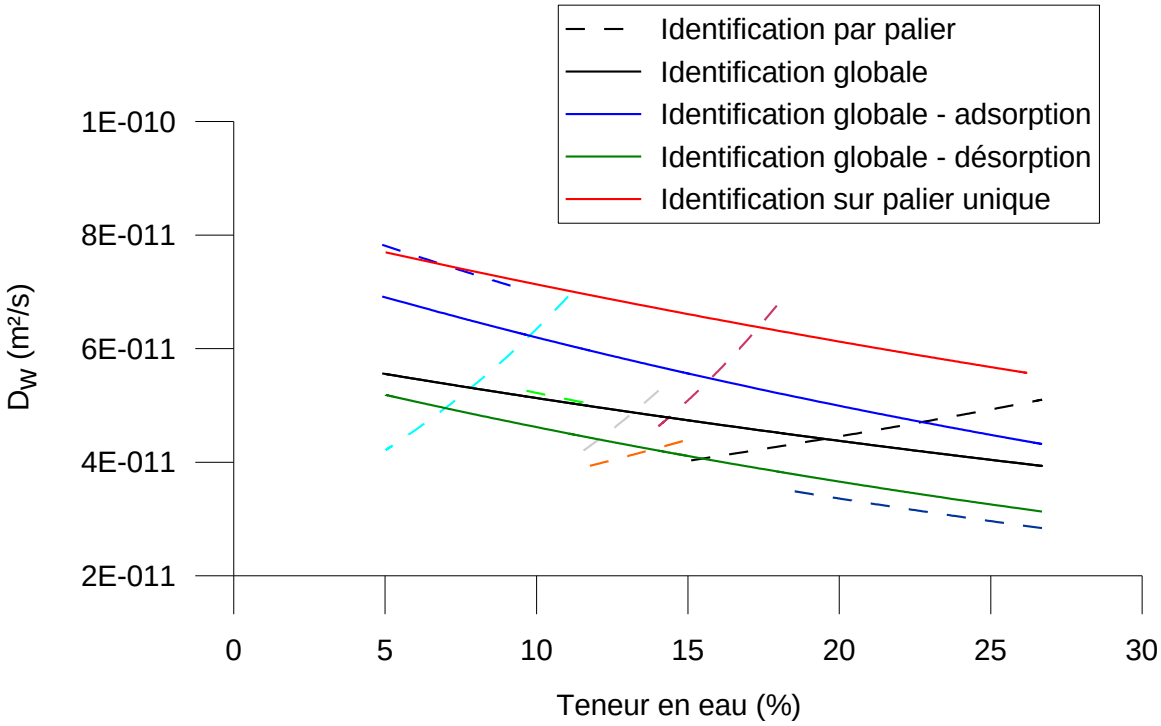

Figure IV-25 Evolution du coefficient de diffusion avec l'état hydrique (Modèle non linéaire)

IV.4. Conclusion. Stratégie d'identification retenue

En conclusion de l'étude précédente, et au regard du manque de robustesse vis-à-vis de l'optimisation en diffusion non linéaire, seul le modèle linéaire sera, pour la suite de l'étude, retenu. Reste à présent à retenir la stratégie d'identification commune à appliquer à l'ensemble des échantillons pour chaque génotype. L'arbitrage de la méthode repose principalement sur la fonction objective, image de l'erreur effective entre le résultat de la simulation et l'expérience. Le Tableau IV-11 résume les coefficients de diffusion utilisés pour les différentes stratégies d'optimisation étudiées. La Figure 26 donne une visualisation graphique complémentaire.

BY-NC-ND

Tableau IV-11 Résultats des simulations numériques

	Identification	Phase	D_0 (m²/s)	F
1	Palier par palier	Adsorption	5.32E-11	9.37E-06
		Désorption	4.87E-11	
2	Palier unique	Adsorption	6.28E-11	2.00E-05
3	Globale	Adsorption	5.02E-11	7.78E-06
		Désorption	3.92E-11	
4	Globale	Adsorption et désorption	4.49E-11	8.06E-06

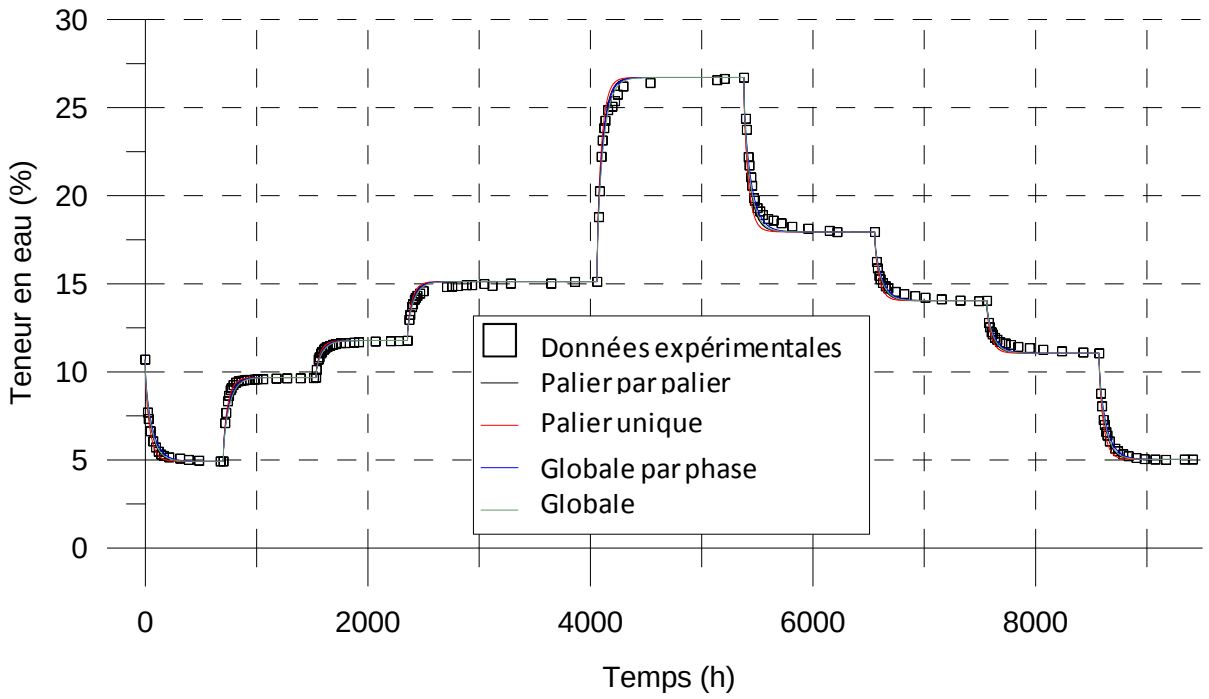

Figure IV-26 Cinétiques expérimentales et numériques

Par élimination, la stratégie du palier unique est écartée. Même si la caractérisation palier par palier donne le meilleur résultat en termes de fonction objective, elle possède l'inconvénient de proposer un coefficient de diffusion différent selon le palier, ce qui rend la caractérisation non intrinsèque. Reste enfin l'approche globale qui représente un bon compromis. Avec une cinétique de diffusion commune en adsorption et désorption, la méthode présente la meilleure optimisation en termes de fonction objective. Nous retiendrons, par la suite, cette stratégie d'identification.

BY-NC-ND

Ce dernier chapitre propose, dans un premier temps, une synthèse du travail de caractérisation expérimentale présenté précédemment. L'optimisation par méthode inverse permet d'obtenir les propriétés d'isotherme de sorption et de diffusion hydrique. Le bilan permet une sélection de génotypes en relation avec les critères de durabilité annoncés en début de cette étude. Si cette sélection peut demeurer subjective vis-à-vis des écarts de paramètres annoncés, ce chapitre est complété par un travail de simulation numérique mettant en scène les 4 génotypes dans une poutre de structure soumise au climat corrézien d'Egletons.

V.1. Isothermes de sorption

Le protocole expérimental de caractérisation des isothermes de sorption, largement discuté dans le deuxième chapitre, a duré 13 mois. L'identification des paramètres des isothermes est basée sur une analyse inverse. Le modèle numérique repose sur l'approche thermodynamique présentée dans le troisième chapitre.

L'identification des paramètres du modèle thermodynamique passe par une minimisation de Newton-Raphson. Le minima de la fonction est obtenu en rapprochant la fonction de son développement de Taylor au deuxième degré. Les paramètres thermodynamiques φ_a et φ_d ainsi que les constantes de calibration a_a et a_d sont identifiés respectivement, pour la phase d'adsorption et de désorption. Quant à la teneur en eau saturante w_s, elle est commune aux deux phases.

Pour chaque génotype, 35 éprouvettes sont testées. Lors des essais expérimentaux, 10 échantillons par génotype et par direction de diffusion sont étudiés. Le protocole est complété, pour chaque génotype, de 5 éprouvettes supplémentaires pour lesquelles une diffusion tridimensionnelle est appliquée (diffusion dans les trois directions d'orthotropie). Ces dernières serviront de témoins pour l'identification de la masse de la résine appliquée sur les éprouvettes à diffusion uni axiale. L'évaluation des paramètres d'isotherme de sorption repose donc sur deux approches :

- Une première modélisation est menée sur les éprouvettes non étanchéifiées. Cependant, le nombre d'éprouvettes n'est pas assez grand vis-à-vis de la signification des résultats. De plus, l'aspect orthotrope de la diffusion n'est pas étudié.
- La deuxième modélisation repose sur l'ensemble des éprouvettes appartenant au même génotype. Dans ce cas, nous supposons que les isothermes (équilibre hydrique) sont indépendantes de la direction de diffusion.

Pour les deux approches, l'analyse inverse est appliquée à chaque éprouvette et non sur une réponse moyenne du lot. La valeur moyenne ainsi que l'écart type en sont ensuite déterminés, et ce, par génotype. Le traitement statistique des résultats permet d'obtenir une isotherme moyenne caractérisant chaque génotype selon les deux modélisations proposées. L'ensemble des résultats sont présentés ci-après.

BY-NC-ND

Génotype n°1

Tableau V-1 Valeurs moyennes des paramètres du modèle thermodynamique

Paramètres	(*) Moyenne 1	(*) Ecart type 1	(*) Moyenne 2	(*) Ecart type 2
φ_a	0.721	0.2%	0.707	1.1%
φ_d	0.741	0.2%	0.724	1.3%
a_a	1.419	0.9%	1.421	1.2%
a_d	0.890	0.6%	0.933	4.8%
ws (%)	25.73%	0.195%	25.70 %	0.378 %

(*) l'indice 1 et 2 correspondent aux modélisations 1 et 2, respectivement.

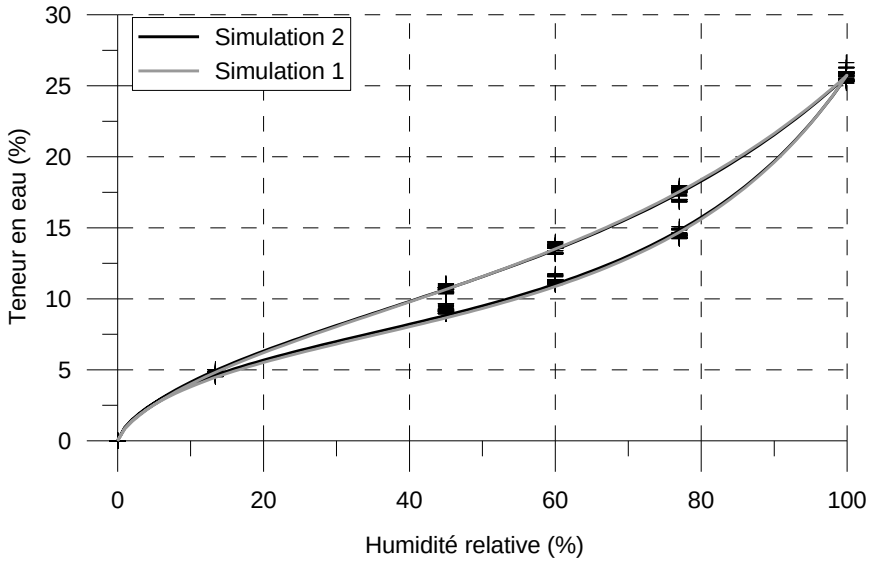

Figure V-1 Isothermes de sorption Expérimentales et numériques

Génotype n°2

Tableau V-2 Valeurs moyennes des paramètres du modèle thermodynamique

Paramètres	Moyenne 1	Ecart type 1	Moyenne 2	Ecart type 2
φ_a	0.724	0.7%	0.711	0.8%
φ_d	0.744	0.6%	0.729	0.9%
a_a	1.363	1. 3%	1.374	2.2%
a_d	0.814	3.0%	0.850	4.6%
ws (%)	24.82 %	0.190 %	24.87 %	0.489 %

BY-NC-ND

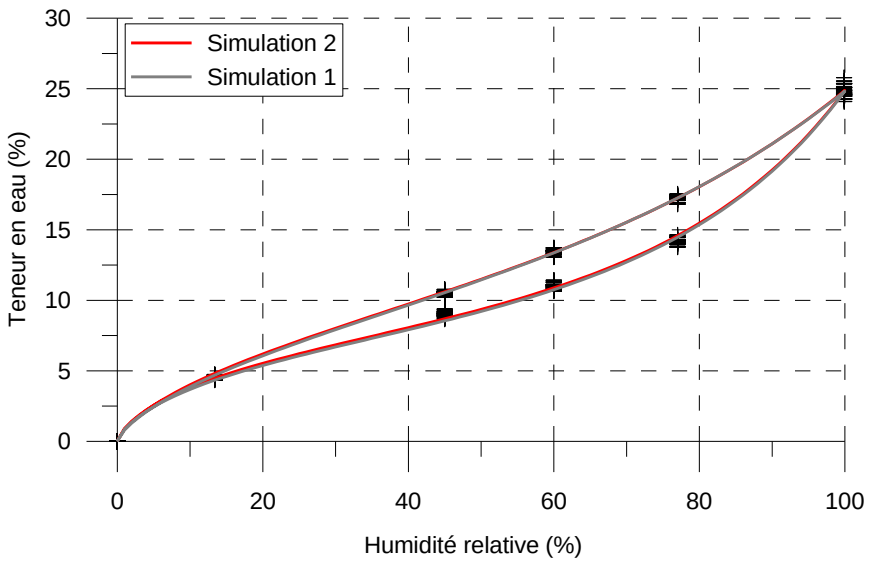

Figure V-2 Isothermes de sorption Expérimentales et numériques

Génotype n°3

Tableau V-3 Valeurs moyennes des paramètres du modèle thermodynamique

Paramètres	Moyenne 1	Ecart type 1	Moyenne 2	Ecart type 2
φ_a	0.731	0.9%	0.724	0.7%
φ_d	0.749	0.9%	0.741	0.7%
a_a	1.473	0.8%	1.457	1.2%
a_d	0.981	1.4%	0.984	2.1%
Ws (%)	26.68%	0.301%	26.64	0.335%

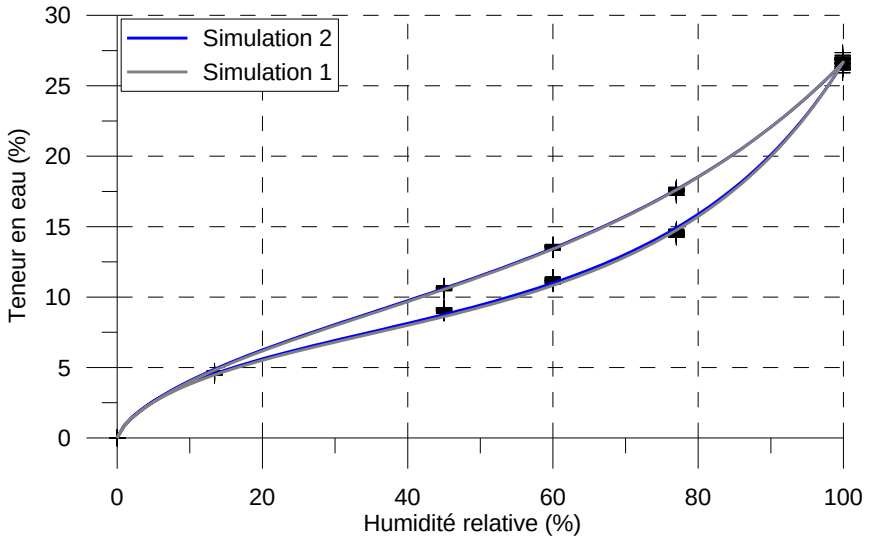

Figure V-3 Isothermes de sorption Expérimentales et numériques

BY-NC-ND

Génotype n°4

Tableau V-4 Valeurs moyennes des paramètres du modèle thermodynamique

Paramètres	Moyenne 1	Ecart type 1	Moyenne 2	Ecart type 2
φ_a	0.73	1.0%	0.716	1.0%
φ_d	0.75	1.0%	0.734	1.1%
a_a	1.47	3.0%	1.473	2.7%
a_d	0.95	5.0%	0.983	5.6%
Ws (%)	27.29	0.45%	27.254	0.429%

