

# Influences de paramètres d'usinage et de stockage sur les propriétés fonctionnelles des surfaces de bois de Douglas Alex Outahyon

## ► To cite this version:

Alex Outahyon. Influences de paramètres d'usinage et de stockage sur les propriétés fonctionnelles des surfaces de bois de Douglas. Sciences de l'ingénieur [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2008. Français. NNT : 2008ENAM0041 . pastel-00004949

## HAL Id: pastel-00004949 https://pastel.hal.science/pastel-00004949

Submitted on 23 Jun 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Ecole doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

# THÈSE

pour obtenir le grade de

# Docteur

de

# l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité "Génie mécanique – Procédés de fabrication"

présentée et soutenue publiquement par

## **Alex OUTAHYON**

le 9 décembre 2008 à Cluny

#### INFLUENCES DE PARAMETRES D'USINAGE ET DE STOCKAGE SUR LES PROPRIETES FONCTIONNELLES DES SURFACES DE BOIS DE DOUGLAS

Directeur de thèse : Rémy MARCHAL

#### Jury :

M. Roger HERNÁNDEZ,	Professeur, CRB, Université Laval, Québec	Rapporteur
M. Bertrand CHARRIER,	Maître de Conférences -HDR, Sylvadour,	Rapporteur
	Univ. de Pau et des Pays de l'Adour, Mont de Marsan	
M. Mathieu PETRISSANS,	Professeur, Université Nancy 2, LERMAB-IUT	Président
	Hubert Curien d'Epinal	
M. Pierre LARRICQ,	Maître de Conférences, Université de Toulouse1,	Examinateur
	LGMT- IUT GM, Tarbes	
M. Pierre-Jean MEAUSOONE,	Maître de Conférences, LERMAB, ENSTIB, Epinal	Examinateur
M. Rémy MARCHAL,	Professeur, LaBoMaP, ENSAM, Cluny	Examinateur
Mme Marie-Lise ROUX,	Responsable R&D Pôle ameublement FCBA, Paris	Invitée
M. Frédéric ROUGER,	HDR, Directeur de la recherche du FCBA, Bordeaux	Invité

Laboratoire Bourguignon des Matériaux et Procédés ENSAM, CER de Cluny

L'ENSAM est un Grand Etablissement dépendant du Ministère de l'Education Nationale, composé de huit centres : AIX-EN-PROVENCE ANGERS BORDEAUX CHÂLONS-EN-CHAMPAGNE CLUNY LILLE METZ PARIS

### Remerciements

Ce travail a pu prendre forme grâce au financement de l'Institut Technologique, Forêts Cellulose Bois-Construction et Ameublement (FCBA), du ministère de l'agriculture de la pêche et des affaires rurales (DGFAR), du Conseil Régional de la Bourgogne (CRB) et de la F.S.E (Fonds Social Européen). Je les remercie pour leurs soutiens. Je remercie aussi

*I want to thank also* 

Emmanuelle ALLAIS Hamid AKNOUCHE Laurent BLERON Anne-Claire BORDAS Jacqueline BORDAS Paul BORDAS Jean-Claude BUTAUD Bertrand CHARRIER Robert COLLET Fabrice COTIN Christophe DELORME Jean-Luc DELPEUCH Louis-Etienne DENAUD Marc DEPART Giuseppina Di GIULIO Jean DIOCHON Pascal FILIPEK Marco FIORAVANTI Angelo GAÏAO Pierre GELHAYE Jean-François GERMAIN Marie-Paule GERMAIN Pierre-Alain GILLES Giacomo GOLI Lidia GURAU Roger HERNÁNDEZ PEÑA Laurent JOBLOT Denis LAGADRIELLERE Christophe LAPALUS Pierre LARRICO Jean-Louis LIMMARD Pierre-Jean MEAUSOONE Rémy MARCHAL Romaric MASSET Fréderic MOLL Frédéric MOTHE Martino NEGRI Bartosz PALUBICKI Yann PAIRE Coralie PELLETIER Mathieu PETRISSANS Antonio PIZZI Marie-Lise ROUX Frédérique ROUGER Alexandre ROUGIE Yakub SANDAK Dominique SALOMONE Emmanuel TRUJILLO Dave WYETH

Bourgogne Conseil récional



INSTITUT TECHNOLOGIQUE



Liberd - Égalité - Fratemité République Française MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE ET DE LA PÊCHE Plate-forme Technologique Forêt Bois Papier Forest-based sector Technology Platform (FTP)

Ma maman, mon papa, ma sœur et tous les autres... And the others...

## Table des matières

Remer	rciements	1
Introd	uction générale	5
1. l	Etat de l'art	9
1.1. I	Matériau bois	10
1.1.1. I	Le Douglas en France	11
1.1.2. 0	Qualité du Douglas	11
1.1.3. U	Usinabilité du Douglas	17
1.2. U	Usinage du bois	18
1.2.1.1	Modes de coupe	19
1.2.2.	Types de Copeau en usinage longitudinal et circulaire	19
1.2.3. I	Défonçage	22
1.2.3.1	. Définitions	22
1.2.3.2	Choix des paramètres du défonçage	24
1.2.4. I	Ponçage (Usinage par abrasion)	26
1.2.4.1	. Définitions	26
1.2.4.2	Abrasion deux et trois corps :	28
1.3.	Caractérisation topographique des surfaces bois	29
1.3.1. I	Etat de surface	30
1.3.2.1	Moyens de la caractérisation	34
1.3.3. 0	Observations microscopiques (Microstructure du bois)	37
1.4. <b>(</b>	Caractérisation physico-chimique des surfaces bois	38
1.4.1. I	Définition	38
1.4.2.	Angle de contact	38
1.4.3.	Théorie du mouillage	40
1.4.4. I	Détermination de la tension superficielle et des composantes polaires et dispersives	43
1.4.5. I	Détermination de l'énergie libre de surface	44
1.4.6.1	Méthode de la goutte posée	48
1.4.6.1	. Angles de contact statiques issus d'une dynamique	48
1.4.6.2	2. Surfaces rugueuses et hystérèse de mouillage	50
1.4.7. I	Effet de la gravité	52
1.4.8.1	Mouillabilité des surfaces bois - Facteurs d'influence	53
1.5. I	Finition et Collage	61
1.5.1.1	Modèles théoriques de l'adhésion	62
1.5.1.1	. Modèles macroscopiques	62
1.5.1.2	2. Modèle des interactions élémentaires	64
1.5.2. I	Finition du bois	68
1.5.2.1	. Produits de finition dans le bois	68
1.5.2.2	Evaluation de l'adhérence des finitions	70
1.5.3. 0	Colles	74
1.5.4. I	Essais mécaniques de la tenue des colles	75
1.6. <b>(</b>	Conclusions et stratégie des essais	76

2.	Première partie expérimentale : analyse des surfaces défoncées	.79				
2.1.	Matériels et méthodes	.80				
2.1.1.	Matériaux bois : échantillonnage global	.80				
2.1.1.	1. Description de l'arbre du Douglas choisi	.80				
2.1.1.	2. Analyse densitométrique	.81				
2.1.1.	3. Mesure de l'angle des microfibrilles	.84				
2.1.1.	4. Humidité globale de travail	.87				
2.1.2.	Défonçage	.87				
2.1.2.	1. Défonceuse RECORD1	.87				
2.1.2.	2. Choix des paramètres de défonçage	.89				
2.1.3.	Caractérisation topographique et physico-chimique des surfaces	.91				
2.1.3.	1. Mesures physico-chimiques : goniomètre DSA 100®	.91				
2.1.3.	2. Choix des paramètres de mesure de la mouillabilité	.92				
2.1.3.	3. Mesures topographiques : rugosimètre laser Mahr®	.96				
2.1.3.	4. Choix des paramètres de mesure de la rugosité	.98				
2.1.3.	5. Observation Microscopique : MEB JEOL JSM-5900LV ®	.98				
2.1.4.	Echantillonnage	.99				
2.1.4.	1. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée »	.99				
2.1.4.	2. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul »	100				
2.1.4.	3. Campagne de mesure de la rugosité	101				
2.1.4.	4. Campagne des observations MEB	103				
2.2.	Résultats et discussions	104				
2.2.1.	Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée »	105				
2.2.1.	1. Facteurs influençant la mouillabilité	105				
2.2.1.	1.1. Influence du temps de stockage	108				
2.2.1.	1.2. Influence du type du bois : aubier duramen	113				
2.2.1.	1.3. Influence de la position en hauteur dans l'arbre	114				
2.2.1.	1.4. Effet de la vitesse de coupe	116				
2.2.1.	2. Analyse du travail d'adhésion Wa	117				
2.2.1.	3. Analyse de l'énergie de surface $\gamma_s$	120				
2.2.1.	3.1. Analyse des composantes polaire et dispersive de $\gamma_s$ calculées avec le modèle d	le				
	Wu	125				
2.2.1.	3.2. Analyse des composantes acide et basique de $\gamma_s$	130				
2.2.1.	4. Conclusions : campagne de mesure de la mouillabilité statique	133				
2.2.2.	Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul »	134				
2.2.2.	1. Hystérèse de mouillage	135				
2.2.2.	2. Energie de surface (mouillabilité angle à l'avancée et au recul)	136				
2.2.3.	Campagne de mesure de la rugosité	138				
2.2.3.	1. Analyse du critère S <sub>Ra</sub>	139				
2.2.3.	2. Interaction mouillabilité/rugosité	140				
2.2.4.	2.2.4. Campagne d'observations au MEB					
2.2.4.	1. Influence de la vitesse de coupe sur la microstructure des surfaces bois	142				
2.2.4.	2. Influence du mouillage sur la microstructure des surfaces bois	143				
2.3.	Conclusions sur les essais de défonçage	145				

3.	Deuxième partie expérimentale : analyse des surfaces poncées	147
3.1.	Ponçage	148
3.1.1.	Montage expérimental	148
3.1.2.	Choix des paramètres de ponçage	149
3.1.2.	1. Pression du ponçage	149
3.1.2.	2. Orientation du poncage	150
3.1.2.	3. Vitesse de poncage	154
3.1.3.	Echantillonnage	155
3.1.3.	1. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée »	155
3.1.3.	2. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul »	156
3.1.3.	3. Campagne de mesure de la rugosité	156
3.1.3.	4. Campagne d'observations au MEB	157
3.1.4.	Résultats et discussions	157
3.1.4.	1. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée »	157
3.1.4.	1.1. Influence du type du bois : bois juvénile et bois adulte	160
3.1.4.	1.2. Influence du temps de stockage	161
3.1.4.	1.3. Effet de la vitesse de coupe	161
3.1.4.	1.4. Influence de la position en hauteur	
3.1.4.	1.5. Conclusions	
3.1.5.	Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul »	
316	Campagne de mesure de la rugosité	167
3.1.7	Interactions mouillabilité/rugosité	168
3.1.8	Campagne d'observations au MEB	169
3.2	Conclusions sur les essais de poncage	171
4.	Campagnes des essais de finition, de vieillissement accéléré et de collage	173
4.1.	Essais de finition et de vieillissement accéléré	174
4.1.1.	Matériels et méthodes	174
4.1.1.	1. Pistolet et roue de vieillissement	174
4.1.1.	2. Choix des produits de finition	175
4.1.1.	3. Essais d'adhérence des finitions	177
4.1.1.	4. Echantillonnage	179
4.1.2.	Résultats et discussion	183
4.1.2.	1. Rugosité et mouillage des surfaces revêtues ou non	183
4.1.2.	2. Résultats des essais de finitions sur surfaces défoncées	190
4.1.2.	3. Résultats des essais de finitions sur surfaces poncées	193
4.2.	Essais de la tenue du collage	195
4.2.1.	Matériels et méthodes	195
4.2.1.	1. Choix des colles	195
4.2.1.	2. Principe et montages des essais de cisaillement	196
4.2.1.	3. Echantillonnage pour les essais des surfaces collées à la MUF	198
4.2.1.	4. Echantillonnage pour les essais des surfaces collées à la PUR	200
4.2.2.	Résultats et discussions	202
4.2.2.	1. Essais des surfaces collées à la MUF	203
4.2.2.	2. Essais des surfaces collées à la PUR	206
4.2.2.	3. ANOVA globale du collage MUF et PUR confondues	211
4.3.	Conclusions sur les essais de finition, vieillissement accéléré et de collage	214

Références bibliographiques	221
Annexes	241
Annexe 1 : propriétés physico-chimiques du bois de douglas	242
Annexe 2 : Classement des sciages résineux	243
Annexe 3 : classification visuelle des défauts de surfaces produits lors de l'usinage	244
Annexe 4 : comportement à l'usinage du bois de douglas	245
Annexe 5 : paramètres d'usinage ; profil d'état de surface	246
Annexe 6 : l'écrasement du bois par le palpeur lors de la mesure de l'état de surface	247
Annexe 7 : tension de surface, énergie libre de surface et contrainte de surface	248
Annexe 8 : clichés des disques 4 et 5	250
Annexe 9 : plans montage d'usinage	251
Annexe 10 : vérification de l'usure de l'outil utilisé	253
Annexe 11 : moyennes des angles de contact (défonçage)	255
Annexe 12 : comparaison des méthodes de calcul de l'énergie de surface (Données)	257
Annexe 13 : comparaison des méthodes de calcul de l'énergie de surface (méthodologie du	
choix)	260
Annexe 14 : comparaison des méthodes de calcul de l'énergie de surface (graphiques)	271
Annexe 15 : campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul » :	
moyennes des angles de contact à l'avancée et au recul (surfaces défoncées)	274
Annexe 16 : campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul » :	
moyennes des angles de contact à l'avancée et au recul (surfaces poncées)	275
Annexe 17 : vérification de la méthodologie de dépose de la peinture	276
Annexe 18 : montage de thermocouples	278
Annexe 19 : montage des essais de cisaillement double joints de colle	282

#### **Introduction générale**

La transformation du bois par enlèvement de matière génère de nouvelles surfaces qui ont une fonctionnalité précise (c'est-à-dire : garantir la précision d'un assemblage, respecter une esthétique ou un toucher), et sont presque toutes appelées à recevoir des films protecteurs, des produits améliorants ou des colles. Ainsi il convient d'être capable de produire puis caractériser précisément les surfaces bois usinées pour rendre compte de leur aptitude à être revêtues par un produit en phase liquide sans surconsommation et ainsi caractériser les interactions usinage/collage et usinage/revêtement de finition dans le cadre de la fabrication de produits pour la construction bois (menuiserie, bois d'ingénierie).

La présente thèse fait partie des activités menées par le GIS - BCE (Groupement d' Intérêt scientifique – Bois Construction Environnement), créé en décembre 2000 pour renforcer la recherche publique et privée sur le matériau bois, ses composites et adjuvants (aussi bien dans ses domaines d'excellence que dans les domaines où on accuse un retard). Le GIS -BCE était composé de cinq groupes de travail intitulés : Matériaux à base de bois ; Génie civil bois ; Enjeux sociétaux ; Chimie - Biologie- Environnement ; Usinage et Productique. A chacun de ces groupes de travail correspondait un thème de recherche qui contenait plusieurs axes de réflexions. Le nôtre est « surfaces bois : analyse de leur formation et caractérisation fonctionnelle », axe de réflexion du groupe Usinage et Productique animé par le Professeur Rémy MARCHAL. Cette thèse a été dirigée par ce dernier au coté de trois autres chercheurs que sont Madame Marie-Lise ROUX, Responsable Recherche et Développement - Pôle Ameublement du CTBA, Monsieur Pierre LARRICQ, Maître de conférences à l'IUT de Tarbes et Monsieur Pierre – Jean MEAUSOONE, Maître de conférences à l'ENSTIB Epinal. A présent le GIS-BCE a décidé de se transformer en NSG (National Support Group) de la Plate-forme Technologique Forêt Bois Papier (FTP: Forest Based sector Technology Platform) consultable sur www.forestplatform.fr

L'image du bois, matériau naturel et biodégradable, est encore souvent entachée par la mauvaise réputation des produits utilisés pour sa protection et sa préservation face aux insectes et aux champignons. En effet, les substances biocides traditionnellement utilisées sont très toxiques, peuvent polluer les sols par délavage et sont parfois cancérigènes.

Depuis quelques années, les interdictions réglementaires de produits de préservation (notamment ceux à base d'arsenic) se multiplient de part le monde alors que parallèlement de solides alternatives à ces traitements ont vu le jour comme les bois traités thermiquement ou les bois imprégnés d'huiles végétales. La même problématique existe au niveau des colles et des produits de finitions (protection par application d'une enveloppe), toutefois avec une acuité moindre. Ces produits font encore majoritairement appel à des solvants organiques issus de la pétrochimie (« white spirit »), à des aminoplastes (Mélamine-Formaldéhydes, Urée-Formaldéhyde), phénoplastes (Phénols-Formols-PF). Cependant, les obligations réglementaires inspirées par les contraintes environnementales et la raréfaction en cours de la ressource en pétrole imposent de substituer à ces produits de traitements d'autres principes moins nocifs, en poudre ou en solvant aqueux. Ces produits, dont les performances sont encore perfectibles en particuliers dans le cas des finitions, restent peu utilisés dans l'industrie du bois à cause du pouvoir hygroscopique du bois. L'application de ces produits nécessite une maîtrise rigoureuse du processus de fabrication, un séchage plus poussé et un stockage soigneux des pièces en bois. En effet, le solvant aqueux induit le gonflement du bois, l'accentuation des défauts dus à l'usinage (arrachement de fil, grain pelucheux, marques de couteau), le soulèvement des fibres générant ensuite une surconsommation des produits et une détérioration de la qualité au toucher. Un des objectifs de notre recherche sera de voir dans quelle mesure, il est possible d'influencer le processus d'échantillonnage et de fabrication des surfaces bois pour limiter les effets perturbateurs de l'eau sur les surfaces bois à revêtir ou à encoller.

Nous nous efforcerons donc de comprendre la genèse d'une surface bois pour rendre compte de son aptitude à être revêtue. Les enjeux de cette thèse sont multiples. D'abord sur le plan scientifique, il s'agit de comprendre les mécanismes de formation des surfaces bois de Douglas, de discriminer les effets des propriétés du matériau (hétérogénéité, densité, structure anatomique et extractibles) de ceux du processus d'usinage sur la rugosité et la réactivité des surfaces bois et d'expliquer la relation *usinage / réactivité chimique des surfaces / topographie des surfaces*. Ensuite sur le plan technologique il convient d'établir les relations *qualité de surface des matériaux bois / tenue des revêtements (colles et films protecteurs)*, d'analyser l'apport de la vitesse de coupe sur les caractéristiques de surface du bois massif en Douglas et d'améliorer les méthodologies de mesures des surfaces bois.

Sur le plan économique les enjeux sont :

- le gain du temps dans la réalisation du produit fini en supprimant une phase coûteuse de production par exemple : ne pas poncer systématiquement les surfaces bois si la « qualité finition » souhaitée est obtenue avec le défonçage. Ce qui permet au passage d'éviter en plus la production des poussières cancérigènes du ponçage.
- le gain de matière première en approchant la « qualité finition » par l'usinage et en mettant en œuvre une meilleure gestion des flux de matière tenant compte des modifications de la réactivité des surfaces avec le temps de stockage.
- le gain de colles et produits de finition en établissant la relation *qualité de surface / consommation de revêtement*.
- La valorisation de la ressource nouvelle en Douglas en matériaux reconstitués pour la construction (substituts aux bois tropicaux).

# A terme, l'innovation principale apportée par la thèse serait de progresser sur la relation usinage / physicochimie de surfaces / qualité fonctionnelle des surfaces.

Notre travail de recherche est décomposé en quatre parties principales. La première traite de l'état de l'art, la seconde porte sur les surfaces produites par défonçage, la troisième sur celles produites par ponçage et la dernière sur le collage et la finition de ces surfaces.

Enfin, cette étude portera sur le bois de Douglas qui est en pleine expansion en France et dans la région de Bourgogne en particulier. Cette dernière est le premier producteur du Douglas en France et maintiendra son rang de leader au moins jusqu'à 2050. Habituellement, le bois de Douglas est utilisé comme bois de construction, mais l'abondante ressource à venir est telle qu'elle ne pourra pas être toute écoulée dans ce secteur. Il faudra donc la valorisée autrement en bardage, en lamellé collé ou en menuiseries par exemple. Or ces applications nécessitent des opérations d'usinage, c'est pourquoi nous nous intéresserons dans cette thèse aux deux modes d'usinage les plus utilisés dans l'industrie du bois à savoir le ponçage et le défonçage.

ΣCLIΣ ΗΣΙ ΣΛ ΣΟ°Ι °Η°Ι °ΙΟ°Ο ΣΛΦ°Ο ΟΣΤ La bonne récolte se voit au premier coup d'œil (Massensen) 1. Etat de l'art

## 1.1. Matériau bois

Le bois est un matériau aux caractéristiques variables à cause de son origine naturelle. On distingue deux grandes familles : la famille des conifères (résineux) et celle des feuillus. Il existe une vingtaine de milliers d'espèces d'arbres susceptibles de fournir du bois en dimensions et en quantité pouvant permettre un emploi industriel ou artisanal [COLLARDET et BESSET <sup>a et b</sup>, 1988] et [PLASSAT, 1992]. A cause de la croissance de l'arbre en hauteur et de l'augmentation annuelle de son diamètre, le bois présente trois directions privilégiées distinctes et perpendiculaires entre elles : la direction longitudinale L dans le sens des fibres, la direction radiale R correspondant à la direction de croissance en diamètre et la direction tangentielle T tangente aux cernes d'accroissement annuels. On distingue donc trois plans de symétries : LT correspondant à un débit dit « débit sur dosse », le plan LR qui correspond à un « débit sur quartier » et TR correspondant à une utilisation dite « en bois de bout » (*figure 1-1*).



F**igure 1-1.** Les trois plans d'observation du bois [PLASSAT, 1992] et [TROUY-TRIBOULOT et TRIBOULOT <sup>a</sup>, 2001].

Le bois est de composition chimique hétérogène : fibres cellulosiques et d'hémicelluloses dans une matrice de lignine. A ces trois constituants principaux viennent s'ajouter des substances mineures telles que les extractibles (résines, sèves et tannins) de nature organique et des composés minéraux (principalement : potassium, calcium, magnésium et de la silice) [TROUY-TRIBOULOT et TRIBOULOT <sup>a</sup>, 2001]. Le matériau bois est par conséquence souvent défini comme un composite naturel, rugueux, microporeux et hygroscopique (échange très facilement de l'eau avec le milieu extérieur).

#### **1.1.1. Le Douglas en France**

Le Douglas ou le Pin d'Oregon est un conifère originaire de la côte ouest des Etats-Unis et du Canada (de l'Alaska à la Californie). Ses premières plantations en France ont vu le jour vers le milieu du XIX<sup>ème</sup> siècle en Bretagne, dans le massif central et les basses Vosges puis dans presque la totalité du territoire [MOTHE, 1988]. Aujourd'hui le massif de Douglas en France est estimé à 390 000 ha. La ressource est groupée principalement au centre de la France et elle présente peu de problèmes d'exploitabilité. Son entrée en production récente entraîne une récolte en pleine expansion et les différentes simulations les plus pessimistes prévoient une récolte annuelle de près de 5.8 millions de m<sup>3</sup> à l'horizon de l'année 2030. A l'image de la France, la région de la Bourgogne connaît la même expansion (*figure 1-2*). Cette région est la principale région productrice du Douglas devant le Limousin.



#### 1.1.2. Qualité du Douglas

La dénomination Douglas regroupe deux sous-espèces : le Douglas bleu ou Douglas du Colorado (*Pseudotsuga menziesii var. glauca*) peu vigoureux, très rarement utilisé dans le reboisement en France, et le Douglas vert ou Douglas de l'Oregon (*Pseudotsuga menziesii franco*) dont la croissance est plus rapide [MOTHE, 1988]. La présente étude portera sur ce dernier qui a été majoritairement introduit en France. Le Douglas est une essence écologiquement peu exigeante. Il tolère une pluviométrie allant de 400 à plus de 3000 mm, résiste bien au froid et peut subsister sur presque tous les types de sols. Dans une étude comparative, de neufs résineux exotiques susceptibles d'être utilisés en France, [POLGE, 1963] classe le Douglas en première position pour la production en matière ligneuse (largeur des accroissements moyens allant de 5 à 10 mm) et la croissance initiale (il ne met que 4 ans pour atteindre 1.30m de hauteur).

Le pin d'Oregon est le plus grand arbre chez les conifères après le Séquoia. Il peut atteindre 80 mètres de haut avec un fût très droit, libre de branche sur une quarantaine de mètres et dont le diamètre à la base peut atteindre plus de 2 mètres. Ces dimensions ne sont atteintes que par les arbres indigènes du continent américain dont l'âge est autour des 1000 ans. Dans les exploitations européennes, l'âge d'exploitation ne dépassant guère 80 ans, les arbres sont de dimensions plus modestes, mais atteignent tout de même grâce à leur croissance rapide un diamètre de 0.5 à 0.6 m. Le bois de Douglas est tendre de dureté « Chalais-Meudon » comprise entre 1.25 et 2.5, de densité moyenne de l'ordre de 0.5 (*annexe 1*), de croissance

rapide mais présente une forte hétérogénéité dans le cerne. En effet, le bois final est de largeur et de coloration très variables selon la provenance, tranchant brutalement avec le bois initial, donnant une structure hétérogène et un « veinage » très « ramageux » sur dosse (figure 1-3). Les canaux résinifères du Douglas sont de taille moyenne, situés surtout dans le bois final et les poches de résines sont fréquentes v [COLLARDET et BESSET<sup>a</sup>, 1988]. Cependant, Il ne pose pas de problèmes majeurs de conservation. En effet, la durabilité naturelle du bois



de cœur est excellente (classe de risque : 3) ; l'aubier moins résistant, se laisse facilement imprégner (*annexe 1*) ; il n'est pas attaqué par les insectes en France [VONNET, 1983]. Au contact du sol, le duramen a une résistance naturelle de 4 à 5 ans; exposé aux intempéries il résiste 20 ans au minimum [BLACHON et HADJ HAMOU, 1987].

Les caractéristiques mécaniques du Douglas ne sont pas en reste : elles sont élevées comparativement aux autres résineux, ce qui fait du Douglas un très bon bois pour l'emploi en structure.

En effet, le pin d'Oregon est l'un des principaux bois de construction utilisé dans le monde, grâce entre autres à ses dimensions et à la rareté voire l'absence des nœuds dans les premiers choix (*annexe 2*). Les sciages du pin d'Oregon se recommandent aux Etats-Unis et au Canada pour la grosse charpente, les hangars, le bois d'ossature des maisons individuelles, les menuiseries intérieure et extérieure, la construction navale (pont et mâture), les ouvrages de génie civil (ponts, viaducs, rails de sécurité des autoroutes, traverses de voie ferrée) ou encore pour les ouvrages hydrauliques ou portuaires (estacades, pilotis, Wharfs ou appontement et conduites d'eau) et enfin pour la construction de matériel roulant tel que les wagons de chemin de fer [COLLARDET et BESSET <sup>a</sup>, 1988]. La *figure 1-4* montre deux exemples de réalisations en France (Un pont routier et un bâtiment). Le *tableau 1-1* présente les modules d'élasticité du Douglas relevés dans la littérature par [GUITARD, 1987]. Le Douglas européen, et malgré son grain plus grossier, conserve l'essentiel des propriétés

mécaniques de base de son cousin américain [COLLARDET et BESSET<sup>a</sup>, 1988]. Vu la rapide croissance du Douglas, la proportion de bois juvénile y est importante. Ce dernier est formé pendant les premières années du fonctionnement cambial de chaque unité de croissance, même sur un individu âgé. Chez les conifères, le bois juvénile est donc le bois le plus ancien de chaque unité de croissance [KOLLMANN et COTE, 1968]. Il est situé à proximité de la moelle (sur 5 à 20 cernes) et a tendance à pousser plus vite (grande largeur de



*Figure 1-4. Exemples d'applications du Douglas en France [France Douglas, 2008]* 

cernes) [POLGE<sup>b</sup>, 1964]. Au-delà, le bois change de nature et est appelé bois adulte (*figure 1-5*) [BENDTSEN, 1978]. Le Douglas fait partie des essences résineuses qui changent de nature souvent vers 15ans. En effet, [POLGE, 1963] avait comparé 12 essences résineuses exotiques utilisées dans le reboisement en France, et a conclu que le Douglas est l'espèce pour laquelle la production de bois juvénile cesse le plus rapidement.

D 14	Humidité	ER	ЕТ	EL	GRT	GTL	GRL		
Densite	(%)		(MPa)						
0.47	12	947	932	16700	114	800	747		
0.48	9.5	1370	<b>890</b>	15600	64	735	1020		
0.59	9.5	1320	920	16700	80	930	1200		
0.48	12	1010	800	16000	90	900	900		
0.44	12	846	840	16800	109	854	711		
0.38	12	889	807	12314	114	874	743		

 Tableau 1-1 : Modules d'élasticité mesurés sur le Douglas par différents auteurs
 [GUITARD, 1987]

La définition d'une limite au bois juvénile repose sur l'étude de l'évolution des propriétés du bois en fonction de l'âge depuis la moelle. Il faut pour cela considérer des propriétés dites « marqueurs » de l'état juvénile du bois, peu sensibles à l'effet « largeur de cerne ». En effet, les cernes juvéniles étant souvent assez larges, une confusion des effets « âge » et « largeur de cerne » est inévitable si les propriétés considérées ne sont pas judicieusement choisies. Parmi les propriétés « marqueurs » de l'état juvénile du bois chez les conifères, citons par ordre d'importance : la longueur de fibres, l'angle des microfibrilles, le



retrait longitudinal, la dimension tangentielle des trachéides et la densité minimale du bois dans le cerne. La longueur de fibres augmente avec l'âge ; par contre, toutes les autres propriétés « marqueurs » du bois juvénile diminuent avec l'âge (*figure 1-5*) [BENDTSEN, 1978], [NEPVEU<sup>b</sup>, 1994]. Du fait d'un angle des microfibrilles très accentué, les fibres du bois juvénile sont plus courtes que celles du bois adulte. De plus, la densité moyenne du bois juvénile est généralement plus faible que celle du bois adulte. C'est pourquoi, les performances mécaniques de ce dernier sont plus importantes que celles du bois juvénile [SEDIGHI-GILANI et NAVI, 2004]. La *figure 1-6* montre les différentes couches qui constituent la paroi cellulaire du bois et présente l'angle ( $\alpha$ ) des microfibrilles du bois juvénile et du bois adulte. Nous nous intéressons essentiellement à la sous-couche S<sub>2</sub>, parce qu'elle est la plus volumineuse de la paroi cellulaire secondaire. L'épaisseur de la sous-couche S<sub>2</sub> représente ainsi entre 80% et 90% de l'épaisseur totale de la paroi cellulaire du bois.

Elle constitue ainsi, la partie de la cellule la plus résistante mécaniquement [NEPVEU <sup>b</sup>, 1994] et [PLEASANTS et PARKER, 1995]. L'angle des microfibrilles chez les conifères est connu pour être plus grand dans le bois juvénile (généralement de  $37^{\circ}$  et  $55^{\circ}$ ) que dans le bois adulte (de  $7^{\circ}$  et  $20^{\circ}$ ) [HAYGREEN et BOWYER, 1982]. Dans le cas du Pin d'Oregon l'angle des microfibrilles moyen dans le bois adulte proche du cambium et donc de l'écorce est de  $20^{\circ} \pm 5.1$  selon [WANG *et al.* 2001].



Figure 1-6. Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire du bois ; comparaison entre le bois juvénile et le bois adulte.

Trois méthodes sont essentiellement utilisées pour la mesure de l'angle des microfibrilles de la paroi cellulaire du bois : par radiographie rayon-X ([CAVE, 1966] et [STUART et

EVANS, 1994]), par microscopie (lumière polarisée) ([MANWILLER, 1966] et [PAGE, 1969]) et par observation directe ([COCKRELL, 1974] [SENFT et et BENDTSEN, 1985]). Cette dernière méthode sera utilisée et expliquée dans le paragraphe 2.1.1.3. Mesure de l'angle des microfibrilles, traitant de la mesure de l'angle des microfibrilles du bois du Douglas utilisé dans ce travail de thèse. La figure 1-7 présente un exemple d'angle des



Figure 1-7. Image MEB montrant l'orientation des microfibrilles dans la sous couche S2 [WANG et al. 2001]

microfibrilles observé par Microscope Electronique à Balayage (MEB) d'une seule fibre.

Le *tableau 1-2* résume les résultats de l'angle des microfibrilles du bois adulte obtenus sur plusieurs essences commerciales. Rappelons que la proportion du bois juvénile est importante dans les arbres à croissance rapide tel que le Douglas, sa prise en compte est d'importance majeur sur la qualité mécanique et l'usinabilité de ce bois. Dans le cas de la coupe 90°-0° définie plus loin (*figure 1-9 page 19*), l'accentuation de l'angle des microfibrilles devra à l'évidence jouer sur la qualité des surfaces usinées, l'arête de l'outil de coupe devant alors sectionner les fibres. Ainsi il convient lors de l'échantillonnage, de bien repérer la position de chaque échantillon dans l'arbre afin de pouvoir le cas échéant discriminer l'effet du bois juvénile sur les propriétés des surfaces produites.

		Conifères		Feuillus			
Essences	Pin Tsuga de Sapin bla d'Oregon Californie d'Amériq		Sapin blanc d'Amérique	Peuplier tremble d'Amérique	Peuplier Baumier	Hêtre d'Amérique	
Angle moyen des microfibrilles en°	20	16	16	22	2.5	20	
Ecart type	5.1	1.6	3.8	6.0	4.1	4.0	

Tableau 1-2 : Angle des microfibrilles du bois adulte de quelques essences commerciales [WANG et al. 2001]

Nous avons vu dans cette partie que la ressource en bois de Douglas est en pleine expansion. De ce fait tout le bois produit à court et moyen terme ne pourra pas être écoulé uniquement comme bois de construction. Il faudra donc lui trouver d'autres débouchés à l'instar des nord américains qui, après avoir utilisé le pin d'Oregon dans quasiment tous types d'ouvrages de construction, passant de la maison individuelle aux conduites d'eau, se sont tournés tout naturellement vers la menuiserie et l'ameublement [COLLARDET et BESSET<sup>a</sup>, 1988]. Il est également la principale essence utilisée au Canada et aux Etats-Unis pour la fabrication des contreplaqués utilitaires ou décoratifs. Il est apprécié en décoration, en menuiserie intérieure et extérieure (lambris, porte, stores, volets roulants) pour deux raisons : son « veinage » (contraste important entre le bois initial et final) et pour la grande diversité de couleur (jaune, rose, rouge et marron) (*figure 1-3*). Par contre pour l'utiliser en menuiserie il faudra l'usiner. Or nous verrons dans la partie suivante que l'usinage en première et en seconde transformation, pose plusieurs problèmes dus essentiellement aux hétérogénéités de densité intra cerne et d'humidité de ce bois.

#### 1.1.3. Usinabilité du Douglas

Un Douglas de montagne et un Douglas de plaine plus humide présentent des cernes d'accroissement très différents en concentricité et en largeur, déterminant des résistances mécaniques non identiques et des comportements en stabilité lors de l'usinage allant du prévisible à l'aléatoire.

Les problèmes rencontrés lors de l'usinage du Douglas n'ont à la base rien d'exceptionnels comparés à ceux obtenus sur d'autres résineux, en effet son comportement à l'usinage est comparable à la plupart des résineux usuels : l'étude [MARCHAL *et al*, 1999] où les auteurs ont comparé le Douglas à l'épicéa, n'ont pas mis en évidence des différences significatives

entre ces deux essences lors d'usinages sur bois secs toutes conditions égales par ailleurs. Mais l'hétérogénéité extrême de la densité intra cerne du Douglas peut causer lors de l'usinage des problèmes soulèvement de fil de et des arrachements dans le bois de printemps. Selon [MOTHE, 1988] la densité apparente du Douglas à 12% d'humidité absolue (à l'équilibre hygroscopique) peut varier de 0.2 dans le bois de printemps à 0.9 dans le bois d'été. La figure 1-8 présente les niveaux de classification selon la norme ASTM D1666-87 du défaut de soulèvement du



fil souvent observé sur le Douglas à cause du poinçonnement du bois de printemps peu dense par rapport au bois d'été. La norme ASTM D1666-87 prévoie aussi la classification de tous les autres défauts produits lors de l'usinage : arrachement du fil, grain pelucheux et marques de couteaux (voir *annexe 3*).

Pour les bois de Douglas classés en troisième choix et plus, la présence importante de nœuds due au manque d'élagage, conduit à des problèmes en première et en seconde transformation : états de surface variables de part et d'autre du nœud du fait des perturbations du fil, retournement d'arêtes et augmentation des efforts de coupe [MARCHAL, 2004].

Dans le cas du Douglas, un autre problème est l'hétérogénéité d'humidité dans le bois vert : l'aubier est toujours 20 % plus humide que le duramen. Ainsi, lors du sciage de bois vert, la sécheresse du duramen par rapport à l'aubier conduit à diminuer la vitesse du chariot porte grume afin d'éviter tout échauffement de lame et une coupe déviée [CTBA, 1986].

Ce travail de recherche portera exclusivement sur le bois massif « sec » (taux d'humidité absolue à l'équilibre entre 8 et 15%). L'*annexe 4* synthétise l'abrasivité et le comportement à l'usinage des essences les plus courantes. En ce qui concerne le Douglas il y est décrit comme étant difficile à poncer (abrasivité faible à moyenne) et facile à usiner avec toutefois une contrainte, sa tendance aux exsudations de résine lors de l'usinage.

En résumé, ces différents problèmes rendent le Douglas délicat à usiner surtout en usinage de finition d'où l'utilité de l'amélioration de son processus de fabrication.

