

## Mesure de l'angle des microfibrilles par diffraction aux rayons X

Session expérimentale déroulée au LMGC Montpellier du 15/02/2016 au 17/02/2016

Doctorante : Marie BONNET - Encadrante : Sabine CARE - Responsable d'accueil : Cédric MONTERO

### Introduction

Dans le cadre de mes travaux de thèse réalisés au laboratoire Navier concernant une étude multi-échelle du comportement hygromécanique du bois (gonflement/retrait), des mesures expérimentales de l'angle des microfibrilles (AMF) ont été menées au LMGC Montpellier par Diffraction aux Rayons X (DRX). Ces mesures se sont avérées nécessaires pour :

- Avoir une caractérisation plus complète de la microstructure du matériau d'étude utilisé pour la thèse (par microtomographie aux rayons X et Résonance Magnétique Nucléaire)
- Comparer l'AMF entre le bois initial et final et entre les parois cellulaires radiales et tangentielles
- Estimer la variabilité des éprouvettes selon leur zone de prélèvement
- Vérifier l'appariement d'éprouvettes
- Alimenter un modèle multi-échelle

### Matériau

L'ensemble des échantillons a été prélevé dans un barreau de Douglas fourni par l'INRA de Nancy (Figure 1).



Figure 1 – Matériau d'étude

Trois séries d'échantillons (Figure 2) ont été découpées selon les directions principales du bois afin de mettre en évidence la différence d'AMF selon : le cerne de croissance (série A), le côté de prélèvement par rapport au cœur (série B) et la direction des parois cellulaires (série C). Pour chaque série, des échantillons de bois initial et final ont été découpés afin de comparer la différence d'AMF entre ces deux tissus car la comparaison de leur comportement hygromécanique est effectuée dans la thèse. Deux ou trois échantillons de chaque type (e.g. cerne 25, côté 2, bois initial) ont été analysés afin d'estimer la variabilité des valeurs d'AMF intra-cerne.

	Côtés	Cernes	Direction des parois cellulaires	Tissu	Taille (mm <sup>3</sup> ) (R, T, L)
Série A	2	<u>11, 14, 15, 25, 32, 40</u>	tangentielle	bois initial, bois final	3x10x8
Série B	<u>1 et 2</u>	14	tangentielle	bois initial, bois final	3x10x8
Série C	2	14	<u>radiale, tangentielle</u>	bois initial, bois final	1,7x1,7x3,4

Figure 2 – Echantillonnage pour les mesures d'AMF

### Méthode

Les AMF ont été mesurés par Diffraction aux Rayons X (DRX) (Diffractomètre Oxford Diffraction). La tension d'accélération des électrons dans le tube RX est de 40kV et l'intensité de 40mA. La longueur d'onde des rayons X émis par la source est  $\lambda = 1,54\text{\AA}$  (anticathode en Cuivre). Pour les séries A et B (épaisseur 3mm), le temps d'exposition est de 60s et le faisceau est aligné avec la direction radiale (AMF des parois tangentielles mesuré). Pour la série C (épaisseur 1,7mm) le temps d'exposition est

de 30s et le faisceau est aligné soit avec la direction radiale, soit avec la direction tangentielle. L'AMF mesuré est moyenné sur le volume suivant :  $V_{\text{analysé}} = \text{diamètre du faisceau (0,8mm)} \times \text{épaisseur de l'échantillon traversée (3 ou 1,7 mm)}$ . Pour chaque échantillon, trois zones ont été analysées par DRX afin de vérifier la reproductibilité de la mesure. Enfin, le traitement des clichés de diffraction a été effectué avec un programme VBA sur Excel établi par le LMGc, basé sur la distribution, selon l'angle azimutal, de l'intensité du signal des RX diffractés par les plans atomiques (200) de la cellulose cristalline (Figure 3).