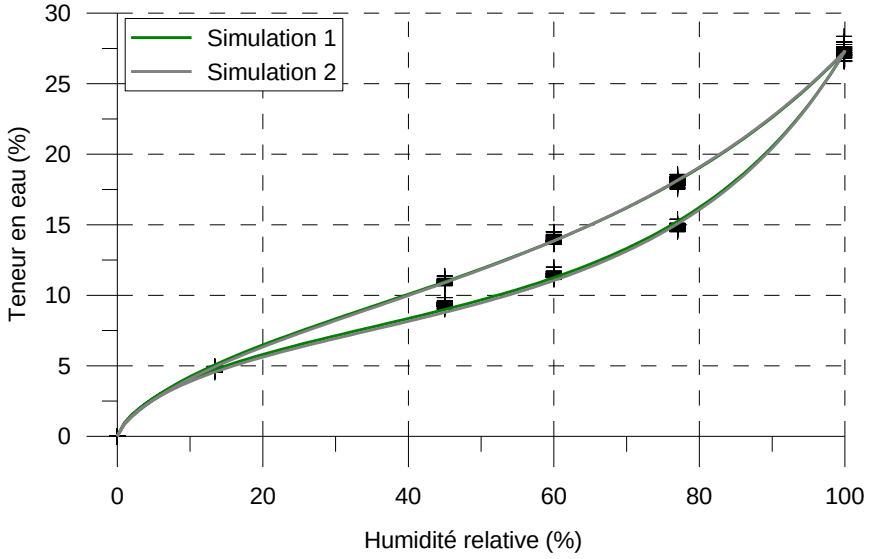

Figure V-4 Isothermes de sorption Expérimentales et numériques

La comparaison des deux simulations révèle des valeurs des paramètres d'isotherme très proches. Les deux courbes d'isotherme de sorption reconstruites sont alors totalement confondues. Ces résultats marquent, en outre, l'indépendance des isothermes vis-à-vis de la direction de diffusion considérée. Par ailleurs, les isothermes, issues du modèle thermodynamique, reproduisent fidèlement les résultats expérimentaux. Afin de comparer les quatre génotypes, l'ensemble des isothermes obtenues sont réunis dans la Figure V-5.

Dans l'ensemble, les isothermes de sorption des quatre génotypes sont bien distinctes. L'écart entre les isothermes est plus important en haute humidité relative qu'en basse humidité.

Le constat majeur qui ressort de cette caractérisation est le rôle majeur de la teneur en eau de saturation, ce qui la caractérise comme un indicateur clé de ce travail de sélection. En effet, cette valeur représente la capacité maximale du matériau bois à absorber l'eau pour une température donnée. Si nous comparons les quatre génotypes, un écart de plus de 2 % sépare les isothermes extrêmes, et ce, en faveur du **génotype n°2**, représentant l'isotherme la plus basse. Cependant, on ne peut pas discuter des teneurs en eau sans mentionner la

BY-NC-ND

densité des génotypes. Ainsi, une évaluation de la densité de toutes les éprouvettes a été effectuée.

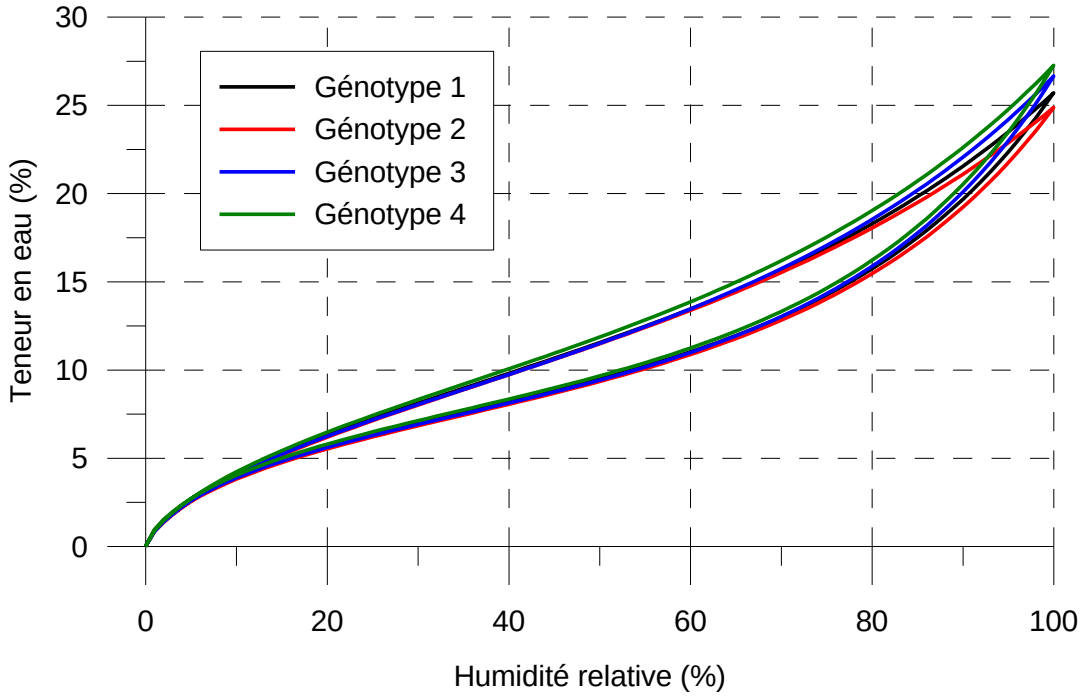

Figure V-5 Isothermes de sorption numériques

La densité moyenne relevée sur chaque génotype est présentée dans le Tableau V-5. Les mesures ont été effectuées avant l'application de l'étanchéité. Le taux d'humidité a été considéré comme homogène avec une valeur moyenne estimée voisine de 10%.

Tableau V-5 Densité des génotypes

Génotype	Densité (kg/m^3) - w = 10%	
	Moyenne	Ecart type
1	523	54
2	550	31
3	531	32
4	491	28

Les valeurs de densité mesurées différent selon les génotypes. Ces résultats peuvent expliquée les écarts entre les isothermes observées lors de la caractérisation, D'autant plus que plusieurs études ont abordé le lien entre les génotypes et leur densité, ou le lien entre la densité et le comportement hygroscopique (cinétique de diffusion). Si on considère le deuxième ou le quatrième génotype avec, respectivement, la densité la plus importante et la plus faible, ceci est donc bien concordant, Quant aux deux génotypes restants, les densités relevées sont proche tandis que leur teneur en eau saturante diffère.

BY-NC-ND

On retiendra donc, de cette partie, que les génotypes présentent des isothermes de sorption bien distinctes et, qu'en revanche, l'identification des paramètres du modèle numérique conduit à des paramètres thermodynamiques très proches avec des valeurs de teneur en eau saturante distinctes. Dans un contexte de durabilité accrue de l'essence, notre intérêt se dirige donc vers le génotype n°2.

V.2. Diffusion hydrique

Autre jeu de paramètres clé de cette thèse, la caractérisation des coefficients de diffusion fait l'objet de cette partie. En effet, si l'isotherme de sorption renseigne l'état hydrique du matériau à l'équilibre, il n'intègre aucune notion de temps ni d'amortissement. Les isothermes de sorption permettent de définir l'état hydrique proche des surfaces d'échanges. Les coefficients de diffusion permettent de quantifier la cinétique de transfert hydrique vers le cœur des pièces en bois massif. Selon le génotype étudié, il est donc nécessaire de déterminer les vitesses de transfert. Ainsi, la sélection se fera sur la base d'une minimisation des amplitudes hydriques (isothermes de sorption) et la capacité à déphaser et amortir le front hydrique en direction du cœur de l'élément.

On rappelle que la détermination du coefficient de diffusion est basée sur la même expérimentation en profitant des protocoles d'obtention des isothermes de sorption mais en mettant en place un protocole de pesée de chaque échantillon durant l'essai. La stratégie d'analyse a été discutée avec une identification basée sur l'ensemble des paliers hydriques en prenant en compte un coefficient de diffusion commun pour les phases d'adsorption et de désorption. Selon ce protocole, 10 éprouvettes par direction de diffusion et par génotype ont été testées. L'identification a été établie pour chacune d'elles. Un coefficient de diffusion moyen en est déduit afin de reproduire, par simulations, les différentes étapes de l'essai expérimental, et ce, pour chaque génotype. Les résultats sont présentés ci-dessous.

BY-NC-ND

Génotype n°1

Tableau V-6 Valeurs moyennes des coefficients de diffusion

Paramètres	Moyenne	Ecart type
D_L (m²/s)	1.92E-10	9.48E-12
D_R (m²/s)	9.29E-11	3.64E-12
D_T (m²/s)	4.36E-11	1.41E-12

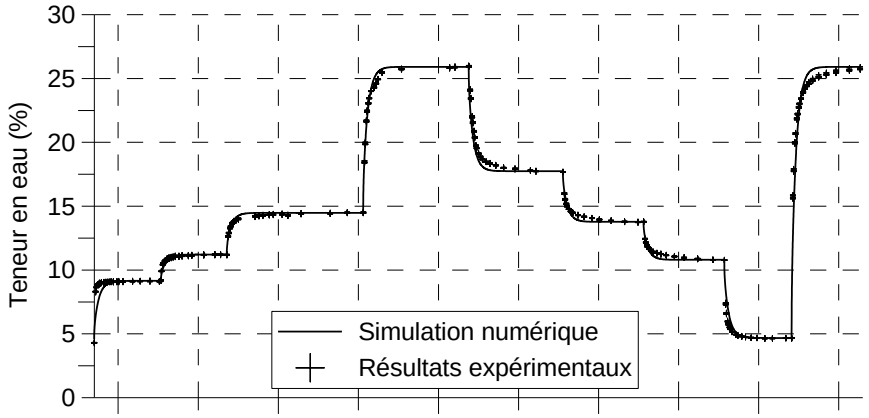

Figure V-6 Cinétiques de sorption dans la direction longitudinale

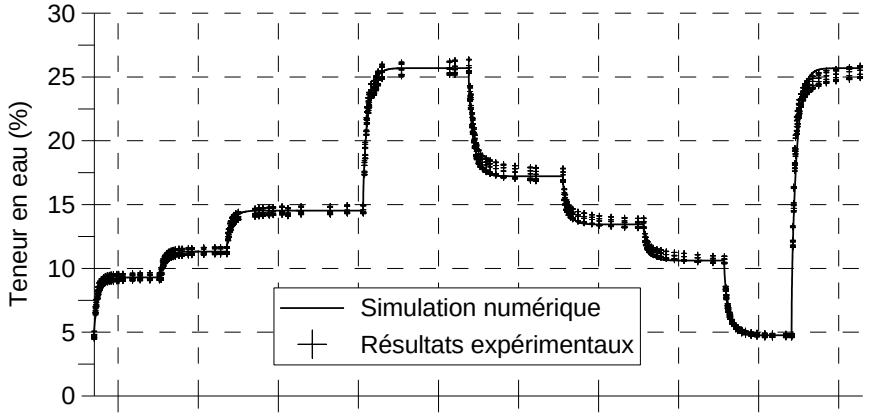

Figure V-7 Cinétiques de sorption dans la direction radiale

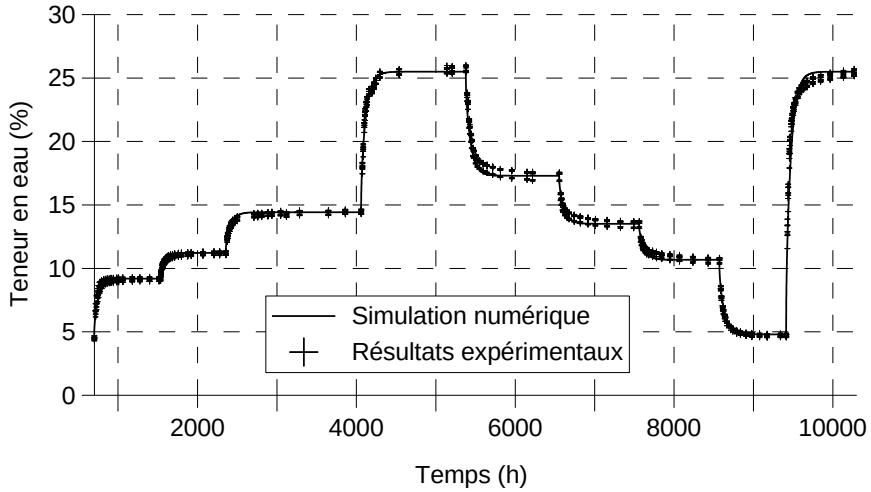

Figure V-8 Cinétiques de sorption dans la direction tangentielle

BY-NC-ND

Génotype n°2

Tableau V-7 Valeurs moyennes des coefficients de diffusion

Paramètres	Moyenne	Ecart type
D_L (m²/s)	1.89E-10	4.95E-12
D_R (m²/s)	7.94E-11	7.24E-12
D_T (m²/s)	3.80E-11	1.34E-12

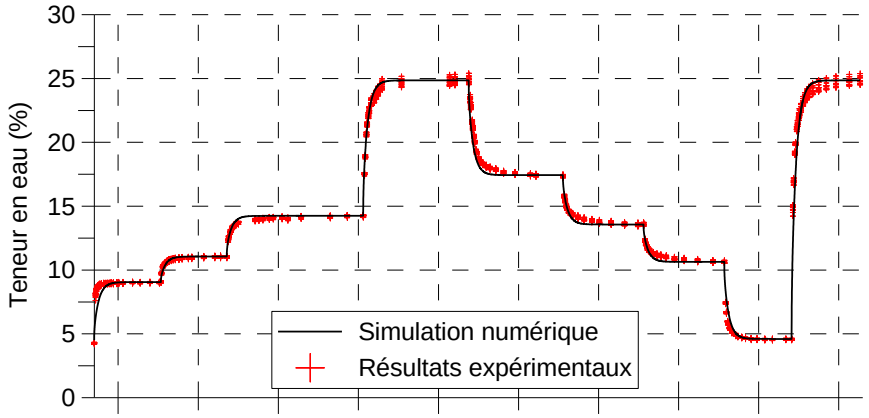

Figure V-9 Cinétiques de sorption dans la direction longitudinale

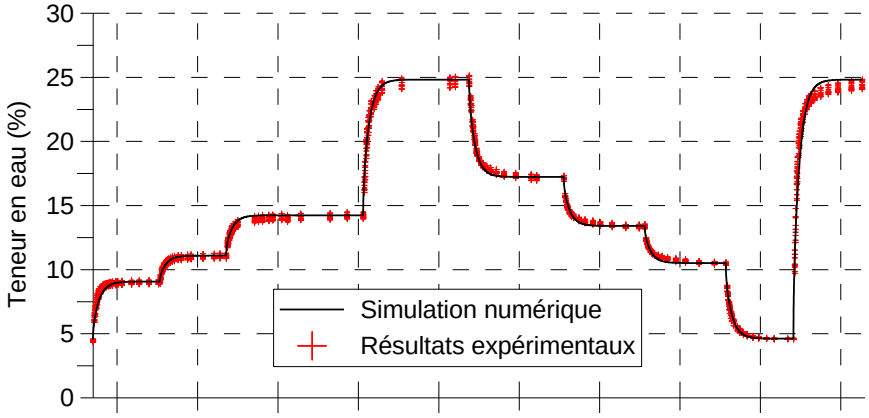

Figure V-10 Cinétiques de sorption dans la direction radiale

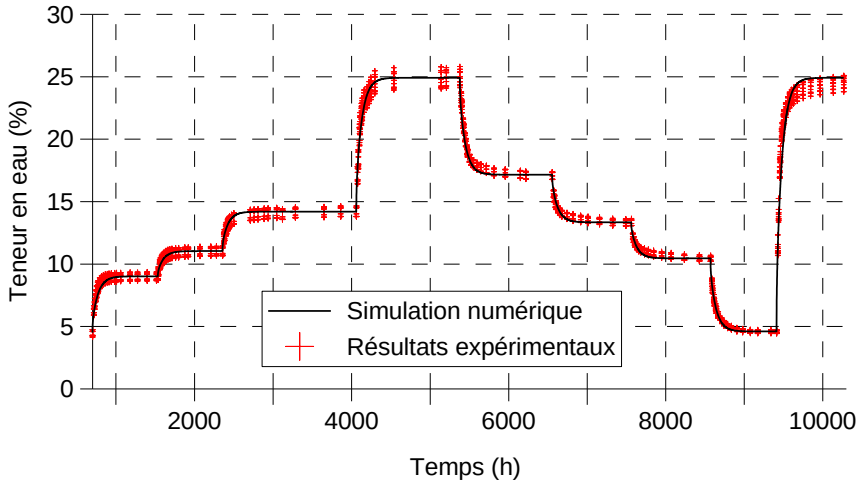

Figure V-11 Cinétiques de sorption dans la direction tangentielle

BY-NC-ND

Génotype n°3

Tableau V-8 Valeurs moyennes des coefficients de diffusion - Génotype n°3

Paramètres	Moyenne	Ecart type
D_L (m²/s)	1.92E-10	6.15E-12
D_R (m²/s)	8.94E-11	5.91E-12
D_T (m²/s)	4.08E-11	1.89E-12