## 1.2. Usinage du bois

Dans les métiers de la transformation du bois, la mise en œuvre par enlèvement de matière est de très loin la plus répandue [PETITPAS, 1923], [KIVIMAA, 1950], [JUAN, 1992], [JUAN, 1993]. Il existe quatre grands modes d'usinage du bois que sont :

• Par coupe (avec outil tranchant : tournant (défonçage, rabotage), fixe (déroulage, tournage); sans outil tranchant (jet d'eau))

- Par abrasion (ponçage, modelage).
- Par déformation (cintrage, estampage).
- Par combustion (laser).

Dans une très grande majorité des cas, l'objet d'une opération d'usinage est d'obtenir un état de surface « acceptable », en respectant les dimensions imposées dans le cahier des charges. Au cours de cet usinage, la trajectoire de la dent par rapport à la pièce est la combinaison de deux mouvements : le mouvement de coupe de l'outil (dans la majorité des cas est circulaire) et le mouvement d'avance rectiligne de la pièce. Les conditions de pénétration de l'outil de coupe dans le bois dépendent des paramètres liés au matériau (essence, densité, dureté, humidité), des paramètres liés aux conditions de travail (direction de coupe, profondeur de passe, largeur de passe, épaisseur du copeau, vitesse de coupe et d'avance) et des paramètres liés à l'outil (angle de coupe, de dépouille, acuité de l'arête). Un usinage de qualité nécessite une bonne adéquation de ces paramètres [COSTES, 2001].

#### **1.2.1.** Modes de coupe

[McKENZIE, 1960] a proposé une nomenclature à deux nombres pour décrire les principales situations qui peuvent se présenter en coupe orthogonale. Le premier nombre représente l'angle entre l'arête tranchante de l'outil et le fil du bois tandis que le deuxième indique l'angle entre la direction de coupe et celle du fil (*figure 1-9*). On retrouve ainsi trois coupes de base, soit les coupes 90°-0°, 90°-90° et 0°-90° [HOADLEY, 1980], [KOCH, 1985]. La coupe orthogonale en direction 90°-0° est présente dans plusieurs procédés de transformation du bois tels que le tranchage longitudinal, le rabotage manuel, c'est-à-dire dans tout travail du bois effectué suivant la direction parallèle au fil. Dans le cas des outils tournants, le mode de coupe n'est jamais à 100% en 90°-0°, mais cela peut s'y apparenter notamment en rabotage, toupillage, corroyage, fraisage longitudinal (défonçage périphérique ou « contournage »). La formation du copeau en coupe orthogonale 90°-0° représente ainsi la situation d'usinage la plus fréquente, ce qui explique le fait qu'elle ait été étudiée plus en détail. Il est connu que les efforts impliqués lors de l'usinage varient selon la direction de coupe [KIVIMAA, 1950]. Les efforts sont plus importants en mode 90°-90° qu'en mode 90°-0°. La direction 0°-90° exige des énergies de coupe plus faibles, la fibre n'étant pas sectionnée [FRANZ, 1958], [HOADLEY, 2000]. Notre plan d'expérience mettra en œuvre le mode de coupe 90°-0°

correspondant aux plus importants métrages usinés dans les industries du bois. Le copeau en mode 90°-0° ne peut se former que par trois façons : par fendage, compression ou flambage. Pour faciliter la compréhension du processus de détachement des copeaux nous l'abordons dans la partie suivante dans le cas de l'usinage avec un mouvement de coupe rectiligne.



# 1.2.2. Types de Copeau en usinage longitudinal et circulaire

Le type de copeau 1 se forme lorsque les conditions de coupe sont telles que le bois fend devant le tranchant du couteau formant un copeau qui est ensuite séparé tel une poutre encastrée en porte-à-faux, comme présenté dans la *figure 1-10*. Ce type de copeau provoque des défauts du type fil arraché (voir *annexe 3*) et se produit de façon cyclique.

En effet, l'outil applique initialement une compression parallèle au fil jusqu'à ce qu'un fendage survienne devant l'arête tranchante de l'outil et ainsi de suite. Les conditions qui favorisent la formation de ce type de copeau sont entre autres l'emploi d'un angle d'attaque élevé (supérieur à environ 25°) de même qu'une épaisseur de copeau trop grande. D'autre part, étant donné que la résistance du bois au fendage longitudinal est faible, la production de copeaux de type 1 est associée à une faible consommation d'énergie de la machine-outil. Par contre les variations d'efforts de coupe sont importantes [DE MOURA, 2006].

Le copeau de type 2 se forme par compression. Le mouvement de l'outil déforme le bois devant l'arête tranchante en compression longitudinale et provoque des contraintes de cisaillement transversales. La rupture du bois se produit le long de l'arête tranchante de l'outil formant un copeau en continu. Le copeau de type 2 représente l'idéal du point de vue de la qualité de surface et des efforts de coupe qui sont peu variables (*figure 1-10*). Les principaux facteurs qui permettent la formation de ce type de copeau sont l'emploi d'un angle d'attaque intermédiaire (en général entre 10° et 25°) et de faibles épaisseurs de coupe. En général, le copeau de type 2 est obtenu lorsque la force normale de coupe est proche de zéro ou légèrement négative [FRANZ, 1958]. [STEWART, 1977] proposa ainsi une méthode pour estimer un angle d'attaque susceptible de favoriser la formation de copeaux de type 2, à partir des valeurs moyennes des forces normales et parallèles de coupe [DE MOURA, 2006].



Copeau de type 1 obtenu en direction 90°-0°, à un angle d'attaque de 25° et à 1,14 mm de profondeur de coupe



Copeau de type 2, obtenu en direction 90°-0°, à un angle d'attaque de 15° et 1,14 mm de profondeur de coupe



Copeau de type 3, obtenu en direction 90°-0°, à un angle d'attaque de 5° et 1,14 mm de profondeur de coupe

*Figure 1-10.* Formation du copeau en mode 90°-0° : mouvement rectiligne [WOODSON, 1970]

Le copeau de type 3 est également formé de façon cyclique. Le bois supporte initialement une compression longitudinale dans des conditions telles que les ruptures se produisent par compression et cisaillement longitudinal devant l'arête tranchante de l'outil de coupe. Le copeau obtenu est sans forme précise et a de la difficulté à s'échapper de la face d'attaque du couteau, se faisant compacter contre cette face [KOCH, 1964] (*figure 1-10*).

Les principales conditions qui favorisent la formation de ce type de copeau sont l'utilisation d'un angle d'attaque faible ainsi que l'emploi des couteaux émoussés. Ce type de copeaux provoque le défaut appelé grain laineux ou pelucheux, ainsi que le soulèvement de fil (voir *annexe 3*). Par ailleurs, étant donné les propriétés mécaniques du bois impliquées dans la formation de ce type de copeau, la consommation d'énergie est plus élevée que celles observées pour les copeaux de type 1 et 2 [DE MOURA, 2006]. Le *tableau 1-3* résume l'influence des deux paramètres de coupe : l'angle de coupe  $\gamma$  et l'épaisseur du copeau **e** sur la formation du copeau.

Enciación du conceu (c)	Angle de coupe α				
Epaisseur du copeau (e)	faible	élevé			
foible	flambaga	Fendage			
Taible	nambage	(peu d'éclats)			
ólovó	compression	Fendage (1)			
eleve	compression	(éclats nombreux et importants)			
(1) A éviter absolument.					

Tableau 1-3 Influence des paramètres a et e sur la formation du copeau [JUAN, 1992]

Il existe deux différences fondamentales entre la coupe par mouvement rectiligne et la coupe par mouvement circulaire : dans le cas de cette dernière, l'épaisseur de copeau est variable et la direction des efforts de coupe change en tout instant. Ces deux effets influent sur la formation du copeau, mais les trois types de copeau décrits précédemment cohabitent au cours d'un cycle. La *figure 1-11* présente la formation du copeau en mode  $90^{\circ}-0^{\circ}$  en mouvement circulaire lors d'un travail en opposition et la correspondance avec la classification des types de copeau.



Dans notre thèse les paramètres de défonçage seront choisis de manière à favoriser la formation du type de copeau 2 afin d'éviter au maximum les défauts inhérents à l'usinage.

#### 1.2.3. Défonçage

#### 1.2.3.1. Définitions

Le terme défonçage, pour le bois désigne le procédé équivalent au fraisage pour les métaux. La *figure 1-12* représente un schéma de principe du défonçage périphérique ou « contournage » où le mode de coupe dominant est le 90°-0°.

Il existe deux modes de travail :

• travail en opposition (les mouvements de coupe et d'avance s'opposent)

• travail en avalant ou en concordance (les mouvements de



coupe et d'avance sont orientés de la même façon). La *figure 1-13* représente les deux modes de travail et les trajectoires des arêtes de coupe (trochoïdes).



Figure 1-13 Trajectoires des arêtes de coupe en opposition et en avalant [BOUCHER, 2007]

En opposition, l'épaisseur du copeau et l'effort de coupe augmentent depuis l'entrée dans la matière de l'outil jusqu'à sa sortie. En avalant, la coupe débute par le copeau maximum. L'épaisseur de copeau et l'effort de coupe allant en décroissants, il n'y a pratiquement pas d'éclats (*figure 1-14*) [COSTES, 2001].

En fait, en mode  $90^{\circ}-0^{\circ}$  durant un travail en opposition, les trois types de copeaux se succèdent (*figure 1-14 (a*)), alors que dans le cas du travail en avalant, il y'a d'abord compression puis flambage du copeau (*figure 1-14 (b*)), et c'est l'absence de fendage qui explique l'absence des arrachements [EYMA, 2002]. Le travail en avalant permet d'obtenir des surfaces de très bonne finition, mais en raison de l'usure très rapide de l'outil et des chocs répétés, ce mode d'usinage n'est envisagé que pour quelques cas particuliers. Par exemple, pour les usinages de finition (faible profondeur de passe) et si nous voulons privilégier la qualité de la surface produite. Maintenant, d'un point de vue usure des arêtes de coupe, il est préférable de travailler en opposition. En effet, l'usinage dans ce cas se fait avec un minimum de chocs [COSTES, 2001]. Notons aussi que l'usure doit être faible pour assurer la répétitivité des manipulations.



#### 1.2.3.2. Choix des paramètres du défonçage

Le choix des vitesses de coupe Vc et d'avance Vf se fait en respectant les caractéristiques des matériaux usinés. Un matériau tendre (aluminium) permet l'utilisation des vitesses de coupe plus élevées que pour les matériaux durs (acier, titane). Dans le cas du bois, le domaine conventionnel des vitesses de coupe s'étend de 1 à 60 m/s. Au-delà, nous considérons que nous sommes dans le domaine de l'usinage à grandes vitesses [COSTES et LARRICO, 2002]. Compte tenu de l'usure des outils de coupe qui augmente avec la vitesse, il est raisonnable de se fixer une vitesse moyenne de 50m/s, avec la possibilité de la réduire légèrement à 40 m/s pour des outils peu résistants à l'usure (acier rapide) ou pour des bois durs, et l'augmenter un peu (60 à 70 m/s) pour des matériaux de coupe plus résistant (carbure de tungstène) ou pour des bois tendres. Notons par ailleurs, que les vitesses de coupe et d'avance sont indissociables. En effet, la vitesse de coupe exacte est la vitesse relative de l'arête de coupe par rapport à la pièce. Elle est égale à la somme vectorielle des deux vitesses (V<sub>c</sub> et V<sub>f</sub>). En pratique, et compte tenu de leurs moyennes respectives (V<sub>c</sub> de l'ordre de 50 m/s et V<sub>f</sub> dépassant rarement 100 m/min ≈2 m/s), il est d'usage de négliger l'influence de la vitesse d'avance sur la vitesse de coupe [JUAN, 1992]. Afin d'analyser l'influence de la seule vitesse de coupe sur la qualité des surfaces bois, il faudra fixer l'avance par dent  $f_z$ ainsi que  $e_m$  l'épaisseur moyenne du copeau (les formules de  $f_z$  et  $e_m$  sont rappelées dans l'annexe 5) [HEURTEMATTE et al. 1991] et [COSTES et LARRICO, 2002]. La trajectoire des taillants étant une cycloïde, la trace de l'usinage est une onde dont le pas correspond à l'avance par dent  $f_z$ . Pour une qualité de travail attendue, les valeurs usuelles de  $f_z$  aux vitesses standards sont représentées dans le tableau 1-4.

fz	Qualité de l'usinage
0.2 à 0.5 mm	Très soigné
0.5 à 0.8 mm	Soigné
0.8 à 1.4 mm	Moyen
1.4 à 3 mm	Peu soigné (phase d'ébauche)

Tableau	1-4	Qualité	des surfaces	bois en fe	onction de	l'avance	par dent	[HEURTEMATTE et a	l. 1991]
---------	-----	---------	--------------	------------	------------	----------	----------	-------------------	----------

Quant à l'épaisseur moyenne du copeau  $(e_m)$ , elle doit rester inférieure à 0.5 mm en ébauche et supérieure à 0.02 mm pour les travaux soignés. Pour les bois tendres  $(e_m)$  doit être en dessous de 0.7 mm [MARTIN et SALES, 1994]. En défonçage, les deux paramètres l'épaisseur moyenne du copeau  $e_m$  et l'avance par dent  $f_z$  conditionnent fortement la qualité de la surface de la pièce de bois [COSTES, 2001].

Les paramètres du défonçage liés à la géométrie de l'outil (angles d'attaque, de dépouille et d'inclinaison d'arête) sont aussi choisis de manière à limiter les défauts et à baisser les efforts de coupe pour économiser la puissance consommée lors de l'usinage. Un angle d'attaque important favorise la pénétration de l'arête tranchante et cause des arrachements du fil, en revanche un angle d'attaque faible augmente les efforts du fait du frottement de l'outil. Un angle de dépouille très faible favorise le talonnement du bois et augmente les efforts de coupe, par contre un angle très grand fragilise l'arête de coupe. L'angle d'inclinaison d'arête confère à l'outil sa robustesse, sa capacité à absorber les efforts et les chocs. [PETITPAS, 1923] conseil pour un travail économique et rationnel du bois, lors du rabotage de choisir un angle d'attaque compris entre 16 et 21°, un angle d'inclinaison d'arête (ou d'affût ou encore du taillant) compris entre 58 et 63° et de régler l'angle de dépouille à 11°. Plus récemment, dans le cas du « contournage », [PALMQVIST, 2003] et [SU et al, 2003] conseillent de régler l'angle de dépouille entre 10 et 20 et de choisir un angle d'inclinaison d'arête compris entre 50 et 60°.

Rappelons qu'il y a une corrélation positive entre l'augmentation de la densité et les efforts de coupe [PETITPAS, 1923], [KIVIMAA, 1950], [AGUILERA et MARTIN, 2001] et [EYMA *et al.* 2004]. Il est utile de rappeler aussi que dans le cas du bois du Douglas, la variabilité de la densité à l'intérieur des cernes et notamment entre le bois de printemps et le bois d'été est très importante [NEPVEU, 1984]. Ceci induit lors de l'usinage des efforts de coupe variables, ce qui a tendance à détériorer la qualité des surfaces produites. En effet, [NEPVEU et TRAN NGOC, 1984] ont montré qu'il existait une corrélation étroite et négative entre la densité minimale de cerne (c'est-à-dire celle du bois initial) et la rugosité des planches rabotées correspondantes. Les planches issues de Douglas de densité minimum de cerne élevée (donc plus homogène) montraient la rugosité la plus faible (Un gain réaliste en densité minimum de cerne de 0.065 pouvait diminuer la rugosité de 40%). Les auteurs ont montré que cette corrélation est essentiellement due au bois juvénile (*annexe 5*). Dans l'industrie du bois, pour diminuer la rugosité des surfaces, on a souvent recours au ponçage.

#### **1.2.4. Ponçage (Usinage par abrasion)**

#### 1.2.4.1. Définitions

Le ponçage est une opération d'usinage par abrasion destinée à obtenir une cote dans le cas des métaux (calibrage) ou un état de surface déterminé. Il a pour objet de calibrer, d'ôter les rayures, les brûlures, les peluches et les ondes d'usinage [ROUX et ANGUETIL, 1994].

Le ponçage est souvent la dernière opération de préparation de surface et peut être effectué sur des pièces déjà vernies : on le qualifie alors d'égrenage (il s'agit dans ce cas d'une opération de finition). La *figure 1-15* représente un schéma de principe d'une ponceuse industrielle. L'usure par abrasion est le mécanisme opérant



lors du ponçage. L'abrasion d'un corps est provoquée par le glissement à sa surface d'un autre corps généralement plus dur. Sous l'effet de la force normale appliquée entre ces deux corps «**les agents d'abrasion**» qui peuvent être soit des aspérités soit des particules plus ou moins libres engendrées par l'un des deux corps ou étrangères aux deux, l'indentent et enlèvent des particules en se déplaçant [THORE, 1984].

La dureté est une notion intimement liée aux corps abrasifs, elle est caractérisée par la capacité d'un corps à rayer un autre. Deux échelles sont utilisées pour classer les abrasifs selon leur dureté (voir *tableau 1-5*) [DOUZET, 1990].

L'autre notion importante est la résistance à la fracture. En effet un grain abrasif subit lors du ponçage des chocs des efforts et des chocs thermiques qui tendent à provoquer sa rupture. Si la résistance à la fracture de l'abrasif est trop élevée, les arêtes du grain s'émoussent, son pouvoir de coupe diminue et la chaleur produite augmente. Inversement, si sa résistance à la fracture est insuffisante, le grain se fragmente et disparaît rapidement.

<b>Tableau 1-5.</b> Duretés de minéraux et abrasifs suivant les échelles Mohs et Knoop [DOUZET, 1990]									
Minéraux et abrasifs	Échelle de Mohs prolongée	Échelle de Knoop	Matériaux usuels						
Talc	1								
Gypse	2								
Calcite	3								
Fluorine	4	300 )	Varrag						
Apatite	5	à 500 ∫	veries						
Orthoclase	6	· · · ·							
Silice pure	7	740	Aciers trempés						
Quartz	8	800							
Topaze	9								
Grenat	10	1 400 )	Carbures						
Zircone fondue	11	à1800 Ì	métalliques						
Alumine fondue	12	2 000 ´							
Carbure de silicium.	13	2 500							
Carbure de bore	14	2 800							
Nitrure de bore		4 700							
Diamant	15	> 7 000							

Les abrasifs artificiels utilisés dans le cas du bois sont essentiellement le corindon (cristal d'alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) et le carbure de silicium SiC. Le corindon est utilisé pour l'ébauche et la semi finition du bois massif, ponçage du car ses arêtes s'arrondissent par l'usure et son pouvoir tranchant diminue graduellement. Le carbure de silicium est plutôt apprécié dans le cas des ponçages de finition et à l'égrenage pour sa capacité à se régénérer par clivage. En effet, le comportement vis-à-vis de l'usure est différent du corindon : lorsque le grain du carbure de silicium commence à s'émousser, il se brise générant de nouvelles arêtes de coupe tranchante. Le diamant (synthétique ou naturel) bien qu'il soit intéressant est très peu utilisé dans le cas du bois à cause de son prix très élevé. Les autres abrasifs naturels (émeri, quartz, silex, grenat et oxyde de fer) sont actuellement destinés à l'artisanat ou au bricolage.

Les grosseurs du grain utilisées pour le travail du bois brut vont de 60 à 180. En finition, on atteint



220 ou 250 [KOCH, 1964]. Plusieurs échelles servent encore à la définition de la grosseur des grains d'abrasif entrant dans la constitution des bandes ou disques abrasifs. La *figure 1-16* dresse la correspondance entre les désignations et les grosseurs du grain abrasif [DOUZET, 1990]. Par exemple : P80 (désignation européenne) correspond à 80 (norme américaine), correspond à une grosseur moyenne des grains égale à 180  $\mu$ m.

On distingue deux classes de répartition des grains sur une bande abrasive :

-une distribution dite ouverte correspondant à la surface couverte de grains allant de 30 à 60%. Cette distribution est utilisée pour le ponçage des matériaux « encrassants » comme les bois résineux et les plastiques.

-la distribution fermée : théoriquement 100% de la bande est occupée par les grains abrasifs ; elle est préférée pour les opérations de gros enlèvement de matière sur des matériaux peu encrassant (tous les métaux ferreux).

#### **1.2.4.2.** Abrasion deux et trois corps :

Les agents d'abrasions cités dans le paragraphe précédent, peuvent être liés ou non à l'un des deux corps [FINNIE et MISRA, 1981]. On distingue deux mécanismes d'abrasion :

• Si les particules qui constituent l'abrasif sont fixées à la surface du corps antagoniste et qu'elles se déplacent à la surface du corps étudié sans rouler, on parlera d'abrasion deux corps.

• Si les particules abrasives sont indépendantes des deux surfaces en mouvement relatif et qu'elles sont libres d'indenter ces deux surfaces, animées d'un mouvement de translation et de rotation, on parlera d'abrasion trois corps. La *figure 1-17* présente ces deux types de mécanismes d'usure par abrasion.



Dans un processus de ponçage, on est quasi systématiquement dans le cas de l'abrasion trois corps pour deux raisons : d'une part essentiellement à cause de la difficulté d'évacuation des poussières produites et d'autre part à cause des grains abrasifs arrachés à la bande abrasive [OHTANI *et al.* 2003]. Notons que le ponçage est une opération coûteuse et dangereuse pour les opérateurs car elle produit de fines particules, volatiles et cancérigènes. De plus, les liants utilisés jusqu'à peu pour la fabrication des bandes abrasives étaient principalement de type urée-formol ou phénol-formol [DOUZET, 1990]. Ces substances sont graduellement remplacées de nos jours par des résines phénoliques polymérisées et des résines Urée/Mélamine polymérisées. Certes, ces dernières sont moins nocives mais leur pouvoir nuisible n'est pas totalement annihilé pour autant. L'exposition à la poussière phénoplaste produite par le ponçage cause des éruptions cutanées par mécanisme d'irritation primaire et de sensibilisation [CHERON, 1983]. Pour toutes ces raisons, nous essayerons dans ce travail, de fixer quelques limites de manière à réduire le recours aux opérations de ponçage en fonction de la qualité de surface souhaitée (du point de vue de la rugosité, aptitude au revêtement et au collage).

## 1.3. Caractérisation topographique des surfaces bois

Les paramètres d'usinage susceptibles d'avoir une influence sur l'état de surface (en plus des propriétés intrinsèques du bois : singularités, contre-fil, densité, etc.) sont :

- l'essence du bois [NEPVEU et TRAN NGOC, 1984], [SANDAK et TANAKA, 2003] ;
- le régime de coupe (vitesse de coupe, profondeur de passe, etc.) [SALONI *et al.* 2005] et [KILIC *et al.* 2006];
- la géométrie de l'outil [LAVERY et al. 1995] ;
- la qualité de l'arête tranchante et de la face d'attaque [PETITPAS, 1923] ;
- l'usure de l'outil [TRIBOULOT, 1984] ;
- la température [TRIBOULOT, 1984] ;
- la rigidité des éléments des machines [TRIBOULOT, 1984].

L'état de surface est un des critères essentiels servant à définir la qualité dans les industries du bois [NEPVEU et TRAN NGOC, 1984], [TAYLOR *et al.* 1999], [RATNASINGAM et SCHOLZ, 2004] et [SALONI *et al.* 2005]. La notion de qualité des produits est devenue une préoccupation majeure de tous les responsables de production. Ce souci est formalisé après l'analyse du besoin dans le cahier des charges fonctionnel où le produit est décrit par ses dimensions, sa forme et ses propriétés physiques/mécaniques [LEBAN et TRIBOULOT, 1994]. L'état de surface englobe selon [TRIBOULOT, 1984], l'état géométrique de la surface et son état physico-chimique. Afin de qualifier correctement une surface bois, on se doit donc de la caractériser sur le plan topographique et physico-chimique ; la topographie en évaluant sa rugosité, la physico-chimie en qualifiant son aptitude à recevoir un traitement (film de protection ou colle) et en évaluant par la suite la tenue mécanique du traitement appliqué préalablement.

Les irrégularités des surfaces - dans une plage de dimensions de 0.1 à 100  $\mu$ m - ont une incidence considérable sur la tenue des collages [EBEWELE *et al.* 1980]. Leurs effets positifs ou négatifs justifient l'importance qu'on accorde à la qualification et à la maîtrise de la rugosité des matériaux. Il en est de même pour la porosité, caractéristique du volume du matériau. Cette dernière a des incidences favorables comme la facilitation de la diffusion des adhésifs, et défavorables telle que l'absorption excessive des adhésifs (films protecteurs ou colles) en solution [VILLENAVE, 2005].

#### **1.3.1.** Etat de surface

Du point de vue topographique, l'ensemble des écarts possibles par rapport à une référence considérée comme idéale sont classés conventionnellement sous 6 numéros d'ordre [DIN 4760, 1982].

• 1<sup>er</sup> ordre : écarts de forme et de position, indiquent une zone de tolérance (sur la forme) par rapport à une référence spécifiée (élément géométrique théoriquement exact). Par exemple : écart de rectitude, de circularité, etc.

• 2<sup>ème</sup> ordre : ces écarts caractérisent d'une façon générale les ondulations du profil (basse fréquence). La distance d'irrégularité entre deux sommets est comprise entre 0.5 et 2.5 mm environ.

- **3 et 4<sup>ème</sup> ordre** : la « **rugosité** » proprement dite, régulière ou pas, de haute fréquence.
  - les défauts du troisième ordre sont constitués par des stries ou sillons. La distance entre deux sillons est comprise entre 0.02 et 0.5 mm.
  - les défauts du quatrième ordre sont des défauts apériodiques constitués par des arrachements, fentes, etc. La distance entre deux pics de ces irrégularités est inférieure ou égale à 20 μm [GURAU, 2007].

• **5 et 6^{ime} ordre :** l'état physico-chimique d'une surface, le contrôle de ces derniers ne relève pas de la métrologie classique, il nécessite la mise en œuvre de techniques d'analyse par diffraction et spectroscopie qui seront abordées plus loin.

Les difficultés de mesure des états de surfaces bois, sont essentiellement dues au fait que les éléments anatomiques du bois sont du même ordre de grandeur que la rugosité que l'on cherche à définir : les trachéides éléments longs de 1 à 8 mm, constituent 90% de l'ensemble des cellules du bois et ont une largeur qui varie entre 20 µm et 80 µm chez les résineux. Les fibres ont une



dimension de l'ordre de 10 microns et enfin les vaisseaux varient de 200  $\mu$ m à 500  $\mu$ m. Par ailleurs, la norme précise que dans le cas où l'état de surface présente une anisotropie, la direction de mesure doit être celle qui donne la valeur maximale de l'écart géométrique considéré (*figure 1-18*).

Ces problèmes liés à la caractérisation des surfaces bois ont été largement débattus ([PETERS et CUMMING, 1970], [TRIBOULOT, 1984], [MOTHE, 1985], [FAUST et RICE, 1986], [KHAZAEIAN *et al.* 2005], [COELHO, 2006] et [KHAZAEIAN, 2006]).

Parmi les nombreux critères de la rugosité de surface, l'écart moyen arithmétique ( $R_a$ ) est probablement le paramètre le plus utilisé lors des études de la topographie des surfaces. Ce paramètre correspond à la moyenne arithmétique, calculée sur la longueur de base, de la valeur absolue de l'ordonnée Z entre chaque point du profil de l'axe OX (*figure 1-19*) [MAHR, 2006].



Afin d'augmenter la sensibilité aux valeurs extrêmes du profil, il est conseillé de calculer la moyenne quadratique des écarts à la moyenne  $R_q$ . Ce paramètre connu aussi sous le nom de  $R_{MS}$  correspond à l'écart type des hauteurs du profil ( $R_{MS} = 1.11 R_a$ ) [GURAU, 2007]. Ce dernier est utilisé dans le calcul du paramètre Skewness  $R_{sk}$  appelé aussi Symétrie de la courbe de distribution des profondeurs, utile pour statuer sur le « type » de la surface (ouverte ou fermée). Les paramètres statistiques  $R_{sk}$  (coefficient d'asymétrie) et  $R_{ku}$  (coefficient d'aplatissement) servent à l'étude de la forme de la distribution des aspérités dans une surface. Il est bien de considérer également la hauteur totale de l'ondulation ( $W_t$ ), qui correspond à l'amplitude maximale du profil d'ondulation [DE MOURA, 2006]. Les paramètres de l'ondulation  $W_i$  représentent généralement les ondes dues à l'usinage, leur fréquence est donc plus faible que celle de la rugosité. Il suffit d'appliquer un filtre passehaut pour quantifier la rugosité des surfaces en s'affranchissant des ondulations.

A l'instar des paramètres  $R_{ijk}$  (2 Dimensions) qui sont normalisés, il existe des paramètres  $S_{ijk}$  ou  $A_{ijk}$  (3Dimensions) [RAMANANANTOANDRO, 2005]. A ce jour ces critères ne sont pas normalisés.

En revanche depuis 1993 un groupe de travail européen dans le cadre d'un programme mondial a vu le jour pour tenter de combler ce manque. Le groupe a proposé **13 critères tridimensionnels numériques** dans le rapport EUR 15 178 pour caractériser une topographie de surface. Ces critères ont été choisis en considèrent trois principes :

- seuls les phénomènes importants ont besoin d'être décrits,

- les paramètres choisis ne sont pas corrélés entre eux,
- enfin le nombre des critères doit être minimal.

Ils sont classés dans quatre familles:

-paramètres d'amplitude (SRq, SRz, SRsk, SRku)

-paramètres spatiaux (Sds, Str, Std)

-paramètres hybrides  $(S_{dq}, S_{sc}, S_{dr})$ 

-paramètres fonctionnels (S<sub>bi</sub>, Sc<sub>i</sub>, S<sub>vi</sub>) [BLUNT et JIANG, 2003].

Dans ce travail nous nous concentrerons sur les critères surfaciques d'amplitudes  $S_{ijk}$ .suivants :

- SR<sub>a</sub> écart moyen arithmétique de la surface :

$$SR_{a} = \frac{1}{MN} \sum_{j=0}^{N} \sum_{i=0}^{M} |\eta(x_{i}, y_{j})|$$
(1.1)

Avec : M nombre de points suivant l'axe X ; N nombre de points suivant l'axe Y ;  $\eta(x_i, y_j)$  valeurs brutes redressées de l'altitude rugosimétrique par rapport au plan moyen.

- SR<sub>q</sub> moyenne quadratique des écarts à la moyenne

$$SR_{q} = \sqrt{\frac{1}{MN} \sum_{j=0}^{N} \sum_{i=0}^{M} \eta^{2}(x_{i}, y_{j})}$$
(1.2)

Ce paramètre de dispersion « équivalent à  $R_q$  en 2D » est plus sensible que  $SR_a$  aux valeurs extrêmes du fait de la puissance 2.

-SR<sub>z</sub> moyenne de l'écart vertical entre les 5 points les plus hauts et les 5 points les plus bas

$$SR_{z} = \frac{1}{5} \left( \sum_{i=1}^{5} |\eta_{pi}| + \sum_{i=1}^{5} |\eta_{vi}| \right), \ i = 1, 2, \dots 5$$
(1.3)

Avec :  $\eta_{pi}$  et  $\eta_{vi}$  respectivement les 5 plus hauts sommets et les 5 plus basses vallées. Pour la caractérisation des surfaces non gaussiennes, on utilise les paramètres  $SR_{sk}$ (paramètre d'obliquité ou Skewness) et le paramètre  $SR_{ku}$  (paramètre d'aplatissement ou kurtosis) : -SR<sub>sk</sub> paramètre d'obliquité ou Skewness

$$SR_{sk} = \frac{1}{MN} \frac{1}{SR_q^3} \sum_{j=0}^{N} \sum_{i=0}^{M} \eta^3(x_i, y_j)$$
(1.4)

Ce paramètre mesure comme pour « Rsk en 2D » l'asymétrie des déviations de la surface par rapport au plan moyen. Il permet de chiffrer l'asymétrie de la courbe de distribution d'amplitude [BOULANGER, 1991]. La signification physique est résumée dans le *tableau 1-6* établie à partir du tableau de [RIOUT, 1979].

-SRku paramètre d'aplatissement ou kurtosis

$$SR_{ku} = \frac{1}{MN} \frac{1}{SR_q^4} \sum_{j=0}^{N} \sum_{i=0}^{M} \eta^4(x_i, y_j)$$
(1.5)

Ce paramètre mesure l'élargissement de la courbe de distribution des altitudes, c'est-à-dire le plus ou moins grand regroupement de points autour de la moyenne. Il permet donc de chiffrer l'aplatissement de la courbe de distribution d'amplitude (*tableau 1-6*).

**Tableau 1-6** tableau récapitulatif des profils caractéristiques des états de surface : correspondance entre lesprofils, les courbes de densité les valeurs d'obliquité et d'aplatissement et leurs significations

Profil de la surface	Courbe de densité	SR <sub>sk</sub>	SR <sub>ku</sub>	Signification physique
WALLUND	M	<0		<ul> <li>Le profil est plein</li> <li>Il y a concentration de matière dans la partie supérieure du profil.</li> <li>La surface est creuse</li> </ul>
A Angen Ange And	$\wedge$	>0		-Le profil de la surface est creux -La surface est en pointe
WWWWW		=0	=3	<ul> <li>-La courbe de densité des hauteurs est symétrique, le profil aussi.</li> <li>-La distribution est normale.</li> <li>-La surface est gaussienne.</li> </ul>
WHY WHY	$\mathbb{M}$		<3	-La répartition est plus étendue
aparter free			>3	-La répartition est serrée
# 1.3.2. Moyens de la caractérisation

Dans le domaine du bois, [MARCHAL, 1983] dresse lors de son étude bibliographique un inventaire des procédés utilisés pour la mesure de la rugosité des surfaces, fait une analyse critique des mesures déjà réalisées dans certains laboratoires et présente les critères classiques d'états de surface appliqués au bois. Nous pourrons retenir parmi ces procédés d'explorations des surfaces ceux énumérés dans ce qui suit.

1. la comparaison « viso-tactile » avec des échantillons calibrés : dont le principe est de comparer visuellement et tactilement la surface à étudier avec des surfaces étalons classées (voir aussi [MOTHE, 1985] et plus récemment [RAMANANANTOANDRO, 2005] et [COELHO, 2006]). Les limites pour le toucher dans l'évaluation des surfaces ont été estimés par [SCHMALZ, 1936] de 0.5 à 0.1  $\mu$ m (hauteur des irrégularités) et de 1° à 30' pour la vue ce qui correspond à l'angle minimum de réflexion d'une lumière sur les irrégularités de surface. Malgré la finesse de l'appréciation qui peut être faite par ces méthodes, le champ d'application reste limité à des évaluations rapides pour remplacer des mesures lentes qui n'apporteraient pas plus de renseignements, notamment à cause leurs cratères subjectifs. Cependant, les deux sens vision et toucher ont contribué à imaginer les deux types de procédés de mesure les plus utilisés de nos jours : mesures par « palpage » et mesures optiques.

2. L'exploration par « rugosimètres » mécaniques (reproduction d'empreintes par pressage) : la plus connue de ces méthodes est celle basée sur l'appareil de l'abbé Cayère dont le principe est le suivant : une feuille en métal mou (aluminium) est placée entre la surface à examiner et un marteau bombé. L'estampillage de la surface par le marteau donne une empreinte de la surface dont on déduit la profondeur des vallées. Pour une pièce bombée, on utilise un marteau plat, et inversement pour une surface plane on utilise un marteau bombé. La *figure 1-20* montre les deux schémas de principes du marteau de l'abbé Cayère.



**3**. L'exploration par méthodes pneumatique : il s'agit ici de mesurer la fuite d'air, par unité de temps, sous une pression donnée et constante, entre la surface rugueuse testée et la surface parfaitement plane de la jauge métallique que constitue la buse à air et qui repose sur la surface que l'on veut évaluer [BONAC, 1975], [BONAC, 1979] et [MOTHE, 1985]. L'appareil utilisé dans ce cas est appelé « fuitomètre ».

**4**. L'exploration par méthodes capacitives : elles sont fondées sur la mesure de la capacité électrique de l'espace vide entre une sonde isolée électriquement et la surface évaluée [GURAU, 2007]. La mesure de l'état de surface par ces méthodes est perturbée dans le cas du bois par le taux d'humidité et par la peluche [WESTKÄMPER et SCHADOFFSKY, 1995].

**5**. L'exploration par « palpage » mécanique et traitement électronique et informatique : ces méthodes de mesures consistent à effectuer un « palpage » mécanique le long d'un ou plusieurs profils en déplaçant un stylet. Les irrégularités de la surface analysée provoquent les déplacements verticaux du stylet, ces derniers permettent de remonter l'état géométrique de la surface réelle [LEBAN et TRIBOULOT, 1994] [HIZIROGLU, 1996] et [BOUCHAREINE, 1999]. Pour les faibles rugosités, le palpeur mécanique devient vite insuffisant et des techniques de mesures optiques prennent le relais

**6**. l'exploration sans contact : la technique qui consiste à mesurer la rugosité de surface sans contact a été développée en premier dans l'industrie métallurgique. Un faisceau lumineux est projeté sur une surface selon un angle particulier de manière à ce que le faisceau réfléchi par la surface puisse être capté par un détecteur qui, au final, mesurera la rugosité de la surface en se basant sur les différences des temps d'émission et de réflexion du faisceau (principe des rugosimètres laser) [FAUST, 1987]. Il existe une multitude de méthodes optiques, citons parmi elles les méthodes de l'interférométrie et de la triangulation laser :

- l'interférométrie : un faisceau de lumière parallèle est projeté sur une plaque en verre métallisée et placé sur la surface à examiner. Les faisceaux réfléchis sur la surface inférieure de la plaque de verre et sur la surface mesurée forment un système de franges d'interférence constituant des courbes de niveau espacées d'une demi-longueur d'onde. Lorsque les franges présentent des décrochements, la surface observée et rugueuse et la largeur de décrochement est l'image du défaut micro-géométrique [LEBAN et TRIBOULOT, 1994].