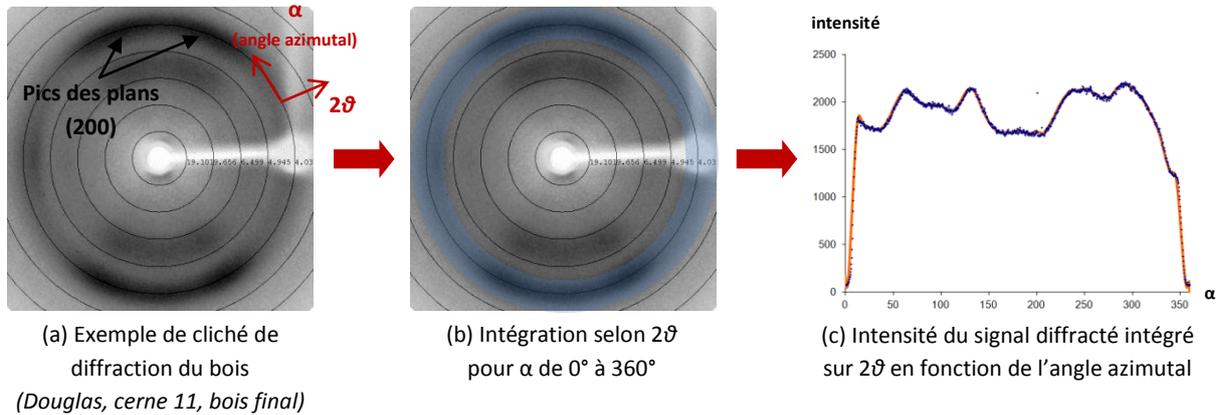


Figure 3 – Procédure de traitement des clichés de diffraction

## Résultats

Tout d'abord, les résultats des séries A et B montrent que la valeur de l'AMF décroît selon une loi puissance avec l'année de croissance de l'arbre (Figure 4). La variabilité inter-cernes apparaît ainsi distinctement ce qui valide le choix d'un prélèvement intra-cerne (cerne 14) pour le reste des expériences menées au cours de la thèse dont l'approche est déterministe (appariement d'échantillons nécessaire). Ce résultat permet aussi de confirmer que le cerne 14 se situe au niveau de la transition bois juvénile/bois mature.

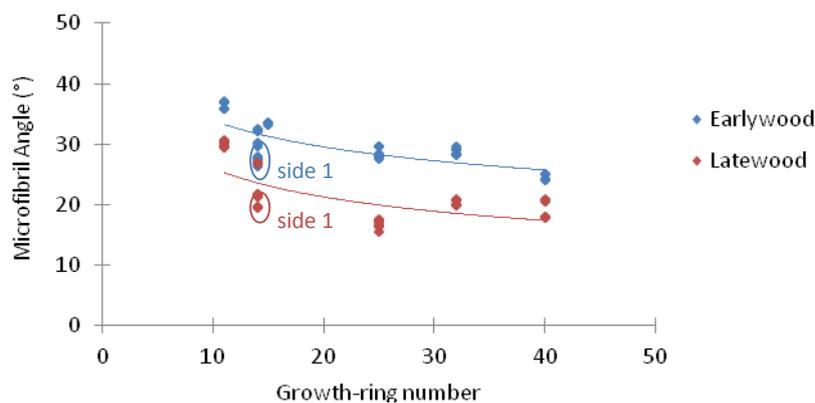


Figure 4 – Evolution de l'AMF avec l'année de croissance de l'arbre

Par ailleurs, la différence d'AMF entre le bois initial et le bois final est mise en évidence, avec un AMF du bois final environ 25% inférieur à celui du bois initial. Le gonflement longitudinal est très lié à l'AMF : plus l'AMF est faible, plus le gonflement longitudinal est faible (tendance valide pour des AMF  $> 15^\circ$  environ [1]). Or, des mesures macroscopiques de gonflement effectuées au cours de la thèse ont montré que les déformations longitudinales du bois initial sont plus élevées que celles du bois final, quasi-négligeables, révélant ainsi la concordance avec les mesures d'AMF.