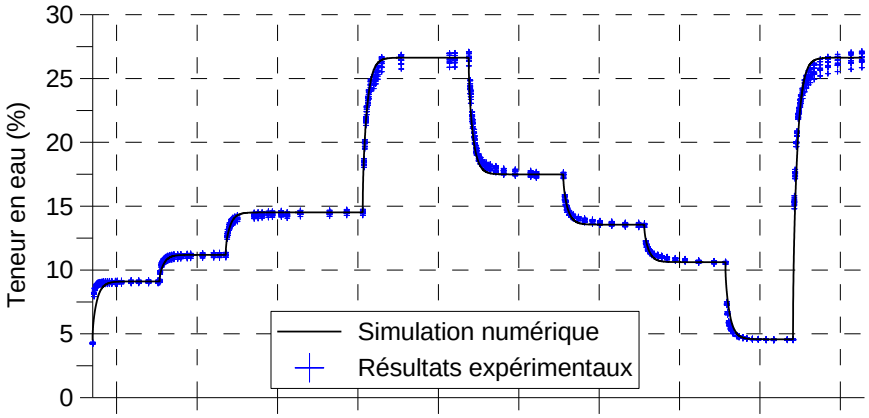

Figure V-12 Cinétiques de sorption dans la direction longitudinale

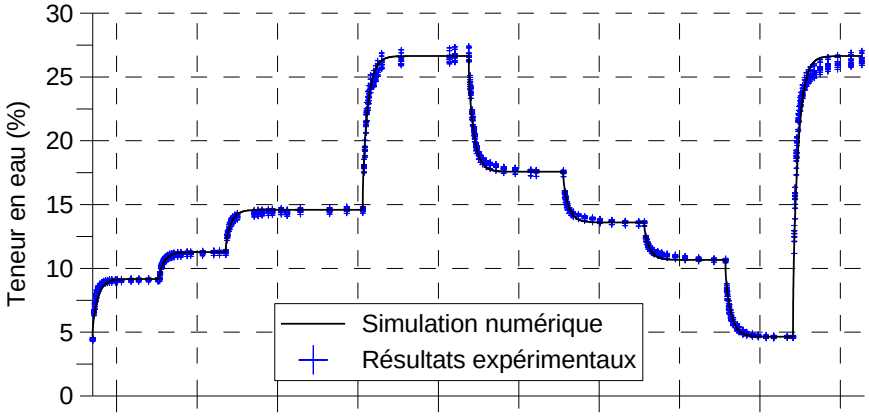

Figure V-13 Cinétiques de sorption dans la direction radiale

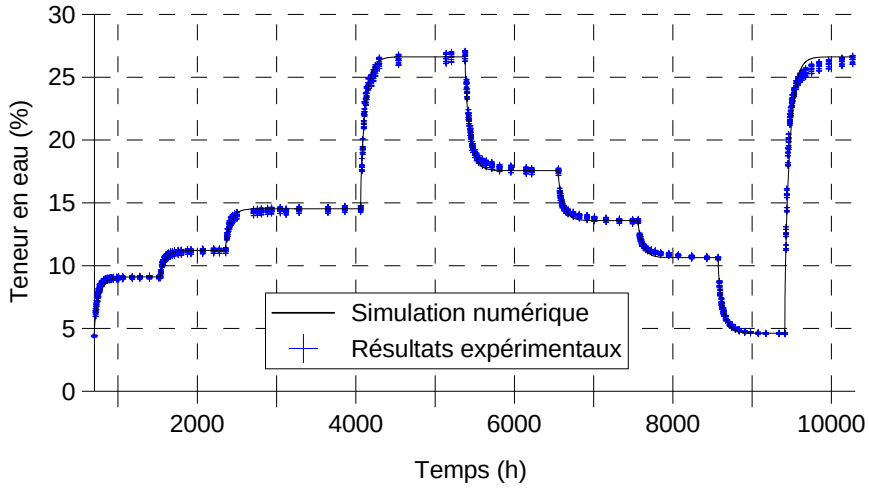

Figure V-14 Cinétiques de sorption dans la direction tangentielle

BY-NC-ND

Génotype n°4

Tableau V-9 Valeurs moyennes des coefficients de diffusion

Paramètres	Moyenne	Ecart type
D_L (m²/s)	1.91E-10	1.01E-11
D_R (m²/s)	9.20E-11	4.00E-12
D_T (m²/s)	4.30E-11	2.45E-12

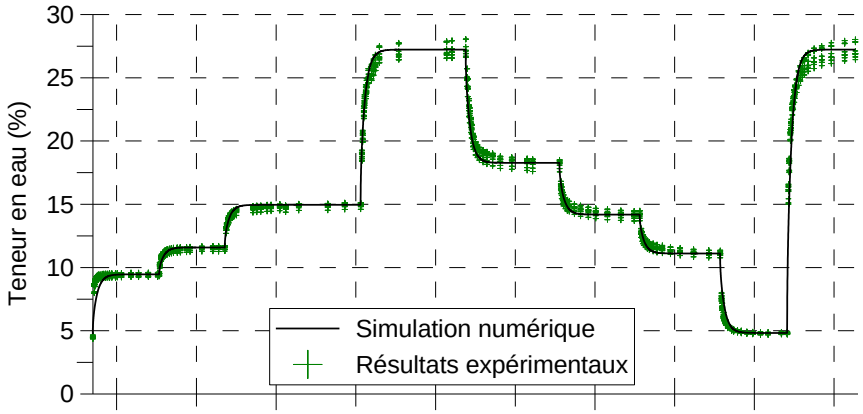

Figure V-15 Cinétiques de sorption dans la direction longitudinale

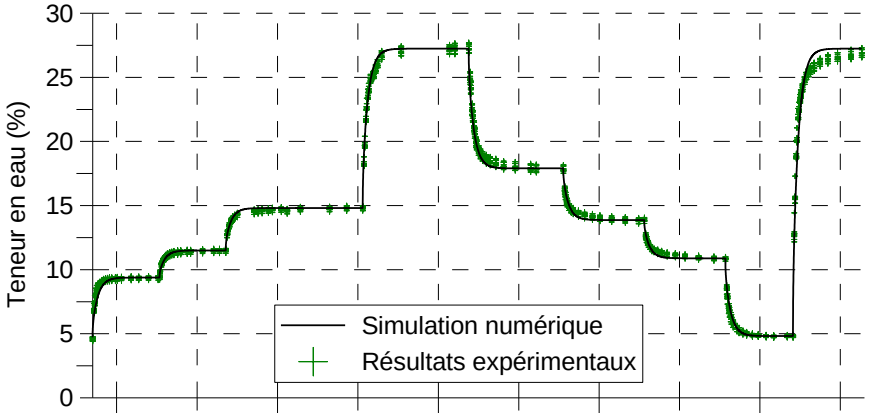

Figure V-16 Cinétiques de sorption dans la direction radiale

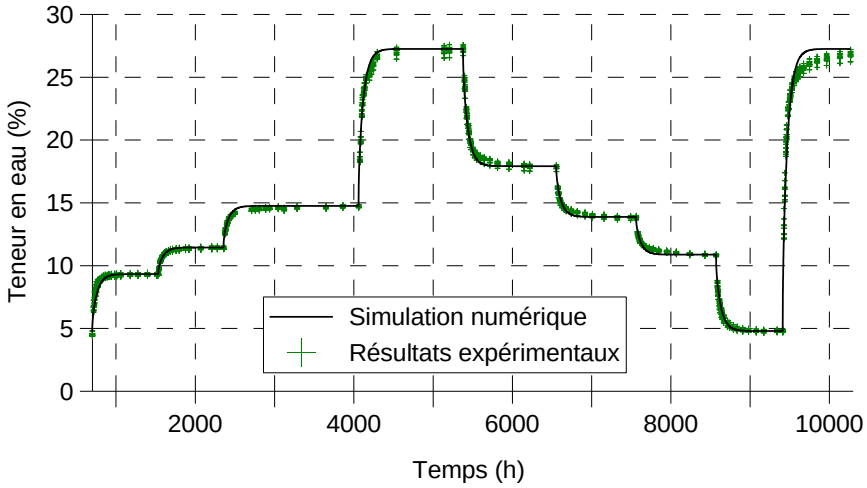

Figure V-17 Cinétiques de sorption dans la direction tangentielle

BY-NC-ND

Comme attendu, selon la synthèse présentée dans le Tableau V-10, nous notons les différences de cinétiques selon les directions de diffusion. Les cinétiques sont beaucoup plus rapides dans le sens longitudinal comparé au sens radial et, de façon encore plus marquée, au sens transversal.

Tableau V-10 Synthèse des coefficients de diffusion pour les quatre génotypes

Direction	Longitudinale		Radiale		Tangentielle	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
Génotype 1	1.92E-10	9.48E-12	9.29E-11	3.64E-12	4.36E-11	1.41E-12
Génotype 2	1.89E-10	4.95E-12	7.94E-11	7.24E-12	3.80E-11	1.34E-12
Génotype 3	1.92E-10	6.15E-12	8.94E-11	5.91E-12	4.08E-11	1.89E-12
Génotype 4	1.91E-10	1.01E-11	9.20E-11	4.00E-12	4.30E-11	2.45E-12

Concernant la différenciation entre génotypes, nous relevons les points suivants :

- Dans la direction Longitudinale, les quatre génotypes présentent un processus de diffusion similaire avec des coefficients de diffusion très proches.
- Dans les directions radiale et tangentielle, nous constatons un effet génotype. Effectivement, comme pour la teneur en eau saturante, le **génotype n°2** présente un processus de diffusion plus lent, et ce, confirmé avec l'écart type calculé. Les génotypes n°1 et n°4 présentent, quant à eux, des cinétiques plus rapides signe d'une plus faible inertie hydrique limitant, d'une part, les effets d'amortissement des variations climatiques tout en augmentant, d'autre part, le front de pénétration hydrique augmentant ainsi la zone périphérique à risque des sections transversales. Le génotype n°3 se positionne entre ces deux extrêmes.

Finalement, en implémentant les coefficients de diffusion moyens dans l'outil de simulation, nous obtenons les résultats présentés dans les Figures V-18 à V-20.

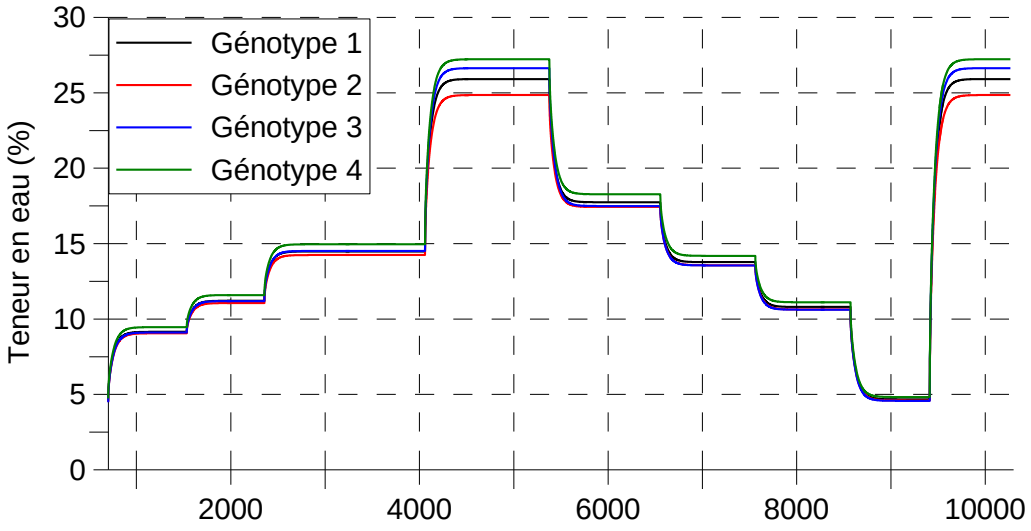

Figure V-18 Cinétiques de diffusion longitudinales selon le génotype

BY-NC-ND

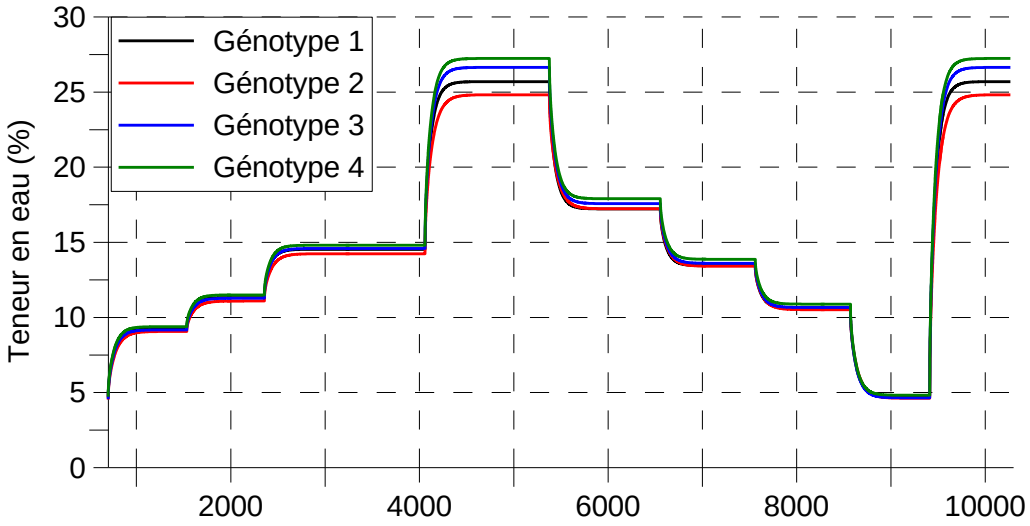

Figure V-19 Cinétiques de diffusion radiales selon le génotype

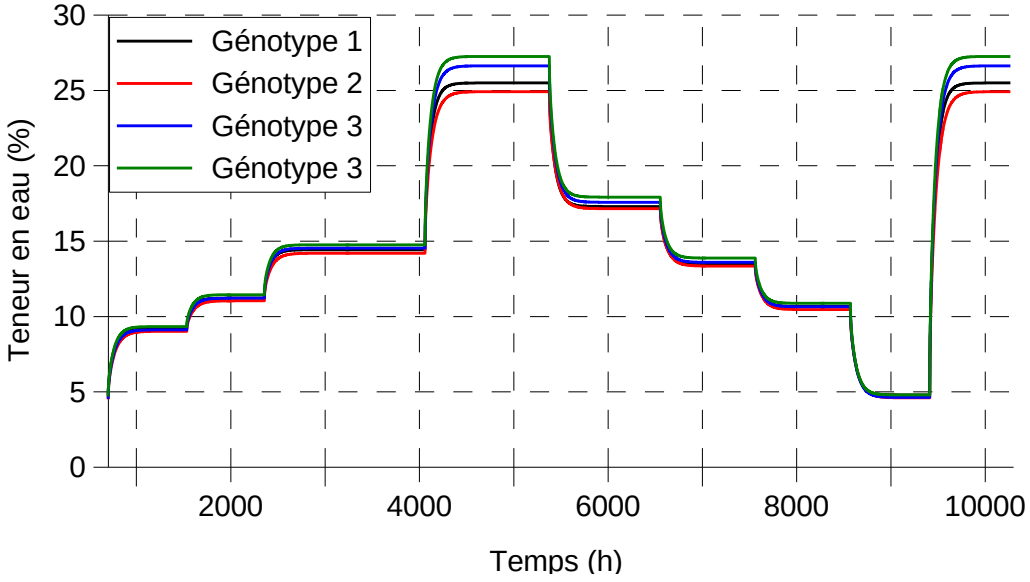

Figure V-20 Cinétiques de diffusion tangentielles selon le génotype

Nous retiendrons que le comportement diffusif des quatre génotypes est distinct. Le deuxième génotype présente, en plus d'une faible capacité de stockage hydrique, une faible vitesse de reprise d'humidité. Ce sont deux propriétés majeures qui caractérisent le matériau recherché dans ce travail. On obtient un matériau ayant une capacité relativement modérée à monter en humidité et des coefficients de diffusion limitant les cinétiques de ré-humidification. Le génotype n°2 présente donc un intérêt majeur en proposant un milieu moins diffusif permettant d'augmenter l'inertie hydrique, de limiter les amplitudes hydriques tout en limitant le front de pénétration d'humidité. Non seulement, ce génotype limite les instants et les zones propices aux attaques biologiques mais limite également les cycles de retrait-gonflement qui peuvent être également une cause de pathologie par déformations excessives à long terme ou par fissuration due au caractère orthotrope du Douglas. Ce dernier point est étudié par la suite.