- triangulation laser : elle est couramment utilisée dans l'industrie du bois [FUNCK *et al.* 1992]. Les capteurs de la triangulation laser déterminent la hauteur en mesurant la lumière réfléchie par une surface : une partie de la lumière du laser est réfléchie de la surface vers un détecteur photosensible. Ce dernier enregistre la position du faisceau réfléchi et au moyen d'un processeur mesure la hauteur du profil.

Ces méthodes peuvent être classés en deux familles : par contact et non contact et constituent les deux principaux moyens pour caractériser la rugosité d'une surface. La plus utilisée des méthodes de mesures par contact, est basée sur le principe du « palpage ». Pour les méthodes sans contact les machines les plus répandues sont celles basées sur l'interférométrie et la triangulation laser. La *figure 1-21* compare les deux méthodes (optique et mécanique) via leur densité spectrale (FFT de la fonction d'auto-corrélation des aspérités de la surface). Elle montre que dans un domaine de fréquences spatiales, il y a une bonne corrélation entre les

deux méthodes dans le cas des métaux et bois durs [BRUEL, 1992] et des [FUNCK et al. 1992]. Toutes ces méthodes sont valables pour caractériser l'état de surface du bois, avec des avantages et des inconvénients. Par exemple, la méthode pneumatique est rapide et facile d'emploi [BONAC, 1975]. Par contre, à faible rugosité son pouvoir de discrimination décroît fortement, c'est pourquoi elle est déconseillée pour l'évaluation de la rugosité des surfaces finement poncées



[MOTHE, 1985] et [WESTKÄMPER et SCHADOFFSKY, 1995]. Quant à la méthode basée sur le palpeur mécanique elle est suffisante pour la mesure de la rugosité des essences de bois durs, mais dans le cas des essences de bois « tendres », le palpeur risque d'écraser la surface faussant ainsi les mesures.

En effet, [MOTHE, 1987] a conclu que la répétabilité des mesures sur le Douglas (bois tendre) était nettement moins bonne que sur le chêne (bois dur).

En négligeant l'influence des forces tangentielles dues au frottement, on peut estimer l'enfoncement du palpeur dans le bois via la relation suivante :

$$\lambda = 0.77 \sqrt[3]{\frac{2P^2}{d_1}(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2})^2} \approx \lambda = 0.77 \sqrt[3]{\frac{2P^2}{d_1E_2^2}} E_1 >> E_2$$
(1.6)

Avec :  $\lambda$  enfoncement du palpeur dans le bois ; P charge appliquée ; d<sub>1</sub> diamètre de pointe du palpeur ; E<sub>1</sub> module d'Young du palpeur ; E<sub>2</sub> module d'Young du bois (dans la direction de charge). L'*annexe 6* présente l'évolution de  $\lambda$  en fonction de d<sub>1</sub> et de P.

Par conséquence, il sera préférable afin d'éviter cet écrasement, d'utiliser pour la mesure de la rugosité du bois un instrument de mesure sans contact (par exemple un rugosimètre laser).

#### **1.3.3.** Observations microscopiques (Microstructure du bois)

Applicable en atmosphère ambiante, l'observation visuelle et la microscopie optique comptent parmi les premiers moyens d'étude des surfaces. Elle donne les clés d'échantillonnages pertinents à réaliser en vue de caractérisations plus poussées.

La microscopie électronique est particulièrement intéressante pour l'observation de l'endommagement cellulaire après usinage. Le principe du fonctionnement du microscope électronique (à vide total ou relatif) est le suivant : l'échantillon, sous vide, est bombardé par des électrons dont on étudie la transmission, directement dans le cas du TEM (Transmission Electron Microscopy) ou via l'émission d'électrons secondaires SEM (Secondary Electron Microscopy) : des contrastes sont observés en fonction des densités électroniques autour des atomes de numéro atomique supérieur à 5 de la zone superficielle [VILLENAVE, 2005]. Ces méthodes permettent en plus de l'analyse qualitative de l'endommagement cellulaire en surface, d'établir par spectroscopie la nature chimique d'une surface bois (connaître les éléments atomiques : C, H etc.). Elles permettent aussi dans le cas du collage ou de la finition d'observer le niveau de pénétration du produit. La *figure 1-22* présente deux images MEB. Nous avons vu précédemment que la caractérisation topographique ne traite que les défauts géométriques des 1<sup>er</sup>, 2<sup>ème</sup>, 3<sup>ème</sup> et 4<sup>ème</sup> ordres. Les défauts du 5<sup>ème</sup> et 6<sup>ème</sup> ordre, quant à eux,

nécessitent une caractérisation physico-chimique [TRIBOULOT, 1984]. Cette dernière est intimement liée au phénomène du mouillage, elle sera donc développée dans la partie mouillabilité suivante.



# 1.4. Caractérisation physico-chimique des surfaces bois

# 1.4.1. Définition

La mouillabilité (ou le mouillage) est l'étude de l'affinité d'un liquide déposé sur un substrat solide ou liquide. Ce phénomène est étudié dans de nombreux domaines des industries chimiques (peintures, encres, colorants, colles, insecticides), automobiles (préparation des surfaces à peindre, traitements des pneus pour adhérer par temps de pluie ou de neige), du verre (traitements anti-salissures, antigivre ou anti-rayure), alimentaires (mise en solution de poudres comme le lait ou le cacao), du sol (imbibition de roches poreuses), bâtiment (hydrofugation des bétons, protection des monuments, traitement « hydrophilisant » du plastique des serres). Il joue aussi un rôle important en sciences de la vie : ainsi le gonflement des poumons à la naissance est rendu possible par des molécules dites « tensioactives » qui abaissent l'énergie de surface. Citons aussi l'exemple de la montée de la sève dans les plantes en général et dans les arbres en particulier [DE GENNES *et al*, 2002]. Il existe trois types de mouillage : partiel, total et nul. Dans ce qui suit, nous résumons les critères qui permettent de prévoir le mouillage d'un substrat.

## **1.4.2.** Angle de contact

L'angle de contact est la grandeur utilisée pour la mesure de la mouillabilité (*figure 1-23* (*a*)). Il permet de mesurer l'état d'équilibre d'un liquide déposé en surface d'un solide, qui est la résultante de la nature de phases en présence mais aussi de l'hétérogénéité du solide.

Il a aussi une longue histoire, Thomas Young en 1805 a fait le rapprochement le premier entre l'angle de contact et les tensions de surface. Le principe thermodynamique de base du mouillage a été publié par J. Willard Gibbs en 1878 [JOHNSON et DETTRE, 1969]. Selon [KWOK et NEUMANN, 1999], depuis cette époque, plusieurs auteurs ont publié des valeurs expérimentales non reproductibles, entre autre à cause de divergences dans la modélisation de la théorie de la mouillabilité. Globalement, ils sont d'accord sur un paradigme : les dispersions expérimentales éventuelles sont dues à la violation d'une ou plusieurs hypothèses de travail lors des manipulations de mouillabilité et à l'hétérogénéité du solide (rugosité et chimique). Ces difficultés ont eu pour avantage le développement de techniques modernes de mesure plus reproductibles, ce qui a stimulé en retour d'autres avancées significatives dans la théorie du mouillage [JOHNSON et DETTRE, 1969].



Figure 1-23. (a) Modèle d'Young de l'interface liquide-solide ; (b) courbures principales d'une goutte idéale posée sur un substrat parfait.

## 1.4.3. Théorie du mouillage

La forme d'une goutte d'un liquide, correspond à l'énergie libre minimale du système. En l'absence de la gravité, ceci est équivalent à la minimisation de l'aire de la surface de la goutte. Dans ces conditions la forme de la goutte en équilibre thermodynamique est sphérique.

Quand la goutte est en contact avec un substrat solide ou liquide, elle continue de prendre la forme qui minimise l'énergie libre du système. Pour un contact entre une goutte de liquide et un solide parfait, les conditions d'équilibre thermodynamique sont données par l'équation (1.7) dite de Thomas Young :

$$\gamma_{lv}\cos\theta_{eq} = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \tag{1.7}$$

Où  $\theta_{eq}$  est l'angle de contact à l'équilibre ;  $\gamma$  est la tension interfaciale ou énergie de surface et les indices lv, sv, sl sont respectivement liquide-vapeur, solide-vapeur et au solide-liquide. L'angle de contact  $\theta$  est le résultat d'un équilibre des tensions interfaciales, qui sont générées par la discontinuité de la matière (figure 1-23 (a)). Par convention, l'énergie de surface a été représentée par un vecteur force (tension interfaciale) [WENZEL, 1936]. Le module de ce dernier est égal à la valeur numérique de l'énergie de surface dont l'unité officielle est le J/m<sup>2</sup> [REIST, 1952]. L'unité pratique est le milli joule par mètre carré ou milli Newton par mètre (mJ/m<sup>2</sup> ou mN/m) : équivalent à erg/cm<sup>2</sup> ou dyne/cm [VILLENAVE, 2005], unité ancienne utilisée et encore présente dans des ouvrages de référence ([NGUYEN et JOHNS, 1978] et [MANTANIS et YOUNG, 1997]). Les courbures principales de la goutte sont égales et constantes (*figure 1-23* (b)). Pour les systèmes avec un seul liquide,  $\gamma$  la tension de surface,  $\sigma$  la contrainte de surface, et f l'énergie de surface sont équivalentes (l'annexe 7). La nomenclature qui sera utilisée dans cette thèse pour désigner la tension de la surface  $\gamma$  est celle proposée par [HERRING, 1951], parce qu'elle offre le meilleur compromis entre l'histoire et les pratiques d'usage :  $\gamma$  sera désignée par « tension superficielle ou de surface » dans le cas des liquides, par « énergie libre superficielle ou de surface » pour les solides et nous désignerons par « tension interfaciale » solide/liquide l'entité  $\gamma_{sl}$  .

S'il n'y a pas de contact direct entre le liquide déposé en surface et le solide, la tension interfaciale  $\gamma_{sl}$  est la somme de  $\gamma_{lv}$  la tension superficielle et de  $\gamma_{sv}$  l'énergie libre de surface. Dans ce cas l'angle de contact est de 180° et le liquide est dit « non-mouillant » [JOHNSON et DETTRE, 1969].

Dans le cas où un contact se produit, par exemple, lorsque l'on dépose une goutte d'eau pure sur du verre très propre, on la voit s'étaler complètement. Par contre, sur une feuille plastique, le liquide reste sous la forme de goutte sessile unie [DE GENNES *et al*, 2002]. Il y a donc deux états de mouillage :

• Mouillage total : le liquide s'étale complètement pour abaisser l'énergie superficielle. L'état final est un film d'épaisseur nanoscopique qui résulte d'une compétition entre les forces moléculaires et capillaires. Dans ce cas l'angle de contact est nul ( $\theta = 0^\circ$ ) et l'équation de Young devient :

$$\gamma_{lv} = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \tag{1.8}$$

• Mouillage partiel : la goutte ne s'étale pas et forme à l'équilibre une calotte sphérique sur le substrat en faisant un angle de contact  $\theta$  . on dira que le liquide est «mouillant fort » si  $\theta \le \frac{\pi}{2}$ , est « mouillant faible» si  $\theta > \frac{\pi}{2}$  (*figure 1-22* (a)) [DE GENNES *et al*, 2002].

La mesure et l'interprétation de l'angle de contact permettent de définir le mouillage et de prédire l'adhésion d'un liquide sur un substrat via la formule 1.9 dite de Young-Dupré [SIMON, 2001].

$$W_a = \gamma_{lv} (1 + \cos \theta_{eq}) + \pi_{sl} \tag{1.9}$$

Le travail d'adhésion W<sub>a</sub> est l'énergie qu'il faut fournir au système pour obtenir une séparation entre le liquide et le solide. Lorsque le liquide a une énergie de surface voisine de celle du solide, la pression d'étalement  $\pi_{sl}$  est proche de zéro. C'est le cas des solides de faible énergie de surface tel que le bois [PODGORSKI, 1993]. De plus,  $\pi_{sl}$  est négligeable pour un angle de contact  $\theta_{eq}$  fini, et ne devient importante que quand  $\theta_{eq}$  tend vers 0 [JOHNSON et DETTRE, 1969]. C'est pour ces raisons que la pression d'étalement  $\pi_{sl}$  est généralement négligée.

L'adoption du modèle du mouillage comme modèle de l'adhésion par de nombreux chercheurs, essentiellement européens et nord-américains, repose sur l'hypothèse principale suivante :

• Ce sont les forces intermoléculaires à longue portée de Van der Waals (regroupant les forces de dispersion ou de London, d'orientation ou de Keesom, d'induction ou de Debye) et les liaisons hydrogènes qui sont responsables de l'adhésion [ROZUMEK, 1983].

Ainsi, Fowkes a proposé en 1963 qu'une tension de surface donnée puisse être représentée par une somme des différentes interactions qui y contribuent. WU en 1971 puis Schultz *et al.* en 1977 ont suggéré une représentation plus simple en deux parties (équation 1.10) : une composante dispersive (interactions de London) et une composante polaire qui correspond à toutes les forces non dispersives (Interactions Debye et Keeson et les liaisons hydrogène) [SCHULTZ et NARDIN, 2003].

$$\gamma = \gamma^{P} + \gamma^{D} \tag{1.10}$$

Dans le cas d'interaction entre deux solides 1 et 2 et où seules les forces dispersives rentrent en action, Fowkes a démontré que l'énergie d'adhésion (ou le travail d'adhésion) est donné par la *relation 1.11*.

$$W_{12} = 2(\gamma_1^{D} \gamma_2^{D})^{1/2}$$
(1.11)

Par analogie au travail de Fowkes, Owens et Wendt puis Kaelble et Uy ont généralisé la relation 1.12 et étendu à la partie polaire [SCHULTZ et NARDIN, 1992]. Le travail d'adhésion entre deux solides devient donc :

$$W_{12} = 2(\gamma_1^D \gamma_2^D)^{1/2} + 2(\gamma_1^P \gamma_2^P)^{1/2}$$
(1.12)

Nous montrons dans ce qui suit que ces différentes hypothèses et formulations du travail d'adhésion W, sont à l'origine de la détermination des composantes dispersives et polaires de la tension superficielle d'un liquide ; de la même manière, les équations du travail d'adhésion W permettent via des modèles mathématiques de calculer les composantes polaire et dispersive de l'énergie libre de surface d'un solide  $\gamma_{sy}$ .

# **1.4.4.** Détermination de la tension superficielle et des composantes polaires et dispersives

Les parties dispersive et polaire des liquides sont généralement obtenues selon la théorie de Young-Dupré, Laplace et Fowkes de la manière suivante :

Dans un premier temps, la tension superficielle  $\gamma_{lv}$  du liquide analysé est obtenue directement par « tensiométrie » [PODGORSKI, 1993]. Plusieurs méthodes sont disponibles, parmi elles, celles de la montée capillaire et l'anneau de tension. La figure 1-24 montre l'une des méthodes les plus utilisées, à savoir « la méthode de la goutte pendante ». En effet, cette méthode a connu un véritable essor avec l'évolution des traitements d'images numériques.



Le principe de cette technique est de laisser pendre une goutte à l'extrémité d'un fin tube capillaire. Sous l'effet de la gravité, cette goutte prend une forme d'ampoule. La partie dispersive est ensuite obtenue en mesurant l'angle de contact entre le liquide et une surface parfaitement lisse d'un solide ; le téflon (PTFE) est le plus utilisé parce qu'il est purement dispersif ( $\gamma_{sv(Téflon)} = \gamma_{sv(Téflon)}^{D} = 20 \text{ mN/m}$ ; avec  $\gamma_{sv(Téflon)}^{P} = 0$ ). La formule (1.13) obtenue à partir des équations (1.7), (1.9) et (1.11) permet le calcul de la composante dispersive du liquide :

$$\gamma_{\rm lv}^{\rm D} = \left(\frac{\gamma_{\rm lv}}{2\sqrt{\gamma_{\rm sv}}} (1 + \cos\theta_{eq})\right)^2 \tag{1.13}$$

Après avoir calculé la composante dispersive  $\gamma_{lv}^{D}$  et en s'appuyant sur la formule (1.10) il suffit ensuite de la soustraire à  $\gamma_{lv}$  pour obtenir la composante polaire  $\gamma_{lv}^{P}$ .

Exemple de calcul des deux composantes polaire et dispersive de l'eau [STRÖM et al. 1987]:

# Données d'entrées :

- $\gamma_{sv(Téflon)} = 20 \text{ mN/m}$ , énergie libre de surface du téflon.
- $\gamma_{lv} = 72.8 \text{ mN/m}$ , tension de surface de l'eau mesurée par la méthode de la goutte pendante.
- $\theta = 115.25^{\circ}$  angle de contact mesuré entre l'eau et une surface en téflon.

## **Résultats :**

- En appliquant la formule (1.12) la composante dispersive  $\gamma_{lv}^D = 21,72 \text{ mN/m}$ .
- On a  $\gamma = \gamma^P + \gamma^D \Longrightarrow \gamma^P_{lv} = \gamma_{lv} \gamma^D_{lv} \Longrightarrow \gamma^P_{lv \text{ eau}} = 51.02 \text{ mN/m}.$

Le *tableau 1-7* résume les caractéristiques de trois liquides de références utilisés habituellement dans les calculs des tensions superficielles.

Liquide	$\gamma_{lv}$ [mN/m]	Dispersive [mN/m] $\gamma_{lv}^D$	Polaire [mN/m] $\gamma_{lv}^{P}$	Densité	Viscosité [mPa·s]
Eau	72.8	21.8	51.0	0.998	1.002
Diiodométhane	50.8	50.8	0	3.325	2.762
Ethylène glycol	47.7	30.9	16.8	1.109	21.81

Tableau 1-7 : Liquides de références selon [STRÖM et al. 1987] :

# 1.4.5. Détermination de l'énergie libre de surface

La résolution de l'équation (1) (modèle de Thomas Young), permet de déterminer l'énergie libre de surface des solides. Cette dernière contient quatre inconnues dont deux mesurables directement (l'angle de contact et la tension superficielle du liquide). Il existe plusieurs méthodes de résolution, que nous pouvons diviser en deux familles : l'approche de l'équation d'état développée par [NEUMANN *et al.* 1974] et les méthodes des moyennes harmoniques et/ou géométriques (dont la méthode acido-basique) développées par [ZISMAN, 1963], [FOWKES, 1964], [OWENS et WENDT, 1969], [WU, 1971] et [VAN OSS *et al.* 1990]. Ces méthodes sont expliquées dans ce qui suit :

**1.** L'avancée historique majeure (après celle de Thomas Young) dans le domaine de recherche concernant l'angle de contact était celle de W.A. Zisman. En effet, Il a été le premier à proposer en 1963 une méthode de mesure de l'énergie libre de surface des solides basée sur régression linéaire.

L'idée était de mesurer les cosinus des angles de contact  $\theta$  sur un solide avec différents liquides, de tracer ensuite  $\cos\theta$ en fonction des tensions superficielles  $\gamma_{lv}$  des liquides de références (figure 1-25). Il introduisit ainsi la tension superficielle critique  $\gamma_c$ , obtenue par extrapolation du tracé à  $\cos \theta = 1 \Longrightarrow \theta = 0$ . Selon [ZISMAN, 1963],  $\gamma_c$  n'est pas l'énergie libre de surface, mais une entité empirique très liée à cette dernière [GINDL<sup>a</sup> et al. 2001].



2. La méthode de [FOWKES, 1964], est basée sur une succession de deux régressions linéaires obtenues à partir des mesures d'une série de liquides dont les composantes dispersives et polaires sont connues. Dans cette méthode, le calcul se fait donc en deux étapes :

• Premièrement, la détermination de la partie polaire en combinant les deux formulations du travail d'adhésion (équations (1.10) et (1.12)). On obtient l'équation suivante :

$$\gamma_{LV} \left( 1 + \cos \theta \right) = 2 \left( \gamma_L^D \gamma_S^D \right)^{1/2} \tag{1.14}$$

Grâce aux valeurs de  $\gamma_L^D$  disponibles dans la littérature (voir *tableau 1-7*), il devient possible avec une seule mesure de l'angle de contact  $\theta$  de faire une approximation de  $\gamma_S^D$ . Dans le cas des matériaux hétérogènes comme le bois, il est conseillé de faire plusieurs mesures avec au moins deux liquides de référence [NGUYEN et JOHNS, 1978].

• Deuxièmement, en combinant les deux équations (1.9) et (1.12), on obtient l'équation présentée par Owens et Wendt en 1964 dite de Young-Good-Girifalco-Fowkes (1.15), qui représente une extension de l'équation (1.14) à la partie polaire.

$$\gamma_{LV}(1 + \cos\theta) = 2(\gamma_L^D \gamma_S^D)^{1/2} + 2(\gamma_L^P \gamma_S^P)^{1/2}$$
(1.15)

La partie polaire est ensuite déduite en remplaçant les parties dispersives calculées précédemment.

**3.** Dans la méthode géométrique d'Owens-Wendt (ou de la « moyenne géométrique »), et à la différence du concept développé par FOWKES, le calcul de l'énergie de surface d'un solide tient dans une seule étape. Les auteurs ont combiné la relation de Dupré du travail d'adhésion W avec la relation (1.12) pour obtenir l'équation généralisée de la tension de surface (1.16).

$$\gamma_{SL} = \gamma_S + \gamma_{LV} - 2 \left( \sqrt{\gamma_L^D \gamma_S^D} + \sqrt{\gamma_L^P \gamma_S^P} \right)$$
(1.16)

Le système d'équations (1.6, 1.15) se résout en utilisant les angles de contact d'au moins deux liquides dont on connaît les composantes polaires et dispersives. Ce qui revient à un système de deux équations avec deux inconnues [OWENS et WENDT, 1969].

**4.** La méthode harmonique de WU proposée en 1971 est basée sur le calcul de la tension interfaciale  $\gamma_{sl}$ . [WU, 1971] présente, la tension interfaciale entre deux matériaux comme une somme de deux composantes polaire et dispersive. La formule est la suivante :

$$\gamma_{\rm lv} \left( 1 + \cos \theta \right) - 4 \left( \frac{\gamma_{\rm s}^{\rm D} \cdot \gamma_{\rm L}^{\rm D}}{\gamma_{\rm s}^{\rm D} + \gamma_{\rm L}^{\rm D}} + \frac{\gamma_{\rm s}^{\rm P} \cdot \gamma_{\rm L}^{\rm P}}{\gamma_{\rm s}^{\rm P} + \gamma_{\rm L}^{\rm P}} \right) = 0 \tag{1.17}$$

Pour résoudre, il suffit de faire deux mesures pour construire un système de deux équations et donc deux inconnues, sachant que les caractéristiques de mouillabilité des liquides doivent être connues (*tableau I-4*).

5. La méthode Acido-basique, développée par FOWKES, VAN OSS, GOOD et CHAUDHURY dans [FOWKES, 1964], [WU *et al.* 1995] et [VAN OSS *et al.* 1990], est la plus complexe des méthodes de calcul de l'énergie de surface. Cette dernière est considérée comme une somme de deux composantes : la composante dite de Lifshitz-Van der Waals  $\gamma_i^{LW}$  (correspondante à la partie dispersive  $\gamma_i^D$ ) et une composante dite de Lewis Acidobasique  $\gamma_i^{AB}$  (correspondante a la partie polaire  $\gamma_i^P$ ).

La complexité vient du fait que la partie acido-basique est subdivisée selon la formule suivante :

$$\gamma_i^{AB} = 2(\gamma_i^+ \gamma_i^-)^{1/2} \tag{1.18}$$

Où  $\gamma_i^+$  et  $\gamma_i^-$  sont respectivement, le paramètre « accepteur d'électrons » de la composante acido-basique de l'énergie libre de surface (appelé aussi le paramètre acide de Lewis) et le paramètre « donneur d'électrons » de la composante acido-basique de l'énergie libre de surface (appeler aussi le paramètre basique de Lewis).

[Van OSS et al. 1990] ont étendu l'équation de Young-Good-Girifalco-Fowkes en :

$$(1 + \cos\theta)\gamma_{LV} = 2\left[(\gamma_L^{LW}\gamma_S^{LW})^{1/2} + (\gamma_S^+\gamma_L^-)^{1/2} + (\gamma_S^-\gamma_L^+)^{1/2}\right]$$
(1.19)

Cette équation est connue sous le nom de Van Oss- Chaudhury-Good (vOCG). Pour résoudre l'équation vOCG, il faut déterminer les 3 inconnues que sont  $\gamma_S^{LW}$ ,  $\gamma_S^+$  et  $\gamma_S^-$ . C'est pourquoi, nous avons besoin d'au moins trois valeurs d'angle de contact avec trois liquides tests de références (Disponibles dans la littérature, voir *les tableaux 1-3 ou 1-8*); nous devons connaître pour au moins deux d'entre eux, les composantes acides et basiques et il faut qu'elles soient non nulles. De plus, il faut que l'un des liquides tests soit neutre (c'est-à-dire que ces deux composantes basique et acide soient égales. C'est le cas de l'eau pure ( $\gamma_{eau}^+ = \gamma_{eau}^- = 25 \text{ mJ/m}^2$ ) selon [STRÖM *et al.* 1987] et [VAN OSS *et al.* 1990], mais pas selon, [DELLA VOLPE et SIBONI. 1997] (*tableau 1-8*).

En effet, ces derniers ont proposé des valeurs différentes, basées aussi sur le modèle de vOCG, mais obtenues à partir d'un protocole expérimentale plus précis (Progrès des techniques d'extractions en chimie et du traitement d'image obligent, les liquides de références sont mieux épurés et les mesures d'angles de contact sont plus précises). Cependant, cette question n'étant pas encore tranchée, pour les calculs de la mouillabilité il est encore d'usage de se baser sur l'une des deux propositions.

Tableau 1-8. Deux caractérisations différentes (d'après [VAN OSS, 1994] et [DELLA VOLPE et SIBONI, 1997]) des tensions de surfaces de quelques liquides de références utilisés dans la caractérisation acidobasique des solides par analyse de l'angle de contact θ [WALINDER, 2002].

			5	Surface free	energy paran	neters (mJ/m <sup>2</sup> )	)			
		van Oss (1994)					Della Volpe (1997)			
Liquid	$\gamma_L$	$\gamma_L^{LW}$	$\gamma_L^{AB}$	$\gamma_L^+$	γ <sub>L</sub> -	$\gamma_L^{LW}$	$\gamma_L{}^{AB}$	$\gamma_L^+$	γ <sub>L</sub> -	
Water	72.8	21.8	51.0	25.5	25.5	21.8	51.0	65.0	10.0	
Glycerol	64.0	34.0	30.0	3.92	57.4	34.4	29.5	16.9	12.9	
Formamide	58.0	39.0	19.0	2.28	39.6	35.6	22.6	1.95	65.7	
Ethylene glycol	48.0	29.0	19.0	1.92	47.0	31.4	16.4	1.58	42.5	
Diiodomethane	50.8	50.8	0	0	0	50.8	0	0	0	

Il n'y a pas encore de consensus sur le choix de la meilleure méthode pour caractériser l'énergie libre de surface du bois, notamment à cause du non respect des hypothèses de T. Young.

[GINDL *et al.* 2001<sup>a</sup>] penchent pour la méthode acido-basique parce qu'elle donne plus d'informations (deux composantes en plus : paramètres donneur et accepteur d'électrons). [NGUYEN et JOHNS, 1978] préfèrent quant à eux la méthode de Wu dite de la moyenne harmonique. Le *tableau 1-9* résume les différentes valeurs de l'énergie libre de surface du bois de Douglas relevées dans la littérature. Notons que les mesures sont issues de surfaces non vieillies et remarquons que les résultats sont très proches ; variant entre 47 et 52.8 mN/m.

Auteurs	$\gamma_{c}$ , [mN/m]	Dispersive	Polaire	Méthode utilisée	
		$[mN/m] \gamma_s^{B}$	$[mN/m]\gamma_s$		
[MANTANIS et YOUNG, 1997]	48	36.2	11.8	WU	
[NGUYEN et JOHNS, 1978]	49	37.5	11.5	FOWKES	
[NGUYEN et JOHNS, 1978]	48	28.8	19.2	WU	
[NGUYEN et JOHNS, 1978]	52.8			ZISMAN	
[MARIAN.1962]	47			ZISMAN	
[HERCZEG, 1965] 47				ZISMAN	

Tableau 1-9. Energie de surface du Douglas mesurée par plusieurs auteurs.

En résumé, la prédiction de l'adhésion se fait en deux temps :

- d'abord en analysant l'évolution de l'angle de contact. Nous avons vu précédemment que plus l'angle de contact est petit plus le mouillage est bon.

- Ensuite, du point de vue de l'énergie de surface, plus l'énergie est élevée plus le matériau bois est capable d'échanger des électrons avec le milieu extérieur.

# **1.4.6.** Méthode de la goutte posée

#### 1.4.6.1. Angles de contact statiques issus d'une dynamique

L'angle de contact dit « statique » est l'angle de la goutte, déposée sur un substrat et dont le volume est constant tout au long de la mesure. Par ailleurs, volume constant ne veut pas forcément dire que l'angle de contact doit rester constant. Au contraire il y a une forte dépendance de l'angle de contact au temps à cause des interactions interfaciales entre le liquide, le substrat et le milieu ambiant.

Le temps peut avoir comme effet l'augmentation ou la diminution de l'angle de contact. Dans le cas du bois et des matériaux poreux, il est très difficile d'avoir des angles statiques. En effet, en plus des interactions interfaciales habituelles comme l'évaporation du liquide, la migration des agents tensioactifs depuis la surface du solide au liquide et les réactions chimiques entre le liquide et le solide, s'ajoute l'absorption du liquide par le bois. Cette constatation peut crée une confusion autour de la désignation des angles de contacts. En effet, puisque le volume de la goutte n'est plus constant, certains chercheurs parlent de « dynamic contact angle » pour désigner l'angle de contact mesuré sur une goutte déposée sans apport de liquide supplémentaire lors de la mesure [STEHR *et al.* 2001], [SHI et GARDNER, 2001] et [LU et WU, 2006]. En fait, dans ce cas aussi c'est un angle statique issu d'une dynamique.

Du point de vue théorique l'angle statique est à l'équilibre stable. Dans la pratique et dans le cas du bois il y a toujours une diminution de l'angle de contact par rapport au temps. Cette diminution s'accompagne le plus souvent par



un étalement et une absorption du liquide. La *figure 1-26* illustre la méthode dite « statique ». L'angle de contact dit « dynamic contact angle » désigne aussi l'angle de contact mesuré sur une goutte que l'on fait grossir ou rétrécir. On parle alors respectivement d'angle à l'avancée et d'angle au recul.

L'angle à l'avancée rend toujours compte des propriétés d'angle de contact d'une surface « fraîche ». Cette approche constitue la méthode de mesure la plus reproductible. De ce fait, l'angle à l'avancée est normalement utilisé pour déterminer l'énergie de surface d'un solide.

L'angle au retrait est mesuré lors de la diminution du volume de la goutte ce qui se traduit par le « démouillage » de la surface du solide. Dans le cas du bois le « démouillage » à l'eau est quasi impossible à avoir, c'est pourquoi il est généralement admis que l'angle de retrait de l'eau sur le bois soit faible voir nul. La *figure 1-27* représente différentes techniques pour obtenir des angles d'avance et de recul par la méthode de la goutte posée.

La différence entre l'angle d'avance et de recul rend compte de la rugosité ou de l'hétérogénéité chimique de la surface du solide. L'angle au retrait n'est pas adapté pour calculer l'énergie de surface d'un solide. La *figure 1-27* illustre les différentes modalités des mesures des angles de contact par la méthode de la goutte posée.



En résumé, l'angle statique et le « dynamic contact angle » sont tous deux des angles statiques issus d'une dynamique du liquide. Il serait plus judicieux de parler d'angle à l'avancée et d'angle au recul.

Dans cette thèse nous parlerons donc, d'angle à l'avancée pour désigner les angles mesurés à partir de gouttes posées sans apport (*figure 1-26*) et d'angle à l'avancée et au recul pour les angles mesurés sur des gouttes que l'on fait grossir ou/et rétrécir (*figure 1-27*). Les énergies de surfaces seront calculées à partir des angles à l'avancée seulement.

### 1.4.6.2. Surfaces rugueuses et hystérèse de mouillage

Selon la théorie de Young l'angle d'avance, l'angle de recul, l'angle à l'équilibre (statique) et dynamique ne font qu'un. Mais en réalité la surface n'étant jamais idéale, l'équilibre thermodynamique est difficile à obtenir.

Plusieurs auteurs (Wenzel en 1936, Cassie et Baxter en 1944, ShuttleWorth et Bailey en 1946 et Good en 1952) dans [PASSERONE, 1974], ont largement étudié l'effet de la rugosité sur l'angle de contact pour retrouver l'angle d'Young, ce qui a mené à l'équation (14) proposée par [WENZEL, 1949] :

$$\cos\theta^* = r\cos\theta_0 \tag{1.20}$$

avec  $\theta_0$  est l'angle de Young (l'angle théorique) ;  $\theta^*$  représente l'angle de contact apparent (l'angle réel) mesuré sur une surface rugueuse du même matériau que pour la première mesure ; la rugosité r est défini comme le ratio entre l'aire réelle A et l'aire nominale (ou projetée) A', il est aussi appelé le facteur de rugosité (voir *formule 1.21*).

$$r = A/A' \tag{1.21}$$

Wenzel décrit de façon synthétique l'amplification de la qualité de mouillage, « hydrophylie » comme hydrophobie sont renforcées par des effets de texture. [MARIAN *et al.* 1958] ont montré ensuite que ce critère est applicable aux surfaces bois. La rugosité *r* n'étant pas bornée, il existe une rugosité critique au-delà de laquelle le mouillage devient total ou nul, selon le signe de  $\cos \theta_0$  [DE GENNES *et al*, 2002]. La rugosité critique est définie par la relation 18 :

$$r^* = 1/|\cos\theta_0|$$

La *figure 1-28* illustre la relation théorique entre la rugosité et les angles de contact selon le modèle de Wenzel obtenue par la méthode du plateau inclinable [JOHNSON et DETTRE, 1969]. Ce modèle permet de remonter à l'angle théorique de Young  $\theta_0$  en fonction de r et  $\theta^*$ . Même si ce concept paraît complet, il est tout à fait critiquable et n'explique qu'en partie la différence remarquée lors des essais de mouillabilité dynamiques entre l'angle à l'avancée et l'angle de recul (ou de retrait). Ce phénomène appelé l'hystérèse est de



mouillage. Il existe donc d'autres facteurs qui produisent l'hystérèse de mouillage que sont : les contaminants de surface ou les hétérogénéités de compositions et la propre présence du liquide laissant par exemple des résidus lors de son retrait [DARQUE-CERETTI et FELDER, 2003]. D'après [GREGG, 1949] le phénomène de l'hystérèse est aussi augmenté par l'existence des impuretés mais peut encore subsister même en leur absence. [JOHNSON et DETTRE, 1969] ont comparé l'effet de hétérogénéité chimique et de la rugosité sur l'hystérèse de mouillage en utilisant des métaux et de la cire de paraffine : si la rugosité est de l'ordre de  $5\mu$ m, l'effet de l'hétérogénéité chimique prédomine sur celui de la rugosité. Pour les surfaces plus rugueuses les deux effets peuvent être importants.

(1.22)

Dans le cas du bois, la contamination est essentiellement due à la migration des extractibles du cœur du bois vers sa surface et à l'oxydation de ces mêmes extractibles une fois en contact

avec l'air ambiant. Cela augmente ainsi l'acidité des surfaces bois et dégrade leur mouillabilité [HSE et KUO, 1988]. [LIPTAKOVA *et al.* 1998] ont remarqué lors de l'analyse du mouillage du bois, le piégeage d'air par le liquide à la surface surtout au début du mouillage. Ce qui peut aussi d'après eux expliquer l'hystérèse de mouillage. La *figure 1-29* illustre ce phénomène.



## **1.4.7.** Effet de la gravité

A cause de l'effet de la pesanteur, la coupe d'une goutte de liquide posée sur un solide n'est pas un arc de cercle mais un arc d'ellipse plus ou moins déformé. Dans le cas de l'eau, on peut négliger la déformation de la goutte due à la pesanteur si son volume est inférieur à  $10\mu l \ (mm^3)$  [VILLENAVE, 2005]. Il existe aussi une échelle de longueur  $k^{-1}$  au-delà de laquelle la gravité devient importante. Cette longueur s'appelle la « longueur capillaire ». La *figure 1-30* montre l'effet de la gravité sur des gouttes d'eau de taille croissante.



Figure 1-30. Gouttes d'eau de taille croissante posées sur une matière plastique : les grosses gouttes sont aplaties par la gravité [DE GENNES et al, 2002]

 $k^{-1}$  est estimée en comparant la pression de Laplace  $\gamma/k^{-1}$  à la pression hydrostatique  $\rho g k^{-1}$ , si on plonge à une profondeur  $k^{-1}$  dans un liquide de densité  $\rho$  soumis à un champ de gravité terrestre  $g = 9.8m/s^2$ . La longueur capillaire est définie par l'égalité de ces deux pressions :

$$k^{-1} = \sqrt{\frac{\gamma}{\rho g}} \tag{1.23}$$

En général, la longueur capillaire est de l'ordre de 2 millimètres [DE GENNES et al, 2002]. [GIBBS, 1928], [COLLINS et COOKE, 1959], [JOHNSON, 1959] et [MCNUTT et ANDES, 1959] ont démontré que l'équation d'Young est parfaitement applicable dans un champ gravitationnel. Pour des petites gouttes de rayon inférieur à  $k^{-1}$ , la gravité est négligeable. Dans ce cas, le liquide est considéré en apesanteur et les effets capillaires sont dominants. Habituellement, si le liquide utilisé n'est pas spécifié, le terme mouillabilité est utilisé pour désigner le rapport entre l'eau et le bois.

