



## Soutien « mobilité inter-équipes » du GDR3544 Science du bois, 2016

Bénéficiaire : Julie Bossu (Institut Charles Gerhardt, Montpellier)

---

### MESURES RMN ET SUIVI D'IMBIBITION D'ÉCHANTILLONS DE PEUPLIER AVEC DIFFÉRENTS SOLVANTS ORGANIQUES

**Nom :** Julie Bossu

**Laboratoire :** Institut Charles Gerhardt – Equipe Macs Montpellier (pos-doctorante)

**Mail :** juliebossu@hotmail.fr

**Dates de la mission:** 2 et 3 Juin 2016

**Laboratoire d'accueil :** Laboratoire Navier, Champs-sur-Marne, Paméla Faure et Sabine Caré

#### 1. Problématique

Le gonflement du bois dans les solvants organiques est un processus qui implique plusieurs phénomènes qui ne sont à ce jour que partiellement expliqués. On sait aujourd'hui que le type de solvant utilisé influence les capacités de gonflement des matériaux lignocellulosiques (Mantanis, 1994). Il a aussi été observé sur des échantillons de pin et de peuplier que certains liquides organiques permettaient, en solution aqueuse, d'obtenir un gonflement maximal, supérieur à celui obtenu dans l'eau (Meier, 2005 ; Chang et al. 2012). Se pose alors la question de la nature des interactions entre biomasse et molécules organiques et de leur influence sur le gonflement. Pour y répondre, il semble indispensable de pouvoir localiser le liquide absorbé à chaque étape du processus, depuis un état anhydre jusqu'à saturation de l'échantillon, et d'en observer les répercussions sur le gonflement macroscopique. C'est ce que permettent les techniques développées en RMN, notamment avec les cartes T1-T2<sup>1</sup>, au sein du laboratoire de Navier.

#### 2. Intérêt du couplage des mesures de RMN et de gonflement

Les interactions entre les molécules organiques et les différentes macromolécules du bois lors de l'adsorption modifient progressivement la microstructure de l'échantillon et sont à l'origine du gonflement. La RMN du proton permet d'observer l'évolution de ces modifications au cours de l'adsorption, c'est pourquoi elle présente un avantage tout particulier dans ce cas. Associées à des mesures de variations dimensionnelles, les cartes T1-T2 peuvent aussi renseigner sur l'état du liquide organique (état « lié » à la paroi ou dans les lumens) à chaque palier l'humidité relative, et donc sur ses potentielles interactions avec les polymères du bois.

#### 3. Description des essais réalisés

Les découpes ont été réalisées en amont à Montpellier pour obtenir des échantillons de peuplier appareillés (issus du même cerne et proches voisins tangentiellement ou longitudinalement) et bien orientés, aux dimensions suivantes : R10\*T10\*L5mm.

---

<sup>1</sup> le temps de relaxation longitudinal (ou spin-réseau) : T1 et le temps de relaxation transversal (ou spin-spin) : T2

Après polissage, plusieurs traitements ont été réalisés: (i) séchage dans du gel de silice ; (ii) séchage en étuve à 103° pendant 24h puis dans du gel de silice (iii) immersion de deux échantillons dans chaque liquide organique: eau, acétonitrile, isopropanol et DMF (liquides permettant d'observer des variations dimensionnelles variées selon la littérature).

Dès l'arrivée au laboratoire de Navier, les échantillons ont été pesés et leurs dimensions ont été mesurées avec précision en plusieurs points sur chaque face à l'aide d'un comparateur micrométrique (précision 0.01mm). Les échantillons ont été passés dans une pompe à vide pour retirer tout excédant d'eau avant les essais RMN.

Plusieurs essais RMN ont été menés :

- Essai de cartographie RMN des échantillons imbibés dans les solvants purs (eau, acétonitrile, isopropanol et DMF) pour déterminer les paramètres de séquences ;
- Suivis RMN (cartes T1-T2) d'imbibition d'un échantillon sec (imbibition forcée avec une pompe à vide) et mesure du gonflement dans l'eau ;
- Suivis RMN (cartes T1-T2) d'imbibition d'un échantillon sec (imbibition forcée avec une pompe à vide) et mesure du gonflement dans l'acétonitrile.

#### **4. Résultats des mesures**

Il a été possible d'obtenir des cartes T1-T2 exploitables pour les échantillons immergés dans les différents liquides organiques grâce aux réglages effectués. Les outils utilisés pour l'analyse dimensionnelle ont également permis d'obtenir des valeurs de gonflement en accord avec la littérature.

La technique d'imprégnation sous vide a permis d'obtenir rapidement des paliers d'humidité contrastés et le compromis réalisé entre le temps d'acquisition et de traitement des signaux et la qualité des cartes obtenues s'est avéré satisfaisant, puisque la grande majorité des essais qui étaient programmés ont pu être réalisés et ont donné des résultats exploitables malgré le peu de temps dont nous disposions.

Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence une évolution de l'état de l'eau et des autres solvants dans le bois après imprégnation. Pour l'eau et l'acétonitrile, les suivis d'imbibition réalisés en parallèle avec les mesures de gonflement ont permis de discuter de l'évolution de la localisation des molécules organiques au sein de la microstructure des échantillons et de la répercussion sur le gonflement macroscopique.

#### **5. Conclusions et perspectives**

Les outils mis à ma disposition lors de cette mission ainsi que les échanges avec Sabine Caré et Pamela Faure ont permis la mise en place d'un protocole permettant de répondre à plusieurs questions liées à la problématique de mon projet de recherche.

Le réglage des paramètres d'acquisition et du traitement du signal réalisé grâce à l'expertise de Pamela Faure a permis de mettre en œuvre rapidement les tests que nous avions programmés. Les données obtenues ouvrent la voie à de nouveaux essais, ont permis de mettre en place un protocole de mesure et de préciser les conditions d'utilisation de cette expérimentation. Cependant, des mesures complémentaires devraient être envisagées pour confirmer des biais possibles (notamment maintien de la température dans le tube à essai).