BY-NC-ND

V.3. Retrait-gonflement

Le protocole expérimental intègre la mesure des variations dimensionnelles. Les dimensions sont mesurées entre les étapes de changement de conditionnement hydrique et la phase d'équilibre hydrique, et ce, pour chaque palier et selon les trois directions de diffusion. Cependant, afin de ne pas intégrer les effets d'hystérésis durant les cycles d'adsorption et de désorption, seules les phases de désorption sont employées. Les risques de fissuration concernant majoritairement le retrait des sections transversales, seuls les coefficients de retrait-gonflement radial et tangentiel sont mesurés, Figures V-21 et V-22.

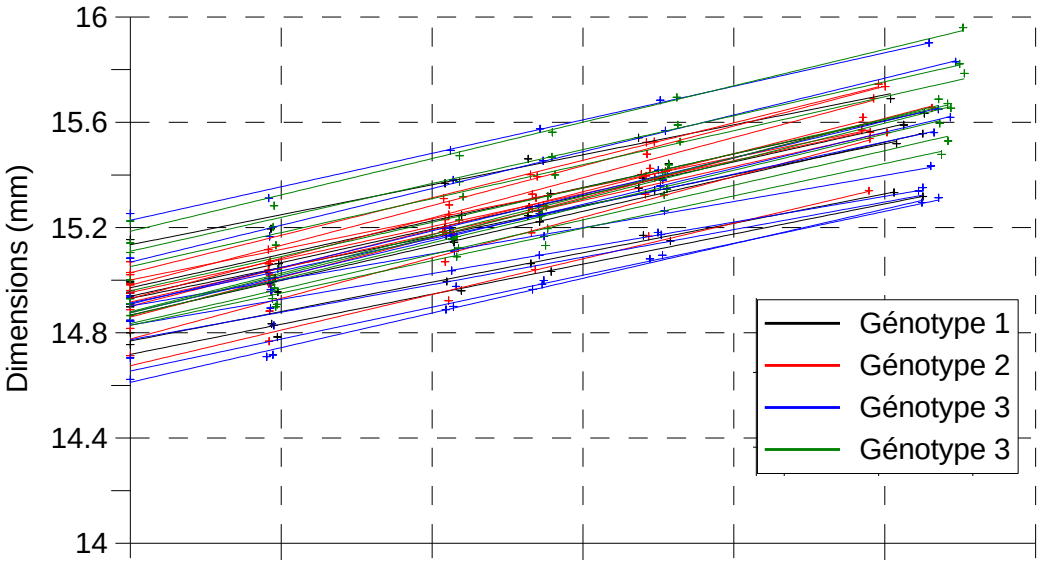

Figure V-21 Variations dimensionnelles dans la direction radiale selon les génotypes

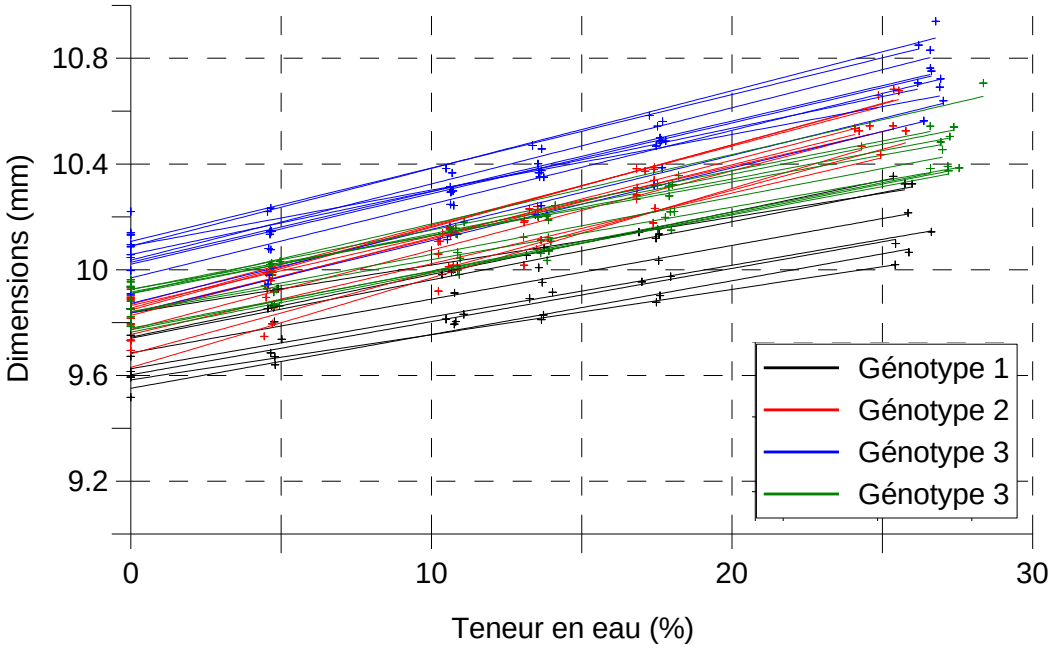

Figure V-22 Variations dimensionnelles dans la direction tangentielle selon les génotypes

BY-NC-ND

Le coefficient de retrait est évalué pour chacune des éprouvettes. Les moyennes et écarts-types sont présentés dans le Tableau V-11. Les résultats obtenus sont cohérents vis-à-vis de la littérature. La comparaison par génotypes nous conduit à mettre en avant les points suivants :

- L'effet des rayons ligneux est largement visible en mettant en avant un retrait radial plus faible que le retrait tangentiel augmentant ainsi l'effet d'orthotropie du processus de retrait-gonflement.
- La comparaison entre génotypes permet de mettre en évidence le génotype n°2 avec des valeurs moyenne plus élevées que ce soit dans la direction radiale que tangentielle.

Tableau V-11 Coefficient de retrait gonflement par génotype et par direction

Génotype	Retrait radiale (%/% de w)		Retrait tangentiel (%/% de w)	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
1	0.16	0.01	0.23	0.04
2	0.19	0.02	0.30	0.02
3	0.16	0.02	0.27	0.03
4	0.18	0.01	0.22	0.02

Ce dernier point nous oblige à nuancer les conclusions faites sur les propriétés de diffusion ; à savoir l'augmentation de l'inertie hydrique et la limitation de l'amplitude hydrique. En effet, d'un côté, les amplitudes sont moindres mais le retrait-gonflement contrebalance cet effet. D'ailleurs, si nous considérons l'ensemble du domaine hygroscopique, la déformation radiale maximale atteinte donne le génotype n°1 en tête. Le génotype n°4 ferme la marche mais suivi de près par le génotype n°2. Ainsi, nous pouvons en conclure que le génotype n°2 sera sélectionné pour son comportement hydrique en termes de limitation des risques d'attaques biologiques et non pour des propriétés de retrait-gonflement.

V.4. Application à un élément structurel à l'échelle 1

L'étude menée jusqu'à présent a permis une hiérarchisation des génotypes selon les propriétés et les cinétiques de diffusion et de sorption. Afin de rendre cette étude proche d'une réalité structurelle, cette partie présente une simulation du comportement hygroscopique d'éléments structuraux placés dans un climat réel, celui relevé sur le site d'Egletons.

La géométrie étudiée prend la forme d'une poutre en bois massif d'une portée de 3.2 m et une section transversale de 80x180 mm². Comme indiqué en Figure V-15, nous supposerons que la direction radiale est orientée selon la hauteur.

BY-NC-ND

L'environnement climatique a été enregistré sur une période de 12 mois consécutifs au niveau de la zone expérimentale du campus d'Egletons. L'extrait des enregistrements est présenté dans la Figure V-24.

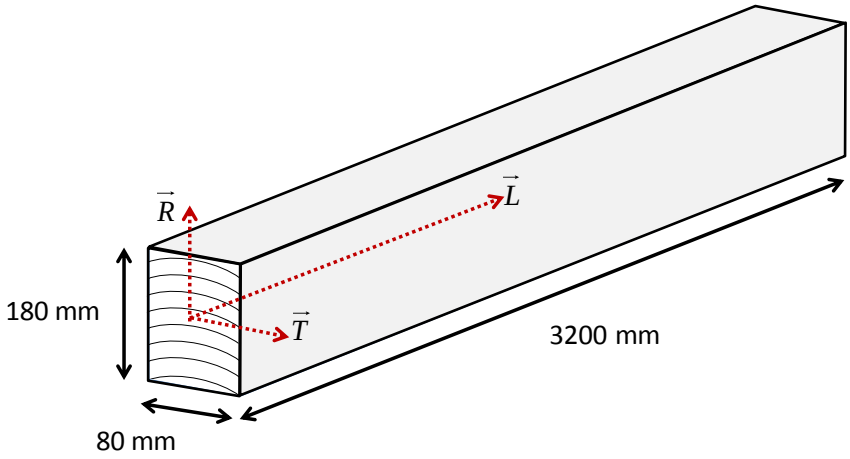

Figure V-23 Configuration de la poutre

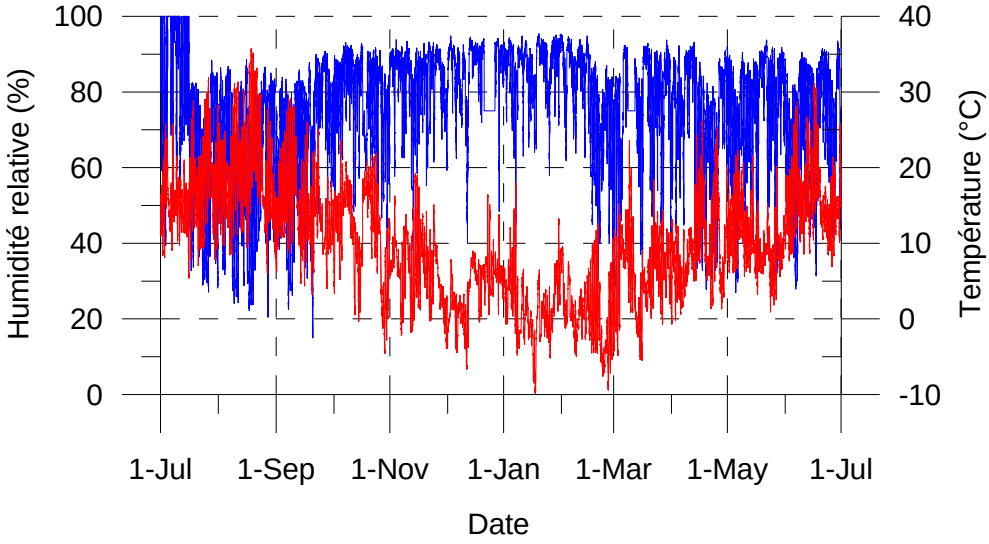

Figure V-24 Conditions climatiques relevées à Egletons

Contrairement aux caractérisations précédentes réalisées sous conditions isothermes, cette simulation prend en considération les variations de la température de l'ambiance. Ainsi, les hypothèses retenues sont les suivantes :

- A défaut d'avoir caractériser les isothermes partielles, une isotherme moyenne entre adsorption et désorption est utilisée. Ces conditions correspondent à négliger les effets d'hystérésis.
- La température a une influence directe sur l'humidité de saturation w_s.
- La température n'a pas d'influence sur le coefficient de diffusion.

BY-NC-ND

- Le coefficient d'échange convectif est le même pour toutes les six faces exposées. Il est constant durant toute la période simulée.

Le Tableau V-12 présente, par génotypes, les paramètres moyens des isothermes de sorption retenus pour les simulations.

Tableau V-12 Paramètres des isothermes de sorption moyenne (adsorption et désorption)

Paramètres	Génotype			
	1	2	3	4
φ	0.72	0.72	0.73	0.73
a	1.18	1.11	1.22	1.23
w_s	25.70	24.87	26.64	27.25

Ces valeurs sont employées pour le calcul de la teneur en eau d'équilibre moyenne de sorption en fonction de l'humidité relative. La correction de la teneur en eau de saturation, vis-à-vis de la température, est donnée par l'expression suivante (Merakeb et al. 2009):

$$W_s(T) = W_s(0) - \left(1.086E^{-3}\right)T \qquad \text{V-1}$$

Dans cette équation, la température est exprimée en °C. $W_s(0)$ représente l'humidité de saturation de référence à 0°C. Des isothermes moyennes peuvent donc recalculées à différentes températures, Figure V-25.

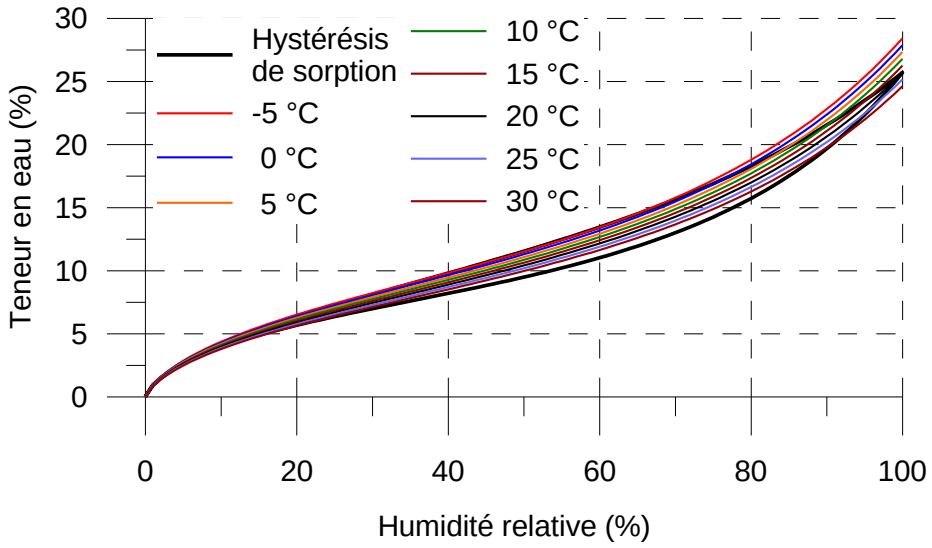

Figure V-25 l'effet de la température sur les isothermes de sorption – Génotype 1

Le model de diffusion orthotrope ainsi que l'environnement de calcul, présentés dans le chapitre précédant, sont utilisés dans les simulations à venir. Les paramètres de diffusion,

BY-NC-ND

utilisés pour alimenter le modèle, correspondent à ceux présentées dans le Tableau V-10, et le Tableau V-12. Le coefficient d'échange surfacique est fixé à $10E^{-06}$ (m/s).