## 1.4.8. Mouillabilité des surfaces bois - Facteurs d'influence

La mouillabilité du bois dépend de plusieurs facteurs que sont :

• l'essence [NGUYEN et JOHNS, 1979], [GARDNER *et al.* 1991], [BOEHME et HORA, 1996], [MANTANIS et YOUNG, 1997], [LIPTAKOVA *et al.* 1998], [DE MEIJER *et al.* 2000], [SHUPE *et al.* 2001], [GINDL <sup>b</sup> *et al.* 2001];

• les extractibles (résines, tannins, etc.) [JOHNSON et DETTRE, 1969], [NGUYEN et JOHNS, 1979], [MANTANIS et YOUNG, 1997], [NYLUND *et al.* 1997], [MALDAS et KAMDEM, 1999] et [WALINDER et JOHANSSON, 2001];

• l'anatomie du bois (canaux résinifères, trachéides, nœuds, fil, microfibrilles) [HERCZEG, 1965], [LIPTAKOVA et KUDELA, 1994], [SCHEIKL et DUNKY, 1998], [LIPTAKOVA *et al.* 1998], [SHUPE *et al.* 1998] et [WALINDER et STRÖM, 2001] ;

• l'orientation de la surface (sur quartier, sur dosse et en faux quartier) [MALDAS et KAMDEM, 1999], [NUSSBAUM, 1999], et [SHUPE *et al.* 2001] ;

• le type d'usinage (ponçage, défonçage, microtome, etc.) [LIPTAKOVA *et al.* 1995], [LIPTAKOVA *et al.* 1996], [NUSSBAUM, 1999], [GINDL <sup>b</sup> *et al.* 2001], [SHUPE *et al.* 2001] et [STEHR et al. 2001]; [DE MOURA et HERNANDEZ, 2005]; [DE MOURA et HERNANDEZ, 2006]; [DE MOURA et HERNANDEZ, 2007]; [HERNANDEZ <sup>a et b</sup> et COOL, 2008];

• le vieillissement (Séchage, conditions de stockage, exposition aux ultraviolets) [GRAY, 1962], [MARIAN, 1962], [HERCZEG, 1965], [NGUYEN et JOHNS, 1979], [DOUGAL *et al.* 1980], [BACK, 1991], [GARDNER *et al.* 1991] [WALINDER et JOHANSSON, 2001], [WALINDER et STRÖM, 2001], [WALINDER, 2001] et [GINDL *et al.* 2004] ;

• le taux d'humidité (H%) et l'humidité relative de l'air [WELLONS, 1981], [SCHEIKL et DUNKY, 1998] et [MALDAS et KAMDEM, 1999] ;

• la porosité du matériau (indirectement par la densité) [BOEHME et HORA, 1996] et [SCHEIKL et DUNKY, 1998];

• température [GUNNELLS *et al.* 1993], [PETRISSANS *et al.* 2003], [HAKKOU *et al.* 2005] et [KOCAEFE *et al.* 2008];

• la rugosité [GRAY, 1962], [ZISMAN, 1963], [JOHNSON et DETTRE, 1969] et [SINN et al. 2004].

L'influence de tous ces facteurs sera développée en détail dans ce qui suit.

[FREEMAN, 1959] a été le premier à mener une étude approfondie sur la mouillabilité du bois. Son étude avait porté sur la qualité du collage urée formol. Il a établi dans les cas des bois feuillus que la qualité du joint de colle dépendait en premier lieu de la densité dans le cas des bois peu denses, et du pH dans le cas des bois denses. Il avait conclu que la mouillabilité n'est jamais le facteur contrôlant la qualité du joint de colle pour le collage urée formol.

Depuis, plusieurs auteurs l'ont contredit en trouvant une forte relation entre la tenue du joint d'une colle urée formol et la mouillabilité du bois ([ELBEZ, 1978], [CHENG, 1970], [DUNKY, 1998] et [ELBEZ, 2002]).

Pour les colles phénoliques, [HSE, 1972] a étudié la mouillabilité du pin de Virginie en utilisant les colles à la place de l'eau. Ces études ont montré une amélioration du collage quand la mouillabilité se dégrade, ce qui montre que le mouillage excessif favorise la formation d'un joint dit « bu » peu résistant mécaniquement [ROZUMEK, 1983]. Travaillant sur des feuillus du sud-est asiatique, [JORDAN et WELLONS, 1977] ont conclu que la mouillabilité n'expliquait que pour une faible part la qualité du joint de colle.

Indépendamment de l'effet colle, il est intéressant de noter que tous les auteurs qui ont travaillé sur le collage des résineux ont remarqué une forte influence quelle soit positive ou négative de la mouillabilité sur la qualité du joint. Il semble aussi que cette influence dépend du type de colle utilisée.

On ne peut pas en dire autant des études menées sur les feuillus. En effet, les deux études (de [FREEMAN, 1959] et [JORDAN et WELLONS, 1977]) exposées plus haut ont conclu que la mouillabilité avait une faible influence sur la tenue des joints de colles. D'après [COLLARDET <sup>a</sup> et BESSET, 1988] la réaction des résineux est presque toujours acide. La variation du pH des feuillus selon l'essence est plus étendue que pour les résineux [COLLARDET <sup>b</sup> et BESSET, 1988]. Ils sont souvent faiblement acides mais ont une tendance acide plus marquée s'ils sont riches en tannins (par exemple : le chêne, le châtaignier). Cependant, certaines essences de feuillus atteignent ou même dépassent la limite de neutralité (pH = 7). Le *tableau 1-10* regroupe quelques valeurs du pH du bois retrouvé dans la littérature :

Essences	Feuillus					Conifères			
Listences	Châtaignier	Chêne	Orme	Peuplier	Sapin	Epicéa	Pin maritime	Pin d'Oregon	
pH	3.6	3.3 à 4	6 à 7.2	5.8	5 à 6	4.5 à 5	3.5 à 4	3 à 4.5	

Tableau 1-10. Acidité du bois : conifères et Feuillus [COLLARDET<sup>a et b</sup> et BESSET, 1988]

Une explication serait donc de dire que le pH des extractibles serait à l'origine de la différence de comportement au collage entre les feuillus et les résineux. En effet, [NYLUND et al. 1998] ont démontré que la tension de surface des extractibles comme ses interactions acido-basiques dépendent de la composition chimique de la résine et donc de l'essence à laquelle nous avons affaire. Ils ont aussi démontré qu'un changement dans la composition chimique de la résine influe sur la composante acido-basique du travail d'adhésion (W<sub>a</sub>) plus que sur sa composante polaire. Cela conforte l'idée que la composante acido-basique, et donc le pH, détermine la valeur du travail d'adhésion. D'après [COGNARD, 2005] l'acidité de certains bois très acides comme le chêne ou le « western red cedar » (pH entre 2.9 et 4) ralentit la prise des colles résorcine, mais par contre accélère la prise des colles urée-formol. Les propriétés chimiques des différentes essences de bois influent donc sur la facilité et la qualité des collages. [PODGORSKI et al. 2000] ont montré que l'oxydation du bois favorise l'adhésion des résines époxy et des polyuréthanes. Enfin, nous rappelons qu'il a été aussi rapporté par [HSE et KUO, 1988] et [BACK, 1991], que l'oxydation des extractibles du bois, augmente l'acidité du bois et favorise sa dégradation. [SINN et al. 2001] ont montré que les essences riches en extractibles avaient un pouvoir oxydant plus grand. [GARDNER et al. 1991], [LIPTAKOVA et al. 1995], [LIPTAKOVA et al. 1996] et [GINDL et al. 2004] ont montré grâce à une analyse par spectrométrie par rayon-X (XPS) des surfaces vieillies, que le pourcentage du carbone augmente avec le temps tandis que celui de l'oxygène diminue,

traduisant ainsi une augmentation de l'hydrophobie. [CHEN, 1970] a pris des mesures d'angles de contact avec de l'eau distillée des surfaces de placage de plusieurs essences tropicales. Puis il les a débarrassées de leurs extraits en reessuyant les surfaces avec un chiffon saturé d'une solution de soude à 10% d'acétone avant de refaire ces essais. Le résultat était surprenant puisque l'angle de



contact de l'eau passait de 100° à moins de 20°. [NGUYEN et JOHNS, 1979] sur presque le même modèle ont retiré les extractibles du Douglas et du Séquoia, ils ont eu un résultat moins spectaculaire mais qui confirme la tendance de fond : globalement nous pouvons conclure que les extractibles détériorent la mouillabilité des surfaces bois (*figure 1-31*).

La variabilité Intra-essence a aussi une influence considérable sur le processus de la mouillabilité. En effet, une même essence de bois présente, selon son lieu de croissance, des caractéristiques biologiques très variées : un hêtre de montagne des Pyrénées et un hêtre de plaine de Normandie plus humide présentent des cernes d'accroissement très différents en concentricité et en largeur, déterminant des densités qui varient dans une fourchette pouvant atteindre 20% (voir *annexe 1*) [PLASSAT, 1992]. Cette hétérogénéité de densité, due à l'origine du bois, influe fortement sur l'absorption et la mouillabilité. Ainsi, le Douglas issu de l'Oregon aux Etats Unis d'Amérique de forte densité, a une mouillabilité moindre (un angle de contact avec l'eau de 89°) que le Douglas européen de densité plus faible (un angle de contact avec l'eau de 59°). Ceci s'explique par la faible porosité du bois dense qui le rend moins absorbant [BOEHME et HORA, 1996]. [WALINDER et JOHANSSON, 2001], [WALINDER et STRÖM, 2001] et [WALINDER, 2001] ont montré dans le cas du bois résineux que le duramen est plus hydrophobe que l'aubier bien que ce dernier soit plus dense. Ils ont attribué cet effet aux extractibles présents en quantité plus importante dans le bois de cœur.

[SHUPE et al. 2001] ont comparé la mouillabilité de 22 essences de feuillus et ils ont trouvé que les différences étaient très importantes. [HERCZEG, 1965] a démontré sur du Douglas que la mouillabilité du bois de printemps était supérieure à celle du bois d'été. Il a aussi expliqué cette différence de mouillabilité par la différence de la densité et de porosité entre ces deux bois. D'après [GRAY, 1962], [HERCZEG, 1965] la tension superficielle critique au sens de Zisman du Douglas varie entre 20 et 90 dyne/cm.

Il est largement admis que le vieillissement naturel ou accéléré des surfaces bois, entraînait une diminution de leur mouillabilité et de leur énergie libre [GRAY, 1962], [MARIAN, 1962], [HERCZEG, 1965], [NGUYEN et JOHNS, 1978] (*figure 1-25*), [DOUGAL et al. 1980], [BACK, 1991], [GARDNER et al. 1991], [NUSSBAUM, 1999], [WALINDER et JOHANSSON, 2001], [WALINDER et STRÖM, 2001], [WALINDER, 2001] et [GINDL et al. 2004]. Il a été démontré par [GINDL et al. 2006] que, l'exposition des surfaces en bois aux rayons Ultra-violets (UV), améliorait de manière significative leur mouillabilité. Lors de cette étude les auteurs ont exposé aux UV des surfaces tangentielles et radiales issues de deux essences (épicéa et teck) dans l'air ambiant à 20C° et à 40% d'humidité relative. Ils ont remarqué que les énergies de surface augmentaient avec l'augmentation de la durée d'exposition aux UV, ce qui tendrait à prouver que la dégradation de la mouillabilité des surfaces bois vieillies, n'est pas due aux rayons UV. [GRAY, 1962] conclut que l'influence de la rugosité sur la mouillabilité est négligeable devant l'hétérogénéité chimique de la surface. Rappelons tout de même que [JOHNSON et DETTRE, 1969] ont comparé l'effet de l'hétérogénéité chimique et de la rugosité sur l'hystérèse de mouillage en utilisant des métaux et de la cire de paraffine : si la rugosité est de l'ordre de 5  $\mu$ m l'effet de l'hétérogénéité chimique prédomine sur celui de la rugosité. Mais pour les surfaces plus rugueuses les deux effets peuvent être d'importance comparable.

Enfin [SINN *et al.* 2004] ont conclu que dans le cas du ponçage du bois (hêtre et épicéa), l'augmentation de la rugosité jusqu'à un certain niveau (environ  $Rz = 25 \ \mu m$  et  $Ra = 4 \mu m$ ) augmentait l'énergie de surface, au-delà de ce niveau l'énergie de surface totale décroit. L'analyse des composantes acide et basique de l'énergie de surface a montré que les surfaces poncées finement (P220 et P100) sont plus acides que celles poncées grossièrement (P60 et P40 ; *figure 1-16 page 27*). L'analyse par spectroscopie XPS des surfaces poncées a montré qu'il y avait plus de carbone sur les surfaces poncées finement. Enfin, [SINN *et al.* 2004] ont conclu que la composition chimique des surfaces est altérée avec le ponçage et ont attribué ce phénomène à la lignine ou aux extractibles.

[STAMM *et al.* 1946] ont été les premiers à avoir découvert que le traitement thermique du bois diminuait son pouvoir hygroscopique, observant en plus une nette réduction dans les coefficients de rétractabilité. D'autres études ont confirmé plus tard cette observation. En effet, [NORTHCOTT *et al.* 1962] ont ensuite observé que le pouvoir mouillant d'un placage de pin d'Oregon était altéré s'il était chauffé entre 150°C et 220°C. Ce phénomène baptisé « inactivation thermique » est l'un des principaux intérêts recherchés par la fabrication de bois traité thermiquement. [GUNNELLS *et al.* 1994] ont détecté grâce à un système de four autoclave, l'existence d'un seuil au dessus duquel le bois (aubier du peuplier et duramen du chêne rouge) change de comportement vis-à-vis de l'eau. En effet, en variant la température entre 25 et 200°C en montant régulièrement de 10°C/minute, autour de 60 C° (température de la transition vitreuse) le bois devient hydrophobe. [PETRISSANS *et al.* 2003] a montré que pour quatre essences de bois (deux conifères : épicéa et pin sylvestre ; deux feuillus : peuplier et hêtre) que le traitement thermique à 240 °C pendant 8 heures rend systématiquement le bois hydrophobe. [HAKKOU *et al.* 2005] ont montré en plus que pour le hêtre la transition hydrophobe se produisait entre 130 et 160 °C.

Plus récemment, [KOCAEFE *et al.* 2008] ont mis en évidence dans le cas du frêne blanc d'Amérique et de l'érable rouge que l'augmentation du pouvoir hydrophobe des surfaces en fonction de l'augmentation de la température :

- est plus important dans le cas des surfaces transversales (débit en bout) que des surfaces tangentielles et radiales,

- est similaire entre les surfaces tangentielles (débit sur dosse) et les surfaces radiales (débit sur quartier) (*figure 1-1 page 10*).

Il est admis que la transformation de la matière par enlèvement de copeau engendre un échauffement qui peut atteindre dans le cas de l'usinage du bois surtout en ponçage, la température de la transition hygrophylie/hydrophobie fixée par [HAKKOU et al. 2005] autour de 130 °C. La variation de la température pourra donc expliquer dans certains cas d'usinage la dégradation de la mouillabilité.

[WELLONS, 1980] remarque que la mouillabilité est améliorée par l'accroissement de l'humidité absolue du support (placage de pin d'Oregon). Entre 3.4% et 10%, l'amélioration de la mouillabilité est relativement faible (l'angle de contact passe de 100° à 80°) comparativement au bond que fait la mouillabilité entre 10% et 18%. En effet, l'angle de contact chute alors de 80° à 20°. Proportionnellement, les rapports 20/6.6 = 3 °/% et 60/8 = 7.5°/%, montrent qu' au-delà de 10% d'humidité absolue du bois, la mouillabilité est facilitée deux fois plus par une augmentation d'humidité (*figure 1-32 (a*)).

Plus tard, avec un appareillage plus sophistiqué, [SCHEIKL et DUNKY, 1998] ont démontré qu'une variation de taux d'humidité entre 3 et 15% de l'humidité suivait une évolution similaire à celle observée par [WELLONS, 1980] : la chute de l'angle de contact maximale enregistrée est de 20°.



Selon [ROZUMEK et ELBEZ, 1985], cela prouve que la diminution du taux d'humidité du bois absolu pour le bois « sec à l'air » détériore faiblement la mouillabilité du bois. La *figure 1-32 (b)* montre l'influence du taux d'humidité sur l'angle de contact du bois de printemps et du bois d'été (pin sylvestre et épicéa).

Même si l'angle de contact à l'eau diminue avec l'augmentation du taux d'humidité, l'influence de ce dernier sur l'énergie de surface (selon Owens-Wendt) et l'énergie critique au sens de Zisman est très limitée [SCHEIKL et DUNKY, 1998]. Le *tableau 1-11* résume l'évolution de l'énergie de surface en fonction du taux d'humidité du bois.

			Coni	Feuillus			
		Pin sylvestre		Epic	eéa		
Taux d'humidité	Essences	Bois initial	Bois final	Bois initial	Bois final	Hêtre	Peuplier
	Energie critique $\gamma_c$	50.5	50.8	51.9	52.3	52.9	54
H=3%	Energie de surface $\gamma_s$	82.2	54.8	83.8	59.5	54.8	59.1
H=8%	$\gamma_c$ (mN/m)	53.2	51.8	53	51.9	53.5	51.7
11-070	$\gamma_s$	73	52.3	80.6	67.5	57.2	66.4
H=12%	$\gamma_c$	51.8	53.2	50.9	54.3	50.6	53.1
11-12 / 0	$\gamma_s$	73.6	55.8	83.8	71.1	60	53.7
H=15%	$\gamma_c$	50.1	52.5	53.1	53.3	53.5	49.1
	$\gamma_s$	76.5	57.3	80.5	66.6	65.2	66.9

Tableau 1-11. L'influence du taux d'humidité sur l'énergie de surface [SCHEIKL et DUNKY, 1998]

Le lien entre les paramètres de l'usinage (géométrie, cinétique) et la mouillabilité, a été peu étudié. En effet, les recherches ont plutôt porté sur l'influence des différents modes d'usinage sur la mouillabilité :

Les surfaces défoncées ont une mouillabilité moindre que celles des surfaces poncées. Ces dernières ont une mouillabilité plus faible que les surfaces préparées par microtome (découpées par lame de rasoir) [LIPTAKOVA *et al.* 1995], [LIPTAKOVA *et al.* 1996], [GINDL <sup>b</sup> *et al.* 2001], [STEHR, 2001]. La *figure 1-33* présente des images MEB de surfaces produites par différentes machines (ponceuse, raboteuse et microtome).Nous remarquons bien que la microstructure des surfaces est très différente selon les machines utilisées.

La *figure 1-33 (I-c)* montre que le bois de printemps présente plus d'arrachements du fil que le bois d'été.

Récemment [SINN et al. 2004] et [DE MOURA, 2006] ont commencé à combler ce manque d'information en faisant varier en plus les grosseurs de grains en ponçage. En ce qui concerne [DE MOURA, 2006], il fait varier aussi la vitesse d'« amenage » en ponçage et les angles de coupe lors d'une opération de coupe oblique avec une barre de pression. La coupe oblique est une variante de la coupe orthogonale, elle se différencie de cette dernière par une inclinaison donnée à l'arête tranchante du couteau. Il a montré entre autres dans le cas de la coupe



Surface rabotée (à la raboteuse industrielle) [DE MEIJER et MILITZ, 2000]



Produite par microtomeSurface poncéeEpicéa bois de printemps [GINDL <sup>b</sup> et al. 2001]Figure 1-33. Images MEB de surfaces de bois d'épicéa

oblique sur de l'érable à sucre avec couteau fixe et barre de pression que les surfaces usinées avec de faibles angles d'attaque étaient plus rugueuses et avaient une meilleure mouillabilité. Les meilleures conditions de coupe ont été obtenues dans son cas avec un angle d'attaque de 25°, un angle oblique de 30° et une profondeur de passe de 0.25mm. Dans une autre opération de rabotage hélicoïdal perpendiculaire au fil, il a montré que l'augmentation de la vitesse d' « amenage » (entre 5.5m/min à 10 m/min) augmentait la mouillabilité et la rugosité des surfaces ainsi produites. Enfin il a aussi montré que les surfaces poncées à l'oxyde d'aluminium avaient une meilleure mouillabilité que celles poncées au carbure de silicium.

Dans la continuité de sa thèse, nous essayerons d'explorer les points non traités à l'occasion de son travail de recherche et notamment l'influence de la vitesse de coupe en défonçage et en ponçage.

# **1.5.** Finition et Collage

Parmi tous les produits chimiques que l'on peut rencontrer dans l'industrie du bois, les solvants organiques sont avec les résines « formo-phénoliques », les produits les plus dangereux, tant par leur action nocive sur l'organisme (inhalation et contact cutané) que par les risques d'inflammation et d'explosion des vapeurs qu'ils peuvent émettre parfois dès la température ambiante [CHERON, 1983]. Les solvants organiques sont principalement utilisés pour la mise en solution des polymères, dans la préparation de peintures vernis et colles à base de résines synthétiques (comme véhicule ou support), ainsi que pour le nettoyage de matériels (de transformation ou d'usinage) [COGNARD, 2007]. Le remplacement successif des solvants organiques par des solvants aqueux est dû principalement :

- à la dangerosité des solvants organiques

- aux chocs pétroliers successifs et à la raréfaction progressive du pétrole (la matière brute pour la confection des solvants organiques)

Dans un souci de protection de l'environnement, l'Union Européenne a mis en place une directive européenne intitulée « solvants1999/13/CE » visant la réduction des émissions des Composés Organiques Volatiles (COV) dus à l'utilisation de ces derniers dans les activités et installations industrielles. Cette directive est rentrée en application fin 2005 et concerne entre autre les secteurs de l'ameublement et de la construction bois. Les valeurs limites ont été fixées pour les peintures (EU des catégories de A à E) à 150g/l pour 2007, un taux qui doit être en dessous de 130g/l à l'horizon 2010.

Le passage aux solvants aqueux constitue la meilleure solution pour la réduction des émissions dues au COV puisqu'on traite le mal à la source. Elle permet en plus aux industriels du bois de s'engager dans la mise en œuvre de Schéma de Maîtrise des Emissions COV. Enfin elle représente une formidable opportunité pour réfléchir à la totalité du cycle de vie des produits en bois en intégrant toutes les préoccupations des industriels : coût de fonctionnement (économie des produits), qualité du produit fini et réduction de l'énergie consommée au vu du prix de l'énergie en hausse [CTBA *et al.* 2007].

Dans ce travail nous essayerons d'une part d'établir la relation :

1. entre la qualité des finitions aqueuses (une lasure et une peinture pour des applications extérieures) et les paramètres du processus de fabrication des surfaces en bois de Douglas via l'analyse de leur mouillabilité.

2. Entre deux colles structurales (applications intérieures) et les paramètres de fabrication des surfaces bois. Il s'agit de la colle Mélamine Urée Formol (MUF) qui a fait ses preuves et une colle polyuréthane mono-composante (PUR) moins polluante et plus technique qui présente plus de difficultés d'application.

Dans les parties suivantes nous rappellerons les modèles théoriques de l'adhésion, les produits de finition et de collage utilisés dans le domaine du bois, les différents mécanismes de leurs classifications (essais mécaniques et de vieillissement) ainsi que leurs applications.

## 1.5.1. Modèles théoriques de l'adhésion

L'adhésion intervient dans la zone d'interface entre le joint et le substrat. Elle est considérée comme un phénomène suivant un ou plusieurs modèles théoriques, tous imparfaits. Ces modèles sont classés en deux familles : des théories macroscopiques (modèles d'ancrage mécanique, électrostatique, des couches de faible cohésion, de « l'inter-diffusion ») et des théories fondées sur l'existence d'interactions élémentaires entre le joint de colle (ou revêtement de finition) et le substrat. Ces interactions élémentaires sont principalement des liaisons chimiques et physiques inter et intramoléculaires [VILLENAVE, 2005]. Notons que ces théories d'adhésion sont valables pour n'importe quel joint, que ce soit un joint de colle ou un produit de finition (revêtement protecteur).

## 1.5.1.1. Modèles macroscopiques

#### • Modèle électrostatique ou électrique

Il est connu et largement admis que par frottement, on peut faire apparaître des charges électrostatiques sur une surface. [DERYAGUIN et KORTOVA, 1948] ont proposé une théorie fondée sur des effets électriques observés lors d'un essai de pelage. L'adhésion résulterait dans ce cas de l'attraction entre charges électriques positives réparties à la surface du substrat et charges négatives réparties à la surface du joint et vice versa. Mais l'adhésif liquide n'est pas chargé électriquement et il n'apparaît pas de charge lors de la transformation en joint, si bien que la signification pratique du modèle s'avère limitée [COGNARD, 2000]. En effet, jusqu'à présent, aucune étude n'a démontré dans le domaine du bois une influence significative des charges électrostatiques sur l'adhésion. De plus [VON HARRACH et CHAPMAN, 1972] ont démontré dans le cas de l'adhésion de couches en or, argent et cuivre sur du verre que la contribution des charges électrostatiques peut être toujours considérée comme négligeable.

#### • Modèle des couches de faible cohésion

L'adhésion serait en relation dans ce cas avec l'existence (à l'extrême surface des matériaux) de zones où la structure tridimensionnelle se trouverait plus ou moins désorganisée, perdant ainsi de sa cohésion et autorisant la constitution d'interphases (*figure 1-34*) [VILLENAVE, 2005].

Dans cette théorie initialement établie par [BIKERMAN, 1961] pour expliquer la rupture des joints de colle, on considère que lors de la séparation de deux surfaces collées, la rupture ne se produit pas strictement à l'interface adhésif/substrat mais plutôt dans une couche interfaciale de faible cohésion. Cette dernière se forme lors du collage à cause de la contamination chimique des surfaces des substrats : le collage est souvent réalisé en atmosphère non stérile. La couche de faible cohésion est souvent constituée de poches d'air piégées lors d'un mauvais mouillage, d'impuretés présentes à la surface du substrat, ou formée par la migration dans la zone interfaciale de constituants de faible poids moléculaire [SIMON, 2001].

Dans le cas du bois (aubiers du pin sylvestre, épicéa et un bois exotique le « dark red meranti » ou « rubroshorea ») [DE MEIJER *et al.* 1998] ont montré que la pénétration des revêtements est détériorée à cause de l'encrassement cellulaire surtout lors du ponçage fin. [HSE et KUO, 1988] ont montré par ailleurs qu'un léger ponçage immédiatement avant le collage permettait de minimiser l'effet des contaminants de la surface du bois. [DOUGAL *et al.* 1980] montre que le rabotage juste avant le collage est aussi très efficace pour améliorer l'adhésion puisqu'il limite en plus l'encrassement et l'écrasement des cellules.

#### • Modèle de l'inter-diffusion

Ce modèle initié par VOYUTSKII en 1949 [VOYUTSKII et VAKULA, 1964], n'est pas applicable aux surfaces métalliques, parce qu'il faut une certaine « porosité » notamment pour faciliter la migration des polymères et l'enchevêtrement des chaines de ces derniers avec la surface [DE GENNES *et al.* 2002]. En revanche, la création d'un réseau d'enchevêtrement est favorisée dans le cas du bois grâce à sa mouillabilité, ce qui explique en grande partie les bonnes performances des colles à bois [CRETON et PAPON, 2003]. L'adhésion dans ce cas peut être considérée comme un ancrage mécanique à l'échelle moléculaire [HEITLER, 1966].

### • Ancrage mécanique

Ce modèle proposé en premier par [MCBAIN et HOPKINS, 1925], souligne l'importance de l'aire de collage et de la rugosité des surfaces. Il explique bien les cas d'adhésion sur des substances poreuses et/ou rugueuses. Plus la surface est rugueuse plus l'ancrage est important, ce qui est logique puisque la surface déployée est plus importante dans le cas des surfaces rugueuses que chez les surfaces lisses [COGNARD, 2002]. Récemment les travaux de [DE MOURA et HERNANDEZ, 2006] ont montré, dans le cas du bois de l'érable à sucre, que le vernis adhéré mieux sur les surfaces rugueuses. Mais comme tous les autres modèles, celui-ci a ses limites : il faut que la colle soit suffisamment fluide pour couvrir l'ensemble de la surface déployée. Dans ce cas la viscosité de l'adhésif joue un rôle primordiale dans l'adhésion : plus le liquide est visqueux plus il devient difficile de mouiller la surface [PIZZI et MITTAL, 2003]. [GENT et SCHULTZ, 1972] et [WAKE, 1982] ont proposé que l'effet de l'ancrage mécanique et l'effet des interactions élémentaires soient à prendre comme des facteurs multiplicateurs pour l'estimation de l'énergie de rupture des joints solides (G). Cela suppose que pour avoir un haut niveau d'adhésion il faudrait améliorer la topographie de la surface et les propriétés physicochimiques du substrat et de l'adhésif. Globalement cette théorie est limitée par la viscosité de l'adhésif mais pas seulement. Ainsi, pour une bonne adhésion d'après [HEITLER, 1966] et [COLLETT, 1979], l'adhésif à l'état liquide doit avoir une viscosité et une tension superficielle faibles.

#### 1.5.1.2. Modèle des interactions élémentaires

Ce modèle a l'intérêt de ne prendre en compte que les interactions qui contribuent à donner leur cohésion aux liquides et solides et par conséquence aussi bien aux adhésifs qu'aux substrats. L'idée ici est de supposer que tous les types de liaisons (métallique, chimique, intermoléculaire) sont susceptibles d'intervenir dans l'adhésion, mais pas avec la même probabilité [VILLENAVE, 2005] :

#### • Liaison métallique (liaison forte)

Ses liaisons concernent les associations métal-métal. Dans le cas des métaux, les électrons de valence ne sont pas liés à un atome déterminé, mais délocalisés. La liaison métallique correspond à une structure d'ions positifs noyés dans un gaz d'électrons. Son énergie est comprise entre 100 et 400 kJ/mole. Son intervalle d'interaction est de 0.26 à 0.30 nm. Elle agit de manière isotrope dans toutes les directions de l'espace [DARQUE-CERETTI et FELDER, 2003].

Bien sûr, une structure métallique ne peut pas être comparée à un polymère tel que le bois, mais il n'est pas aberrant de considérer la soudure du cuivre à l'étain comme un collage par adhésif « thermofusible » [VILLENAVE, 2005].

#### • Liaisons Chimiques « interatomique » ou intramoléculaire (liaisons fortes)

Elles résultent d'échanges ou de partages d'électrons entre deux atomes. On distingue deux types :

#### - Liaison ionique

La liaison ionique résulte de l'association d'ions positifs (cations) et d'ions négatifs (anions). La somme des interactions cations/anions donne l'énergie électrostatique à la base du modèle d'adhésion électrique. L'énergie électrostatique d'un anion pour un cation vaut de 600 à 1000 kJ/mole.

## - liaison covalente

Une forte liaison résultant de la mise en commun des électrons par deux atomes. Elle vaut aussi de 600 à 1000 kJ/mole (exemple de substances covalentes : diamant, Ge, Si). Ces liaisons peuvent être très importantes pour l'adhésion dans le domaine du bois car plusieurs constituants du bois et des adhésifs (les atomes C, N, O, Si, P et S) réagissent principalement avec des liaisons covalentes. Ces dernières se produisent entre les groupes hydroxyles, carboxyles du substrat et des groupes fonctionnels d'un polymère comme les groupes époxy, nitrile [DARQUE-CERETTI et FELDER, 2003] et [PIZZI et MITTAL, 2003].

Dans le cas du bois, les polymères des parois cellulaires sont très riches en groupes hydroxyles (-OH) responsables du pouvoir hygroscopique du bois favorisants ainsi la réaction avec les agents chimiques lors de la modification chimique du bois [OHKOSHI, 1996]. Le remplacement des groupes hydroxyles du bois par des groupes moins hygroscopiques constitue d'après [STAMM, 1960] un des traitements (au côté des revêtements, du remplissage et du traitement thermique) utilisés pour limiter le gonflement et retrait du bois [GARCIA, 2005]. Cette opération de remplacement est connue sous le nom de « greffage chimique du bois » [CHAUMAT, 2006].

#### • Liaisons intermoléculaires (liaisons faibles)

Ces liaisons considérées comme réversibles, et malgré leur faible énergie, sont souvent les seules invoquées pour justifier l'adhésion [VILLENAVE, 2005]. Elles sont aussi à la base du modèle du mouillage des solides par les liquides (voir *paragraphe 1.4.3*).

#### - Liaison chimique : interactions acide-base (liaison hydrogène)

Elle correspond à la composante acido-basique de Lewis ( $\gamma_i^{AB}$ ) (voir *paragraphe 1.4.5*). Cette liaison est à part car à ce jour sa nature microscopique n'est pas connue. C'est dans l'eau que la manifestation de cette liaison est apparue et sa force de liaison est estimée entre 10 et 50 kJ/mole. Elle est très importante car elle permet de comprendre non seulement la cohésion de l'eau et celle des deux hélices de l'ADN, mais elle détermine la force d'interaction entre un milieu aqueux et des surfaces d'oxydes hydratés, l'adsorption de polymères et des groupements hydroxyles et d'une manière générale l'approche acido-basique de l'adhésion [DARQUE-CERETTI et FELDER, 2003].

#### - Liaisons physiques : interactions de Lifshitz-van der Waals (LW)

Elles correspondent à la composante dispersive de l'énergie de surface ou de la tension superficielle ( $\gamma_i^{LW}$ ). Il s'agit d'interactions attractives entre deux atomes ou groupes d'atomes neutres. Van der Waals avait découvert que les écarts à la loi des gaz parfait (PV = nRT ; P, pression, V, volume ; n, nombre de mole, R, constante de Boltzman, T, température) observés sur des liquides et des gaz non idéaux, étaient dus à des interactions « interatomiques » ou intermoléculaires non covalentes et non électrostatiques [VAN DER WAALS, 1873]. Ces interactions sont au nombre de trois [VILLENAVE, 2005] :

-les forces de London ou liaisons dispersives, souvent responsables de la cohésion des liquides apolaires et intrinsèquement très faibles (2 kJ/mole). Elles sont cependant capables par leur nombre d'assurer de fortes adhérences puisque qu'elles concernent tous les atomes des molécules (au total de l'ordre de 40 kJ/mole).

-Les forces d'orientation de Keesom, généralement considérées comme négligeables (10 kJ/mole) devant les interactions de London.

- les forces d'induction de Debye moins faibles (2kJ/mole) considérées comme négligeables devant les autres liaisons intermoléculaires.

En résumé, l'adhésion développée d'une opération de collage ou de revêtement du bois est la combinaison de plusieurs liaisons physico-chimiques : lors du contact adhésif/substrat, les liaisons LW s'établissent systématiquement. Viennent ensuite s'ajouter des liaisons chimiques acide-base s'il y a suffisamment d'absorbation des liaisons covalentes. Perdurant après le développement de la cohésion du joint, toutes ces liaisons constituent finalement les interactions joint-substrat.

L'intensité globale des liaisons est d'autant plus forte que la surface en contact est grande, ce qui peut être assuré en augmentant la rugosité de la surface [VILLENAVE, 2005], ce qui est en adéquation avec le modèle d'ancrage mécanique. La *figure 1-34* résume tous les phénomènes susceptibles de participer au collage suivant les principaux modèles d'adhésion. Le *tableau 1-12* récapitule les énergies selon les types de mécanismes développés lors de l'adhésion.



 Tableau 1-12. Approche énergétique des liaisons mises en jeu lors de l'adhésion ([VILLENAVE, 2005] et

 [DARQUE-CERETTI et FELDER, 2003])

	Energie en kJ/mole				
Liaisons « interatomique »	Ion	iique	de 600 à 1000		
	Cov	alente	de 600 à 1000		
	Méta	allique	de 100 à 400		
Liaisons intermoléculaires (faibles)	Lifshitz-van der	London	40		
	Waals $\gamma_{.}^{LW}$	Keesom	10		
		Debye	2		
	acide-t	pase $\gamma_i^{AB}$	de 10 à 50		

## **1.5.2.** Finition du bois

Comme nous l'avons évoqué brièvement dans le paragraphe précédent, le revêtement de finition est l'un des traitements physico-chimiques du bois (et des composites à base de bois) utilisés pour réduire ses changements dimensionnels en limitant les échanges entre le bois et l'atmosphère [ROUX, 1991]. La finition permet aussi de protéger le bois des rayonnements solaires responsables de sa « photodégradation » [ESTRADA, 1958], [GRELIER *et al.* 2000], d'améliorer l'aspect esthétique visuel et le touché du bois [ROUX et ANGUETIL, 1994], de protéger l'intégrité mécanique de la surface et d'améliorer l'entretien des surfaces. Dans ce travail nous nous concentrerons sur les finitions et plus précisément sur les lasures et les peintures à bases aqueuses.

#### **1.5.2.1.** Produits de finition dans le bois

Dans le domaine des traitements de surface du bois on utilise : les vernis, les lasures, les égalisateurs de teinte, les impressions (ou primaires) et enfin les peintures [CHAMPETIER et RABATE, 1956], [CLIFFE, 1990], [HOADLEY, 2000], [TROUY-TRIBOULOT et TRIBOULOT <sup>b</sup>, 2001] et [CHAUMAT, 2006]. Notons que la plupart de ces produits ont un impact nocif sur l'environnement, car rares sont ceux qui existent en phase aqueuse [CLIFFE, 1990]. Ces produits contiennent souvent des matières grasses ainsi que des polymères de synthèses hydrophobes. Les meilleurs produits de préservation sont formulés à partir de polyuréthanes famille de polymères très appréciés pour leur bonne résistance à l'eau [HUTCHINGS *et al.* 1982], [MATSHUSHITA ELECTRIC WORKS, 1984], [PARK, 1999] et [HOADLEY, 2000].

Ces résines utilisées le plus souvent dans la confection des vernis et colles, nécessitent généralement l'utilisation de solvants organiques pour les rendre suffisamment fluides et favoriser leur accroche sur le bois. Les vernis avant tout transparents mettent bien en valeur le bois, ils sont flexibles et durs à la fois ce qui leurs confèrent une bonne résistance aux rayures. Par contre la rareté ou l'absence de pigments les rend particulièrement vulnérables aux rayonnements solaires qui accélèrent leur dégradation (principalement par écaillage) [ROUX, 1987] : même avec trois ou quatre couches des meilleurs des vernis, on ne peut espérer une tenue supérieure à trois ans sur un site exposé sud ou sud-ouest [TROUY-TRIBOULOT et TRIBOULOT <sup>b</sup>, 2001]. C'est pourquoi, ils sont le plus souvent utilisés pour les parquets et autres menuiseries intérieures [ROUX et ANGUETIL, 1994], [LEGO, 2000].