Enfin, dans le cas du cerne 14, il est possible de comparer les valeurs d'AMF des échantillons prélevés, par rapport au cœur de l'arbre, soit du côté 1, soit du côté 2 (série B). L'écart relatif des mesures expérimentales par rapport à la courbe de tendance, tracée sur la figure 4, a été calculé (Figure 5). Ces valeurs mettent en évidence une faible différence d'AMF du cerne 14 entre les deux côtés du barreau de Douglas. Ces mesures permettent ainsi de considérer comme acceptable un éventuel appariement d'échantillons prélevés de part et d'autre du cœur.

	Bois initial		Bois final	
	AMF	Ecart à la courbe de tendance	AMF	Ecart à la courbe de tendance
Valeur théorique	31,7°		23,6°	
Côté 1	28,3°	-10,8 %	20,9°	-11,5 %
Côté 2	32,3°	2,0 %	26,9°	13,8 %

Figure 5 – Comparaison entre les valeurs d'AMF moyennes des côtés 1 et 2 du barreau de Douglas

Enfin, les mesures de la série C permettent de comparer les valeurs d'AMF entre les parois cellulaires radiales (parois dont la normale est orientée selon la direction tangentielle) et les parois tangentielles (parois dont la normale est orientée selon la direction radiale) pour le bois initial et le bois final (Figure 6). Dans le cas du bois initial, l'AMF des parois radiales est légèrement plus élevé que l'AMF des parois tangentielles (ratio R/T = 1,1). En revanche, pour le bois final, la différence d'AMF entre les deux parois semble négligeable (ratio R/T = 1,0). Des mesures de gonflement effectuées par ailleurs montrent que le bois initial a un comportement anisotrope dans le plan transversal tandis que le bois final est quasiment isotrope. Les valeurs d'AMF mesurées ici confirment l'éventuelle influence sur l'anisotropie du bois de printemps de la différence d'AMF des parois radiales et tangentielles.

	Bois initial	Bois final
Parois radiales (R)	35,8°	26,4°
Parois tangentielles (T)	33,5°	27,1°
Ratio AMF parois R/T	1,1	1,0

Figure 6 – Comparaison des valeurs d'AMF des parois cellulaires radiales et tangentielles

## Conclusion

Ces mesures d'AMF par DRX permettent d'apporter une information supplémentaire pour caractériser la microstructure de notre matériau et se révèlent nécessaires pour notre étude du fait de l'influence importante de l'AMF sur le comportement hygromécanique du bois. Cette étude expérimentale permet aussi d'évaluer la variabilité des échantillons inter-cernes et nous conforte sur le choix d'un prélèvement intra-cerne pour les travaux de thèse, de part et d'autre du cœur de l'arbre. Des résultats indiqués dans la littérature, tels que la décroissance de l'AMF avec l'année du cerne, la différence d'AMF entre le bois initial et final et entre les parois cellulaires radiales et tangentielles, sont en concordance avec nos mesures expérimentales, malgré leur remise en question éventuelle par d'autres études. Ces informations sont essentielles pour comprendre les mécanismes de déformation de gonflement/retrait du bois et identifier les paramètres microstructuraux pouvant avoir une influence sur le comportement macroscopique.

L'analyse concernant la comparaison de l'AMF entre les parois radiales et tangentielles devra être approfondie pour confirmer ce résultat car la mesure par DRX pour répondre à ce problème est complexe, pouvant être influencée par exemple par la géométrie des cellules. Par ailleurs, une analyse d'erreurs précise permettrait de confirmer ou non ce résultat.

### **Remerciements**

Tout d'abord, je tiens à remercier Cédric Montero pour son accueil chaleureux et sa disponibilité pour réaliser les mesures. J'aimerais aussi remercier le personnel du LMGC pour son accueil, les discussions sur mon sujet de thèse ainsi que la fabrication de dispositifs expérimentaux adaptés à mes échantillons. Enfin, je remercie le GDR Sciences du Bois pour son soutien, qui aura permis de nouveau des échanges entre le laboratoire Navier et le LMGC et de compléter les analyses effectuées dans le cadre de ma thèse.

### **Référence**

[1] N. F. Barber, B. A. Meylan. The Anisotropic Shrinkage of Wood : a theoretical model. *Holzforschung*, 1964, pp. 146-156.