Le maillage éléments finis, présenté en Figure V-26, est divisé en plusieurs volumes afin d'afficher des coupes transversales (S_i) permettant d'évaluer les gradients hydriques. Pour prendre en compte les variations climatiques quotidiennes, le pas de temps de calcul est fixé à une heure. La simulation complète correspond à une période d'un an représentant 60 heures de temps de calcul pour chaque génotype. En termes de conditions initiales, le champ d'humidité est fixé à 18%. Les teneurs en eau moyenne, issues des simulations finies, sont présentées pour chacun des génotypes en Figure V-27.

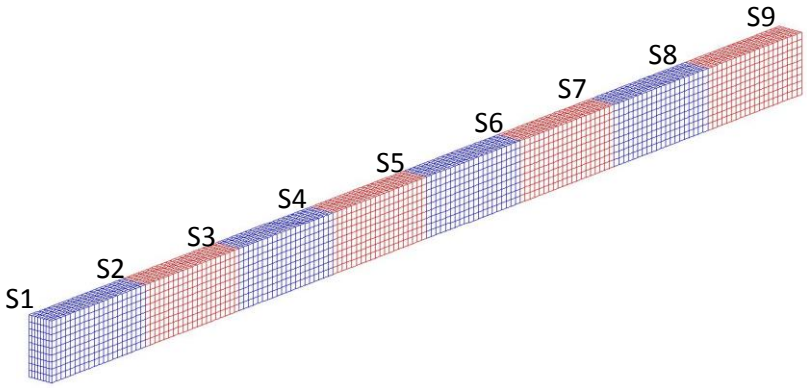

Figure V-26 Le maillage éléments finis

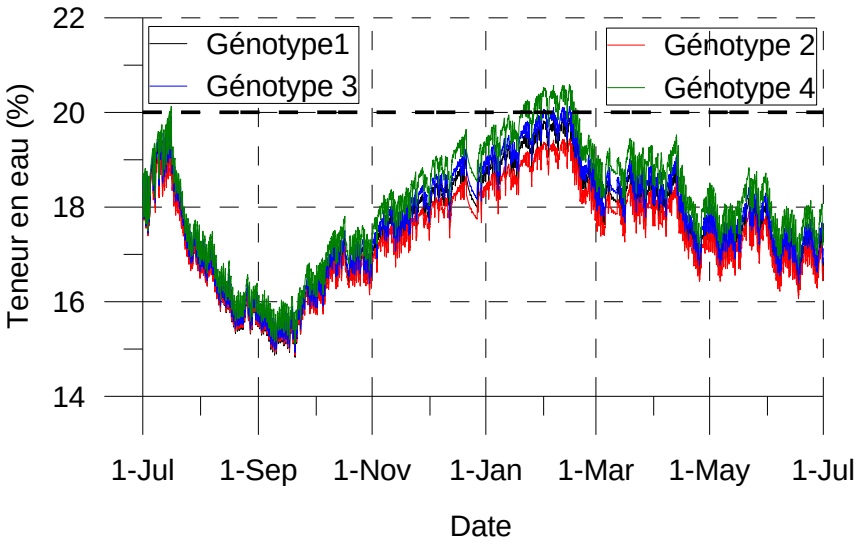

Figure V-27 Teneur en eau moyenne durant la simulation pour les quatre génotypes

Il en ressort un comportement bien distinct notamment après la période l'hiver ou les écarts sont conséquents. Cette étude de teneur en eau moyenne, même si elle reste peu significative à cette échelle, permet de recenser les périodes extrêmes ; soit l'état hydrique des poutres est au plus sec (mi- septembre) ou au plus humide (mi-février), périodes pour

BY-NC-ND

lesquelles les poutres sont sujettes à un grand potentiel de risques fongiques et de fissuration. Cependant, focalisons-nous sur la période humide.

Si nous prenons comme exemple le génotype n°1, La Figure V-28 présente la distribution du champ hydrique pendant la période humide (mi-février) selon des sections transversales réparties le long de la poutre (par symétrie, seule la demi portée de 1,60m est présentée).

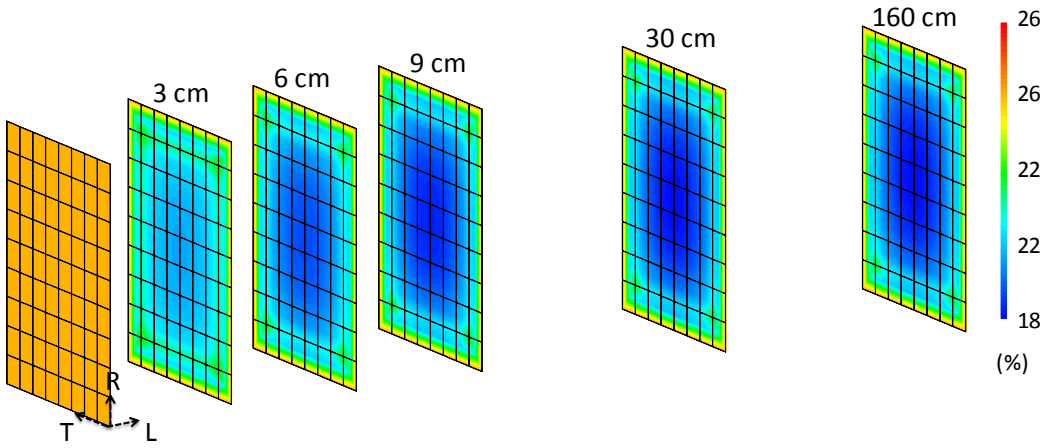

Figure V-28 Distribution du champ de teneur en eau dans la poutre – Génotype 1

Nous observons que la diffusion longitudinale n'a d'effet que sur les dix premiers centimètres proches de l'about de poutre. En effet, selon les conditions initiales choisies, l'humidité interne au niveau des abouts de poutre est supérieure au seuil critique de 20%. Ce constat peut expliquer la dégradation souvent rencontrée au niveau des appuis justifiant souvent des débords de poutre au-delà des maçonneries.

Cependant, pour une surface située à 30 cm du bord ou à mi- portée, la distribution des champs hydriques est homogène. Nous nous focalisons donc sur la section transversale à mi- portée.

Une présentation comparative des états hydrique des quatre génotypes fait l'objet de la Figure V-29 et Figure V-30, pour les périodes respectives sèche et humide. Deux échelles distinctes sont proposées afin de faciliter la lecture et pour positionner le seuil critique à 20%. Après analyse des résultats, nous notons les points suivants :

- En septembre, après une période de deux mois où les conditions climatiques extérieures font que les poutres entament un processus de séchage, peu de différences sont constatées entre celles-ci en termes de distribution de la teneur en eau dans la section.
- Le cœur de la poutre, avec une teneur en eau initiale de 18%, ne voit son état hydrique évoluer que de 1% (zone orange).
- Une légère différence est également constatée par rapport à la taille de cette zone, et ce, en faveur du génotype n°1.
- Au bord des sections étudiées et en dehors des premiers millimètres, l'état hydrique du matériau a considérablement évolué (10 % dans toute la partie bleu clair).

BY-NC-ND

– Après la saison d'automne et une mi saison de l'hiver, la teneur en eau moyenne des poutres est à son maximale. Vis-à-vis du seuil de 20%, une étude de la distribution des champs hydrique, dans la section des poutres pendant cette période, s'avère primordiale.

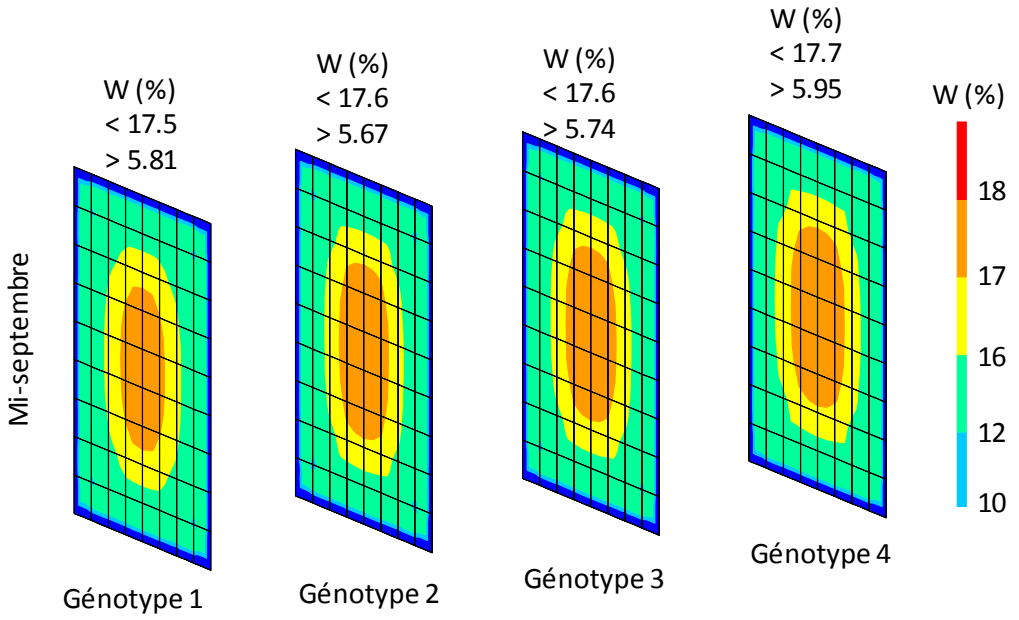

Figure V-29 L'état hydrique dans la section de coupe située à mi longueur des poutres, durant la période de mi-septembre

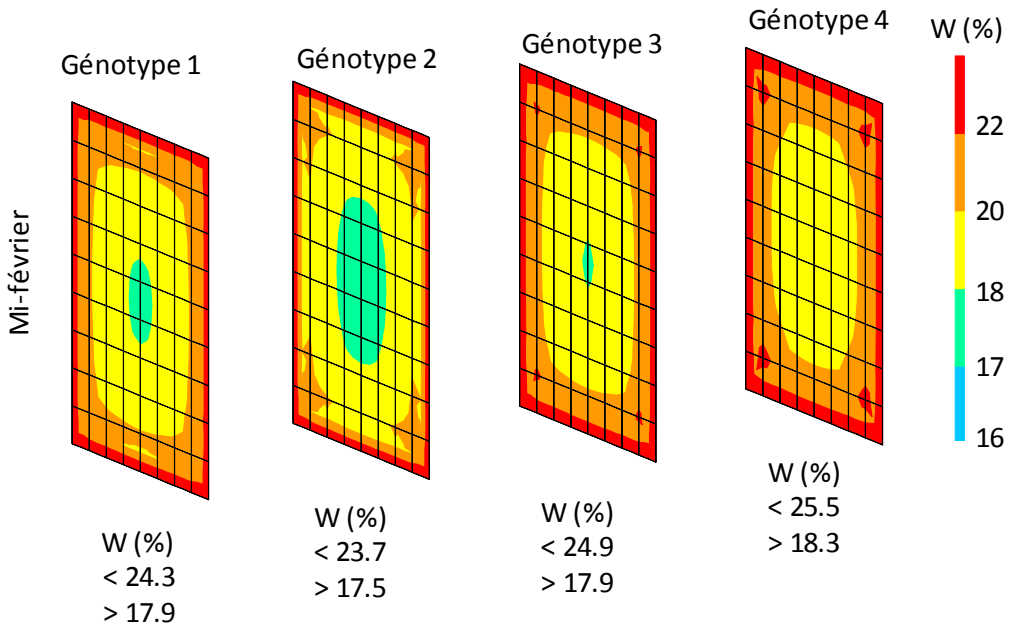

Figure V-30 L'état hydrique dans la section de coupe située à mi longueur des poutres, durant la période de mi-février

BY-NC-ND

Pour l'interprétation à venir, on utilisera le terme « zone à risques » pour toute humidité supérieure au seuil critique de 20% (orange et rouge). La comparaison des quatre génotypes révèle de grandes différences au niveau de la taille de cette zone à risques :

- La zone à risques est beaucoup plus importante pour le génotype n°4, en comparaison du génotype n°2 pour lequel elle est limitée à une bande dont la largeur n'excède pas quelques millimètres en périphérie de la section.
- Un second constat, qui n'est pas le moindre, ressort également de cette figure. Il s'agit de la zone qui occupe la partie centrale de la section au cœur de la poutre. En effet, on peut constater que l'état hydrique de cette zone (initialement à 18 % d'humidité), ainsi que sa taille, pour le génotype n°2, n'évolue guère au grès du temps et des cycles hydriques. Nous pouvons en déduire que le front hydrique n'a pas pu atteindre cette zone. En revanche, le génotype n°4 présente un front hydrique qui peut atteindre le cœur avec cependant un niveau d'humidité en dessous de 20%.

Si cette première simulation ne concerne qu'une année de conditions réelles, nous proposons, à présent, de pousser la simulation à 4 années. Pour des raisons de simplifications, la première année climatique est répétée à l'identique 4 fois. La teneur en eau moyenne calculée, est présentée en Figure V-31.

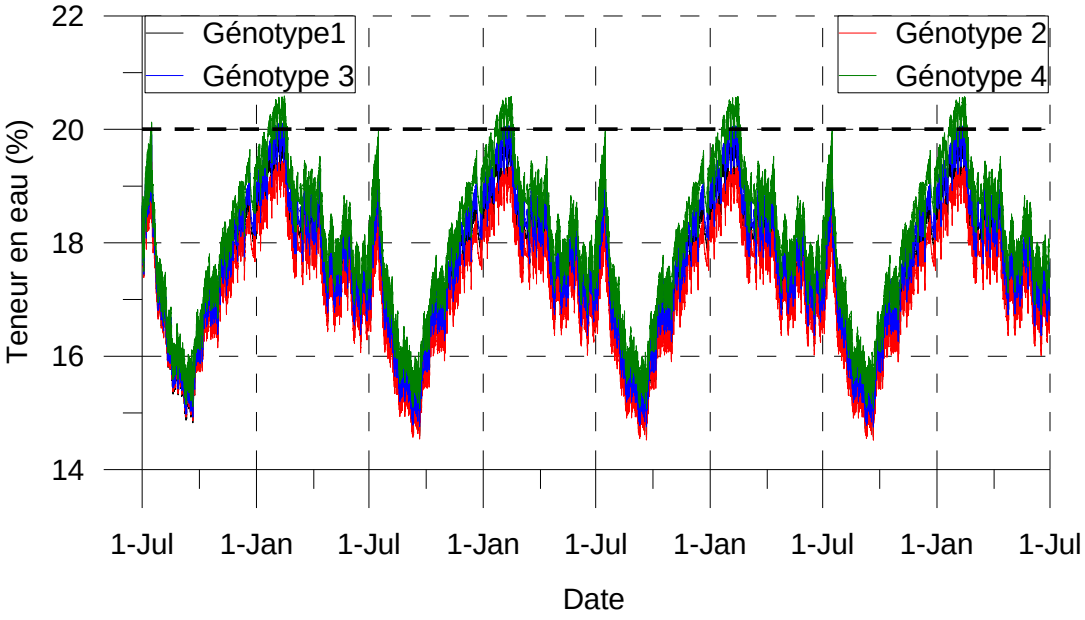

Figure V-31 Teneur en eau moyenne durant la simulation pour les quatre génotypes

Suite à ces résultats, on constate un léger écart entre la teneur en eau moyenne calculée durant la première année et celles des années suivantes. La Figure V-32 donne les résultats obtenus pour le génotype n°2. Comme nous savons que la période à haut risque est localisée en février, nous proposons, en Figure V-32, une projection du gradient hydrique sur une section transversale prise à mi- portée.