Le principal atout des lasures réside dans leurs modes de dégradation homogène et globalement sans écaillage. Il en existe trois sortes :

-Les lasures d'imprégnation à basse viscosité et à faible extrait sec (20 à 25%). Elles pénètrent légèrement dans le bois sans former de film visible en surface, ce qui limite leur rôle d'écran contre l'échange d'humidité du bois avec l'extérieur. Elles se dégradent assez vite, c'est pourquoi elles sont le plus souvent utilisées comme primaire : protection temporaire destinée à protéger l'ouvrage en bois le temps d'un chantier [ROUX, 1987].

-les lasures satinées (à haut extrait sec supérieure à 40%), elles forment dès l'application de la deuxième couche un film limitant mieux les variations dimensionnelles. En revanche, elles se dégradent parfois à la limite de l'écaillage sur le modèle des vernis.

- les lasure dite normales qui ont des qualités intermédiaires entre les extrêmes que constituent les lasures d'imprégnation et les satinées.

Les lasures résistent globalement mieux au rayonnement solaire grâce à leurs pigments, car elles ne s'écaillent presque pas. Elles sont très faciles à entretenir et elles contiennent généralement un agent fongicide et insecticide. Elles ne peuvent pas pour autant se substituer aux produits de préservation, mais pour toutes ses qualités elles sont très appréciées pour des applications extérieures [HOADLEY, 2000].

Les égalisateurs de teinte sont employés essentiellement en production industrielle pour uniformiser la teinte d'un ouvrage en bois. Comme pour les primaires, ils n'offrent qu'une protection temporaire de trois à six mois au maximum et doivent être recouverts par une finition. Ces produits sont généralement perméables à l'eau.

Les peintures sont généralement microporeuses et permettent la régulation des transferts d'humidité entre deux milieux de température et taux d'humidité différents. A ce titre elles sont très utilisées dans des ouvrages tels que les portes et les fenêtres. Les constituants communs à tous les types de peintures sont : les liants, les solvants, les pigments, les charges et les additifs. A ceux-ci s'ajoutent, pour les peintures en phase aqueuse, les agents de coalescence (hydro dissoluble), les agents de neutralisation et les agents de conservation en pot [ROUX et ANGUETIL, 1994]. La production des peintures en phase aqueuse ou à solvant aqueux, a augmenté de façon importante à partir des années 1970 pour les raisons énumérées précédemment. Dans le cas des peintures pour l'industrie du bâtiment, elles se distinguent, en plus, par une plus grande facilité d'emploi (peu d'odeurs, lavage à l'eau du matériel, séchage rapide) [ROUGIE, 2005]. Le *tableau 1-13* représente une comparaison entre les peintures à solvant aqueux et ceux à solvant organique.
Les difficultés majeures des produits en phase aqueuse sont dues à l'absorption de l'eau présente dans ces produits par le bois. En effet, pour avoir l'humidité voulue, on est contraint de sécher le bois fortement pour anticiper la reprise de l'humidité. De plus de l'eau peut générer des soulèvements de fibres [NEPVEU<sup>a</sup>, 1994], [WILLIAMS *et al.* 1996] [HOADLEY, 2000].

PROPRIÉTÉS	PEINTURE	S EN PHASE AQUEUSE		PEINTURES	
	Hydrod	Hydrodiluables			
NATURE	Émulsions	Dispersions colloïdales	solubles		
Propriétés physiques					
du llant Aspect	Onaque blanc	Translucida	lim	nide	
Diamètre des particules	0.1 à 1.0 µm	0.01 à 0.1 µm	< 0.0	01 um	
Masse moléculaire (d)	10 <sup>5</sup> à 10 <sup>6</sup>	2 x 10 <sup>4</sup> à 2 x 10 <sup>5</sup>	5 x 10 <sup>3</sup>	à 5 x 104	
Viscosité	Indépendante de	Partiellement	Directement		
	la masse moléculaire	dépendante de	dépend	lante de	
		la masse moléculaire	la masse	moléculaire	
Formulation Contrôle de la viscosité	Nécessité d'épaississant	Epaississement par tiers solvants	Visc fon de la molé	cosité ction masse culaire	
Dispersion des pigments	Difficile	Bonne	Exce	llente	
Extrait sec pondéral	Elevé	Moyen	Moyen	à faible	
Formulation	Complexe	Intermédiaire	Ai	sée	
Application Difficultés d'application	Nombreuses	Moyennement importantes	Peu imp	ortantes	
Formation du film	Coalescence	Coalescence et séchage physique	Séchage physique		

Les techniques d'application des finitions sont : le badigeonnage, la pulvérisation pneumatique et électrostatique, l'aspersion, le trempage, l'application au rideau, la filière à dépression, et l'utilisation des vernisseuses à rouleaux [CHAMPETIER et RABATE, 1956], [ROUX et ANGUETIL, 1994]. Comme nous visons dans ce travail l'emploi du bois de Douglas en extérieur, nous avons choisi de travailler avec les peintures et les lasures, les vernis étant déconseillés pour de tels emplois.

#### 1.5.2.2. Evaluation de l'adhérence des finitions

Rappelons que l'adhésion correspond à l'établissement d'interactions entre adhésif liquide et substrat solide. L'adhérence correspond à une situation ou un état solide, elle est fonction de l'énergie d'adhésion (Wa) mais aussi du comportement du revêtement sous une sollicitation imposée. A ce titre elle dépend à la fois de l'adhésion et de la cohésion du film de finition [PODGORSKI, 1993]. Rappelons qu'il est possible de prédire l'adhérence en analysant l'adhésion (ou le mouillage), nous distinguons deux cas :

- dans le cas des produits de finitions ou liquides qui sont fluides et s'évaporent facilement, il est préférable d'utiliser les angles de contact initiaux (ou instantanés après la dépose) au sens défini par [HERCZEG, 1965], [NGUYEN et JOHNS, 1978], [SHI et GARDNER, 2001] (< 5 secondes après dépose de la goutte) pour le calcul du travail d'adhésion via la *relation 1.9* définie précédemment ( $W_a = \gamma_{lv} (1 + \cos \theta_{eq}) + \pi_{sl}$ ). Ainsi, nous limitons les deux effets perturbateurs pour le calcul de Wa que sont : l'évaporation et l'absorption du liquide par le substrat en bois.

- dans le cas où les produits de finition ou les liquides sont visqueux et moins volatiles, il est intéressant d'introduire un nouveau critère K (voir *relation 1.24*) défini comme un indice de pénétration et d'étalement du liquide sur un substrat via le modèle proposé par [SHI et GARDNER, 2001]. En effet, nous avons indiqué précédemment que plus le liquide est visqueux moins il mouille la surface, parce qu'il a du mal à s'immiscer dans tous les interstices de la surface bois. Or la pénétration du liquide dans la surface est primordiale pour l'adhésion. En effet, [DE MEIJER et MILITZ, 2000], [DE MOURA et HERNANDEZ, 2006] ont montré qu'un meilleur mouillage et pénétration du liquide rimaient avec une meilleure adhésion et adhérence de la finition sur la surface bois. La *formule 1.24* modélise l'évolution de l'angle de contact  $\theta$  en fonction du temps (t) après la dépose de la goutte :

$$\theta = \frac{\theta_i \cdot \theta_e}{\theta_i + \left(\theta_e - \theta_i\right) \cdot \exp\left[K \cdot \left(\frac{\theta_e}{\theta_e - \theta_i}\right) \cdot t\right]}$$
(1.24)

Où  $\theta_i$  est l'angle de contact initial et  $\theta_e$  représente l'angle d'équilibre thermodynamique de la

goutte. La *figure 1-35* montre une simulation obtenue à partir de l'équation (1.24). Les calculs de K sont basés sur l'hypothèse d'une goutte dont l'angle de contact initial et d'équilibre sont respectivement  $80^\circ$  et  $30^\circ$ .

Plus K est grand, plus l'angle de contact à l'équilibre  $\theta_e$  est atteint rapidement, ce qui implique que le liquide s'étale et est rapidement absorbé par le bois.



K = 0 correspond à la théorie de Young (l'angle est statique) [SHI et GARDNER, 2001]. Ces derniers ont appliqué ce modèle à des surfaces de Douglas mouillées par deux résines (phénol-formaldéhyde et polymère diisocyanate de diphénylméthane (PMDI)). Ils ont trouvé pour les deux résines que l'angle de contact à l'équilibre de l'aubier était plus petit que celui du duramen. Ce qui accrédite la thèse que le duramen du Douglas est moins mouillable que son aubier plus poreux [WALINDER et JOHANSSON, 2001], [WALINDER et STRÖM, 2001] et [WALINDER, 2001].

Les méthodes d'évaluation de la tenue des revêtements, sont basées sur deux types d'essais qui peuvent être classées en deux familles : des essais de vieillissement et les essais mécaniques.

#### • Essais de vieillissement

Les essais de vieillissement servent à évaluer la durée de vie d'un traitement de finition ou la durabilité naturelle d'une essence.

Il existe deux types d'essais de vieillissement :

- Le vieillissement naturel : il consiste à exposer des éprouvettes peintes dans les conditions réelles de la pratique, le plus souvent simplement en les exposant aux intempéries. Les résultats donnés par ces essais sont décisifs, mais exigent un temps d'autan plus grand que les produits de finition sont de bonne qualité. Pour diminuer le facteur temps, il faut augmenter les autres facteurs d'où la naissance des essais de vieillissement accélérés [MEURICE et MEURICE, 1952] (*figure 1-36*).

- Le vieillissement accéléré : il consiste à reproduire l'effet des intempéries de manière accélérée. Plusieurs machines peuvent être utilisées pour faire vieillir les échantillons. Les plus utilisées sont : la roue de vieillissement initiée par Gardner en 1925 (*figure 1-37*) et les chambres climatiques [SCHUH et THEURER, 1934], [GARDNER, 1947] et [PATEL, 1991]. Globalement, ces essais peuvent accélérer de 5 à 20 fois le vieillissement naturel. Par exemple 6 semaines de vieillissement avec la roue Gardner présentent une dégradation équivalente à 2 ans de vieillissement naturel [BRENNAN et FEDOR, 1988].

La roue de Gardner fonctionne de la manière suivante : Les éprouvettes sont placées sur la roue, cette dernière tourne à vitesse constante, passant tour à tour devant des spots lumineux et dans un bac d'eau distillée.



Figure 1-36 Vieillissement naturel



Figure 1-37 Vieillissement artificiel

#### • Essais mécaniques d'arrachement ou « pull-off » :

Les essais mécaniques pour l'évaluation des revêtements sont souvent jumelés aux essais de vieillissement. Ainsi, la norme européenne NF EN ISO 2409 de novembre 1994 (ou son équivalent américain ASTM-D3359 de l'année 1997) par exemple évalue de manière empirique l'adhérence de la couche du revêtement soit à la couche précédente (en cas d'application de plusieurs couches), soit au substrat. Le principe est d'inciser la surface vernie ou peinte en effectuant un quadrillage, on place ensuite un adhésif qui sera arraché à la main (*figure 1-38*). Enfin l'interprétation des résultats se fait immédiatement après l'arrachage de l'adhésif



de manière qualitative. Le tableau 1-14 résume la classification des résultats.

Cependant, si l'on désire une mesure de l'adhérence, on utilisera d'autres méthodes d'arrachement du vernis décrites dans les normes **NF EN ISO 4624** de l'année 1978 (ou son équivalent américain **ASTM D4541** de l'année 1995). La différence principale avec la norme qualitative est que le tirage des rubans adhésifs (ou des pièces en métal collées sur le revêtement testé) se fait à l'aide de machines assurant une bonne répétabilité. Ainsi on obtient l'effort d'arrachement qui constitue une donnée quantitative plus objective.

Classification	Description	Surface de la partie quadrillée pour laquelle un écaillage s'est produit		
		(Exemple pour six incisions parallèles)		
0	Les bords des incisions sont parlaitement lisses; aucun des carrés du quadrillage ne s'est détaché.			
1	Détachement de petites écailles du revêtement aux intersec- tions des incisions, qui affecte environ 5 % de la partie quadrillée.			
2	Le revêtement s'est détaché le long des bords et/ou aux Intersections des incisions, et affecte nettement plus de 5 % jusqu'à environ 15 % de la partie quadrillée.			
3	Le revêtement s'est détaché le long des bords des incisions en partie ou en totalité en larges bandes et/ou s'est détaché en partie ou en totalité en divers endroits des quadrillages. Une surface quadrillée représentant nettement plus de 15 % jusqu'à environ 35 % est affectée.			
4	Le revêtement s'est détaché le long des bords des inclisions en larges bandes et/ou quelques carrés se sont détachés en partie ou en totalité. Une surface représentant nettement plus de 35 % jusqu'à environ 65 % est affectée.			
5	Tous les degrés d'écaillage qui ne peuvent pas être classés			

**Tableau 1-14.** Classification des résultats des arrachements du revêtement : extrait de la norme NF EN ISO2409 de novembre 1994

#### 1.5.3. Colles

Pour assurer des liaisons par collage, l'homme a d'abord cherché à tirer partie des produits que la nature mettait à sa disposition (blanc d'œuf, sang, extrait de poisson). Ce n'est qu'au XX<sup>ème</sup> siècle, avec la mise au point et l'essor rapide des adhésifs synthétiques, qu'au collage artisanal et aux tours de mains se sont substituées des techniques industrielles éprouvées, en constante évolution [ELBEZ, 2002]. Les types d'adhésifs utilisés dans le secteur du bois sont : les colles naturelles (les colles fortes et colles caséine), les colles aminoplastes ( urée-formol et mélamine urée-formol), les colles phénol-formol, les colles résorcine formol et résorcine-phénol-formol, les colles époxydes, les colles polyuréthannes (colles de contact en phase solvant, colles à deux composants, colles en phase aqueuse, colles « monocomposant » en phase liquide, colles « thermofusibles », colles mixtes époxy-polyuréthannes), les colles en dispersion aqueuse (colles vinyliques), les colles à base de caoutchoucs naturels et synthétiques (colles de caoutchouc régénéré, colles polychloroprènes), les colles thermofusibles et récemment les colles à base de tannins extraits du bois [ZANETTI, 2003]. Comme nous l'avons expliqué précédemment, aujourd'hui il existe des normes strictes pour limiter l'utilisation des colles à fort impact environnemental.

Ceci a pour principale conséquence l'apparition des nouvelles colles à solvants aqueux, les colles à bases de tannins et d'autres dérivés du bois comme la lignine [ZANETTI, 2003], [PIZZI et MITTAL, 2003].

#### **1.5.4.** Essais mécaniques de la tenue des colles

Pour évaluer la tenue d'une colle, en général on mesure l'adhérence d'un assemblage en mettant en œuvre un test de séparation des deux substrats de l'assemblage. Notons qu'il existe bien d'autres méthodes non destructives comme l'analyse ultrasonore, l'émission acoustique, la radiographie, l'interférométrie optique et l'inspection visuelle [SIMON, 2001]. Ces méthodes sont aussi valables pour l'évaluation de la tenue d'un film de protection au côté de l'essai de rayure [PIZZI et MITTAL, 2003]. Bien que ces méthodes non destructives permettent d'identifier des paramètres pouvant affecter la résistance intrinsèque de l'assemblage et de son vieillissement. Les essais les plus utilisés restent les essais de

séparations des substrats comme :
L'essai de pelage : un joint travaille en pelage lorsqu'au moins un des substrats est souple, et que la force d'arrachement est perpendiculaire au plan de collage (*figure 1-39 (a*)).

• L'essai de clivage : dans le cas d'un assemblage de deux matériaux rigides, le test de pelage n'est pas applicable. On utilise de clivage donc l'essai qui correspond à un essai de rupture en mode I, mode d'ouverture le plus contraignant pour un joint de colle (figure 1-39 (b)).



• L'essai de cisaillement ou joint à simple recouvrement : les joints collés sont supposés présenter leur meilleure tenue mécanique sous cisaillement car les contraintes sont reparties sur une grande surface. La *figure 1-39 (c)* représente un schéma de principe de cet essai.

Pour tester les colles structurales comme celles que nous avons choisi (MUF et PUR), il est conseillé d'utiliser les essais de cisaillement [COGNARD, 2002], [PIZZI et MITTAL, 2003] [COGNARD, 2005].

#### **1.6.** Conclusions et stratégie des essais

Le bois est un matériau composite naturel rugueux, microporeux et hygroscopique. Cela rend son usinage et sa préservation difficile comparativement à des matériaux isotropes comme les métaux. Le bois de douglas ne fait pas exception. En effet, il présente un comportement global à l'usinage assez comparable à celui des autres bois résineux. Mais sa très forte hétérogénéité de densité intra cerne et le fort taux de bois juvénile dû à sa croissance rapide constituent de sérieux handicaps. Cependant, sa durabilité naturelle surtout celle du duramen et ses caractéristiques mécaniques sont élevées. En plus, rappelons que le Douglas est une essence écologiquement peu exigeante. Il tolère une pluviométrie allant de 400 à plus de 3000 mm, résiste bien au froid et peut subsister sur presque tous les types de sols. Ces qualités font du bois de Douglas un bois très prometteur pour les années à venir à condition de l'usiner avec des paramètres optimisés.

Afin de produire des surfaces finies qui respectent les paramètres fonctionnels imposés, il est nécessaire tout d'abord de comprendre les phénomènes de formation des films adhésifs (films de protection ou colles). Puis de faire le lien avec les paramètres d'usinage. A notre connaissance, peu de recherches ont été menées pour explorer l'influence des paramètres d'usinage sur la mouillabilité des surfaces bois ([SINN *et al.* 2004], [DE MOURA, 2006] et [HERNANDEZ<sup>a et b</sup> et COOL, 2008] en font partie).

La caractérisation topographique des surfaces bois peut se faire avec plusieurs instruments. Celui qui semble le plus approprié pour le bois tendre sera de préférence un instrument de mesure sans contact (par exemple un perthomètre laser) pour ne pas écraser la surface biaisant ainsi les résultats de la rugosité. Pour la caractérisation physico-chimique un goniomètre basé sur la méthode de la goutte posée est très indiqué, surtout pour faire des études avec beaucoup de répétitions. Pour tester l'adhérence des produits de finition (système complet : trois couches ou plus), il est préférable d'utiliser l'essai mécanique d'arrachement de vernis (ou pull off) décrit dans les normes NF EN ISO 4624 de l'année 1978 ou son équivalent américain l'ASTM D4541 de l'année 1995. Rappelons qu'il permet d'obtenir l'effort d'arrachement du vernis ce qui constitue une donnée quantitative.

Dans notre cas nous avons pris le parti de réduire les temps du vieillissement à la roue Gardner en testant des assemblages à une seule couche de produit de finition. En effet, des assemblages en une couche nécessite une ou deux semaines de vieillissement à la roue Gardner, les finitions complètes en nécessitent 6 semaines. L'essai mécanique d'arrachement de vernis (ou pull off) n'étant pas adapté au système d'une seule couche de finition (surtout dans le cas des primaires d'imprégnation), nous utiliserons une méthodologie, qui sera expliquée dans le chapitre 4, basée entre autre sur l'essai de pelage (norme NF EN ISO 2409 de novembre 1994). Pour tester la tenue des colles nous utiliserons une méthodologie basée sur les normes NF EN 392 de mai 1995 et ASTM D905-03 qui sont basées sur l'essai de cisaillement du joint de colle.

Au vue de la littérature sur la mouillabilité, et pour identifier les critères influençant la réactivité des surfaces en bois de Douglas, nous avons choisi d'étudier en priorité l'influence des vitesses de coupe, des positions dans l'arbre (positions radiale et en hauteur) et du temps de stockage, sur la mouillabilité et l'énergie libre des surfaces bois usinées. L'étude se fera en trois parties, la première sera consacrée au défonçage et la deuxième traitera du ponçage. Viendront ensuite les essais de validation des résultats obtenus par la caractérisation par la mouillabilité et par la rugosité. C'est-à-dire, les essais de cisaillement du joint de colle, de vieillissement des traitements de finitions et d'observation MEB.

La caractérisation par la mouillabilité se fera de deux manières différentes:

- par la mouillabilité à partir d'angles à l'avancée au sens défini dans le chapitre de l'état de l'art, dans le but de comprendre la relation entre l'eau et le bois.
- par des essais de mouillabilité à partir d'angles à l'avancée et au recul, afin de faire le lien entre la mouillabilité, l'hétérogénéité chimique et la rugosité des surfaces bois.

Nous espérons que les résultats finaux apporteront non seulement des réponses scientifiques (la différence comportementale entre le bois juvénile et le bois adulte ; entre l'aubier et le duramen après usinage) mais aussi des résultats pratiques utiles pour l'industrie du bois (le choix des bonnes vitesses de coupe pour l'usinage du Douglas ; la durée maximale du stockage après usinage sans détérioration significative des caractéristiques physico-chimiques des surfaces).

Enfin nous avons pu constater que les mécanismes mis en jeu lors de la production des surfaces défoncées sont très différents de ceux du ponçage. C'est pourquoi, nous avons choisi de les présenter séparément.

La science consiste à oublier ce qu'on croit savoir, et la sagesse à ne pas s'en soucier. Charles Nodier L'expérience est le nom que chacun donne à ces erreurs. (Oscar Wilde)

# 2. Première partie expérimentale : analyse des surfaces défoncées

#### 2.1. Matériels et méthodes

#### 2.1.1. Matériaux bois : échantillonnage global

#### 2.1.1.1. Description de l'arbre du Douglas choisi

Afin de valoriser la ressource en bois des forêts bourguignonnes, nous avons choisi un arbre de Douglas issu du Morvan représentatif de la future récolte dans ces forêts à court et moyen terme (figure 2-1). Notre travail porte sur un seul et se veut être un référentiel. Il pourra être complété sur certains aspects à partir d'un échantillonnage en arbres élargi. Il s'agit d'un arbre d'une quarantaine d'années, de croissance assez rapide pendant les premières années de son existence (la largeur de cerne entre 10 et 15 mm) et présentant ensuite un ralentissement de la croissance (la largeur de cernes entre 5 et 2 mm) due à son entrée en concurrence avec ses vis-à-vis après une vingtaine d'années d'existence. La grume



Figure 2-1. Exemple d'exploitation forestière du Douglas dans le Morvan

principale a été débitée en scierie en 5 plots de 2 mètres de longueur composés, de plateaux de 60 mm d'épaisseur numérotés de 1 à 33. La moelle est bien centrée tout le long de la grume principale. Le défilement du fût est assez limité et régulier, en effet, le diamètre passe de 540 mm dans le billon (numéro 5) au bas de la grume principale à 470 mm à 10 mètres de hauteur. Cette transition se fait régulièrement, les mesures du diamètre ont montré que le défilement du fût est inférieur à 1%. Le nombre de plateaux par plots varie entre 6 et 7. Cet arbre contient très peu d'aubier à l'image des arbres de Douglas de 40 ans. En effet, l'épaisseur de l'aubier varie entre 40 mm en bas de la grume principale (à 50 cm du sol) dorénavant « bas de l'arbre » et 10 mm à 10 mètres de hauteur. La *figure 2-2* représente l'arbre de Douglas choisi. En vue d'une description complète de cet arbre (âge, densité en fonction des positions radiales et longitudinales, transition bois juvénile/bois adulte), un disque a été prélevé à la base de chacun des cinq billons.

La structure anatomique du bois présente une variabilité considérable, cette dernière influe sur les propriétés physiques du bois (densité, rétractibilité) et ses propriétés technologiques (propriétés mécaniques, aptitudes aux usinages et aux conditionnements) [NEPVEU <sup>b</sup>, 1994]. Il faut donc en tenir compte dans l'échantillonnage et être capable d'analyser les effets de ces variations sur la qualité des surfaces usinées.



Figure 2-2. Arbre de Douglas

#### 2.1.1.2. Analyse densitométrique

Les manipulations de la mesure de la densité ont été réalisées à l'aide d'un microdensitomètre par messieurs, Pierre GELHAYE et Frédéric MOTHE de l'équipe « Qualité du bois » du LERFoB, à l'Institut Nationale pour la Recherche Agronomique (INRA) de Nancy. La méthode de la microdensitométrie mise en œuvre par POLGE en 1966, est basée sur l'absorption du rayonnement X qui dépend de l'épaisseur et de la densité du matériau traversé. Il est connu que si l'épaisseur de l'échantillon est constante, le nombre des photons absorbés par le matériau est relié exponentiellement à sa densité selon la *relation 18* :

$$I = I_0 e^{-d} \tag{2.1}$$

Avec  $I_0$  est l'intensité des rayons X atteignant le spécimen étudié, I est l'intensité des rayons passant au travers et d sa densité. Dans la pratique, les éprouvettes prélevées des disques 4 et 5, sont découpées en barrettes de 2 mm avant d'être exposées au rayonnement X (7.5kV - 12mA).

La durée de l'exposition est de 4 heures ; la distance entre la source et les échantillons est de 2.5 m pour assurer une meilleure homogénéité du rayonnement. Le cliché radiographique ainsi produit est ensuite numérisé avant traitement informatique [POLGE <sup>(a)</sup>, 1664] [POLGE <sup>(c)</sup>, 1664], [POLGE, 1665], [POLGE, 1966] et [GELHAYE, 2007]. La *figure 2-3* représente un des clichés scannés du disque 5 (voir *annexe 8* pour les autres clichés)



Figure 2-3. Exemple d'un cliché radiographique depuis la moelle du Douglas choisi (disque 5)

Nous remarquons une croissance rapide pendant les premières années, puis un ralentissement progressif en fonction de l'âge. Afin d'établir un profil de densité le plus complet possible, il y a eu 20 mesures prises par cerne. La *figure 2-4* représente les deux profils mesurés sur les deux disques.



Figure 2-4. Evolution de la densité en fonction de l'âge depuis la moelle chez le Douglas

Notons que nous nous intéresserons dans cette thèse à **la densité du bois** via la mesure de sa masse volumique à l'état dit « sec à l'air ». Elle correspond au rapport entre la masse et le volume d'un échantillon conditionné à une teneur en eau voisine de 12% [NEPVEU<sup>b</sup>, 1994].

Nous constatons que les profils de densité se superposent presque parfaitement bien qu'ils soient issus deux disques 4 et 5, pris à 2 mètres d'intervalle (*figure 2-2*). Nous remarquons que la densité x 1000, varie globalement entre 200 (dans le bois initial) et 1100 (dans le bois final) et souvent dans le même cerne de manière assez importante (rapport de 1 à 5). Cela est conforme aux valeurs d'hétérogénéité classiquement observées sur le bois de Douglas. Dans ce cas nous parlons d'**anisotropie de largeur de cerne** entre le bois de printemps et le bois d'été (*annexe 8*).

Pour une première estimation de la transition juvénile/adulte, il convient d'analyser le profil de la densité minimum du bois dans le cerne. Rappelons que c'est l'une des propriétés marqueurs de l'état juvénile chez les conifères (*figure 2-5*). Rappelons aussi que le bois chez les conifères change de nature souvent vers 15 ans et presque toujours avant 20 ans [POLGE<sup>(b)</sup>, 1964] et [BENDTSEN, 1978].



Figure 2-5. Profils de la densité (minimum, maximum et moyenne)

Notons en préambule que la densité moyenne de cet arbre est de 0.435, finalement similaire aux valeurs de densité du Douglas présentés dans le *tableau 1-1* du Chapitre 1.

Nous remarquons que la densité minimale est relativement élevée à proximité immédiate de la moelle, qu'elle diminue par la suite et passe par un minimum au cerne 4 avant d'augmenter au cerne 7. Cette variation (c'est-à-dire, diminution suivie d'une augmentation) a été largement rapportée par plusieurs auteurs. Citons parmi eux, [NICHOLLS et DADSWELL, 1959], [WELLWOOD et SMITH, 1962] et [POLGE<sup>(b)</sup>, 1964].

En ce qui concerne le Douglas européen, [POLGE<sup>(b)</sup>, 1964] a observé une augmentation brutale de la densité du bois juvénile autour du cerne 9. Dans notre cas, nous remarquons au lieu de l'augmentation escomptée une baisse très nette au cerne 9. Puisque la taille des cernes 7, 8, 9 et 10 est presque similaire, cette baisse ne peut pas être imputée à la variation de la largeur des cernes. Cette faible densité tient peut être au fait que les années des cernes 9 et10 correspondent aux années 1975 et 1976, qui furent caractérisées par une grande sécheresse durant les mois d'été. Cela s'est traduit sur le plan ligneux par une faible production du bois d'été. Ceci explique aussi entre autres, la baisse constatée pour l'année 2003, année de la grande canicule. [POLGE<sup>(b)</sup>, 1964] a tenu le même raisonnement pour expliquer une baisse de densité observée sur 4 arbres de Douglas issus des Vosges, dans les cernes correspondants à l'année 1949, qui fut aussi caractérisée par une grande sécheresse. D'une manière générale, les variations de la densité sont souvent expliquées par les conditions climatiques. En effet, ces dernières affectent particulièrement la production du bois final et par conséquence la densité maximum du cerne. Ainsi les profils de densité intracerne sont des marqueurs de choix des conditions climatiques (xyloclimatologie) et des indicateurs intéressants pour la datation de pièces de bois (xylochronologie) [NEPVEU<sup>b</sup>, 1994]. Après le 10<sup>ème</sup> cerne la densité diminue progressivement avant d'augmenter brutalement à nouveau au niveau du 19<sup>ème</sup> cerne d'accroissement. Sachant que la largeur des cernes d'accroissement entre 16 et 21 est restée presque invariable, cela tend à prouver un changement de la nature du bois vers 19 ans. Ce que nous pouvons donc dire à ce stade de l'analyse, est que la limite du bois juvénile se trouve entre 10 et 19ans. Pour affiner l'identification de la transition juvénile/adulte, nous avons fait appel à une autre technique basée cette fois sur l'analyse de l'angle des microfibrilles (un autre « marqueur » de l'état juvénile).

#### 2.1.1.3. Mesure de l'angle des microfibrilles

Rappelons que du fait de l'angle important des microfibrilles, le bois juvénile est réputé moins performant sur le plan mécanique et plus contraignant à l'usinage en mode 90°-0° (état de surface détérioré). C'est pourquoi il est essentiel de déterminer sa limite avec le bois adulte dans le cas de notre arbre. Les mesures de l'angle des microfibrilles  $\alpha$  ont été réalisées par Madame Giuseppina Di GIULIO du laboratoire DISTAF qui fait partie de l'équipe du Professeur Marco FIORAVANTI basée à l'Université de Florence en Italie.

Dans cette étude l'observation a été faite à l'aide du système de mesure LEICA Q500, composé d'un microscope optique et d'un système de traitement d'images. Cette observation est rendue possible, grâce à la méthode établie en 1985 par SENFT et BENDTSEN [SENFT et BENDTSEN, 1985]. Cette méthodologie consiste à faire subir aux échantillons, au moins deux cycles de mouillage et de séchage. Généralement, les échantillons sont de faibles dimensions autour de  $5mm \times 10mm \times 10mm$  respectivement dans les directions radiale, tangentielle et longitudinale. Le but recherché par les cycles de sollicitations est de produire des ruptures le long des microfibrilles au niveau de la sous-couche S<sub>2</sub>. On y prélève ensuite une couche mince d'une quinzaine de micromètres qu'on colorie avant l'observation au microscope. On obtient ainsi par lecture directe, la valeur de l'angle des microfibrilles.

Pour notre arbre ont été réalisés : 10 cycles de sollicitations et 30 mesures par cerne d'accroissement de 1 jusqu'à 30 ans. Rappelons que la transition bois juvénile/bois adulte se produit dans le cas du Douglas généralement pas plus tard que 20 ans. La *figure 2-6* présente la mesure de l'angle des microfibrilles en fonction de l'âge à deux hauteurs : au bas de l'arbre (disque 5) et à 2 mètres (disque 4). Chaque point de la *figure 2-6* représente une moyenne sur 30 valeurs d'angle des microfibrilles, et les barres représentent l'écart-type de la moyenne.



#### Figure 2-6. Angle des microfibrilles en fonction de l'âge de l'arbre de Douglas

Nous remarquons pour le disque 4, que l'angle des microfibrilles est très important jusqu'à 9 ans (entre 29° et 20°). De 12 ans à 15 ans nous constatons une stabilisation autour de 14°, puis une faible diminution à 12° vers 20 ans. Enfin, entre 20 et 30 ans l'angle est stable autour de 12°. L'évolution de l'angle des microfibrilles pour le disque 5 est globalement similaire à celle du disque 4.

Jusqu'à 6 ans l'angle varie entre  $31^{\circ}$  et  $26^{\circ}$ , puis se stabilise entre 12 et 15 ans à  $24^{\circ}$ , ensuite diminue vers 20 ans à  $20^{\circ}$  et reste stable jusqu'à 30 ans. La différence dans les angles des microfibrilles du bois adulte entre les deux disques ( $12^{\circ}$  pour le disque 4 et  $20^{\circ}$  pour le disque  $20^{\circ}$ ) peut s'expliquer par la différence de la densité et par la présence de nœuds dans le disque 4. En effet, si on agrandit le profil complet de la densité nous retrouvons une légère différence et l'*annexe 8* montre la présence de cernes irréguliers dans le disque 4, ce qui perturbe sûrement aussi le fil du bois. D'autre part, Il semble que les valeurs de l'angle des microfibrilles relevées sur le disque 5 soit plus proches de celles retrouvées dans la littérature.

En effet, [WANG et al. 2001] ont montré que l'angle des microfibrilles chez le pin d'Oregon dans l'aubier adulte est en moyenne de  $20^{\circ} \pm 5.1$ . La figure 2-7 représente les profils agrandis au niveau du bois juvénile et du bois adulte. Nous remarquons qu'il y a un début de déphasage et de décalage dans le profil de la densité commençant au 6 ème cerne d'accroissement et continuant jusqu'au bout. La différence de rayons observée sur le profil agrandis du bois adulte illustre le défilement du fût sur 2 mètres et peut expliquer l'influence de la hauteur dans l'arbre sur certaines propriétés du bois explorées dans cette thèse.



En conclusion, la transition juvénile/adulte se produit dans notre arbre entre 15 et 20 ans d'après la *figure 2-6*; avant 10 ans nous sommes dans le bois juvénile et après 20 ans l'arbre ne produit plus que du bois adulte.

A la lumière de ces analyses, dans notre échantillonnage, nous avons purgé la partie correspondante aux cernes d'accroissement compris entre 10 et 20 ans, afin d'être sûre de la nature juvénile et adulte de nos échantillons.

#### 2.1.1.4. Humidité globale de travail

Les échantillons ont été stabilisés à 10% dans une chambre climatique et leur taux d'humidité absolue est ensuite vérifié avant chaque manipulation par l'humidimètre résistif HT 95 de chez GANN.

Les conditions du stockage (longue durée) font que les essais ont été réalisés avec des bois dont le taux d'humidité absolue avait quelque peu varié. Néanmoins nous avons fait une vérification basée sur la méthode de la double pesée à la fin des manipulations nécessitant une longue durée de stockage des échantillons usinés. Les éprouvettes sont pesées avant chaque manipulation, puis après séchage à 0% de taux d'humidité absolue. La teneur en eau du bois au moment de la mesure de la mouillabilité est obtenue dans ce cas via la *formule* 19:

$$* X(\%) = \frac{poids \ total - poids \ anhydre}{poids \ anhydre} \times 100$$
(2.2)

\*Humidité absolue du bois exprimée en %. Le bois anhydre est par convention celui qui est obtenu après un séjour en étuve sèche à 103-105°C jusqu'à stabilisation du bois [PERRE, 1994]. Les résultats de la vérification ont montré que le taux d'humidité des échantillons stocké longuement était en moyenne de 10.1% avec un écart type de 0.6.

Rappelons enfin qu'il a été démontré par [GINDL *et al.* 2006] que, l'exposition des surfaces en bois aux rayons Ultra-violets (UV) améliore leur mouillabilité. C'est pourquoi lors de toutes nos manipulations relatives à l'effet du stockage, les échantillons ont été conservés à l'abri de la lumière dans des boîtes.

#### 2.1.2. Défonçage

#### 2.1.2.1. Défonceuse RECORD1

Pour tous les essais du défonçage périphérique ou plus exactement du « contournage », nous avons utilisé la défonceuse 3 axes à commande numérique RECORD1 de la société SCM, un outil de la société GUILLEN et un montage d'usinage spécifique (*figure 2-8*). Ce dernier permet de limiter les dispersions dues à la mise et au maintien en position des éprouvettes lors des usinages.

La défonceuse est équipée d'un système de commande numérique de type NUM, programmable directement depuis l'ordinateur via l'application « Fabrication Assistée par Ordinateur » (FAO) du logiciel CATIA V5. Les plans d'ensemble du montage sont présentés dans l'*annexe 9*. Le cycle d'usinage est le suivant:

- Le brut présenté dans la *figure 2-8 (e)* est tout d'abord rafraîchi par une passe standard débauche de profondeur 2 mm.

- Ensuite vient la passe de finition (2mm d'épaisseur) aux paramètres d'usinage qui seront expliqués dans la suite (choix des paramètres du contournage).

- Entre chaque usinage de finition, une bande de 10 mm d'épaisseur est prélevée avec la scie circulaire.

- Enfin après chaque sciage nous faisons une passe de rafraîchissement à la raboteuse pour effacer les traces du sciage, le cycle d'usinage est maintenant terminé nous débutons un deuxième et ainsi de suite.



Figure 2-8. Défonceuse à commande numérique (a et b); outil et insert (c); montage d'usinage (d et e).

L'outil de la société GUILLEN a été développé spécialement pour permettre l'usinage avec un ou deux couteaux, de changer l'angle d'attaque ( $10^\circ$ ,  $25^\circ$ et  $35^\circ$ ) et autorise, grâce à son diamètre de 80 mm d'atteindre facilement des vitesses de coupe linéaire ( $V_c$ ) de l'ordre de 60 m/s ce qui nous permet de balayer ainsi tout le domaine des vitesses conventionnelles.