BY-NC-ND

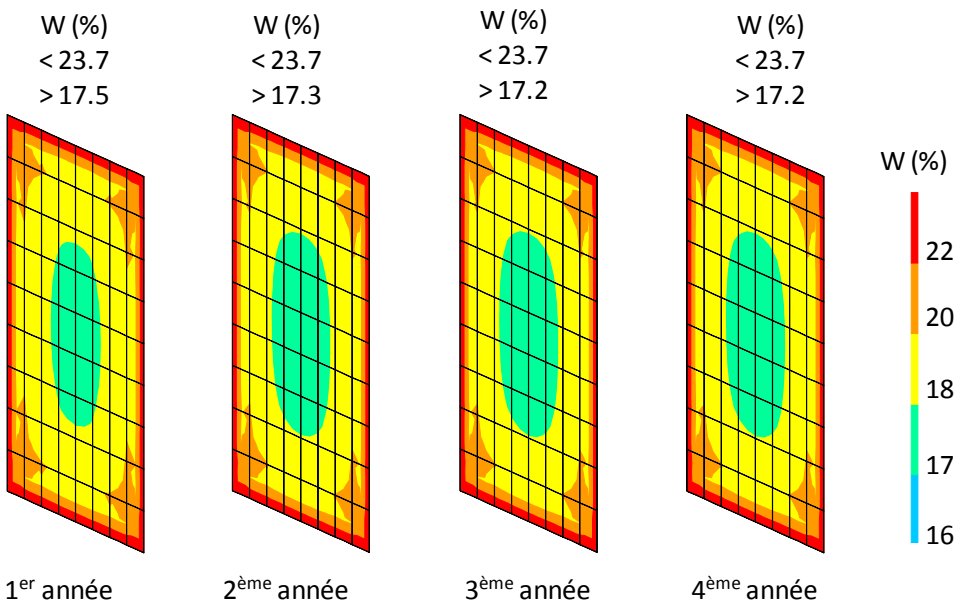

Figure V-32 L'état hydrique à mi longueur des poutres en février pour 4 années successives (Génotype n°2)

Cette figure met en évidence l'effet de l'état hydrique initial imposé sur les résultats de simulation, notamment durant la première année. On constate également que cet effet s'estompe pratiquement à partir de la deuxième année de simulation pour laquelle le cœur retrouve un certain équilibre entre les saisons sèche et humide. On propose donc, par la suite, une comparaison de l'état hydrique sur la même section pour chacun des génotypes, Figure V-33.

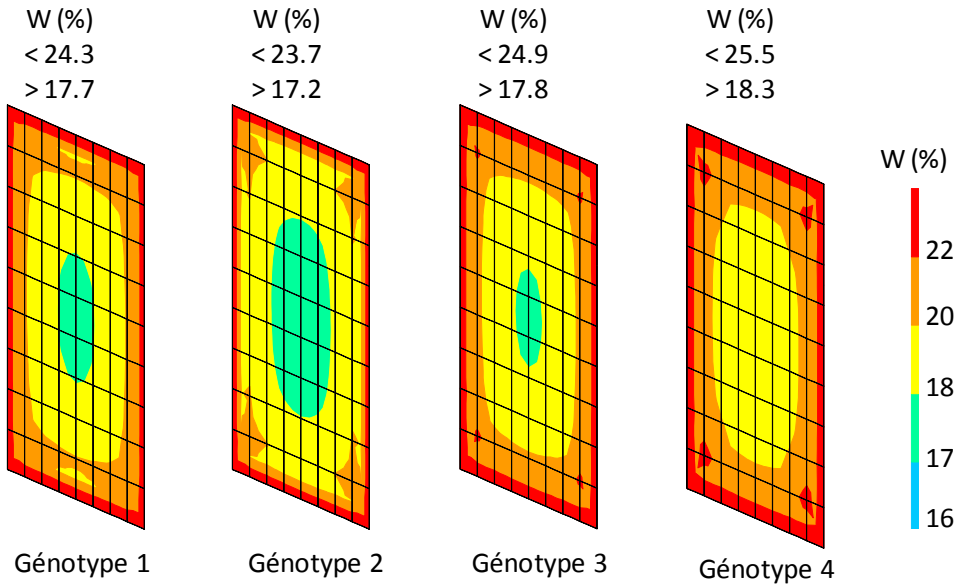

Figure V-33 Comparaison de l'état hydrique des 4 génotype en février de la 4ème année

BY-NC-ND

Une très légère différance est constatée entre l'état hydrique de la section durant la première et la quatrième année. Ce constat est dû au fait que la teneur en eau imposé initialement soit proche de la teneur eau d'équilibre du cœur de la section. Par conséquence, les conclusions de la Figure V-30 restent valables suite au 3 années supplémentaires de simulation. Ces résultats nous permettent, par ailleurs, de chiffrer l'épaisseur de la zone à risque, Tableau V-13.

Tableau V-13 Comparaison de la taille de la zone à risques fongique

Génotype	Zone à risque (mm)	
	Section	
	Hauteur	Largeur
1	22	11
2	8	5
3	24	13
4	28	15

Nous observons aisément que le génotype n°2 se distingue avec une zone à risque n'excédant pas 10mm avec des écarts importants de plus de 20mm avec le génotype n°4.

V.5. Conclusion

Ce dernier chapitre expose l'ensemble des résultats obtenus suite aux analyses inverses basées sur les données expérimentales obtenues des chapitres précédents. Les identifications portent sur les isothermes de sorption, le processus de diffusion et le phénomène du retrait gonflement.

Concernant les isothermes de sorption, l'identification a pu mettre en évidence l'effet du génotype à travers des valeurs des paramètres thermodynamique φ_a et φ_d, des constantes de calibration a_a et a_d similaires. Concernant les teneurs en eau saturante, nous avons noté des distinctions représentatives selon les génotypes. Finalement, le **génotype n°2** présente une isotherme bien plus basse que les autres clones.

L'identification des paramètres de diffusion a également permis de mettre en évidence simultanément, l'effet de la direction de diffusion et l'effet du génotype. En effet, les paramètres diffèrent d'une direction à l'autre, mais également d'un génotype à l'autre, hormis dans la direction longitudinale ou les valeurs des coefficients de diffusion sont comparables. Le **génotype n°2** s'est également démarqué des autres en affichant les coefficients de diffusion plus faibles dans les directions radiale et tangentielle.

L'étude du phénomène du retrait gonflement a également révélé l'effet de la direction et du génotype. Dans le cas du retrait-gonflement radial et tangentiel, le génotype n°2 se distingue des autres par des coefficients de retrait-gonflement plus marqués.

Les paramètres obtenus ont été employés pour des simulations de poutres en bois massif à échelle 1 sous conditions climatiques réelles. Elles sont basées sur des conditions météorologiques relevées sur le site d'Egletons. Les résultats des simulations ont permis une visualisation de la distribution des champs hydriques dans différentes sections de chaque poutre. En se référant au seuil critique de teneur en eau (20%), nous avons évalué

BY-NC-ND

l'épaisseur de cette zone à risques. Nous montrons ainsi que le **génotype n°2** est le mieux adapté pour une utilisation structurelle sous conditions hydriques sévères. Cependant, cette conclusion repose principalement sur la notion de durabilité biologique vis-à-vis du comportement hygroscopique. Du fait que le génotype n°2 présente des coefficients de retrait-gonflement plus marqués, les éléments structuraux seront le siège de contraintes hydriques plus importantes apportant des risques de fissuration durant les phases de désorption. Cependant, si le risque de fissuration en surface est réel, l'épaisseur périphérique pour laquelle les variations hydriques sont marquées restent faibles (inférieures à 10mm) pour ce génotype. Ceci limite le potentiel de propagation des fissures dans l'épaisseur des poutres.

BY-NC-ND

Conclusion

Ce travail de doctorat a permis de mettre en évidence un comportement hygroscopique distinct vis-à-vis du patrimoine génétique de l'essence Douglas étudiée, un comportement distinct selon le génotype qui se traduit par une grande différence au niveau de la profondeur de la zone à risques vis-à-vis d'attaques biologiques.

En considérant les besoins physiologiques pour un développement optimal des agents fongiques, nous avons proposé dans ce travail d'accroitre le degré de durabilité naturelle de l'essence en travaillant sur le potentiel que peut offrir la diversité génétique. Une approche qui peut se voir comme une alternative au produit de préservation encore considéré comme nocif que cela soit vis-à-vis de l'environnement ou de la santé publique.

Quatre génotypes ont été étudiés. Prélevées sur une parcelle expérimentale située en Corrèze, des aiguilles ont été caractérisées génétiquement grâce à des microsatellites identifiés chez le douglas afin de vérifier que leur patrimoine génétique est distinct. Plusieurs éprouvettes ont été usinées à partir des arbres abattus appartenant à ces quatre génotypes. Le comportement hygroscopique de chacune d'elle a été caractérisé en termes d'isotherme de sorption et de cinétique de diffusion, et ce, pour les 3 directions d'orthotropie. Un dessiccateur, adapté aux besoins de ce travail, a été réalisé, offrant des relevés propres et riches en mesures.

Grâce à une analyse inverse, les paramètres hygroscopiques ont été identifiés en se basant sur les résultats expérimentaux et un modèle numérique de diffusion 3D associé à un algorithme d'optimisation de type Simplexe.

Les paramètres hygroscopiques, en termes d'isotherme de sorption et de processus de diffusion, sont finalement identifiés pour chacune des éprouvettes. Les résultats pour chaque génotype, ont permis d'établir un ordre hiérarchique des génotypes en fonction d'un comportement hydrique limitant la teneur en eau saturante et les vitesses de sorption.

Sur ces critères, le génotype n°2 se retrouve ainsi en tête de la liste. En se basant sur le seuil critique de développement fongique et des simulations sous conditions météorologiques réelles, nous avons pu comparer les zones périphériques à risques selon les génotypes avec des différences très marquées.

Le phénomène de retrait gonflement a également été étudié. La caractérisation des coefficients de retrait gonflement a révélé, là encore, l'effet du génotype. En revanche, le deuxième génotype présentant un comportement hydrique limitant, affiche un coefficient de retrait gonflement plus important que les autres génotypes. Le génotype n°2 présente donc un potentiel de retrait-gonflement supérieur aux 3 autres génotypes. Cela, lui confère plus de potentiel de fissuration. Cependant, cette conclusion mérite d'être atténuée par le fait que la cinétique de fissuration est également liée aux variations d'humidité. Or, le génotype n°2 présente des zones limitées à fort gradient hydrique, limitant ainsi les fissures en profondeur.

Ce travail de thèse ne permet cependant pas de conclure, de façon certaine, sur cet aspect. En effet, les risques de fissuration demandent à développer une stratégie de modélisation couplant, comportement hydrique (transfert d'humidité et de température) et mécanique (comportement en fluage à long terme) tout en faisant une étude sur les risques de fissuration (mécanique de la rupture sous conditions climatiques en lien avec les propriétés

BY-NC-ND

de fissuration des différents génotypes). Ce travail est une première étape qui demande donc à être complété.

En termes de perspectives, nous pouvons également nous poser la question de la variabilité des effets génétiques sur la région de croissance. Notre travail s'est focalisé sur un lieu de culture. Mais comment se comporteraient ces mêmes génotypes élevés dans une autre région (Auvergne ou Bourgogne par exemple) ? Cette question va au-delà de ce travail de thèse mais pose la question du changement climatique actuel qui peut rebattre les cartes en termes de régions climatiques optimales pour cette essence.

BY-NC-ND

Références bibliographiques

Abbasi, A.R., 2013. Multiscale poroelastic model: bridging the gap from cellular to macroscopic scale. ETH Zurich.

Adam, O., 2008. Impact des produits de traitement du bois sur les amphipodes Gammarus pulex (L.) et Gammarus fossarum (K.) : approaches chimique, hydro-écologique et écotoxicologique.

Adler, E., 1977. Lignin chemistry: past, present and future. Wood Science and Technology, 11(3), pp.169–218. Available at: http://dx.doi.org/10.1007/BF00365615.

Agarwal, M., Shrivastava, N. & Padh, H., 2008. Advances in molecular marker techniques and their applications in plant sciences. Plant Cell Reports, 27(4), pp.617–631. Available at: http://dx.doi.org/10.1007/s00299-008-0507-z.

Agoua, E., 2001. Diffusivité et perméabilité du bois : validation de méthodologies expérimentales et prise en compte de paramètres morphologiques simples pour la modélisation physique. Sciences Forestières et du Bois, Ecole Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts, Nancy.

Ahmadian, A., Ehn, M. & Hober, S., 2006. Pyrosequencing: History, biochemistry and future. Clinica Chimica Acta, 363(1), pp.83–94. Available at: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0009898105004274.

Ahtiainen, J. et al., 2002. Microbial Toxicity Tests and Chemical Analysis as Monitoring Parameters at Composting of Creosote-Contaminated Soil. Ecotoxicology and Environmental Safety.

El Ajjouri, M., 2013. Etude de la composition chimique et de l'efficacité des huiles essentielles de quelques espèces du genre Thymus dans la préservation du bois contre les champignons lignivores. Faculté des sciences Rabat.

Almeida, G., 2006. Influence de la structure du bois sur ses propriétés physico-mécaniques à des teneurs en humidité élevées. Département des sciences du bois et de la forêt, p.232.

Amarasinghe, V. & Carlson, J.E., 2002. The development of microsatellite DNA markers for genetic analysis in Douglas-fir. Canadian Journal of Forest Research, 32(11), pp.1904–1915. Available at: http://dx.doi.org/10.1139/x02-110.

Aubagnac, C. et al., 2008. Guide technique : Recommandations pour l'inspection détaillée des ouvrages en bois, Institut Français des Sciences et Techniques des Réseaux, de l'Aménagement et des Transport. Available at: http://www.ifsttar.fr/fileadmin/user_upload/editions/lcpc/GuideTechnique/GuideTechnique-LCPC-GTBOIS.pdf.

Von Aufsess, H., von Pechmann, H. & Graessle, E., 1968. Fluorescence Microscopic investigations with fungus-attacked wood. Holz als Roh- und Werkstoff, 26(2), pp.50–61. Available at: http://link.springer.com/10.1007/BF02615810.

Barnes, H.. & Murphy, R.., 1995. wood preservation: the classics and new age. Forest Products Journal, 45(9), pp.16–26.

BY-NC-ND

Bastien, Y., 1997. Sylviculture des essences résineuses, Available at: https://tice.agroparistech.fr/coursenligne/courses/LESELEMENTSDEGESTION/document/Sylviculturedesresineux.pdf?cidReq=LESELEMENTSDEGESTION.

Becker, G., 1974. Aspects, results and trends in wood preservation, an interdisciplinary science. Wood Science and Technology, 8(3), pp.163–183. Available at: http://dx.doi.org/10.1007/BF00352021.

Van Den Berg, C., 1984. Description of water activity of food for engineering purposes by means of GAB model of sorption. International Engineering and foods, pp.119–131.

Birot, Y. et al., 1983. Caractéristiques physiques du bois de Douglas et d'Epicéa. Hérédité et effets du milieu. Liaison avec la qualité des placages obtenus en déroulage. Rapport de fin d'étude, action concertée D.G.R.S.T. K Filière Bois.

Boutelje, J.B. & Kiessling, H., 1964. On water-stored oak timber and its decay by fungi and bacteria. Archiv für Mikrobiologie, 49(3), pp.305–314. Available at: http://link.springer.com/10.1007/BF00409753.

Brunauer, S., Emmett, P.H. & Teller, E., 1938. Gases in Multimolecular Layers. Journal of the American Chemical Society, 60(1), pp.309–319. Available at: http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ja01269a023.

Crank, J., 1975. The mathematics of diffusion. Oxford University Press, p.414.

Criq, Centre de recherche industrielle du Qubec., 2003. Profil des produits forestiers, deuxième transformation, bois traité à haute température : Rapport présenté au ministère des ressources naturelles, de la Faune et des Parcs., pp.1–87.

Damay, J., 2014. Développement De Nouveaux Traitements Du Bois Bases Sur Le Procède d'imprégnation Axiale. Université de Lorraine.

Dent, R.W., 1977. A Multilayer Theory for Gas Sorption. Textile Research Journal, 47(2), pp.145–152. Available at: http://dx.doi.org/10.1177/004051757704700213.

Droin-Josserand, a., Taverdet, J.L. & Vergnaud, J.M., 1988. Modelling the absorption and desorption of moisture by wood in an atmosphere of constant and programmed relative humidity. Wood Science and Technology, 22(4), pp.299–310.

Dupraz, P.., Markus Mooser, M. & Denis Pflug, D. eds., 2009. Dimensionnement des structures en bois, Aide au calcul basé sur la norme SIA 265 Constructions en bois., Traité de Génie Civil, Presses Polytechniques Romandes.

Eckert, A.J. et al., 2009. Multilocus patterns of nucleotide diversity and divergence reveal positive selection at candidate genes related to cold hardiness in coastal Douglas fir (Pseudotsuga menziesii var. menziesii). Genetics, 183(1), pp.289–298.

Fahn, A. 1990. Plant anatomy. Fourth edition. Pergamon Press, Oxford. pp. 588

Faraji, F., 2005. Study on the natural durability of mixed plywood panels composed the durable and non-durable veneers.

Fcba, 2016. Essais FCBA sur la génétique du Douglas., pp.1–8. Available at: www.fcbainfo.fr.

Fougerousse M., 1960. Durabilité naturelle du bois. Bois et Forêts des Tropiques, (73), pp.43–56. Available at: http://bft.cirad.fr/cd/BFT_073_43-56.pdf.

BY-NC-ND

Fournier, M., 2014. Cours en ligne : Propriétés mécaniques et physiques du bois. Available at:https://tice.agroparistech.fr/coursenligne/courses/MASTERFAGESPECIALITE/document/UE938_2Physique2014.pdf?cidReq=MASTERFAGESPECIALITE.

Frascaria, N. et al., 1991. Génotypes et résistance mécanique radiale du bois de châtaignier (Castanea sativa Mill). Analyse d'un des facteurs explicatifs de la roulure. Ann.For.Sci., 49(1),pp.49-62. Available at: https://doi.org/10.1051/forest:19920105

Gierlinger, N. et al., 2004. Colour of larch heartwood and relationships to extractives and brown-rot decay resistance. Trees – Structure and Function, 18(1), pp.102-108.

Gillon, H.P. et al., 1997. Le Douglas AFOCEL, ed.,

Greaves, H., 1969. Micromorphology of the bacterial attack of wood. Wood Science and Technology, 3(2), pp.150–166. Available at: http://link.springer.com/10.1007/BF00639638 [Accessed September 21, 2016].

Greaves, H., 1971. The bacterial factor in wood decay. Wood Science and Technology, 5(1), pp.6–16.

Grenier, D. et al., 2003. A study of water loss and oil absorption during oleothermic treatment of wood. In Actes du 1st European Conference on Wood Modification. pp. 23–32.

Guitard, D., 1987. Mécanique du matériau bois et composites, Cepadues-Editions. Available at: https://books.google.fr/books?id=C4UYAAAACAAJ.

Hailwood, A.J. & Horrobin, S., 1946. Absorption of water by polymers: analysis in terms of a simple model. Transactions of the Faraday Society, 42(0), pp.B084–B092. Available at: http://dx.doi.org/10.1039/TF946420B084.

Hakkou, M. et al., 2005. Investigation of wood wettability changes during heat treatment on the basis of chemical analysis. Polymer Degradation and Stability. 89(1), pp.1-5.

Harrington J.J., 1998. MicroFibril Angle in Wood. Ed B.G Butterfield, IAWA/IUFRO, New Zealand.

Hickel, R., 1922. Le sapin de Douglas. Chapitre III : Le Douglas en Europe B. Société Dendrologique de France, ed.,

Jiang, G.-L., 2013. Molecular Markers and Marker-Assisted Breeding in Plants. In S.B. Andersen, ed. Plant Breeding from Laboratories to Fields. Rijeka: InTech. Available at: http://dx.doi.org/10.5772/52583.

Kern, M., 2002. Problèmes inverses : aspects numèriques, 1999 {à} 2002, Ecole supérieure d'ingénieurs Léonard de Vinci. Available at: https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00168393.

Kohnle, U. et al., 2012. Effects of seed source origin on bark thickness of douglas-fir (pseudotsuga menziesii) growing in southwestern Germany. Canadian Journal of Forest Research, 42(2).

Kouchade, C., 2004. Mass diffusity of wood determined by inverse method from electrical resistance measurement in unsteady state. Thèse de doctorat, Uhp Nancy 1

Langmuir, I., 1916. The constitution and fundamental properties of solids and liquids. Part I. solids. Journal of the American Chemical Society, 38(11), pp.2221–2295. Available at: http://dx.doi.org/10.1021/ja02268a002.

BY-NC-ND

Manfoumbi Boussougou, N., 2012. Contribution à l'adaptation de l'Eurocode 5 aux essences tropicales dans leur environnement. Thèse de doctorat, Université de Limoges, p.195.

Marquardt, D.W. & SHARE., 1983. NLIN2: Least-squares Estimation of Nonlinear Parameters, Main Program, Pennsylvania State University Computation Center. Available at: https://books.google.fr/books?id=LUASAQAAMAAJ.

Mburu, F. et al., 2008. Effect of chemical modifications caused by heat treatment on mechanical properties of Grevillea robusta wood. Polymer Degradation and Stability, 39(2), pp.401-405.

Méité, M. et al., 2014. Mixed-mode fracture properties characterization for timber structures through digital image correlation and finite element method coupling process. In WCTE 2014 - World Conference on Timber Engineering, Proceedings. World Conference on Timber Engineering (WCTE). Available at: http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-84924976131&partnerID=tZOtx3y1.

Merakeb, S., 2006. Modelisation des structures en bois en environnement variable. Thèse de doctorat, Université de Limoges.

Merakeb, S., Dubois, F. & Petit, C., 2009. Modeling sorption hysteresis in hygroscopic materials. Comptes Rendus - Mecanique, 337(1), pp.34–39. Available at: https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.62149134944&doi=10.1016%2fj.crme.2009.01.001&partnerID=40&md5=7a97f9e562a52ea055f98fd6387a8425.

Militz, H., 2002. Thermal treatment of wood European process and their background. In conference on Enhancing the durability of lumber and engineered wood products, Proceedings.

Montes, C.S., 2006. Variation Génétique des caractéristiques de croissance et du bois de Capirona (CALYCOPHYLLUM SPRUCEANUM) Provenant de l'Amazonie Péruvienne. Thèse de doctorat, Université Laval.

Morgenstern, E.K., 1996. Geographic variation in forest trees, University of British Columbia Press. Available at: https://www.tuzvo.sk/files/fg/volumes/1996/FG03-4_226.pdf.

Mouchot, N. et al., 2000. Détermination indirecte des coefficients de diffusion de la vapeur d'eau dans les directions tangentielle et radiale du bois de hêtre. Annals of Forest Science, 57(8), pp.793–801. Available at: http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0034487219&partnerID=tZOtx3y1.

Moutee, M., 2006. Modélisation du comportement mécanique du bois au cours du séchage. Thèse de doctorat, Université Laval

NAVI, P. & HEGER, F., 2005. Comportement thermo-hydromécanique du bois : Applications technologiques et dans les structures, Presses Polytechniques et Universitaires Romande - PPUR, Available at: http://books.google.fr/books?id=1WWJAW0cWSwC&printsec=frontcover&hl=fr&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false.

Nelder, J. a. & Mead, R., 1965. A simplex method for function minimization. Comput Journal, 7, pp.308–313.

BY-NC-ND

Neophytou, C. et al., 2016. Assessing the relationship between height growth and molecular genetic variation in Douglas-fir (Pseudotsuga menziesii) provenances. European Journal of Forest Research, 135(3), pp.465–481.

Nepveu, G., 1986. Faut-il se préoccuper des propriétés du bois dans le cadre des programmes d'amélioration génétique des arbres forestiers ? , pp.221–227. Available at: http://documents.irevues.inist.fr/bitstream/handle/2042/25731/RFF_1986_S_221.pdf?sequence=1&isAllowed=y.

Nepveu, G., 1984. Variabilité génétique de la qualité du bois chez l'épicéa et le douglas. Revue forestière française, 4, pp.303–312. Available at: http://documents.irevues.inist.fr/bitstream/handle/2042/21740/RFF_1984_4_303.pdf?sequence=1.

Nguyen, T.A., 2014. Approches expérimentales et numériques pour l ' étude des transferts hygroscopiques dans le bois. Thèse de doctorat, UNIVERSITÉ DE LIMOGES.

Ohlson, C.. et al., 1995. Cancer incidence among CCA exposed workers in the wood preserving industry. In Cancer incidence among CCA exposed workers in the wood preserving industry. Proceedings 3rd International Symposium.The challenge : safety and environment, pp. 147–149.

Olek, W., Perré, P. & Weres, J., 2011. Implementation of a relaxation equilibrium term in the convective boundary condition for a better representation of the transient bound water diffusion in wood. Wood Science and Technology, 45(4), pp.677–691.

Panshin, A.J. & De Zeeuw, C., 1980. Textbook of wood technology, McGraw-Hill Book Company.

Pâques, L.E., 2001. Genetic control of heartwood content in larch. Silvae Genetica, 50(2).

Pierre, F., 2011. Traitement thermique du bois en vue de sa valorization énergétique : effet de l'intensité de traitement sur la composition chimique , les propriétés énergétiques et la résilience mécanique. Thèse de doctorat, AgroParisTech

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

Poku, K., Wu, Q.L. & Vlosky, R., 2001. Wood properties and their variations within the tree stem of lesser-used species of tropical hardwood from Ghana. Wood and Fiber Science, 33(2), pp.284–291. Available at: <Go to ISI>://000168269800016.

R.E.C, 2003. Les produits de traitement du bois. Réseau Eco-consomation, (fiche-conseil n°78).

Rakotovololonalimanana, H., 2013. Déterminisme génétique et environnemental des propriétés du bois de Liquidambar styraciflua L. de la Mandraka : adaptation aux reboisements malgaches et apports à la production ligneuse. Thèse de doctorat, Université d'Antananarivo

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, UJM Saint-Etienne.

BY-NC-ND

Reyes, S. & Jensen, K.F., 1985. Estimation of effective transport coefficients in porous solids based on percolation concepts. Chemical Engineering Science, 40(9), pp.1723–1734.

Rowe W.J., C.A.H., 1979. Extrctives in eastern hardwoods : A review. General technical report FPL 18. USDA Forest Service, Forest Products Laboratory, (Madison WI), p.17.

Sanger, F., Nicklen, S. & Coulson, A.R., 1977. DNA sequencing with chain-terminating inhibitors. Proceedings of the National Academy of Sciences , 74 (12), pp.5463–5467. Available at: http://www.pnas.org/content/74/12/5463.abstract.

Schlötterer, C. & Tautz, D., 1992. Slippage synthesis of simple sequence DNA. Nucleic Acids Research, 20(2), pp.211–215.

Schultz, T.P. & Nicholas, D.D., 2000. Naturally durable heartwood : evidence for a proposed dual defensive function of the extractives. , 54, pp.47–52.

Shmulsky R., Jones P.D., 2011. Forest Products and Wood Science. Sixth Edistion. Wiley-Black Well.

Slavov, G.T. et al., 2004. Highly variable SSR markers in Douglas-fir: Mendelian inheritance and map locations. Theoretical and Applied Genetics, 108(5), pp.873–880.

Southern E.M. 1975. Detection of specific sequences among DNA fragments separated by gel electrophoresis. J. Mol. Biol. 98:503-517

Taylor, A.M., Gartner, B.L. & Morrell, J.J., 2002. Heartwood formation and natural durability - A review. Wood and Fiber Science, 34(4).

Thévenon, M., 1999. Développement de formulations de produits de préservation du bois de faible toxixité et à longue durée d'action. Thèse de doctorat, UHP NANCY I.

Thoby, M., 1975. Validité de tests précoces d'appréciation des caractères technologiques du bois de Douglas. Application à une plantation comparative de 24 provenances de Douglas (Peyrat-le-Château) en liaison avec des caractères morphologiques et auxométriques. Mémoire de fi, d'étude ENITEF. Station de Recherche sur la Qualité des Bois, CNRF.

Time, B., 1998. Hygroscopic moisture transport in wood. Department of Building and Construction Engineering, Thèse de doctorat, Norwegian University of Science and Technology.

Vonnet, G., 1983. Contribution à l'étude de la variabilité génétique de la densité et de l'hétérogénéité du bois de Douglas. D.E.A . , Biologie Végétale , option Sciences forestières - Station d'Amélioration des Arbres forestiers, C.R.F., Orléans.

Vos, P. et al., 1995. Aflp - a New Technique for DNA-Fingerprinting. Nucleic Acids Research, 23(21), pp.4407–4414.

Weichert, L., 1963. Investigations on sorption and swelling of spruce, beech and compressed-beech wood at temperatures between 20° and 100°C. Holz als Roh-und Werkstoff, 21(8), pp.290–300.

Yildiz, S., 2002. Physical, mechanical technologie and chemical properties of beech and spruce wood treated by heating. Karadeniz Technical University, Trabzon, Turkey.

Zohoun, S., 1998. Détermination de la diffusivité massique dans le domaine hygroscopique du bois: comparaison des mesures en régimes permanent et transitoire.

BY-NC-ND

Normes

EN 335 : Durabilité du bois et des matériaux à base de bois - Classes d'emploi : définitions, application au bois massif et aux matériaux à base de bois.

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.

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.

NF EN ISO 483 : Plastiques - Petites enceintes de conditionnement et d'essai utilisant des solutions aqueuses pour maintenir l'humidité relative à une valeur constante.

NF ISO 12571 : Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination des propriétés de sorption hygroscopique.

BY-NC-ND

Table des illustrations

Figure I-1. Structure du bois de l'échelle macroscopique 12
Figure I-2. Constitution du tronc d'arbre 12
Figure I-3. Les cernes de croissance 13
Figure I-4. Plans de référence : L-Longitudinale ; R-radiale ; T-tangentielle 13
Figure I-5. Conifères et feuillus 14
Figure I-6. Structure microscopique des résineux (Guitard, 1987) 15
Figure I-7. Structure microscopique des feuillus (Fahn, 1990) 15
Figure I-8. Représentation schématique de la structure du bois 16
Figure I-9. Structuration moléculaire de la cellulose 17
Figure I-10. Structure partielle de l'hémicellulose et de la lignine 18
Figure I-11. Proportion relative en cellulose, hémicelluloses et lignine dans la paroi cellulaire. 18
Figure I-12. Pourriture brune et blanche 20
Figure I-13. Larve de capricorne des maisons et dégâts occasionnés dans le bois 21
Figure I-14. Termites ouvriers de la famille des Reticulitermes et dégâts occasionnés dans le bois 21
Figure I-15. Bois dégradé par des térébrants marins 22
Figure I-16. Courbe de retrait dans les directions d'orthotropie 30
Figure I-17. Déformation des sections en fonction du mode de débit 31

Figure II-1. Cartographie de l'aire d'origine du Douglas (source Fcba 2016) 33
Figure II-2 Répartition du Douglas en France en 2004 (source France-Douglas) 34
Figure II-3 Variabilité de la croissance entre les descendances et provenances (diamètres à 25 ans) (Fcba 2016) 35
Figure II-4 Variabilité entre descendances issues de 2 provenances sur des critères de croissances (diamètres à 25 ans) (Fcba 2016) 36
Figure II-5 : ADN dans une cellule végétale 39
Figure II-6 : Exemple utilisation des marqueurs moléculaires 40
Figure II-7 : Principe de l'hybridation moléculaire 41
Figure II-8 : Principe de l'amplification PCR 42
Figure II-9 : Principe de l'électrophorèse 43
Figure II-10 : Technique Southern Blot 43
Figure II-11 : Principe des marqueurs RFLP 45

BY-NC-ND

Figure II-12 : Principe des marqueurs RAPD 46
Figure II-13 : Principe des marqueurs AFLP 47
Figure II-14 : Principe des marqueurs microsatellites 48