#### 2.1.2.2. Choix des paramètres de défonçage

Nous avons pris le parti dans cette thèse de fixer les paramètres de la géométrie de la coupe (angle d'attaque, angle de dépouille et la profondeur de passe), pour se placer dans des conditions de coupe permettant d'obtenir majoritairement des copeaux de type II en mode 90°-0°. C'est pourquoi, nous avons choisi une faible profondeur de passe  $a_p = 2 mm$ , assez courante en industrie [EFFNER, 1992] et [THOMPSON et al. 1999]. Il est connu que l'angle d'attaque optimum varie en fonction de l'essence du bois usinée. Selon [THOMPSON et al. 1998] qui ont analysé le processus de défonçage de 9 essences dont la densité varie entre 0.5 et 0.9, l'angle d'attaque idéal pour le défonçage du bois serait compris entre 20° et 25°. Puisque le porte-outil dont on dispose n'offre que trois possibilités (10°, 25° ou 35°), l'angle d'attaque de la plaquette a été fixé à 25°. Nous avons choisi une plaquette standard de chez LEITZ, en carbure de tungstène, de composition 98%*WC* + 2%*Co* et de dimensions 50mm×12mm×1.5mm. Son angle d'arête est de 55° et la dépouille a été réglée à 10°. L'usinage se fera en avalant afin de privilégié la qualité de la surface produite (moins d'éclats en fin de coupe) [COSTES, 2001], [EYMA, 2002]. Rappelons que l'usinage en avalant favorise l'usure de l'outil. Par conséquence, pour s'assurer dans notre cas de la faible influence de l'usure sur la qualité des surfaces usinées, une étude préliminaire a été menée en collaboration avec M. Hamid Aknouche de l'équipe « surfaces et matériaux » du LaBoMaP du CER de Cluny avec le même outil dans des conditions similaires. Notons, qu'il est connu que le recule de l'arête de coupe engendre une augmentation et une réorientation de l'effort de coupe et de ses composantes (tangentielle et normale) [KIVIMAA, 1950], [FRANZ, 1958]. L'annexe 10 illustre entre autres, les conséquences du recule d'arête sur les efforts de coupe. Notons que l'usure des outils de coupe suit généralement trois phases principales que sont : la phase de rodage, d'usure linéaire et de l'effondrement d'arête. Sachant que la phase de rodage est précédée par une phase de pré-rodage accompagnée le plus souvent par un recul rapide de l'arête de coupe avant de se stabiliser.

Notons aussi que la plus part des études de l'usure des outils de coupe destinés à l'usinage du bois sont menées sur du MDF (panneau de Fibres de Densité Moyenne) parce qu'il est plus homogène que le bois massif. D'où le manque de données concernant l'usure des outils de coupe dans le cas du bois massif. L'idée de notre étude préliminaire est d'identifier la phase de pré-rodage afin d'éviter la première zone d'effondrement rapide qui est déterminante pour la qualité de surface produite au début de la vie de l'outil de coupe. Cette étude a permis grâce aux analyses du recul de l'arête (matérialisé par le critère  $V_b$ ) et de l'évolution des efforts de coupe (matérialisée par  $\theta_w$ ) de situer la période du pré-rodage et du rodage de l'outil lors de l'usinage du bois massif en Pin d'Alep (un résineux plus riche en résines et en nœuds que le Douglas) respectivement a 200 et 850 m linéaires (*annexe 10*) [Aknouche *et al.* 2008]. Dans notre thèse la longueur totale usinée se situe autour de 100 m linéaires, l'outil utilisé a donc été pré-rodáge à 200 mètres afin d'éviter la première zone du pré-rodage.

Pour les paramètres machine (vitesse d'avance, fréquence de rotation de la broche) ont été réglés de manière à faire varier la vitesse de coupe entre 10 et 60 m/s (l'étendue des vitesses de coupe conventionnelles lors de l'usinage du bois sec) sans changer l'avance par dent pour ne tester que l'effet de la vitesse de coupe toutes choses égales par ailleurs. Comme nous visons des usinages de finition voir de superfinition (sans passer par le ponçage), l'avance par dent  $f_z$  est fixée à 0.83 mm/dent et l'épaisseur moyenne du copeau est de 0.13 mm. Le *tableau 2-1* donne une vision globale de tous les paramètres explorés lors de la préparation des surfaces défoncées. Nous avons utilisé essentiellement 20, 40 et 60 m/s, les vitesses 10 et 30 m/s ont été utilisées pour la campagne préliminaire des observations MEB.

Paramètres machine	Campag	ne prélimina	ire MEB	Autres campagnes contournage		
<b>V</b> ₅ m/min	600	600 1800 3600			2400	3600
V <sub>c</sub> m/s	10	30	60	20	40	60
<b>R</b> (m)	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
ω rad/s	250	750	1500	500	1000	1500
S tr/min	2389	7166	14331	4777	9554	14331
f <sub>z</sub> mm/dt	0.83	0.83	0.83	0.83	0.83	0.83
<b>e</b> <sub>m</sub> mm	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13
V <sub>f</sub> mm/min	1982	5947	11895	3965	7930	11895

Tableau 2-1. Paramètres du défonçage

### 2.1.3. Caractérisation topographique et physico-chimique des surfaces

#### 2.1.3.1. Mesures physico-chimiques : goniomètre DSA 100®

Le terme goniomètre désigne un appareil qui permet la mesure d'angles par observation visuelle de la goutte. Un goniomètre basé sur la méthode de la goutte posée, le DSA 100 de la société KRUSS est utilisé pour tous les essais de la mouillabilité. Ce goniomètre permet :

- de mesurer les angles de contact statiques et dynamiques,
- de calculer l'énergie de surface du bois,
- de mesurer la tension superficielle du liquide utilisé via la méthode de la goutte pendante.

Le principe de fonctionnement de cet appareil est le suivant : une goutte d'un certain volume est dosée puis déposée automatiquement sur un substrat grâce à une micro-seringue amovible pilotée par ordinateur. En même temps, une caméra (T1C CCD, de résolution 752×582) enregistre la scène. La *figure 2-9* représente le goniomètre utilisé ainsi que son schéma de principe. L'avantage principal de ce type d'appareil est sa capacité à suivre l'évolution de la goutte, grâce à son système d'acquisition et de traitement d'images (25 images par seconde), permettant ainsi l'étude dynamique de l'angle de contact.



Figure 2-9. Goniomètre KRUSS DSA 100

L'autre avantage important est la possibilité de sauvegarder toutes les manipulations sous forme de films, ce qui facilite grandement l'exploitation des données ensuite. Enfin, grâce au système de tilt de la caméra, cet appareil permet de suivre la progression de l'interface solide liquide entre la goutte et le substrat, assurant ainsi une meilleure extraction du profil de la goutte lors des essais de la mouillabilité.

Les paramètres géométriques de la goutte posée nécessaire au calcul de l'angle de contact sont rappelés dans la figure 2-10. Le logiciel « Drop Shape Analysis » (DSA), fourni avec le DSA100, permet l'exportation de ces paramètres et leurs traitements statistiques. Le traitement informatique de ces données permet de calculer d'une part l'énergie libre de surface  $\gamma_s$  et d'autre part la tension superficielle des liquides  $\gamma_1$ via la méthode de la goutte pendante. Rappelons la tension que



superficielle  $\gamma_l$  et l'angle de contact ( $\theta$ ) sont nécessaires pour calculer le travail de l'adhésion  $W_a$  afin de prédire l'adhésion d'un liquide sur un substrat (*formule 3 chapitre1*). Rappelons aussi que l'énergie libre de surface  $\gamma_s$  nous permet de quantifier l'aptitude d'un solide à recevoir un traitement liquide.

#### 2.1.3.2. Choix des paramètres de mesure de la mouillabilité

#### - Extraction du profil de la goutte

La surface en bois idéale pour la mesure de l'angle de contact est une surface débitée sur quartier. Pour avoir des gouttes les plus symétriques possibles, et par conséquence se rapprocher le plus possible de la théorie de la mouillabilité, les mesures sont faites parallèlement au fil du bois [LIPTAKOVA et KUDELA, 1994], [LIPTAKOVA et al. 1998]. Notons toutefois que cette méthode de mesure des angles de contact introduit un biais dû en plus de la variabilité du bois, à son hétérogénéité entre le bois de printemps et le bois d'été. En effet, la goutte n'étant jamais entièrement sur une seule nature de bois, plusieurs auteurs ont proposé de faire plusieurs mesures d'angle de contact (habituellement entre 5 et 30) sur la même surface de manière à moyenner cette influence [HERCZEG, 1965], [LIPTAKOVA et KUDELA, 1994], [MALDAS et KAMDEM, 1998], [MALDAS et KAMDEM, 1999] et [GINDL *et al.* 2001(a)]. Ce point sera discuté plus en détail dans la suite pour expliquer la dispersion des résultats des angles de contact. Notons que pour ce type de manipulation, un minimum de 5 gouttes est recommandé pour le bois par [HERCZEG, 1965].

Pour l'extraction du profil de la goutte à partir de l'image enregistrée, le logiciel Drop Shape Analysis (DSA) offre 4 méthodes dont deux intéressantes sur lesquelles il y a un large consensus dans le domaine du bois [WELLONS, 1980], [LIPTAKOVA et KUDELA, 1994], [LIPTAKOVA *et al.* 1998], [GINDL *et al.* 2001(a)] et [GINDL *et al.* 2001(b)] :

- La méthode de la tangente : on suit tout le profil de la goutte et on trace les tangentes au niveau des deux intersections (points triples) avec la ligne de base. On obtient ainsi deux valeurs d'angle de contact pour la même goutte. Cette méthode est conseillée dans le cas des gouttes asymétriques et pour les grandes valeurs de l'angle de contact (> 80°).

- La méthode du segment circulaire, on essaye de trouver l'arc du cercle qui correspond le mieux au profil réel de la goutte. Cette dernière méthode est conseillée pour les petites valeurs de l'angle de contact (< 30°). La *figure 2-11* compare ces différentes méthodes sur une même goutte dont l'angle de contact est de 57° (cette valeur été mesurée au rapporteur

sur une image imprimée à l'échelle). Nous remarquons, que les méthodes qui donnent les résultats les plus proches sont bien celles de la tangente et du segment. La méthode du segment circulaire et la plus proche des 57°, parce quelle est favorisée par la petitesse de l'angle de contact mesuré.

La méthode de la « hauteur/largeur » donne de très bons résultats sur les surfaces lisses réfléchissantes et non



poreuses, parce qu'elle se base en partie sur le reflet de la goutte (*figure 2-13*). Ce n'est pas le cas des surfaces bois, cette méthode ne sera pas donc détaillée dans ce travail de thèse.

En ce qui concerne la méthode de Young /Laplace, elle est utilisée pour l'extraction du profil de la goutte dans le cas de la méthode de la goutte pendante. La démarche expérimentale de cette dernière sera donc expliquée dans ce qui suit.

#### -Mesure de l'énergie de surface

En pratique, la mesure de l'énergie libre de surface se fait grâce au minimum à deux valeurs d'angles de contact obtenues à partir de deux liquides témoins. Pour une meilleure précision il est préconisé d'utiliser entre trois et cinq liquides. Nous avons choisi pour tous les manipulations de la mouillabilité, les trois liquides types les plus utilisés que sont le Diiodométhane, l'Ethylèneglycol et l'eau distillée (*tableau 1-8 page 47*). Le choix de ces liquides n'est pas innocent : l'eau est le plus puissant des solvants naturels (sa tension interfaciale et de 72.8 mN/m<sup>2</sup>), le Diiodométhane est purement dispersif et l'Ethylèneglycol est très visqueux.



Les liquides de références sont très facilement pollués par l'air ambiant ou plus exactement par les particules de poussières qui s'y trouvent et par bien d'autres agents. Le risque encouru par cette pollution est le changement de leurs tensions interfaciales ce qui introduit un biais dans les calculs des énergies de surfaces. C'est pourquoi, les valeurs des tensions interfaciales des liquides utilisés dans le cadre de cette thèse, sont systématiquement vérifiées par la méthode de la goutte pendante (*figure 2-12*). Cette vérification au préalable de la tension superficielle permet de réduire les erreurs de calculs des énergies de surfaces.

La démarche expérimentale est la suivante : nous faisons suspendre une goutte au bout d'une seringue de diamètre connu (habituellement  $\phi = 1.80mm$  comme ici), jusqu'à apercevoir une auréole en haut de la goutte suspendue, signifiant que la goutte est sur le point de tomber. L'échelle de la photo (nombre de pixels par mm) est ensuite déterminée à partir de deux

lignes de références (figure 2-12). Le calcul de la tension superficielle est ensuite réalisé à

partir du profil délimité par la ligne de référence en dessous de l'auréole de manière à éviter les effets perturbateurs du bord de la seringue. Notons aussi que nous avons utilisé une micro-seringue par liquide test pour éviter l'inter contamination entre ces derniers.

Lors de la mesure des angles de contact, l'effet de l'évaporation conjugué à celui de l'absorption rend l'acquisition des angles de contact difficile. [MUSZYNSKI et al. 2003] ont démontré que dans un air ambiant maintenu à 23°C avec un taux d'humidité de 55% (dans une chambre climatique intégré au goniomètre) lors de dépose de gouttelettes de tailles variables entre 3 et 6µl sur du MDF ciré (Medium density Board), la variation de l'angle de contact est essentiellement due à l'effet de l'évaporation après 20 secondes. Nous avons testé l'effet



de l'évaporation sur la variation des angles de contact, en suivant la variation de plusieurs gouttes d'eau déposées sur un substrat en polymère imperméable pendant 120 secondes (la température du local était de 22.5°C et le taux d'humidité relative de l'air était de 58%HR). La *figure 2-13* montre la progression observée sur l'une des gouttes testées.

C'est pourquoi le temps d'acquisition a été limité à 30 secondes pour l'eau et à 20 secondes pour le Diiodométhane et l'Ethylèneglycol puisque ceux-ci sont plus volatils.

Les analyses des résultats de la mouillabilité vont quant à elles être basées sur des angles de contacts mesurés lors des premiers instants de la vie de la goutte selon la procédure définie par [SHI et GARDNER, 2001] qui préconisent un temps < 5s afin d'éviter l'effet perturbateur de l'évaporation des gouttes et de l'absorbation due au pouvoir hygroscopique du bois. Dans notre cas pour plus de sécurité, le temps de référence sera de 1s, ce qui correspond généralement au premier état d'équilibre métastable de la goutte.

En résumé, afin d'éviter les autres effets perturbateurs de la mesure de l'angle de contact (effet de la pesanteur, agitation moléculaire, viscosité, évaporation de gouttelettes, absorption) pour se rapprocher de la théorie de la mouillabilité, nous avons pris lors des manipulations les précautions regroupées dans le *tableau 2-2*. La vitesse de dépose du diiodométhane est plus faible que celle de l'eau essentiellement pour ne pas induire de l'agitation moléculaire, car le diiodométhane est trois fois plus dense et deux fois plus visqueux que l'eau. En ce qui concerne l'éthylène-glycol, certes il est légèrement plus dense mais il est aussi 20 fois plus visqueux que l'eau. C'est pourquoi il fallait réduire aussi sa vitesse de dépose.

Nom du liquide	Vitesse de dépose (µl/min)	Volume de la goutte (µl)	Température ambiante (°C)	Temps d'acquisition (s)
Eau	20	3	20	<30
Diiodométhane	10	1.2	20	<20
Ethylèneglycol	10	1.1	20	<20

Tableau 2-2. Paramètres des essais de la mouillabilité

#### 2.1.3.3. Mesures topographiques : rugosimètre laser Mahr®

Le rugosimètre laser « Mahr Perthometer PRK » du Laboratoire Génie Mécanique de Toulouse III (LGMT site de l'IUT de Tarbes) a été utilisé pour les mesures de la rugosité (*figure 2-14*). Le capteur laser du perthomètre fonctionne selon le principe de focalisation dynamique d'un rayonnement infrarouge.

Ce dernier est produit par une diode laser et réuni en un faisceau lumineux et guidé vers l'objectif. Cet objectif focalise de manière à former un foyer de 2  $\mu$ m de diamètre à une distance de 10 mm de l'orifice de sortie. Un système de réglage en hauteur permet de positionner l'objectif de façon à ce que le rayon laser soit toujours focalisé correctement sur la surface [RAMANANANTOANDRO, 2005] et [KHAZAEIAN, 2006].



Figure 2-14. Rugosimètre laser Mahr ; reconstitution 3D d'une surface en bois

Le rugosimètre laser a été préféré aux autres systèmes de mesure de la rugosité disponible au centre de Cluny (rugosimètre mécanique à stylet et un profilomètre optique basé sur l'interférométrie), parce que nous disposons de plus de recul par rapport aux conditions optimales d'utilisation pour qualifier des surfaces bois et aux résultats obtenus avec ce dernier. En effet, la fiabilité des mesures réalisées par le rugosimètre laser « Mahr Perthometer PRK » a été prouvée par [RAMANANANTOANDRO, 2005]. L'auteur l'a comparé à une station de micro-mesure développée par STIL destinée à la numérisation 3D de la surface. Les résultats ont montré une corrélation parfaite entre les mesures obtenues à partir des deux appareils, à l'exception des paramètres  $(S_{ku})$ et  $S_{sk}$ ) [RAMANANANTOANDRO et al. 2005] et [KHAZAEIAN, 2006].

D'autres auteurs [KHAZAEIAN *et al.* 2005], ont défini un protocole de mesure sur le même appareil assorti de recommandations comme : le choix de la limite maximale du pas de mesure ( $\leq 0.2$ mm), le nombre de profils minimal (N=32), le cut-off maxi du filtre (2.5mm) et les dimensions minimales représentatives d'une surface bois (17.5 mm x 6mm). Le protocole de mesure choisi s'inspire donc directement des travaux réalisés par [RAMANANANTOANDRO, 2005] et [KHAZAEIAN *et al.* 2005].

#### 2.1.3.4. Choix des paramètres de mesure de la rugosité

Les paramètres fixés pour toutes les mesures de rugosité faites avec le rugosimètre laser sont :

- La surface d'acquisition est un carré de 17.5 mm de coté (dimensions définies comme représentative de toute la surface usinée).
- Le profil brut est filtré par un filtre gaussien passe-haut de « cut-off » de 300µm. Les pas d'acquisition choisis sont dix fois plus petit que le « cut-off » de manière à ne pas perdre des informations du profil brut et de voir un maximum de détails. Ils sont de 30µm (Δx = 30µm, Δy = 30µm). Ce qui fait un maillage de 583 lignes par 583 colonnes, soit au total 340277 points par surface scannée. Ce seuillage permet de concilier d'après [RAMANANANTOANDRO, 2005], la pertinence du résultat avec le temps d'acquisition qui peut être très long dès lors qu'on réduit le pas d'acquisition.
- La direction de mesure a été choisie au travers du fil du bois selon la norme [AFNOR, 1972] qui précise que dans le cas où l'état de surface présente une anisotropie, la direction de mesure doit être celle qui donne la valeur maximale de l'écart géométrique considéré (*figure 1-18*) [TRIBOULOT, 1984].

#### 2.1.3.5. Observation Microscopique : MEB JEOL JSM-5900LV ®

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) à vide relatif JEOL JSM-5900LV est utilisé pour observer les micro-endommagements causés par l'usinage au niveau cellulaire (*figure 2-15*). L'avantage de ce MEB est que grâce au vide relatif il est possible d'observer des échantillons en bois sans traitement préalable de métallisation et de déshydratation. En effet,

sans traitements préalables, les MEB classiques ne permettent pas l'acquisition d'images de bonne qualité sur une substance non métallique. On était obligé de recourir à des traitements onéreux, comme la projection d'une poudre d'or et autres métaux précieux.



Figure 2-15. (MEB) à vide relatif JEOL JSM-5900LV ; photos MEB d'une surface de douglas

#### 2.1.4. Echantillonnage

#### 2.1.4.1. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée »

Pour la campagne de défonçage nous avons choisi de ne travailler que sur le plateau n° 31 qui correspond au plateau central, majoritairement orienté en quartier, du billon du bas n°5 (figure 2-2, page 80). Les éprouvettes sont débitées en quartier pour les besoins de la mesure de la mouillabilité (mode de coupe 90°-0°). Les vitesses de coupe testées pour cette campagne ont été 20, 40 et 60 m/s. Après chaque opération d'usinage effectuée sur une surface de 320 (L) x 40 (TR), nous prélevons une bande parallélépipédique d'épaisseur 10 mm que nous découpons ensuite en 6 éprouvettes de dimensions 50x40x10 mm numérotées de 1 à 6 (figure 2-16). Chacune correspondant ensuite à un temps de stockage différent allant de moins d'une heure à 4 mois. Rappelons que pour avoir une valeur d'angle de contact représentative de la surface caractérisée, nous déposons sur chacune une dizaine de gouttes lors de chaque essai de mouillabilité. Notons que pour ce type de manipulation, un minimum de 5 gouttes est recommandé pour le bois par [HERCZEG, 1965]. Rappelons aussi que les angles de contact mesurés par la méthode dite « angle à l'avancée » au cours des premiers instants après sa dépose, traduisent les premiers états d'équilibre métastable de la goutte. Par conséquent, pour éviter les effets perturbateurs (évaporation, absorption), nous n'avons gardé qu'une seule mesure par goutte, celle correspondant au premier état métastable. Au total pour cette campagne, 216 éprouvettes ont été ainsi obtenues (2 positions radiales x 2 positions en hauteur x 3 vitesses de coupe x 6 temps de stockage x 3 liquides de références (*tableau 2-3*).

Temps de stockage (de quelques minutes à 4 mois)	Vitesse de coupe (20, 40 et 60 m/s)	Type de bois (aubier et duramen adulte)	Nombre d'échantillons	Nombre total des mesures de l'angle de contact		
6	3	2	3	2	216	2160

 Tableau 2-3. Variables explorées lors de la campagne de mouillabilité « angle à l'avancée » (défonçage)

Les éprouvettes ont été ensuite réparties en trois sous ensembles de 72 unités par liquide de référence (*figure 2-16*). Toutes les éprouvettes ont été pesées avant chaque caractérisation de mouillabilité, pour un contrôle plus fin du taux d'humidité du bois à la fin des essais. Le plan d'expérience de la campagne de défonçage mouillabilité dite « angle à l'avancée » est résumé dans la *figure 2-16*.

Le choix des paramètres lors de cette première campagne d'essais, traduit la volonté d'identifier un maximum de paramètres du processus de fabrication des surfaces bois influençant leur mouillabilité, afin d'établir un inventaire et une hiérarchisation de ces paramètres en fonction de leurs incidences sur le phénomène du mouillage.

Les manipulations permettent de tester, à la fois les effets de la position dans l'arbre (radiale et en hauteur), de la vitesse de coupe et du temps de stockage sur la mouillabilité des surfaces en bois de Douglas. La découpe des échantillons est parallèle à la moelle de manière à avoir plus ou moins les mêmes cernes d'accroissement quelque soit la position en hauteur. En ce qui concerne l'influence de la nature juvénile/adulte elle sera entre autres abordée dans la campagne d'essais traitant de la rugosité.



Figure 2-16. Plan d'expérience de la campagne de défonçage « mouillabilité angle à l'avancée »

### 2.1.4.2. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul »

Cette campagne a pour but de voir l'influence de la vitesse de coupe et du temps de stockage sur l'énergie de surface. C'est pourquoi nous limitons au maximum la variabilité du bois. Nous avons choisi de travailler sur le duramen parce qu'il représente généralement plus des 2/3 du bois dans un arbre de Douglas à un âge d'exploitabilité. Les échantillons sont tous issus du même plateau 31. La *figure 2-17* montre les emplacements exacts des différentes éprouvettes et la répartition du duramen et de l'aubier. Nous avons utilisé les mêmes paramètres de coupe que pour la campagne de défonçage précédente (*tableau 2-1 page 89*).



Figure 2-17. Répartition des échantillons des campagnes de défonçage (Plateau 31)

27 éprouvettes de dimensions 100x40x10, ont été débités sur quartier (3 liquides de référence x 3 vitesses de coupe x 3 temps de stockage). Le tableau 2-4 résume le plan d'expérience de cette campagne de défonçage. Il y a eu 10 gouttes par échantillon pour l'eau. Pour les deux autres le diiodométhane liquides et l'éthylèneglycol il est difficile d'obtenir 10 gouttes compte tenu de leurs dispersions rapides sur la surface du bois. Pour ces derniers le nombre de gouttes oscille alors entre 6 et 8.

Tableau 2-4. Plan d'expérience de la campagne de défonçage « angles à l'avancée et au recul » 2'\_1\_20 m/s 0 h 1\_1 EAU **1\_2 DIIO 1\_3 ETHY** 2\_1 EAU 2\_2 DIIO **2\_3 ETHY** 8 h 3\_1 EAU 3\_2 DIIO **3\_3 ETHY** 24 h 2'\_2\_40 m/s 0 h 1\_2 DIIO 1\_1 EAU **1\_3 ETHY** 2\_1 EAU 2\_2 DIIO **2\_3 ETHY** 8 h 3\_1 EAU 3\_2 DIIO **3\_3 ETHY** 24 h 2'\_3\_60 m/s 1\_1 EAU 0 h **1\_2 DIIO 1\_3 ETHY** 2\_1 EAU 2\_2 DIIO 2\_3 ETHY 8 h 3\_1 EAU **3\_2 DIIO 3\_3 ETHY** 24 h

#### 2.1.4.3. Campagne de mesure de la rugosité

En dehors des plateaux centraux n° 30 et 31, la partie occupée par l'aubier dans l'arbre de douglas (utilisé pour la présente thèse) est minime. C'est pourquoi pour les essais qui suivent les bruts en aubier ont été prélevés des plateaux 30 et 24. La *figure 2-18* représente l'échantillonnage des manipulations sur la rugosité.



Figure 2-18. Répartition des échantillons pour la campagne de la rugosité (surfaces défoncées).

Le brut (A\_1\_1) de dimensions 320x40x60 mm est ensuite débité en quartier trois fois successivement à 20, 40 et 60 m/s (*figure 2-19*). Entre chaque usinage effectué sur une surface de 320 (L) x 40 (TR), nous prélevons une bande parallélépipédique d'épaisseur 10 mm que nous découpons ensuite en 6 éprouvettes de dimensions 50x40x10 mm numérotées de 1 à 6 (*figure 2-19*). En résumé, chaque brut initial par exemple A\_1\_1 donne trois grandes éprouvettes de dimensions 320x40x10 mm et chacune de ces éprouvettes est ensuite découpée en 6 ce qui fait pour l'aubier 18 éprouvettes. L'opération est répétée pour les deux autres bruts (E\_2\_3 et E\_3\_3) ce qui fait au total pour la campagne de rugosité des surfaces défoncées 54 éprouvettes de dimensions 50x40x10 mm (3 positions radiales x 3 vitesses de coupe x 6 répétitions). La *figure 2-19* résume le plan d'expériences de la campagne de rugosité pour les surfaces défoncées.



#### 2.1.4.4. Campagne des observations MEB

Avant la réception de l'arbre de Douglas sur lequel a porté notre travail de thèse, une campagne préliminaire a été menée sur 24 éprouvettes de duramen issues d'autres planches de différents Douglas cultivés en Bourgogne. Son but était d'observer au MEB l'influence de la vitesse de coupe sur les micro-endommagements de la surface usinée.

Les éprouvettes étaient usinées en faux quartier (compromis anatomique entre le débit sur dosse et le débit sur quartier) à 10, 30 et 60m/s selon les mêmes modalités du défonçage résumées dans le *tableau 2-1*. Elles étaient ensuite réduites aux dimensions de 10x15x15mm pour être observées au MEB.

Après avoir reçu notre arbre, 12 autres éprouvettes issues du duramen juvénile (plateau 31) ont été usinées à 20, 40 et 60 m/s pour observer principalement l'influence du mouillage sur le soulèvement du fil.

#### 2.2. Résultats et discussions

Pour l'étude statistique de nos données, nous avons utilisé l'analyse de variance en régression multiple. Le tableau d'analyse de variance permet de tester si les variables explicatives agissent de façon significative ou non sur la variable dépendante. La contribution de chacune des variables explicatives est mesurée indépendamment des effets des autres variables [BAILLARGEON, 1995]. Cette méthode est plus connue sous les noms de l'analyse de variance multifactorielle ou l'ANOVA multifactorielle. Nous l'appellerons ainsi dans ce qui suit. Pour toutes nos études statistiques nous avons utilisé le logiciel STATGRAPHICS Plus 5.0.

Afin d'avoir une vision globale sur les résultats de la campagne de caractérisation des surfaces défoncées par la mesure de l'angle de contact à l'avancée, nous présentons dans le *tableau 2-5* la répartition au sens de l'ANOVA des points de mesure en fonction des variables explorées.

Paramètres explorés		Mouillabilité angle à l'avancée					
	Degré de liberté	Mouillabilité	(gouttes eau)	Energie de surface (gouttes eau, diiodométhane et éthylène-glycol)			
		Nombre de surfaces par degré de liberté	Nombre de valeurs d'angles de contact par degré de liberté	Nombre de surfaces par degré de liberté	Nombre de valeurs d'angles de contact par degré de liberté		
Position	Aubier	36	360	108	1080		
radiale Duramen		36	360	108	1080		
Position en hauteur	base de l'arbre	36	360	108	1080		
	1 mètre	36	360	108	1080		
Vitesses de coupe (m/s)	20	24	240	72	720		
	40	24	240	72	720		
	60	24	240	72	720		
	<10 min	12	120	36	360		
	4h	12	120	36	360		
Temps de stockage	24h	12	120	36	360		
	1semaine	12	120	36	360		
	1mois	12	120	36	360		
	4mois	12	120	36	360		

Tableau 2-5. Variables explorées lors des campagnes de caractérisation des surfaces défoncées

## 2.2.1. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée »

#### 2.2.1.1. Facteurs influençant la mouillabilité

Analysons dans un premier temps les données issues des angles de contact mesurés avec l'eau, favorisant ainsi l'analyse de la réaction du Douglas vis-à-vis des produits à solvants aqueux. Notons que généralement la mouillabilité sous-entend le rapport du bois à l'eau. Les autres données d'angles de contact au diiodométhane et à l'éthylène glycol seront analysées dans la partie traitant de l'énergie de surface du bois.

L'ANOVA multifactorielle présentée par le *tableau 2-6* résume l'étude statistique effectuée sur les 720 gouttes d'eau (*figure 2-16 page 99*).

#### Résumé de la procédure :

Variable à expliquer (variable dépendante) : Angle de contact à l'eau  $\theta$  en ° mesuré à 1s. Facteurs (variables explicatives) : temps de stockage ; vitesses de coupe ; type de bois (aubier et duramen) ; position en hauteur.

Nombre total de sujets : 720 (10 gouttes x 3 vitesses x 6 temps de stockage x 4 positions (2 radiales et 2 longitudinales)).

Tableau 2-6. L'ANOVA multifactorielle de l'angle de contact à l'eau	à 1seconde [OUTAHYON, 2007].
---	------------------------------

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	Ratio F	Probabilité	Effet significatif à <b>99,99%</b>		
Effets principaux								
A : vitesse de coupe	8408.22	2	4204.1100	35.8500	0.0000	*		
B : type de bois	36409.30	1	36409.3000	310.4500	0.0000	*		
C : position en hauteur	37030	1	37030.0000	315.7400	0.0000	*		
D : temps de stockage	349635	5	69927.0000	596.2400	0.0000	*		
	In	iteractions	entre facteurs					
AB	956.56	2	478.2790	4.0800	0.0174			
AC	3012.77	2	1506.3900	12.8400	0.0000	*		
AD	2693.05	10	269.3050	2.3000	0.0119			
BC	1403.34	1	1403.3400	11.9700	0.0005			
BD	957.92	5	191.5850	1.6300	0.1489			
CD	4062.38	5	812.4750	6.9300	0.0000	*		
ABC	5.22	2	2.6110	0.0200	0.9780			
ABD	1144.73	10	114.4730	0.9800	0.4629			
ACD	2476.29	10	247.6290	2.1100	0.0218			
BCD	3374.38	5	674.8750	5.7500	0.0000	*		
ABCD	1289.29	10	128.9290	1.1000	0.3600			
Résidu	75998	648	117,2810					
Total (Corrigé)	528856	719	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs					
Avant d'analyser le résultat du calcul proprement dit, rappelons quelques notions qui permettent de mieux lire et interpréter les tableaux de l'ANOVA :

- Les résultats doivent suivre une loi normale, un préalable pour la validité de l'ANOVA.

- La lecture d'un tableau ANOVA se fait de manière dégressive : à partir des interactions d'ordre supérieur jusqu'aux simples effets.

- Le tableau de l'ANOVA décompose la variabilité de l'angle de contact à l'eau en contributions dues aux divers facteurs.

- La contribution de chaque facteur est mesurée après élimination des effets des autres facteurs. Rappelons que la répartition des nombres de valeurs d'angles de contact par degré de liberté est résumée dans le *tableau 2-5*.

- Les valeurs des probabilités testent la signification statistique de chacun des facteurs. Si la valeur P est strictement inférieure à 0,0001, alors le facteur associé est significatif au niveau de confiance de 99,99 %. Autrement dit, il y a 0,01% de chance de considérer qu'un effet est significatif alors qu'il ne l'est pas réellement.

- L'intervalle de confiance est établi à partir des erreurs-type maximales.

- Les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne. Le ratio F (Fisher –Snedecor) permet de classer les effets en fonction de leur importance, ainsi nous sommes capables d'accorder plus ou moins d'importance aux effets.

- Les interactions triples et quadruples sont généralement négligées dans l'analyse des résultats issus des plans d'expérience, parce qu'elles n'expliquent que faiblement les résultats observés. Par ailleurs, négliger les interactions d'ordre supérieur à deux fait partie des hypothèses d'établissement des plans d'expérience [GOUPY, 1988] et [GOUPY, 1999].

Notons que nos résultats suivent globalement une loi normale centrée. Le *tableau 2-6* montre qu'il n' y a pas d'interaction quadruple et que 7 valeurs des probabilités sont inférieures à 0,0001 : une interaction triple BCD (F = 5,75), deux interactions doubles AC (F =12,84) et CD (F = 6, 93) et les quatre facteurs simples A (F = 35,85), B (F = 310,45), C (F = 315,74) et D (F = 596,24). Nous pouvons dire à ce stade que puisque **P<0,0001** les sept ont un effet statistiquement significatif sur l'angle de contact au niveau de confiance de **99,99 %**.

L'interaction triple BCD (F = 5,75; P<0,0001), nous suggère que les trois facteurs sont interdépendants, pour l'expliquer nous observons les interactions doubles issues de toutes les combinaisons possibles entre B, C et D : BC (F = 11,97; P = 0,0005), BD (F = 1,63; P = 0,1489) et CD (F = 6, 93; P<0,0001). Les résultats montrent que seule CD a un effet statistiquement significatif au niveau de confiance de 99,99 %.

Les interactions significatives au niveau de confiance de 99.99 % sont donc celles entre la position en hauteur d'une part et la vitesse de coupe, le temps de stockage d'autre part (*figure 2-20*). Avant de se lancer dans l'analyse approfondie des interactions statistiquement significatives, observons que leur influence est limitée pour expliquer les variations des moyennes des angles de contact. En effet, les ratios F des interactions sont très faibles devant ceux des effets simples sauf pour l'effet de la vitesse qui est du même ordre de grandeur.



Il suffit que les évolutions ne soient pas parallèles pour qu'il y ait interaction. Pour dire ensuite que cette interaction est significative ou pas au niveau de confiance de 99.99 %, il faut que la probabilité (*tableau 2-6*) soit inférieur à 0,0001. La courbe de l'interaction entre la hauteur et le temps de stockage montre que l'influence de la hauteur s'accentue avec l'augmentation du temps de stockage : si nous analysons séparément les trois premières lignes (les premières 24 heures de stockage) et les trois dernières lignes (correspondant à 1 semaine, 1 mois et 4 mois) séparément, nous dirons qu'il n'y a pas d'interaction puisqu'elles sont parallèles trois par trois. Mais si nous comparons les deux groupes de segments (G1 et G2) il est clair qu'ils ne sont pas parallèles. Nous pouvons supposer par conséquent qu'il se produit un phénomène au bout d'une semaine qui fait qu'il y a interaction entre la hauteur dans l'arbre et le temps de stockage. Nous verrons par la suite à quoi ce phénomène correspond, pour l'instant nous dirons qu'il y a deux effets principaux (le temps de stockage et la hauteur dans l'arbre) plus un effet d'interaction qualitative.

En ce qui concerne l'interaction entre la hauteur et la vitesse de coupe, elle a l'air de se produire entre les surfaces usinées à 20 et 40 m/s d'une part et celles usinées à 60 m/s. Cela tend à démontrer que les surfaces usinées à 60 m/s sont de nature différente que celles usinées à 20 ou 40 m/s. D'autre part la hauteur dans l'arbre réduit considérablement l'influence de la vitesse de coupe, elle passe du simple au double. Il sera intéressant de voir sur un échantillonnage réduit en hauteur si l'effet de la vitesse subsiste ou pas ce qui tranchera sur la réelle implication de la vitesse dans la mouillabilité des surfaces bois. En conclusion ici aussi nous pouvons dire qu'il y a deux effets principaux plus une interaction qualitative.

Dans ce qui suit, nous détaillerons l'effet de chacun des facteurs afin de voir dans quelle mesure ces facteurs influencent la mouillabilité des surfaces bois défoncées.