Figure III-1 Modes de stockage de l'eau contenue dans les fibres du bois 55
Figure III-2 Communication entre deux cellules (NGUYEN 2014).....56
Figure III-3 Diffusion uni axiale 58
Figure III-4 Isothermes de sorption pour différentes essences (Manfoumbi Boussougou 2012).....60
Figure III-5. Effet de la température sur l'équilibre hygroscopique (Weichert 1963) (Almeida 2006).....60
Figure III-6 Différentes zones des isothermes de sorption 61
Figure III-7 Représentation des équilibres de l'eau libre et l'eau liée (Manfoumbi Boussougou 2012).....64
Figure III-8 Evolution de la teneur en eau moyenne adimensionnée.....68
Figure III-9 Schéma de la méthode inverse 70
Figure III-10. Histoire de mise en conditionnement des éprouvettes.....71
Figure III-11 : cinétique de diffusion dans la direction transverse.....72
Figure III-12 : Cinétique de diffusion d'une éprouvette du Hêtre 73
Figure III-13 : Dessiccateur avec passage de mains.....75
Figure III-14 : Diffusion unidirectionnelle.....76
Figure III-15 : Cinétiques de diffusion pour la première configuration en désorption 78
Figure III-16 : Phases de désorption et d'adsorption pour la seconde configuration.....79
Figure III-17 : Retrait hydrique en désorption pour la seconde configuration 79
Figure III-18 : Conditionnement des éprouvettes 80
Figure III-19 : Relevé de température et d'humidité relative dans le dessiccateur.....83
Figure III-20 : Isothermes de sorption 84
Figure III-21 : Cinétique de sorption dans la direction 3D 85
Figure III-22 : Cinétique de sorption dans la direction Longitudinale 85
Figure III-23 : Cinétique de sorption dans la direction Radiale 86
Figure III-24 : Cinétique de sorption dans la direction Tangentielle.....86

Figure IV-1 : Analogie entre le transfert thermique et Hydrique 89
Figure IV-2 : Repère locale cylindrique orthotrope.....91
Figure IV-3 : Modèle directe de diffusion (diffusion uni-axiale).....91

BY-NC-ND

Figure IV-4 : Expansion du simplex (KOUCHADE 2004) 93
Figure IV-5 : Expansion du simplex (KOUCHADE 2004) 93
Figure IV-6 : Contraction interne (X_{ci}) et Externe (X_{ce}) du Simplex (KOUCHADE 2004) ...94
Figure IV-7 : Rétrécissement du simplex (KOUCHADE 2004) 95
Figure IV-8 Schéma de détermination des paramètres de diffusion 95
Figure IV-9 : Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique 98
Figure IV-10 Chemins d'identification pour D_o et S 98
Figure IV-11 Influence du coefficient d'échange S sur l'identification des paramètres de diffusion 99
Figure IV-12 Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique 100
Figure IV-13 Evolution de la teneur en eau expérimentale et Numérique - palier par palier 102
Figure IV-14 Chemins d'identification D_0 et K pour les différents paliers 103
Figure IV-15 Evolution du coefficient de diffusion avec l'état hydrique du matériau – palier par palier 103
Figure IV-16 Cinétiques de sorption selon la direction de diffusion 105
Figure IV-17 Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique sur palier unique .106
Figure IV-18 Chemins D'identification pour D_0 et K sur palier unique 107
Figure IV-19 Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique (adsorption) 109
Figure IV-20 Evolution de la teneur en eau expérimentale et numérique (désorption) 109
Figure IV-21 Chemins d'identification des paramètres de diffusion 110
Figure IV-22 Cinétiques expérimentales et numériques.....111
Figure IV-23 Cinétiques expérimentales et numériques.....112
Figure IV-24 Evolution du coefficient de diffusion avec l'état hydrique (Modèle linéaire).....112
Figure IV-25 Evolution du coefficient de diffusion avec l'état hydrique (Modèle non linéaire) 113
Figure IV-26 Cinétiques expérimentales et numériques.....114

Figure V-1 Isothermes de sorption Expérimentales et numériques 116
Figure V-2 Isothermes de sorption Expérimentales et numériques 117
Figure V-3 Isothermes de sorption Expérimentales et numériques 117
Figure V-4 Isothermes de sorption Expérimentales et numériques 118
Figure V-5 Isothermes de sorption numériques 119
Figure V-6 Cinétiques de sorption dans la direction longitudinale 121
Figure V-7 Cinétiques de sorption dans la direction radiale 121

BY-NC-ND

Figure V-8 Cinétiques de sorption dans la direction tangentielle.....121
Figure V-9 Cinétiques de sorption dans la direction longitudinale.....122
Figure V-10 Cinétiques de sorption dans la direction radiale 122
Figure V-11 Cinétiques de sorption dans la direction tangentielle.....122
Figure V-12 Cinétiques de sorption dans la direction longitudinale.....123
Figure V-13 Cinétiques de sorption dans la direction radiale 123
Figure V-14 Cinétiques de sorption dans la direction tangentielle.....123
Figure V-15 Cinétiques de sorption dans la direction longitudinale.....124
Figure V-16 Cinétiques de sorption dans la direction radiale 124
Figure V-17 Cinétiques de sorption dans la direction tangentielle.....124
Figure V-18 Cinétiques de diffusion longitudinales selon le génotype.....125
Figure V-19 Cinétiques de diffusion radiales selon le génotype.....126
Figure V-20 Cinétiques de diffusion tangentielles selon le génotype 126
Figure V-21 Variations dimensionnelles dans la direction radiale selon les génotypes 127
Figure V-22 Variations dimensionnelles dans la direction tangentielle selon les génotypes 127
Figure V-23 Configuration de la poutre.....129
Figure V-24 Conditions climatiques relevées à Egletons 129
Figure V-25 l'effet de la température sur les isothermes de sorption – Génotype 1 130
Figure V-26 Le maillage éléments finis.....131
Figure V-27 Teneur en eau moyenne durant la simulation pour les quatre génotypes.....131
Figure V-28 Distribution du champ de teneur en eau dans la poutre – Génotype 1 132
Figure V-29 L'état hydrique dans la section de coupe située à mi longueur des poutres, durant la période de mi-septembre.....133
Figure V-30 L'état hydrique dans la section de coupe située à mi longueur des poutres, durant la période de mi-février.....133
Figure V-31 Teneur en eau moyenne durant la simulation pour les quatre génotypes.....134
Figure V-32 L'état hydrique à mi longueur des poutres en février pour 4 années successives (Génotype n°2).....135
Figure V-33 Comparaison de l'état hydrique des 4 génotype en février de la 4ème année ...135

BY-NC-ND

Table des tableaux

Tableau I-1. Classes d'emploi (norme EN 335) 23

Tableau I-2. Classes de durabilité naturelle (Pignolet 2008) 24

Tableau I-3. Durabilités naturelles de quelques essences couramment employées en Europe 25

Tableau I-4. Classes de durabilité naturelle vis-à-vis des champignons 25

Tableau I-5. Produits et les procédés classiques de préservation du bois 26

Tableau I-6. Les différentes classes d'imprégnabilité selon la norme EN 350-2.....27

Tableau I-7. Classe d'imprégnabilité de quelques essences.....27

Tableau I-8. Coefficients de rétractibilité de quelques essences.....30

Tableau II-1. Variabilité génétique de la densité et de l'hétérogénéité du bois chez le Douglas 37

Tableau II-2 : Présentation des motifs des microsatellites et les amorces pour l'amplification 50

Tableau II-3 : Volume (*) des composants nécessaires à l'amplification 51

Tableau II-4 : Taille des amplicons (pb) obtenue pour les locus de Slavov 52

Tableau II-5 : Taille des amplicons (pb) obtenue pour les locus de Slavov (site de St-Gence) 53

Tableau III-1. Modèle pour les isothermes de sorption 61

Tableau III-2 Coefficient de diffusion (m^2/s) determinés sous trois hypothèses différentes ...69

Tableau III-3. Humidité relative de l'air en fonction des solutions salines aqueuses.....74

Tableau III-4 : Valeurs des paramètres thermodynamiques par essence testée 77

Tableau III-5 : Paramètres de diffusion par essence testé 77

Tableau III-6 : Coefficients du retrait gonflement dans les directions d'orthotropie (Guitard 1987).....80

Tableau III-7 : Vérification des humidités relative recherchées 81

Tableau III-8 : Nombre des éprouvettes retenues par génotype 82

Tableau IV-1 : Equations de transfert 89

Tableau IV-2 Résultats des identifications.....97

Tableau IV-3 Résultats des identifications avec des valeurs différentes du coefficient d'échange convectif.....99

Tableau IV-4 Identifications linéaires palier - par palier.....101

Tableau IV-5 Identifications non linéaires - palier par palier.....102

BY-NC-ND

Tableau IV-6 Résultats des identifications sur palier unique 106
Tableau IV-7 Résultats des identifications sur palier unique 107
Tableau IV-8 Résultats des identifications globales (phases d'adsorption et de désorption) 108
Tableau IV-9 Résultats des identifications globales 110
Tableau IV-10 Résultats des identifications globales 111
Tableau IV-11 Résultats des simulations numériques 114

Tableau V-1 Valeurs moyennes des paramètres du modèle thermodynamique 116
Tableau V-2 Valeurs moyennes des paramètres du modèle thermodynamique 116
Tableau V-3 Valeurs moyennes des paramètres du modèle thermodynamique 117
Tableau V-4 Valeurs moyennes des paramètres du modèle thermodynamique 118
Tableau V-5 Densité des génotypes 119
Tableau V-6 Valeurs moyennes des coefficients de diffusion 121
Tableau V-7 Valeurs moyennes des coefficients de diffusion 122
Tableau V-8 Valeurs moyennes des coefficients de diffusion - Génotype n°3 123
Tableau V-9 Valeurs moyennes des coefficients de diffusion 124
Tableau V-10 Synthèse des coefficients de diffusion pour les quatre génotypes 125
Tableau V-11 Coefficient de retrait gonflement par génotype et par direction 128
Tableau V-12 Paramètres des isothermes de sorption moyenne (adsorption et désorption) 130
Tableau V-13 Comparaison de la taille de la zone à risques fongique 136

BY-NC-ND

Table des matières

Nomenclature 5
Sommaire 8

Introduction 9

Chapitre I. Le bois et sa durabilité 11
I.1. Le matériau bois : de l'arbre à la molécule 11
I.1.1. L'ultrastructure du bois 16
I.1.2. Composition biochimique du bois 17
I.2. Durabilité du bois : les risques biologiques 19
I.2.1. Les champignons lignivores 19
I.2.2. Les coléoptères, les isoptères et les hyménoptères 20
I.2.3. Les termites 21
I.2.4. Les Bactéries et les térébrants marins 22
I.2.5. Classes d'emploi 22
I.2.6. Durabilité naturelle du bois 23
I.2.7. Les traitements 26
I.3. Traitement chimique du bois 28
I.4. Comportement mécanique du bois en présence de l'humidité 29
I.5. Conclusion. Une vision alternative de la préservation 32

Chapitre II. Le Douglas - génotypage 33
II.1. Introduction du Douglas en Europe et en France 33
II.2. Notions de variabilité génétique 35
II.2.1. L'effet de variabilité génétique sur les propriétés du bois 36
II.3. L'ADN 38
II.3.1. Outils pour analyser les génomes 41
II.3.2. Le séquençage 44
II.3.3. Techniques de génotypages par marqueurs moléculaires 44
II.3.3.1. Les techniques basées sur l'hybridation 45
II.3.3.2. Les techniques basées sur la PCR 45
II.3.3.3. Amplification de séquence cible 47
II.4. Analyse des quatre génotypes mis à l'étude 49
II.4.1. Matériel végétal 49
II.4.2. Extraction de l'ADN 49
II.4.3. Résultats et discussions 51
II.5. Conclusion 54

Chapitre III. L'hygroscopie du bois 55
III.1. L'eau dans le bois 55
III.1.1. Point de saturation des fibres 56
III.1.2. Etat hydrique du bois 57
III.2. Diffusion hydrique 57
III.2.1. Loi de diffusion 58

BY-NC-ND

III.2.2. L'équilibre hygroscopique et hystérésis 59
III.2.2.1. Modèles mathématiques 61
III.2.2.2. Modèle thermodynamique 63
III.2.3. Identification des paramètres de diffusion 65
III.2.3.1. Méthodes analytiques 66
III.2.3.2. Méthodes numériques 69
III.3. Caractérisation expérimentale du comportement hygroscopique 70
III.3.1. Particularités expérimentales 70
III.3.2. Matériel et méthode 74
III.3.2.1. Dessiccateur 74
III.3.2.2. Optimisation géométrique des échantillons 76
III.3.2.3. Plan d'expérience 80
III.3.2.4. Préparation, conditionnement et traitement des échantillons 81
III.3.3. Résultats 82
III.3.3.1. Isothermes de sorption 83
III.3.3.2. Cinétiques de sorption 84
III.4. Conclusion 87

Chapitre IV. Evaluation des paramètres de diffusion par méthodes inverses 88
IV.1. Modèle de diffusion par éléments finis 89
IV.1.1. Modèle numérique 89
IV.1.2. Discrétisation géométrique 90
IV.1.3. Conditions limites imposées 91
IV.2. Méthode inverse pour l'évaluation des paramètres de diffusion 91
IV.2.1. Méthode du Simplexe 92
IV.2.2. Schéma de détermination des paramètres de diffusion 95
IV.2.3. Fonction objective 96
IV.2.4. Critères d'arrêt 96
IV.3. Stratégie d'optimisation 97
IV.3.1. Coefficient d'échange surfacique 97
IV.3.2. Coefficient de diffusion 100
IV.3.2.1. Identification palier par palier 100
IV.3.2.2. Identification en adsorption continue 104
IV.3.2.3. Identification globale 108
IV.4. Conclusion. Stratégie d'identification retenue 113

Chapitre V. Caractérisation numérique du comportement hygroscopique 115
V.1. Isothermes de sorption 115
V.2. Diffusion hydrique 120
V.3. Retrait-gonflement 127
V.4. Application à un élément structurel à l'échelle 1 128
V.5. Conclusion 136

Conclusion 138

Références bibliographiques 140

BY-NC-ND

Résumé

Au regard des ouvrages bois du Génie Civil placés en extérieur, les problématiques de durabilité sont principalement liées aux risques d'attaques biologiques tempérées par les conditions d'humidité environnementale. Naturellement durable en classe de risque 3, l'utilisation du Douglas demande des traitements particuliers et complexes sous des expositions plus sévères à l'humidité, et ce, avec des impacts environnementaux plus ou moins marqués. Dans le cadre de la chaire 'Ressources Forestières & Usages du Bois' mise en place par l'Université de Limoges et en partenariat avec l'INRA d'Orléans, le PIAF et l'Institut Pascal de Clermont-Ferrand, nous présentons une approche originale avec comme objectif d'accroitre ce degré de durabilité naturelle afin de limiter le recours systématique aux traitements de préservation. Cette approche de la durabilité propose une transversalité entre patrimoine génétique des différentes familles de Douglas et la durabilité en structure en employant, comme 'marqueur', le comportement hygroscopique du matériau. L'objet de ce travail consiste à caractériser les propriétés hygroscopiques de quatre génotypes de Douglas et, plus précisément, les propriétés de diffusion hydrique et d'isothermes de sorption. Cette étude statistique alimentera une base de données dont l'ambition est d'isoler un génotype en lien avec des caractéristiques d'inertie hydrique limitant, à la fois, les pics hydriques et la pénétration du front hydrique dans les éléments massifs structuraux.

Mots-clés : Bois, durabilité naturelle, comportement hygroscopique, patrimoine génétique.

Abstract

For exterior civil engineering works, durability issues are mainly linked to the risks of biological attacks tempered by environmental moisture conditions. Douglas fir, which is naturally sustainable in risk class 3, requires complex treatments when it is exposed to severe moisture condition, a treatment which have significant environmental impacts that remains marked even today. In the context of the Chair, 'Resources Forestières & Usages du Bois' created by the University of Limoges and in partnership with the INRA of Orléans, the PIAF and the Pascal Institute of Clermont Ferrand, we present an original approach whose objective is to increase this degree of natural durability, and to limit the systematic use of preservation treatments. This approach to durability proposes a coupling between the genetic heritage of different Douglas families and the structural durability by using, as a 'marker', the hygroscopic behavior of the material. The aim of this work is to characterize the hygroscopic properties of four Douglas genotypes, and more precisely, the properties of water diffusion and sorption isotherms. This statistical study feeds a database with the objective is to isolate a genotype in relation with limiting hydric-inertia characteristics, both the water peaks and the penetration of the water front in the structural massive elements.

Keywords : Wood, natural durability, hygroscopic properties, genetic heritage.

BY-NC-ND