### 2.2.1.1.1. Influence du temps de stockage

La *figure 2-21* montre l'évolution de l'angle de contact à l'eau en fonction du temps stockage. L'ANOVA est habituellement associée à l'erreur type ( $\sigma_t$  ou S.E.), ce qui permet de mieux discriminer les différences entre les moyennes étudiées. Rappelons la relation entre l'écart et l'erreur type :

$$\sigma_t = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$
; avec n : nombre d'effectif étudié (2.3)

La relation montre que l'augmentation du nombre de l'effectif étudié engendre une réduction de l'erreur type d'où une meilleure discrimination des différences entre les moyennes. Par exemple dans ce premier cas, l'écart type ( $\sigma$  ou S.D.) maximal est de 19.5 et le nombre de mesures par temps de stockage est de 120 (*tableau 2-5*). Par conséquent, l'erreur type maximale est de 1.78. Par définition, la fiabilité des études statistiques est donc liée au nombre de répétitions des essais. Pour illustrer ce propos, la *figure 2-21* présente deux courbes représentant la même évolution de l'angle de contact en fonction du temps de stockage, une avec l'écart type individuel et l'autre avec l'erreur type individuelle (intervalle de confiance individuel de 99.99%). Notons que dans la suite de la thèse, nous avons opté pour présenter les courbes avec les écarts types pour illustrer l'influence de la variabilité et de l'hétérogénéité du bois sur les mesures de l'angle de contact.



*La figure 2-21* montre une augmentation importante de l'angle de contact en fonction du temps de stockage. La moyenne des angles mesurés sur des surfaces fraîchement usinées représente la moitié de celle mesurée sur des surfaces stockées 4 mois. En effet, l'angle de contact double dans ce laps de temps traduisant une dégradation importante de la mouillabilité du bois. Rappelons qu'on dira que le liquide est «mouillant fort » si l'angle de contact  $\theta \leq \frac{\pi}{2}$  et « mouillant faible » si  $\theta > \frac{\pi}{2}$ . Dans notre cas cette transition semble se produire autour d'une semaine de stockage. Nous pensons que cet effet est dû à l'oxydation de la surface avec le temps. Rappelons aussi que [GARDNER *et al.* 1991], [LIPTAKOVA *et al.* 1995], [LIPTAKOVA *et al.* 1996] et [GINDL *et al.* 2004] ont montré grâce à une analyse par spectrométrie par rayon-X (XPS) des surfaces vieillies, que le pourcentage du carbone augmente avec le temps tandis que celui de l'oxygène diminue, traduisant ainsi l'oxydation de la surface et diminuant sa mouillabilité.

Ce phénomène d'oxydation s'accompagne par une migration graduelle des extractibles vers la surface du bois et cette migration est accélérée si le bois est séché [HSE et KUO, 1988], [HANCOCK, 1963] et [STOKKE et GARDNER, 2003]. Pour mieux cerner ce phénomène, comparons en deux points nos résultats à ceux issus de la bibliographie :

**1.** Parmi les auteurs qui ont travaillé sur l'influence du temps de stockage sur la mouillabilité, [NGUYEN et JOHNS, 1978] sont les seuls à notre connaissance à avoir travaillé sur l'effet du vieillissement sur la mouillabilité du pin d'Oregon (le Douglas américain). Ils ont présenté leurs résultats sous forme de courbes (*figure 1-31 page 55*) en traçant le cosinus de l'angle de contact en fonction des heures de vieillissement. C'est pourquoi afin de comparer nos résultats aux leurs, nous avons converti la *figure 2-21* en cosinus  $\theta$ . Dans un premier temps nous comparons les temps de vieillissement que nous avons en commun à savoir <1 h, 4 et 24 heures, la *figure 2-22* illustre cette

comparaison.

Nous remarquons que les deux suivent une courbes tendance presque similaire. une chute brutale pendant les premières 4heures de vieillissement, puis une régression moins prononcée durant les vingt heures suivantes. Nous remarquons aussi en tous points que le cosinus de l'angle de contact mesuré sur le Douglas américain (pin d'Oregon) est



inférieur à celui mesuré sur le Douglas européen (Douglas). Rappelons que d'après [BOHEM et HORA, 1996] la différence entre la mouillabilité du Douglas européen et le pin d'Oregon est essentiellement due à leurs différentes densités. En effet, les auteurs ont stocké quelques semaines des échantillons débités sur quartier de pin d'Oregon et de Douglas (de densités moyennes respectives de 0.587 g/cm<sup>3</sup> et de 0.496 g/cm<sup>3</sup>) dans une chambre climatique réglée à 20°C et 65%HR. Les angles de contact mesurés dans ces conditions sur ces échantillons étaient de 59° soit un cosinus de 0.51 pour le Douglas et de 89° soit un cosinus 0.17 pour le pin d'Oregon. Ce qu'ils ont expliqué par la faible porosité du bois dense qui le rend moins absorbant.

En changeant l'échelle du temps linéaire en échelle logarithmique pour mieux visualiser les trois autres temps de stockage (1semaine, 1 mois et 4 mois), nous avons constaté que l'évolution du cosinus de l'angle de contact en fonction du temps de stockage se faisait de façon logarithmique.

Nous proposons dans la *figure 2-23* deux relations logarithmiques modélisant l'évolution cosinus ( $\theta$ ) et fonction du temps dans le cas des surfaces défoncées en pin d'Oregon et en Douglas. Evidemment avant de généraliser ces deux relations en modèles pour la prédiction du vieillissement des surfaces défoncées en pin d'Oregon et en Douglas, il faudrait faire plus d'essais sur des échantillons issus d'autres arbres. Néanmoins, ces deux relations constituent un premier pas dans ce sens et donne une idée sur l'évolution de la mouillabilité en fonction du temps.



Nous remarquons que les deux courbes du cosinus ( $\theta$ ) suivent une loi logarithmique, avec un coefficient de détermination de  $R^2 = 0.94$  dans le cas du Douglas et de  $R^2 = 0.99$  dans le cas

du pin d'Oregon. En d'autres termes, l'évolution du cosinus de l'angle de contact pendant les dix premières heures est aussi importante que pendant les 100 heures qui suivent. De la même manière pendant les 100 premières heures l'évolution du cosinus ( $\theta$ ) est aussi importante que pendant les 1000 heures qui suivent. Ceci implique que la dégradation de la mouillabilité est plus importante pendant les premières heures que pendant les jours qui suivent.

**2.** La dispersion observée dans nos résultats de mesure d'angle de contact par la méthode de la goutte sessile, est comparable à celle relevée dans la littérature (*tableau 2-8*). Les écarts types observés lors de nos essais varient de 13.3 pour la mesure faite sans stockage à 19.5 pour celle faite après une semaine de stockage, ce qui fait respectivement une variation de 23.86% et de 21.74% (*tableau 2-7*).

Temps de stockage	Angle de contact à l'eau en° (moyenne)	Ecart type	Coefficient de variation %
<10 min	55.7	13.3	23.86
4h	59.8	13.9	23.21
24h	63.5	14.0	21.98
1semaine	89.9	19.5	21.74
1mois	103.6	17.8	17.22
4mois	111.5	15.1	13.58

Tableau 2-7.	Evolution a	de l'angle de	contact à l'eau en	fonction du tem	ps de stockage	(ce travail)
1 0000000 - 71	<b>L</b> ronnin c		connact a t can ch	Jonenon an ien	ps ac stochage	

L'observation du coefficient de variation montre que la dispersion des mesures de l'angle de contact diminue avec l'augmentation du temps de stockage. Rappelons qu'il est connu qu'une surface bois est chimiquement hétérogène, et que sa chimie est dominée par les extractibles du bois notamment à cause de leur tendance à immigrer vers la surface [GRAY, 1962], [MALDAS et KAMDEM, 1998], [MALDAS et KAMDEM, 1999] et [STOKKE et GARDNER, 2003]. Nous supposons que la diminution de la variabilité traduit une tendance d'homogénéisation chimique de la surface avec le temps. En effet, plusieurs auteurs ont montré que l'augmentation du temps de stockage entraîne une augmentation de l'acidité des surfaces bois par oxydation de ces dernières [GARDNER et al. 1991], [LIPTAKOVA et al. 1995], [LIPTAKOVA et al. 1996] et [GINDL et al. 2004]. Ce point sera aussi discuté plus loin à la lumière des résultats des composantes acides et polaires de l'énergie de surface bois. En attendant, observons à travers l'étude menée par [MALDAS et KAMDEM, 1999] l'influence de la variabilité et de l'hétérogénéité du bois sur les mesures des angles de contact à l'eau. Le *tableau 2-8* résume une partie de leurs travaux concernant des cubes de 2.54cm de coté de pin jaune d'Alabama (pinus taeda ; essence proche du Douglas) débités sur quartier. Ils ont limité la variabilité du bois en prélevant tous les échantillons de la même planche, exempte de singularité, de dimensions 182x10x5cm. Les cernes étaient assez larges pour déposer une gouttelette de 8 µl sur le bois d'été sans déborder sur le bois de printemps et vice versa. Les échantillons étaient stabilisés à 10±2% d'humidité absolue avant chaque mesure d'angle de contact. Notons que dans notre cas le bois d'été est trop étroit pour faire de telles manipulations (mesurer les angles de contact du bois d'été sur des surfaces radiales).

Tableau 2-8. Evolution de l'angle de contact à l'eau en fonction des extractibles[MALDAS et KAMDEM, 1999]

Type de bois	Bois sans extraction (après stabilisation à 10±2%)		1 <sup>ère</sup> extraction toluène (	n à l'éthanol- 8heures)	2 <sup>ième</sup> extraction (8 he	on à l'éthanol ures)	3 <sup>ième</sup> extraction à l'eau distillée (2 heures)	
	Angle de contact °	Ecart type	Angle de contact °	Ecart type	Angle de contact °	Ecart type	Angle de contact °	Ecart type
Bois d'été	75.98	10.35	91.60	12.23	85.20	11.85	66.33	15.86
Bois de printemps	79.00	12.02	95.97	12.35	98.16	12.67	86.12	10.55

[MALDAS et KAMDEM, 1999] ont montré ainsi qu'après la première extraction à l'éthanol, les extractibles apolaires solubles dans le toluène (par exemple acides gras et résines) migraient vers la surface la rendant plus hydrophobe. La deuxième extraction avec l'éthanol, un solvant plus polaire que le mélange éthanol-toluène rend la surface probablement moins hydrophobe. Après la troisième extraction avec l'eau les angles de contact diminuent comparativement à ceux des extractions à l'éthanol et à l'étanol-toluène. L'enlèvement des extractibles solubles dans l'eau, rend la surface plus hydrophile. Notons que cette observation a été rapportée aussi par [MALDAS et KAMDEM, 1998] dans le cas de l'érable rouge. Ces travaux montrent qu'il sera intéressant dans notre cas d'analyser la composition chimique de la surface bois tout au long de son vieillissement. Ceci permettra entre autres de vérifier si la surface s'homogénéise ou pas.

En résumé, nous avons montré que la mouillabilité des surfaces défoncées est dégradée par leur vieillissement. Nous avons supposé que cette dégradation suit une loi logarithmique et qu'elle est accompagnée par une migration des extractibles vers la surface, nous verrons par la suite si ces résultats se recoupent avec ceux de l'étude de l'énergie de surface.

### 2.2.1.1.2. Influence du type du bois : aubier duramen

La *figure 2-24* montre l'effet de type de bois (aubier et duramen adulte) sur la mouillabilité des surfaces défoncées. Ici n est égale à 360 (*tableau 2-5*).

Nous remarquons que la moyenne des angles de contact de l'aubier est plus faible que celle du duramen adulte (l'écart type et l'erreur type sont respectivement égaux à 15.68° et à 0.82°). Nous pouvons dire avec réserve que l'aubier est moins hydrophobe



*Figure 2-24.* L'influence du type du bois sur la mouillabilité du bois de Douglas

que le duramen (l'écart type ici est du même ordre que la différence observée). La moyenne de l'aubier est autour de 73.55° tandis que celle du duramen est de 87.77°, soit une différence de 14.34°. Dans ce cas la variation des angles de contact entre le duramen et l'aubier ne peut être expliquée par leur densité (*figure 2-25*). En effet, l'aubier ayant une densité plus grande que le duramen en toute logique ce sont les moyennes des angles de contact de l'aubier qui devraient être plus grandes.

La *figure 2-25* montre les densités calculées pour les 72 échantillons utilisés pour cette partie de l'étude.

Rappelons que plusieurs auteurs dont [NGUYEN et JOHNS, 1979], [WALINDER et JOHANSSON, 2001], [WALINDER et STRÖM, 2001] et [WALINDER, 2002] ont montré dans le cas du bois résineux que le duramen est plus hydrophobe que l'aubier bien que ce dernier soit plus dense. Ils ont attribué cet



effet aux extractibles (résines en particuliers) présents en quantité plus importante dans le bois de cœur. De plus le duramen de Douglas est très peu perméable (niveau 4 ; *annexe 1*), ce qui peut participer à l'explication de cet effet. Ce point sera complété dans la partie traitant du travail d'adhésion. En résumé, la différence en mouillabilité entre l'aubier et le duramen est essentiellement due aux extractibles. Nous verrons dans la partie traitant de la rugosité si cette dernière n'explique pas aussi cet effet.

### 2.2.1.1.3. Influence de la position en hauteur dans l'arbre

La *figure 2-26* montre l'effet de la position en hauteur sur la mouillabilité des surfaces défoncées. Les angles de contact mesurés sur des échantillons extraits de la base de l'arbre sont plus faibles que ceux mesurés sur les échantillons prélevés à un mètre de hauteur. Cet effet est du même ordre que celui de la position radiale (aubier duramen). La moyenne de l'angle de contact à la base de l'arbre est de 73.49°, celle mesurée à un mètre de



mouillabilité du bois de Douglas

hauteur est de  $87.83^\circ$ , soit une différence de  $14.22^\circ$  (L'écart type et l'erreur type sont respectivement égaux à  $15.68^\circ$  et à  $0.82^\circ$ ; n est égal à 360 (*tableau 2-5*)).

Cet effet ne peut pas être expliqué par la densité car les échantillons prélevés en bas de l'arbre ont globalement les mêmes densités (0.45±0.02) que ceux prélevés à 1 mètre de hauteur (0.41±0.05). La *figure* 2-27 représente la densité des échantillons en fonction de leur position en hauteur. Notons aussi que le taux d'humidité est similaire, par conséquence il ne peut être à l'origine de la différence de mouillabilité du à



la position en hauteur. D'autre part, les échantillons sont prélevés dans le même cerne d'accroissement. Nous supposons donc que l'effet de la position en hauteur est dû aux extractibles ou à la nature du bois i.e. les cellules n'ont pas la même composition chimique.

L'autre point qui pourrait expliquer cet effet est la différence dans la vigueur d'accroissement constatée entre les échantillons prélevés en bas et à un mètre de hauteur (la taille des cernes d'accroissement varie de 3.95±0.15 mm en bas de l'arbre à 2.24±0.05 mm en position 4) : il est connu que l'angle des microfibrilles est plus important dans le bois de printemps que dans le bois d'été (dans le cas du pin d'Oregon le ratio entre les deux bois est de 0.33) [ERICKSON et ARIMA, 1974] et [WIMMER , 2002]. Plus le douglas pousse vite, plus il contient de bois de printemps et par conséquence plus son angle des microfibrilles est grand. Or nous avons évoqué précédemment dans le chapitre1, qu'un grand angle de microfibrilles favorise le sectionnement des fibres de bois lors de l'usinage et produit par conséquence une surface plus ouverte favorisant son mouillage. Quoi qu'il en soit dans les autres manipulations l'échantillonnage sera plus réduit du point de vue hauteur dans l'arbre pour éviter cet effet puisque nous visons en priorité l'amélioration du processus de préparation des surfaces bois.

### 2.2.1.1.4. Effet de la vitesse de coupe

La *figure 2-28* montre l'effet de la vitesse de coupe sur la mouillabilité des surfaces défoncées. Nous observons que l'augmentation de la vitesse de coupe entraîne la diminution des moyennes des angles de contact. Ces dernières varient entre 84.59° pour les surfaces usinées à 20m/s et 76.26° pour les surfaces défoncées à 60m/s. Soit une variation de 8.33° L'écart type et l'erreur type sont respectivement égaux à 19.21° et à 1.24°; n est égal à 240 (*tableau 2-5*)). Cet



effet peu prononcé, est peut être dû à la différence de rugosité entre les surfaces.

Il est connu que l'augmentation de la vitesse de coupe entraîne une augmentation de la rigidité du bois, le résultat est la production de surfaces plus lisses [OHTA et KAWASAKI, 1995]. Ce phénomène est connu sous le nom d'effet Maxwell. Pour l'expliciter, prenons l'image de la tondeuse à gazon : si nous imaginons que les couteaux de la tondeuse tournent lentement, ils ont tendance à coucher le gazon, à contrario si la vitesse est élevée le gazon est saisi et la coupe engendrée sera plus nette. Il peut être aussi illustré par plusieurs autres exemples de la vie courante comme le fauchage du blé. Rappelons qu'une surface préparée au microtome (découpée par une lame de rasoir) est plus hydrophile qu'une surface défoncée [LIPTAKOVA *et al.* 1995], [LIPTAKOVA *et al.* 1996], [GINDL <sup>b</sup> *et al.* 2001], [STEHR, 2001].

Par ailleurs, nous avons rapporté dans le chapitre 1 que l'augmentation de la température rend le bois hydrophobe, il se peut que la variation de la température engendrée par le changement de la vitesse de coupe soit à l'origine de cet effet. Si nous supposons que l'échauffement à 20 m/s est plus important que celui obtenu à 60 m/s, rappelons que nos conditions d'usinage sont particulières : nous n'utilisons qu'un seul couteau et l'augmentation de la vitesse de rotation a tendance à brasser de l'air refroidissant la surface usinée.

#### 2.2.1.2. Analyse du travail d'adhésion Wa

Rappelons que l'énergie d'adhésion Wa est l'énergie qu'il faut fournir au système liquide/solide séparation entre le pour obtenir une liquide et le solide  $(W_a = \gamma_{lv}(1 + \cos \theta_{eq}) + \pi_{sl})$ . Il peut être donc une très bonne approximation dans la prédiction de l'adhésion d'un liquide sur un substrat [DELLA VOLPE et al. 2002], surtout dans le cas où l'angle de contact  $\theta_{eq}$  est très supérieur à 0°. Rappelons aussi que les traitements visés dans notre thèse sont ceux à solvant aqueux que ce soit pour les colles ou pour les produits de finition. C'est pourquoi nous nous focaliserons sur le travail d'adhésion W<sub>a</sub> calculé pour l'interaction entre l'eau et le bois de Douglas. Nous avons expliqué précédemment que la pression d'étalement du liquide  $\pi_{sl}$  (difficilement quantifiable) est négligeable à cette condition. De plus, dans le cas des solides à faible énergie de surface tels que le bois, lorsque le liquide a une énergie de surface voisine de celle du solide, la pression d'étalement  $\pi_{ij}$  est proche de zéro ainsi le travail d'adhésion devient :

$$W_a = \gamma_{lv} (1 + \cos \theta_{eq}) \tag{2.4}$$

Rappelons que  $\theta_{eq}$  est l'angle de contact à l'équilibre thermodynamique de la goutte et que  $\gamma_{lv}$  est supposée constante pour tous les essais. Nous avons relevé dans la littérature deux options pour définir cet angle qui engagent deux évolutions du travail d'adhésion opposées :

**1.** [KAJITA et SKAAR, 1992], [MANTANIS et YOUNG, 1997], [WALINDER et STRÖM, 2001] et [WALINDER, 2002] en utilisant la méthode de Wilhelmy pour la mesure des angles de contact, ont supposé que  $\theta_{eq}$  était équivalent à l'angle de contact à l'avancée  $\theta_a$ , ce qui implique que la formule (2.4) devient :

$$W_a = \gamma_{lv} (1 + \cos \theta_a) \tag{2.5}$$

L'évolution du travail d'adhésion dans ce cas est l'opposé de celle des angles de contact et ce pour les quatre facteurs analysés précédemment (*tableau 2-9*).

**2.** [DELLA VOLPE *et al.* 2002] suggèrent que la *relation* 2.4 n'est pas applicable aux substrats réels et proposent d'appliquer le modèle de [FURMIDGE, 1962] basé sur l'angle à l'avancée ( $\theta_a$ ) et au recul ( $\theta_r$ ) (*relation* 2.6). Le travail d'adhésion devient dans ce cas :

$$W_a = \gamma_{lv} (\cos \theta_r - \cos \theta_a) \tag{2.6}$$

Ce modèle reste perfectible, néanmoins sa validité a été largement discutée et vérifiée entre autres par [PETRISSANS et CSCAPO, 2003] pour le glycérol dans le cas du MDF. Si nous admettons que l'angle au recul de l'eau sur le bois est nul (cos  $\theta_r=1$ ), alors le travail d'adhésion devient :

$$W_a = \gamma_{lv} (1 - \cos \theta_a) \tag{2.7}$$

L'évolution du travail d'adhésion dans ce cas est la même que celle des angles de contact et ce pour les quatre facteurs analysés précédemment (*tableau 2-9*).

Paramètres explorés	Degré de liberté	Effectifs par modalité (partie mouillabilité)	Angle de contact en°	Erreur type maxi	Travail d W <sub>a</sub> en ( selon Wa Str	d'adhésion (mN/m) /alinder et tröm		Travail d'adhésion W <sub>s</sub> spécifique en (mN/m) selon Mantanis et Young		
Position	Aubier	360	73.55	0.82	93.41		52.19		20.61	
radiale	Duramen	360	87.77	0.82	75.63		69.97	ĺ .	2.83	
Position en	base de l'arbre	360	73.49	0.82	93.49		52.11		20.69	
hauteur	1mètre	360	87.84	0.82	75.55		70.05		2.75	
	20	240	84.59	1.24	90.09		55.51		17.29	
Vitesses de coupe (m/s)	40	240	81.14	1.24	84.01		61.59		11.21	
•••• <b>P</b> • (••••)	60	240	76.26	1.24	79.67	×	65.93	/	6.87	×
	<10 min	120	55.74	1.78	113.79		31.81	1	40.99	
	4h	120	59.79	1.78	109.44		36.16		36.64	
Temps de	24h	120	63.51	1.78	105.27		40.33		32.47	
stockage	1semaine	120	89.88	1.78	72.95		72.65		0.15	
	1mois	120	103.58	1.78	55.71		89.89			
	4mois	120	111.54	1.78	46.08		99.52	'		•

Tableau 2-9. Evolutions du travail d'adhésion

Si nous optons pour la méthodologie de Walinder et Ström nous dirons :

-qu'il est plus facile de séparer une goutte d'eau d'une surface vieille de 4 mois que d'une surface fraîchement usinée,

-que dans le cas du Douglas l'aubier est plus hydrophile que le duramen,

-que le bois issu du bas de l'arbre est plus hydrophile que celui prélevé à 1 m de hauteur,

-enfin, que l'augmentation de la vitesse de coupe améliore la mouillabilité.

Supposons que nous optons pour le modèle de [FURMIDGE, 1962], nous dirons que le duramen du Douglas est plus hydrophile que son aubier. Or ceci est en contradiction avec les études de [KAJITA et SKAAR, 1992], [MANTANIS et YOUNG, 1997], [WALINDER et STRÖM, 2001] et [WALINDER, 2001].

En effet, rappelons qu'ils ont montré dans le cas du bois résineux que l'aubier est plus hydrophile que le duramen bien que ce dernier soit plus dense. Ils ont attribué cet effet aux extractibles présents en quantité plus importante dans le bois de cœur. Pour essayer de se rapprocher du phénomène réel [MANTANIS et YOUNG, 1997] ont corrélé le taux d'extractibles au travail d'adhésion spécifique à l'avancée défini par :

 $W_s = \gamma_{lv}(\cos\theta_a)$ 

La figure 2-29 montre l'évolution du travail d'adhésion spécifique en fonction du taux des extractibles à partir de l'aubier de quatre essences. La courbe montre que plus le taux des extractibles est élevé, moins est la mouillabilité à l'eau. Ces résultats concordent aussi avec les valeurs des énergies de surface de ces quatre essences de bois : l'épicéa, l'érable, le peuplier faux-tremble et le pin d'Oregon ont des énergies de surface



respectivement de 61.5, 56.6, 55.0 et 48.0 mN/m selon la méthode de Wu. Rappelons que plus l'énergie de surface est grande meilleure est la mouillabilité. Par ailleurs, la variabilité du taux des extractibles des résineux américains a été largement débattue que ce soit entre les espèces ou à l'intérieur d'un seul arbre. Les études montrent que le taux des extractibles est bien corrélé à la position radiale dans l'arbre :

- à l'échelle du cerne d'accroissement, pour l'aubier des pins jaunes d'Amérique le taux des extractibles est plus important dans le bois de printemps (5.1%) que dans le bois d'été (3.5%) [IFJU et LABOSKY<sup>a et b</sup>, 1972];

- à l'échelle du rayon, pour le pin d'Oregon le taux d'extractibles est plus important dans le bois de cœur (13.56±1.27%) que dans l'aubier (6.31±0.67) [ROWELL, 1984], [TAYLOR *et al.* 2003], [TAYLOR *et al.* 2008]. Rappelons aussi que le duramen du Douglas est moins imprenable que son aubier [TROUY-TRIBOULOT et TRIBOULOT <sup>b</sup>, 2001] (*annexe1*). C'est pourquoi, dans notre cas nous pencherons plus pour la méthodologie de Walinder et Ström, parce qu'elle semble plus logique pour expliquer la mouillabilité du bois de Douglas.

(2.7)

Cependant, notons que ce point nécessiterait des études plus approfondies, notamment pour quantifier l'impact de la pollution de l'eau (par les extractibles du bois de Douglas) sur l'évolution de la tension superficielle  $\gamma_{lv(eau)}$  lors des manipulations de mouillabilité. En effet,  $\gamma_{lv(eau)}$  est supposée constante alors qu'une fois en contact avec la surface de Douglas, la microgouttelette d'eau n'a peut être plus la même tension superficielle. L'équilibre thermodynamique relation décrit par la de Young serait dans cas : ce  $\gamma_{lv(eau \ polluée)} \cos \theta_{\acute{equilibre} \ m\acute{etastable}} = \gamma_{s(bois)} - \gamma_{sl(bois/eau \ polluée)}$ . Dans ce qui suit nous essayerons de quantifier l'énergie de surface du Douglas  $\gamma_{s(bois)}$  afin d'apporter quelques réponses à la problématique soulevée ci-dessus.

### **2.2.1.3.** Analyse de l'énergie de surface $\gamma_s$

Nous avions expliqué précédemment que l'énergie de surface était obtenue à partir d'au moins deux angles de contact issus de deux liquides différents. Rappelons que dans cette étude pour plus de sécurité nous avions utilisé trois liquides de référence (l'idéal étant compris entre 3 et 5 liquides). Donc pour les calculs des énergies de surface, nous avons mis en correspondance les angles de contact issus de l'eau avec les autres angles obtenus par le diiodométhane et l'éthylèneglycol comme expliqué dans la *figure 2-30*.



Figure 2-30. Plan d'expérience de la campagne de défonçage pour le calcul des énergies de surfaces

Les moyennes des angles de contact ainsi obtenus, sont résumées dans le tableau *annexe 11*. Nous avons ensuite calculé les énergies des surfaces à partir de ces moyennes en appliquant tour à tour aux mêmes trios d'angles de contact, les six modèles présentés dans le chapitre 1 (Zisman, Equation d'état (EOS), Fowkes, Owens-Wendt, Wu et Acido-basique). Le tableau *annexe 12* présente les résultats des calculs de l'énergie de surface du bois de Douglas obtenus par ces différentes méthodes. Rappelons qu'il existe un certain nombre de controverses concernant la validité des différentes approches pour calculer l'énergie libre de surface du bois et ses composantes dispersive et polaire à partir des angles de contact et la méthode la plus appropriée pour le bois n'est pas définie [GINDL <sup>a</sup> *et al.* 2001]. En plus de la bataille sémantique et le non respect des hypothèses de la théorie de Young, la méthode conseillée semble changer d'un auteur à l'autre au gré des essences étudiées.

Puisque qu'il n'y a pas eu à notre connaissance d'étude dédiée à déterminer la méthode la plus appropriée pour calculer l'énergie de surface du Douglas européen, nous proposons dans ce qui suit, une rapide étude comparative pour essayer de combler ce manque. Notons que les résultats obtenus via la mesure des angles de contact à l'eau seront l'une de nos références, d'une part parce qu'ils sont obtenus par une mesure directe tandis que l'énergie de surface est le résultat d'un calcul. D'autre part, la mesure des angles de contact à l'eau s'est faite en respectant presque toutes les hypothèses de la théorie de la mouillabilité. A contrario il a été plus difficile de mesurer les angles de contact au diiodométhane et surtout à l'éthylène glycol parce que nous avons été parfois à la limite des vitesses de dépôt et des volumes des microgouttes. En effet, l'absorption du bois de l'éthylène glycol était telle, que nous étions obligés d'utiliser parfois des gouttes de 1.3µl de volume et d'augmenter la vitesse de dépose à  $12\mu$ l/min, pouvant introduire un biais dans la mesure, à cause de l'agitation moléculaire. La démarche comparative ainsi que l'argumentaire pour le choix de la méthode préconisée dans le cas du Douglas est résumée dans l'*annexe* 13.

Dans le cas de l'utilisation de trois liquides de référence la méthode qui semble la plus appropriée est celle de Wu parce qu'elle offre plus de données que l'équation d'état. Si maintenant nous voulons analyser l'acidité des surfaces via ses composantes énergétiques il faudra utiliser la méthode acido-basique et de préférence avec plus de trois liquides de référence dans une atmosphère maîtrisée. C'est pourquoi nous utiliserons ces deux méthodes pour l'analyse des composantes polaire et dispersive et de l'acidité des surfaces en bois de douglas dans la partie suivante. Nous avons montré que les quatre facteurs (vitesse de coupe, position en hauteur, position radiale et temps de stockage) avaient un effet significatif sur l'énergie de la surface calculée selon la méthode de Wu des surfaces en bois de Douglas défoncées (*tableau 5 annexe 13*). Nous avons aussi abordé rapidement, lors du choix de la méthode de calcul de l'énergie de surface, l'influence de ces différents facteurs sur l'énergie de la surface  $\gamma_s$  (*annexe 14*). Nous présentons ici une analyse statistique plus approfondie des influences et interactions entre ces facteurs (*tableau 2-10*).

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	Ratio F	Probabilité	Effet significatif à <b>99%</b>		
		Effets p	rincipaux		<u>.</u>			
A : vitesse de coupe	138.1670	2	69.0837	13.88	0.0013	*		
B : type de bois	243.9470	1	243.9470	49.01	<0.0000	*		
C : position en hauteur	69.9153	1	69.9153	14.05	0.0038	*		
D : temps de stockage	4492.1900	5	898.4370	180.49	<0.0000	*		
	In	nteractions	entre facteurs					
AB	4.7423	2	2.3711	0.48	0.6344			
AC	68.3249	2	34.1625	6.86	0.0133			
AD	79.5926	10	7.9593	1.60	0.2356			
BC	46.5452	1	46.5452	9.35	0.0121			
BD	64.1342	5	12.8268	2.58	0.0951			
CD	20.3262	5	4.0653	0.82	0.5643			
ABC	26.6187	2	13.3094	2.67	0.1174			
ABD	27.5839	10	2.7584	0.55	0.8170			
ACD	24.5180	10	2.4518	0.49	0.8602			
BCD	61.7417	5	12.3483	2.48	0.1038			
Résidu	49.7778	10	4.9778					
Total (Corrigé)	5418.1200	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratiqu moyenne ; *effets significatifs					

**Tableau 2-10.** ANOVA multifactorielle de l'énergie de la surface  $\gamma_s$  (méthode de Wu).

Les résultats de l'analyse de l'énergie de surface donnent les mêmes résultats que ceux obtenus par l'analyse des angles de contact à l'eau, à une exception près : il n' y a pas d'interaction entre facteurs. Autrement, les quatre facteurs ont un effet statistiquement significatif sur l'énergie de surface au niveau de confiance de 99%. Notons qu'une variation dans l'énergie de surface même de quelques unités est importante : vu que l'échelle globale de l'énergie de la surface varie de 0 à 72.8 mN/m (le solvant naturel le plus puissant connu est l'eau avec 72.8 mN/m). Dans ce qui suit nous détaillerons l'effet de chacun de ces facteurs, sur l'énergie de surface du bois de Douglas.

### 1. L'influence du temps de stockage

L'évolution de l'énergie de surface en fonction du temps de stockage confirme que le vieillissement détériore la mouillabilité surfaces bois (*figure* 2-32 des (a)).Rappelons que plus l'énergie de surface est faible plus le solide est hydrophobe. D'après [VILLENAVE, 2005], l'évolution de l'énergie de surface d'un solide par rapport au temps est toujours dégressive (figure 2-31). En effet, la surface d'un solide tend après sa genèse à retrouver un équilibre stable avec le milieu environnant,



l'opération peut prendre plusieurs secondes des jours voire des années. Dans notre cas l'évolution de l'énergie de surface suit la même tendance (*figure 2-32 (b*)). Notons que pour mieux visualiser les points correspondants aux temps de stockage <10min, 4h et 24h, nous avons présenté les résultats des énergies de surface avec deux échelles différentes (*figure 2-32 (a) et (b)*). Rappelons que chaque point de la courbe est issu de trois moyennes, elles mêmes issues de 36 mesures d'angles de contact initiaux ; 12 mesures pour chacun des trois liquides de référence (*tableau 2-5 page 103*). L'étude de la variabilité de ces résultats montre qu'elle suit globalement la même tendance que celle des angles de contact à l'eau (*tableau 2-11*). En effet, la variabilité des résultats diminue avec le temps de vieillissement.



-	Tomps do	Angle de		Coefficient	Energie de		Coefficient
	stockage	contact à	Ecart type	de variation	surface en	Ecart type	de variation
	stockage	l'eau en°		%	mN/m		%
	<10 min	55.7	13.3	23.86	58.2	5.28	9.08
	4h	59.8	13.9	23.21	57.7	4.87	8.45
	24h	63.5	14.0	21.98	55.7	4.17	7.47
	1 semaine	89.9	19.5	21.74	47.7	2.17	4.55
	1mois	103.6	17.8	17.22	41.8	2.05	4.90
	4mois	111.5	15.1	13.58	38.0	2.07	5.46

 Tableau 2-11. Comparaison entre les évolutions de l'angle de contact et l'énergie de surface en fonction du temps de stockage

Ce qui pourrait accréditer la thèse, comme quoi la surface tend à s'homogénéiser chimiquement avec l'augmentation du temps de stockage. Rappelons que la valeur de l'énergie de surface (calculée avec le modèle de Wu) du pin d'Oregon trouvée dans la littérature était de 48 mN/m pour des échantillons non vieillis [NGUYEN et JOHNS, 1978] et [MANTANIS et YOUNG, 1997] (*tableau 1-9 page 48*). Le pin d'Oregon semble être plus hydrophobe que le Douglas européen. En effet, sans stockage ce dernier a une énergie de surface de 58.2 mN/m (*tableau 2-11*). L'analyse de l'énergie de surface semble confirmer les conclusions et hypothèses dressées pour expliquer les résultats des angles de contact en ce qui concerne le vieillissement des surfaces :

- le pin d'Oregon est plus hydrophobe que le Douglas européen et ce en grande partie à cause de leur différence de densité.

- l'augmentation du temps de stockage dégrade la mouillabilité des surfaces bois, cette dégradation se traduit par une augmentation de l'angle de contact à l'eau et une diminution de l'énergie de surface du bois.

### 2. L'influence du type de bois

L'effet du type de bois sur l'énergie de surface du bois de Douglas, semble confirmer la tendance observée sur les angles de contact à l'eau. Cependant, ici aussi les écarts types sont du même ordre que la différence observée. Nous dirons ici que le duramen du Douglas est plus hydrophobe que l'aubier. Mais pour en être plus sûr il sera intéressant de quantifier le taux des extractibles dans nos échantillons afin de



trancher sur l'origine de cet effet que nous supposons dû aux extractibles.

### 3 et 4. Les influences de la vitesse de coupe et de la hauteur dans l'arbre

Le *tableau 2-10* de l'ANOVA indique que les effets de la vitesse et de la position en hauteur sont significatifs au niveau de confiance de 99%. Cependant les deux ratios F (*tableau 2-10*) et les courbes (a) et (b) présentées dans la *figure 2-34*, montre que les différences observées sont très faibles par rapport aux dispersions des mesures. Nous pensons qu'elles traduisent de vraies tendances vu les précautions prises lors des essais et aussi parce qu'elles abondent dans le même sens que les résultats obtenus avec les angles de contact à l'eau. Mais pour l'instant nous dirons que ces derniers résultats sont à prendre avec plus de réserves.

Pour aider à éclaircir ce point, nous analyserons dans ce qui suit l'impact de chacun de ces facteurs sur les composantes polaire  $\gamma_s^p$  et dispersive  $\gamma_s^d$  de l'énergie de surface.



### bois de Douglas

## 2.2.1.3.1. Analyse des composantes polaire et dispersive de $\gamma_s$ calculées avec le modèle de Wu

Rappelons que  $\gamma_s = \gamma_s^d + \gamma_s^p$ , donc la contribution de l'une des composantes au total de l'énergie de surface peut être masquée par l'autre. C'est pourquoi il est indispensable de les dissocier pour mieux rendre compte des influences des différents facteurs. Le *tableau 2-12* résume l'ANOVA multifactorielle (avec interactions) effectuée sur la partie polaire de l'énergie de la surface obtenue selon la méthode de Wu.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	Ratio F	Probabilité	Effet significatif à <b>99%</b>				
		Effets p	rincipaux							
A : vitesse de coupe	53.9755	2	26.9878	13.63	0.0014	*				
B : type de bois	270.7850	1	270.7850	136.72	<0.0000	*				
C : position en hauteur	220.3950	1	220.3950	111.28	<0.0000	*				
D : temps de stockage	1637.1500	5	327.4310	165.32	<0.0000	*				
Interactions entre facteurs										
AB	8.5104	2	4.2552	2.15	0.1674					
AC	23.5805	2	11.7903	5.95	0.0198					
AD	25.3206	10	2.5321	1.28	0.3526					
BC	30.6936	1	30.6936	15.50	0.0028	*				
BD	60.4592	5	12.0918	6.11	0.0076	*				
CD	26.1940	5	5.2388	2.65	0.0894					
ABC	2.8991	2	1.4495	0.73	0.5051					
ABD	16.1415	10	1.6142	0.81	0.6237					
ACD	54.6725	10	5.4673	2.76	0.0624					
BCD	49.2611	5	9.8522	4.97	0.0151					
Résidu	19.8063	10	1.9806							
Total (Corrigé)	2499.8500	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs							

**Tableau 2-12.** ANOVA multifactorielle sur la composante polaire  $\gamma_s^p$  de l'énergie de surface (Wu)

Le *tableau 2-12* montre que 6 valeurs des probabilités sont strictement inférieures à 0,01 : deux interactions doubles BC (F =15.5) et BD (F = 6.11) et les quatre facteurs simples A (F = 13.63), B (F = 136.72), C (F = 111.28) et D (F = 165.32). Nous pouvons dire à ce stade puisque P<0,01 que les six ont un effet statistiquement significatif sur la composante polaire de l'énergie de surface au niveau de confiance de 99%. La *figure 2-35* présente les graphes des deux interactions doubles BC et BD.



Rappel des correspondances entre les numéros affectés aux différentes modalités des essais : Type de bois : 1 = aubier ; 2 = duramen adulte ; Position en hauteur en mm: 0<1<900 ; 1000<2<1900 Temps de stockage : 1 = <10 minutes ; 2 = 4h ; 3 = 24h ; 4 = 1 semaine ; 5 = 1 mois ; 6 = 4 mois. Figure 2-35. Courbes des interactions entre le type de bois, la vitesse de coupe et la position en hauteur ; analyse de la composante polaire de l'énergie de surface

La *figure 2-35 (a)* montre que l'aubier à une composante polaire plus forte que le duramen, que jusqu'à une semaine de stockage il n'y a pas d'interaction entre le temps de stockage et le type de bois pour expliquer l'évolution de la composante polaire de l'énergie de surface (les deux courbes de l'aubier et le duramen évoluent parallèlement). A partir d'une semaine nous observons un resserrement graduel des deux courbes. Ceci est peut être dû au faite qu'une semaine de stockage correspond au moment où la surface change de nature et devient hydrophobe. Cette première courbe nous apprend donc que l'effet du type du bois sur la composante polaire de l'énergie de surface est nivelé par celui du temps de stockage.

La *figure 2-35 (b)* montre aussi que l'aubier a une composante polaire plus grande que celle du duramen et précise que ce clivage est particulièrement vrai dans le cas du bois prélevé du bas de l'arbre. La *figure 2-36* présente les influences des 4 facteurs sur la composante polaire de l'énergie de surface obtenue selon la méthode de Wu.



La correspondance entre ces résultats et ceux de l'énergie de surface totale  $\gamma_s$  et l'importance des facteurs F du *tableau 2-12* laissent à penser que les 4 facteurs analysés n'affectent essentiellement que la partie polaire de l'énergie de la surface. En d'autres termes les évolutions constatées seraient essentiellement dues à la partie polaire de l'énergie de la surface. Notons qu'il a été démontré par [NYLAND *et al.* 1998] que les changements dans la composition chimique des résines influence la composante polaire (ou acido-basique) du travail d'adhésion entre l'eau et le bois, plus que la composante dispersive (ou de Lifshitz-Van der Waals). Cette hypothèse sera examinée par l'analyse de la partie dispersive présentée dans le *tableau 2-13*.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	Ratio F	Probabilité	Effet significatif à <b>99%</b>				
	·	Effets p	rincipaux							
A : vitesse de coupe	25,1153	2	12,5577	3,33	0,0778	*				
B : type de bois	1,4309	1	1,4309	0,38	0,5515	*				
C : position en hauteur	46,6739	1	46,6739	12,39	0,0055	*				
D : temps de stockage	777,6470	5	155,5290	41,29	<0,0000	*				
Interactions entre facteurs										
AB	17,6416	2	8,8208	2,34	0,1465					
AC	12,8476	2	6,4238	1,71	0,2306					
AD	119,5530	10	11,9553	3,17	0,0413					
BC	0,8559	1	0,8559	0,23	0,6439					
BD	206,6030	5	41,3205	10,97	0,0008	*				
CD	55,5823	5	11,1165	2,95	0,0684					
ABC	27,2137	2	13,6069	3,61	0,0660					
ABD	36,2968	10	3,6297	0,96	0,5229					
ACD	41,5333	10	4,1533	1,10	0,4402					
BCD	1,6501	5	0,3300	0,09	0,9925					
Résidu	37,6711	10	3,7671							
Total (Corrigé)	1408,3200	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratiq moyenne : *effets significatifs							

**Tableau 2-13.** ANOVA multifactorielle sur la composante dispersive  $\gamma_s^d$  de l'énergie de surface (Wu)

Le *tableau 2-13* montre que 3 valeurs des probabilités sont strictement inférieures à 0,01 : une interaction double BD (F = 10.97) et deux facteurs simples C (F = 12.39) et D (F = 41.29). Nous pouvons dire à ce stade puisque **P<0,01** que les trois ont un effet statistiquement significatif sur la composante dispersive de l'énergie de surface au niveau de confiance de **99%.** La *figure 2-37* présente le graphe de l'interaction double BD.

L'interaction entre le temps de stockage et le type de bois montre ici aussi que les courbes se croisent mais contrairement au premier cas les amplitudes entre l'aubier et le duramen changent. Ce qui prouve qu'il y a un effet d'interaction et que la composante dispersive de l'aubier est moins affectée par le temps de stockage que celle du duramen adulte. Nous pensons que ce comportement est dû à la migration des extractibles à la surface, ces derniers sont présents en plus grand nombre dans le duramen adulte. La *figure 2-38* illustre les influences des 4 facteurs sur la composante dispersive de l'énergie de surface.



différentes modalités des essais : Type de bois : 1 = aubier; 2 = duramen adulte.Hauteur en mm : 1 = quelques minutes, 2 = 4 heures, 3 = 1jour, 4 = 1 semaine, 5 = 1 mois et 6 = 4 mois

**Figure 2-37**. Courbes des interactions entre le type de bois et le temps de stockage (influence sur la composante dispersive de l'énergie de surface)





L'observation des graphiques *figure 2-38* confirme que l'évolution de l'énergie de la surface est principalement due à sa composante polaire. En effet, la composante dispersive perd 8 mN/m entre le moment où nous venons d'usiner et après quatre mois de stockage, la composante polaire quand à elle perd 12 mN/m. En ce qui concerne les autres influences elles sont exclusivement dues à la variation de la partie polaire. Nous remarquons aussi comme il a été rapporté par plusieurs auteurs ([HERCZEG, 1965], [NGUYEN et JOHNS, 1978] et [DE MEIJER *et al.* 2000]) que la composante dispersive (en moyenne est de 40.8 ± 3.6 mN/m) du bois du pin d'Oregon est très supérieure à sa composante polaire (en moyenne est de 9 ± 5.2 mN/m), ce qui confirme que le bois de Douglas à une tendance naturelle à être hydrophile. Cette répartition est la même d'après [GINDL et al. 2004] dans le cas de l'épicéa. En revanche, notons que ce n'est pas le cas de tous les résineux, cette tendance peut être inverse et dépend de l'essence étudiée, [LIPTAKOVA *et al.* 1998], [DE MEIJER et al. 2000] font partie des auteurs qui ont révélé des tendances opposées dans les composantes polaire et dispersives pour plusieurs essences de bois commerciales (feuillus et résineux) parmi elles : le sapin, le séquoia, le peuplier, le chêne rouge et l'érable.

### 2.2.1.3.2. Analyse des composantes acide et basique de $\gamma_s$

Pour rendre compte de l'acidité des surfaces en bois de Douglas, nous analyserons la composante dite « Acido-basique de Lewis  $\gamma_s^{AB}$  » (correspondante à la partie polaire  $\gamma_s^p$  de l'énergie de surface), issue de l'analyse faite par le modèle acido-basique dont les résultats sont montrés en *annexe 14*. Globalement, même si l'ANOVA présentée précédemment donnait que deux facteurs statistiquement significatifs (le type de bois et le temps de stockage), les tendances de toutes les influences des quatre facteurs sont similaires à celles obtenues par la méthode de Wu. La classification de l'ANOVA est donc sûrement influencée dans ce cas par la grande dispersion dans les mesures, mais nous remarquons bien en *annexe 14* qu'il y a des effets même pour la vitesse de coupe et la hauteur de l'arbre. La *figure 2-39* présente l'évolution de la composante acide de Lewis de l'énergie de surface  $\gamma_s^+$ . Rappelons que l'énergie de la surface selon la théorie acido-basique est la somme de la composante dite de Lifshitz-Van der Waals (correspondante à la composante dispersive  $\gamma_s^{d}$ ) et la composante acido-basique ( $\gamma_s = \gamma_s^{AB} + \gamma_s^{LW}$ ). Rappelons aussi que la composante acido-basique de Lewis est composée des paramètres donneurs et accepteurs d'électrons, respectivement  $\gamma_s^r$  et  $\gamma_s^*$  ( $\gamma_s^{AB} = 2\sqrt{\gamma_s^r + \gamma_s^r}$ ).

Par ailleurs, les résultats des composantes polaires et dispersives selon la méthode acidobasique évoluent de la même manière que celles issues de la méthode de Wu. La partie  $\gamma_s^{LW}$  (en moyenne est de 40.3 ± 12.8 mN/m) est supérieure à la partie  $\gamma_s^{AB}$  (en moyenne est de 0.1 ± 6 mN/m).



Les évolutions *figure 2-39* montrent que l'augmentation de la vitesse de coupe diminue l'acidité du bois. C'est un effet intéressant pour ralentir le processus de l'oxydation des surfaces. Par ailleurs la hauteur dans l'arbre change l'acidité du bois, elle l'aggrave de bas en haut. Enfin le temps de stockage augmente l'acidité des surfaces de Douglas et le duramen est plus acide que l'aubier, ce qui n'est pas surprenant : rappelons qu'il est admis que l'oxydation des extractibles augmente l'acidité du bois et favorise la dégradation de sa mouillabilité ([HSE et KUO, 1988] et [BACK, 1991]). Généralement, l'augmentation de la composante acide s'accompagne par une diminution la composante basique et vice versa [WALINDER, 2000].

La *figure 2-40* résume l'évolution de la composante basique de Lewis de l'énergie de surface  $\gamma_s^-$ . Nous remarquons que les tendances des composantes basiques et acides sont bien opposées ce qui confirme l'hypothèse faite auparavant.



*Figure 2-40.* Effets de la vitesse de coupe, du type de bois, de la position en hauteur et du temps de stockage sur la composante basique de Lewis de l'énergie de surface en bois de Douglas.

Nous remarquons aussi dans le cas du bois de Douglas que la composante basique est considérablement plus forte que la composante acide. Ceci correspond très bien aux observations faites par [MA *et al.* 1990] et par [SHEN *et al.* 1998] à l'aide de la Spectroscopie Photoélectrons aux rayons X (XPS), il y a été trouvé que le bois est acide en profondeur (dans le volume) mais basique à sa surface. La baisse globale de la composante acido-basique (polaire), est due à la baisse de la composante basique. [GARDNER *et al.* 1991] ont montré à l'aide de la XPS en plus que cette baisse de la composante polaire traduit une augmentation du pourcentage du carbone et une diminution dans celui de l'oxygène des surfaces de bois vieillies, ce qui les rend hydrophobes.

### 2.2.1.4. Conclusions : campagne de mesure de la mouillabilité statique

Nous avons regroupé pour mémoire les résultats essentiels de la partie traitant de la mouillabilité dite « angle à l'avancée » des surfaces en bois de Douglas défoncées dans le *tableau 2-14*. A la lumière de ces résultats et discussions, nous pouvons conclure que la mouillabilité des surfaces bois est influencée par plusieurs paramètres inhérents au processus de fabrication :

Paramètres explorés	Degré de liberté	Effectifs par modalité : partie mouillabilité	Moyenne angle en°	Erreur type maxi	Travail d'adhésion Wa (mN/m)	Effectifs par modalité : partie énergie de surface	Energie de surface selon WU (mN/m)	Composante acide selon AB (mN/m)	Composante basique selon AB (mN/m)
Desition redials	Aubier	360	73.55	0.62	93.41	1080	51.7	1.2	15.7
1 osition radiate	Duramen	360	87.77	0.62	75.63	1080	48	2.1	9.2
Position en	base de l'arbre	360	73.49	0.62	93.49	1080	50.9	1.5	14
hauteur	1mètre	360	87.84	0.62	75.55	1080	48.8	2.1	11
	20	240	84.59	0.76	79.67	720	48.1	2.4	11.4
Vitesses de coupe (m/s)	40	240	81.14	0.76	84.01	720	50.1	1.5	11.8
coupe (mills)	60	240	76.26	0.76	90.09	720	51.4	1.6	14.3
	<10 min	120	55.74	1.07	113.79	360	58.2	0.4	21
	4h	120	59.79	1.07	109.44	360	57.7	0.4	18.6
Temps de stockage	24h	120	63.51	1.07	105.27	360	55.7	0.6	14.8
	1semaine	120	89.88	1.07	72.95	360	47.7	1.8	5.4
	1mois	120	103.58	1.07	55.71	360	41.8	3.8	7.3
	4mois	120	111.54	1.07	46.08	360	38	3.9	7.8

Tableau 2-14 résumé de l'analyse de la mouillabilité des surfaces défoncées

- Le temps de stockage est de loin le plus influant, en effet au bout d'une semaine de stockage dans des conditions standard de 20°C et 65 %HR, des surfaces hydrophiles deviennent hydrophobes. Ce phénomène observé par les industriels du bois et vérifié par quelques chercheurs, semble avoir comme origine l'oxydation des surfaces due aux exsudations des extractibles [PODGORSKI, 1993]. Cette dernière est ensuite aggravée par la migration des extractibles du cœur du bois vers sa surface. Du point de vue énergétique, le travail d'adhésion et l'énergie de la surface sont bien corrélés à la perte du pouvoir mouillant des surfaces bois. Tant que la composante basique est prédominante par rapport à la composante acide ( $\gamma_s^-/\gamma_s^+ \ge 3$ ) la surface est plutôt mouillable, en dessous elle devient hydrophobe.

- L'hétérogénéité du bois affecte aussi la mouillabilité. D'une part l'aubier contenant moins d'extractibles que le duramen est sans surprise plus hydrophile. D'autre part le prélèvement de bois espacé d'un mètre de hauteur a un effet presque aussi important que l'hétérogénéité radiale aubier/duramen. Comme évoqué précédemment nous pensons que cet effet est dû aux angles des microfibrilles (voir paragraphe 2.2.1.1.3 Influence de la position en hauteur dans l'arbre)

- Enfin l'augmentation de la vitesse de coupe améliore légèrement la mouillabilité des surfaces défoncées. Nous pensons que cette amélioration est due à la différence dans la rugosité des surfaces produites (voir paragraphe 2.2.3). Dans les parties suivantes nous tenterons donc de faire la lumière sur la part de l'hétérogénéité chimique et de la rugosité sur la mouillabilité via l'étude de l'hystérèse de mouillage et de la rugosité des surfaces défoncées. Notons par ailleurs que l'influence de la nature du bois (juvénile ou adulte) sur la mouillabilité sera traitée aussi par la suite.

# 2.2.2. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul »

La mouillabilité dite à l'avancée et au recul « dynamic contact angle » comme nous l'avons définie précédemment dans le *chapitre 1*, permet de mesurer via l'angle de recul et l'angle à l'avancée l'hystérèse de mouillage. La *figure 2-41* montre un exemple de mesure d'angle d'avance et d'angle de recul.



Figure 2-41. Exemple de mesure de l'hystérèse de mouillage sur une surface défoncée

Cet exemple illustre les problèmes rencontrés lors de la mesure des angles de contact dynamiques sur des surfaces bois. En effet, à cause de l'hétérogénéité du bois les gouttes ne sont pas symétriques, par conséquent les angles de contact mesurés à droite de la goutte ne sont pas les mêmes que ceux mesurés à gauche. Le logiciel d'acquisition « Drop Shape Analysis » via la méthode de la tangente-2 dérivée de la méthode de la tangente présentée précédemment, permet de prendre en compte cette différence en se concentrant sur les deux points triples (interface entre le bois l'air et l'eau) à gauche et à droite de la goutte.

Ainsi nous sommes capables de mesurer les deux angles et en déduire la moyenne et l'écart type de l'angle de contact à l'avancée et au recul afin de prendre en compte l'hétérogénéité du bois. Notons enfin que cette méthodologie de mesure permet de suivre l'évolution du front du liquide que ce soit à l'avancée ou au recul.

### 2.2.2.1. Hystérèse de mouillage

Rappelons que nous avons utilisé 10 gouttes par échantillon. Chacune donne 5 mesures d'angle à l'avancée et 5 mesures d'angle au recul. Le *tableau 2-15* résume les résultats de l'hystérèse de mouillage des surfaces défoncées.

Mouillabilité dynamique des surfaces défoncées (hystérèse de mouillage)												
Temps de stockage	Vitesses de coupe en (m/s)	Moyenne θ avance	Ecart type	Moyenne θ recul	Ecart type	Hystérèse de mouillage °	cos θ à l'avancée	Wa (mN/m)				
	20	65.2	13.1	36.3	14.6	28.9	0.4	103.3				
	40	58.7	11.6	34.2	13.7	24.5	0.5	110.6				
<1h	60	53.2	22.1	34.3	5.3	18.9	0.6	116.4				
	Moyenne	59.0	15.6	34.9	11.2	24.1	0.5	110.1				
	Ecart type	6.0	5.7	1.2	5.1	5.0	0.1	6.6				
	20	76.3	17.3	43.9	16.1	32.4	0.2	90.0				
	40	62.6	10.1	26.1	6.5	36.5	0.5	106.3				
8h	60	60.5	11.3	26.2	6.8	34.3	0.5	108.6				
	Moyenne	66.5	12.9	32.1	9.8	34.4	0.4	101.7				
	Ecart type	8.6	3.9	10.3	5.5	2.1	0.1	10.1				
	20	82.5	8.0	28.7	7.7	53.8	0.1	82.3				
24h	40	75.1	18.5	26.4	4.1	48.7	0.3	91.6				
	60	72.3	7.7	40.0	8.9	32.3	0.3	94.9				
	Moyenne	76.6	11.4	31.7	6.9	44.9	0.2	89.6				
	Ecart type	5.3	6.2	7.3	2.5	11.2	0.1	6.5				

Tableau 2-15 hystérèse de mouillage : influence du temps de stockage et de la vitesse de coupe.

Les résultats de la mouillabilité dynamique des surfaces confirment l'influence de la vitesse de coupe et du temps de stockage. Comme pour les résultats de la mouillabilité statique :

-l'augmentation de la vitesse diminue l'angle de contact et donc améliore la mouillabilité (une diminution en moyenne entre 20m/s et 60m/s de  $12\pm3.29^{\circ}$ ).

-l'augmentation du temps de stockage augmente l'angle de contact et par conséquent dégrade la mouillabilité (une variation de  $59\pm6^{\circ}$  sans stockage à  $76.6\pm5.3$  après 24 heures de stockage, soit une variation de  $17.6^{\circ}$ ).

D'autre part, nous observons que l'hystérèse de mouillage est importante en moyenne entre  $24\pm5^{\circ}$  et  $44\pm11.2^{\circ}$ , ce qui traduit l'influence de l'hétérogénéité chimique et de la rugosité sur la mouillabilité des surfaces bois défoncées.

Nous remarquons aussi que l'hystérèse augmente fortement avec le temps de stockage et diminue plus faiblement avec la vitesse. Si la variation de la rugosité entre 20 et 60 m/s est faible ceci permettra de dire que l'effet de l'hétérogénéité chimique est prédominant devant l'effet de la rugosité pour l'explication de la mouillabilité des surfaces bois de Douglas défoncées. Nous verrons dans la partie traitant de la rugosité si cette hypothèse est fondée.

Enfin le travail d'adhésion entre l'eau et les surfaces du bois de Douglas défoncées confirme sans surprise les conclusions faites au travers des angles de contact :

-il diminue avec le temps de stockage, il passe de 110.1±6.6 mN/m sans stockage à 89.6±6.5 après 24 heures de stockage.

-il augmente avec l'augmentation de la vitesse : une évolution en moyenne de 14.73±3.35 mN/m entre 20 et 60m/s.

Rappelons que les moyennes des angles au recul et à l'avancée ne sont pas recommandées pour le calcul de l'énergie de surface. Par contre, les angles à l'avancée peuvent tout à fait convenir à la mesure des énergies de surface. En introduisant les angles issus des autres liquides (diiodométhane et éthylène glycol) nous pouvons calculer l'énergie de surface. La partie suivante traitera donc de l'énergie de la surface mesurée par la méthode de la mouillabilité dynamique.

### 2.2.2.2. Energie de surface (mouillabilité angle à l'avancée et au recul)

Dans le cas des gouttes issues de l'éthylène glycol, nous avons utilisé 6 gouttes par échantillon, cette réduction est due à la grande absorption du bois de ce liquide. Dans le cas du diiodométhane il a été possible d'avoir 8 gouttes exploitables. De chacune de ses gouttes nous avons pu tirer 5 mesures de l'angle à l'avancée et 5 au recul. Le tableau *annexe 15* résume les résultats de la campagne de mesure des angles de contact avec les trois liquides (eau, diiodométhane et éthylène glycol). A partir de ces angles nous avons calculé l'énergie de surface avec les deux méthodes préalablement choisies (Wu et acido-basique). Le *tableau 2-16* résume les résultats obtenus. Malgré les difficultés rencontrées lors des mesures des angles de contact au diiodométhane et à l'éthylène glycol, les résultats de l'énergie de surfaces issus de ces mesures via la méthode de Wu, semblent cohérents avec ceux de l'eau. En effet, même si les variations sont moins spectaculaires, le temps de stockage diminue l'énergie de surface et donc dégrade la mouillabilité) et la vitesse de coupe augmente l'énergie de la surface et donc améliore la mouillabilité.

En ce qui concerne la méthode acido-basique :

- même si l'effet de la vitesse n'est pas perceptible à travers les moyennes de l'énergie de surface totale, il est très net en revanche sur sa composante basique. En effet l'augmentation de la vitesse de coupe augmente la composante basique de la surface du bois de Douglas défoncé.

- le temps de stockage à toujours les mêmes effets sur les composantes acide et basique de l'énergie de surface à savoir : il diminue la composante basique et augmente la composante acide.

Temps de stockage	Vitesses de coupe en (m/s)	Energie de surface (méthode de WU en mN/m)	Partie polaire mN/m	Partie dispersive mN/m	Energie de surface (méthode acido- basique en mN/m)	Composante dispersive LW	composante polaire	partie acide	partie basique
	20	55.39	43.48	11.91	50.84	44.95	5.89	0.92	9.46
	40	58.11	44.42	13.69	52.7	46.81	5.89	0.58	12.09
<1h	60	57.7	41.62	16.08	51.03	44.47	6.56	0.5	21.68
	Moyenne	57.1	43.2	13.9	51.5	45.4	6.1	0.7	14.4
	Ecart type	1.5	1.4	2.1	1.0	1.2	0.4	0.2	6.4
	20	53.83	45.18	8.65	48.96	45.38	3.58	1.49	2.16
	40	56	43.23	12.77	51.2	44.99	6.21	6.21	11.66
8h	60	57.69	44.45	13.24	52.62	46.56	6.09	0.71	13.01
	Moyenne	55.8	44.3	11.6	50.9	45.6	5.3	2.8	8.9
	Ecart type	1.9	1.0	2.5	1.8	0.8	1.5	3.0	5.9
	20	50.3	42.68	7.62	43.97	41.98	1.99	2.23	0.44
	40	55.87	47.15	8.72	51.08	47.54	3.54	1.33	2.35
24h	60	55.23	45.38	9.85	50.55	45.94	4.61	1.39	3.81
	Moyenne	53.8	45.1	8.7	48.5	45.2	3.4	1.7	2.2
	Ecart type	3.0	2.3	1.1	4.0	2.9	1.3	0.5	1.7

Tableau 2-16 Energie de surface : influence du temps de stockage et de la vitesse de coupe.

En résumé, dans le cas du bois, l'hystérèse du mouillage est importante et augmente avec l'augmentation du temps de stockage, ce qui est logique vu que l'angle à l'avancée augmente fortement avec l'augmentation du temps de stockage et que l'angle au recul reste relativement stable. Rappelons que l'angle au retrait est mesuré lors de la diminution du volume de la goutte ce qui se traduit par le « démouillage » relatif de la surface du solide. En fait, nous entendons par « démouillage » relatif l'aspiration d'une partie du volume de la goutte déposée lors de la mesure de l'angle au recul. En effet, lors de ces essais nous n'avons jamais réussi à avoir un « démouillage » total notamment à cause du pouvoir hygroscopique du bois. Comme nous l'avons évoqué dans le *chapitre 1* c'est pour cette raison que l'angle de contact à l'eau au recul est souvent supposé nul. C'est ce qui explique peut être sa constance. A l'avenir il sera par conséquent plus judicieux de faire que des campagnes d'angles à l'avancée pour caractérisée la mouillabilité des surfaces bois.

Autrement, la campagne de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul » a aussi confirmé les deux conclusions obtenues avec la mouillabilité dite « angle à l'avancée » :

- l'augmentation de la vitesse de coupe diminue l'acidité, augmente la basicité et donc améliore la mouillabilité

- l'augmentation du temps de stockage augmente l'acidité du bois, diminue la basicité et donc dégrade la mouillabilité

### 2.2.3. Campagne de mesure de la rugosité

Nous avons abordé lors de la bibliographie les difficultés de mesure des états de surfaces bois : elles sont essentiellement dues au fait que les éléments anatomiques du bois sont du même ordre de grandeur que la rugosité que l'on cherche à définir. Ces difficultés engendrent un autre problème qui est le choix du critère caractéristique d'un profil d'une surface bois. La *figure 2-42* illustre l'insuffisance d'un seul critère pour caractériser à lui seul un profil, voir

un état de surface. En effet, deux surfaces peuvent avoir la même valeur de  $R_t$  ou de Ra tout en ayant deux profils opposés (creux et plein). Notons cependant que l'emploi



d'un seul critère est valable dans le cas où sont comparés des profils de la même famille provenant de modes d'usinages analogues. Rappelons que par définition  $S_{Ra}$  ne permettant pas de différencier des profils inversés par rapport à la ligne moyenne, ce critère n'apporte donc aucun renseignement ni sur la robustesse, ni sur la fragilité d'un profil [TRIBOULOT, 1984]. Notons que les paramètres  $SR_{sk}$ ,  $SR_{ku}$ ,  $SR_t$ ,  $SR_q$  et  $SR_p$  sensibles aux valeurs extrêmes de la rugosité posent parfois quelques problèmes pour l'analyse de certaines propriétés fonctionnelles de la surface telle que l'adhésion [TRIBOULOT, 1984] et [HELLER et SCHIFF, 1991]. Par exemple, d'après [RAMANANANTOANDRO, 2005], l'existence de valeurs extrêmes peut induire une valeur très élevée de  $SR_{ku}$  pouvant atteindre 100 alors que la valeur seuil est de 3 (*tableau 1-6 page 33*). La mouillabilité étant une des théories de l'adhésion, ces quatre critères sont donc à prendre avec réserve dans l'explication de la mouillabilité. Dans la partie suivante nous déclinerons les critères influencés par les paramètres explorés dans cette campagne d'essais à savoir la vitesse de coupe et le type de bois (aubier, duramen adulte et juvénile).

### 2.2.3.1. Analyse du critère S<sub>Ra</sub>

Les *tableaux 2-17 et 2-18*, résument les ANOVA réalisées sur les critères  $SR_a$  et  $SR_q$ . Nous remarquons qu'il n'y a pas d'influence du type de bois sur la rugosité moyenne arithmétique de la surface. Par contre la vitesse a une influence significative sur  $SR_a$  et  $SR_q$  au niveau de confiance de 99%. Notons aussi qu'il n'y a pas d'interaction entre l'influence des deux facteurs sur  $SR_a$  et  $SR_q$  ce qui prouve que ces critères ne sont influencés que par la variation de la vitesse de coupe.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif					
Effets principaux											
<b>A</b> : type de bois	10.0962	2	5.04809	1.94	0.1559						
<b>B</b> : vitesse de coupe	31.9362	2	15.9681	6.13	0.0044	*					
		Interactions e	entre facteurs								
AB	10.4356	2	2.60889	1.00	0.4168						
Résidu	117.24	45	2.60534								
Total (Corrigé)	169.708	53	les F sont basés sı	ır l'erreur ré effets si	siduelle quadrat gnificatifs	ique moyenne ;					

Tableau	2-17.	ANOVA	multifactorielle	SR,
---------	-------	-------	------------------	-----

<b>Tableau 2-18.</b> ANOVA multifactorielle $SR_q$									
Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif			
Effets principaux									
A : type de bois	32.2705	2	16.1353	1.41	0.2559				
<b>B</b> : vitesse de coupe	160.134	2	80.067	6.97	0.0023	*			
Interactions entre facteurs									
AB	27.7203	4	6.93008	0.60	0.6621				
Résidu	516.728	45	11.4828						
Total (Corrigé)	736.853	53	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs						

### La *figure 2-43* illustre les évolutions constatées des critères de rugosité qui sont significativement influencées par le changement de la vitesse de coupe. Nous remarquons que l'augmentation de la vitesse diminue la rugosité des surfaces défoncées. Nous savons que le critère $SR_q$ (ou $R_{MS}$ ) est sensible aux valeurs extrêmes des données de SR<sub>a</sub> du fait de sa puissance 2. Les grandes dispersions constatées sur SRq surtout pour les surfaces usinées à 20 m/s montrent que ces surfaces sont plus accidentées que celles usinées à 40, 60m/s.





Notons que les deux facteurs, vitesse de coupe et type de bois n'ont pas d'influence significative sur les autres critères de la rugosité explorés (SR<sub>v</sub>, SR<sub>p</sub>, SR<sub>t</sub>, SR<sub>Sk</sub>, SR<sub>Ku</sub>). Le *tableau 2-19* résume l'évolution des critères de la rugosité en fonction de la vitesse. Nous remarquons que dans le cas des surfaces défoncées, l'effet type de bois n'a pas une influence significative sur la rugosité de ses surfaces. Les résultats montrent que les surfaces en bois défoncées dans notre cas sont en pointe (SR<sub>Ku</sub> > 3 ; en moyenne de  $8.51\pm7 \mu$ m) et qu'elles sont creuses (SR<sub>Sk</sub> > 0 ; en moyenne de  $2.33\pm0.7$ ). Dans la partie suivante nous essayerons de voir l'interaction entre la rugosité et la mouillabilité.

Critères explorés	sRa	sRv	sRp	sRt	sRq	sR Sk	sR Ku
Moyennes 20m/s	7.70	87.38	72.77	160.15	12.07	2.62	10.44
Ecart type 20 m/s	2.44	71.67	46.15	113.61	5.41	0.87	7.54
Moyennes 40m/s	6.57	52.77	57.00	109.77	9.18	2.16	6.63
Ecart type 40 m/s	1.10	19.30	19.72	29.60	1.85	0.31	2.27
Moyennes 60m/s	5.83	49.42	46.40	95.83	7.97	2.23	8.48
Ecart type 60 m/s	0.95	16.18	22.23	28.46	1.13	0.76	9.19
Moyennes Aubier	6.38	49.79	50.76	100.56	8.88	2.09	5.97
Ecart type Aubier	0.79	15.20	12.65	19.71	1.56	0.29	2.18
Moyennes Duramen adulte	7.31	84.26	59.31	143.57	10.76	2.44	9.73
Ecart type Duramen adulte	2.20	70.59	39.76	108.92	4.52	0.93	8.98
Moyennes Duramen juvénile	6.42	55.52	66.10	121.63	9.58	2.47	9.85
Ecart type Duramen juvénile	1.98	27.74	38.98	61.54	4.31	0.72	7.65

Tableau 2-19. Evolution de la rugosité en fonction de la vitesse de coupe

### 2.2.3.2. Interaction mouillabilité/rugosité

Pour l'interaction mouillabilité/rugosité nous utiliserons le modèle de [WENZEL, 1949] (voir chapitre 1 paragraphe 1.4.7 surfaces rugueuses et hystérèse). Une manière rapide pour quantifier l'influence de la rugosité sur la mouillabilité des surfaces. Rappelons que le modèle de Wenzel se base sur le paramètre r qui est défini comme le ratio entre l'aire réelle A et l'aire nominale (ou projetée) A', il est aussi appelé le facteur de rugosité r = A/A'

Wenzel décrit de façon synthétique l'amplification de la qualité de mouillage : « hydrophilie » comme hydrophobie sont renforcées par des effets de texture (r = 1= surface lisse ; r > 1 = surface rugueuse). Pour calculer r nous avons défini pour chacune des surfaces carrées (de 17.5 mm de coté) représentées par 34027 points au total, des matrices réduites en points représentatives des surfaces réelles et plus faciles à manier d'après le protocole défini par [RAMANANANTOANDRO, 2005], [KHAZAEIAN *et al.* 2005]. Le maillage choisi est donc de 252 lignes (parallèles au fil) par 51 colonnes (perpendiculaires au fil). Ce qui fait un intervalle d'acquisition respectivement de 0.343 mm par 0.07 mm. Ce quadrillage donne 12852 points de mesure pour chaque surface scannée. A partir des coordonnées de ces points nous avons pu calculer l'air de la surface réelle A. L'aire nominale dans notre cas est égale à 306.25 mm<sup>2</sup>. La *figure 2-44* montre une surface recomposée à partir de ces 12852 points.



Figure 2-44. Exemple de recomposition d'une surface défoncée à 20 m/s.

Le *tableau 2-20* présente les résultats des calculs du critère r de Wenzel calculé à partir des points de la surface reconstituée. Nous remarquons que r est constant dans le cas des surfaces défoncées. Il n'y a pas d'influence de la vitesse de coupe et du type de bois sur r. Ce qui permet de dire que la variation de la rugosité influence très peu la mouillabilité des surfaces défoncées. L'hystérèse de mouillage constatée pour les surfaces défoncées serait donc due essentiellement à l'hétérogénéité chimique. Sur les mêmes surfaces nous avons effectué des mesures de mouillabilité statique 1 mois après les avoir usinés, afin de comparer leurs résultats à ceux obtenus par la campagne de la mouillabilité statique. La partie droite de du *tableau 2-20* rappel d'une part l'évolution de l'hystérèse de mouillage en fonction de la vitesse de coupe obtenue sur des surfaces fraîches en bois juvénile et d'autre part, présente les essais complémentaires de la mouillabilité statique effectués sur les surfaces caractérisées en termes de rugosité.
Critères	Degré de liberté	r Wenzel	Ecart	Mouillabilité moyenne angle de		Ecart			
Trie Trie	20	1.0397	0.0038	Hystérèse de mouillage	38.37	13.48			G
de coupe (m/s)	40	1.0382	0.0021	Campagne mouillabilité	36.57	12.10	Moyennes écarts type (associations)		Campagne mouillabilité statique
	60	1.0382	0.0019	(bois juvénile)	28.50	8.37			
Type de bois	Aubier	1.0376	0.0004	Campagne de la	106.47	5.66		108.38 ±	103.58±17.91
	Duramen adulte	1.0402	0.0035	rugosité (mouillabilité statique)	110.3	2.99	117±	4.32	
	Duramen juvénile	1.0382	0.0028		123.9	3.12	3.05	Compara st	ison 1 mois de ockage

Tableau 2-20. Evolution du critère r de Wenzel en fonction du type de bois et la vitesse de coupe

Les résultats de la mouillabilité montrent un effet significatif du type du bois et de la nature du bois, respectivement aubier/duramen et juvénile /adulte. L'angle de contact passe de  $110.3^{\circ}\pm 2.99$  dans le bois adulte à  $123.9^{\circ}\pm 3.12$  dans le bois juvénile. L'aubier donne un angle de contact de  $106.47^{\circ}\pm 5.66$  contre  $117.1^{\circ}\pm 3.05$  en moyenne pour le duramen. Ce qui confirme une fois encore que le duramen est plus hydrophobe que l'aubier. Enfin, les moyennes des angles de contact issues des surfaces caractérisées en rugosité et stockées 1 mois ( $108.38^{\circ}\pm 4.32$ ) concordent avec celles obtenues par la première campagne d'essais de mouillabilité statique ( $103.58\pm 17.91$ ).

#### 2.2.4. Campagne d'observations au MEB

# 2.2.4.1. Influence de la vitesse de coupe sur la microstructure des surfaces bois La figure 2-45 résume la campagne préliminaire : elle présente sous forme de diagramme 9 écrans, les micro endommagements observés lors du défonçage avec trois vitesses de coupe (10, 30 et 60m/s). Les observations sont faites au niveau du bois de printemps. Ces observations confirment l'hypothèse formulée auparavant à savoir : l'augmentation de la vitesse de coupe entraîne une augmentation de la rigidité du bois, le résultat était la production de surfaces plus lisses. Ainsi les surfaces usinées à 10m/s présentent un faciès plus accidenté que celles usinées à 60m/s, ce qui explique les différences observées dans la rugosité des surfaces. En effet, les surfaces produites à 60 m/s sont moins rugueuses que celles produites à 40 m/s et encore moins que celles usinées à 20 m/s. Autre point important, les surfaces usinées à 60 m/s se rapprochent de surfaces préparées par microtome. Or d'après [LIPTAKOVA et al. 1995], [LIPTAKOVA et KUDELA, 1996], [GINDL <sup>b</sup> et al. 2001], [STEHR, 2001] ce type de surfaces à toujours une meilleure mouillabilité que les surfaces poncées ou défoncées. Cela explique donc l'amélioration de la mouillabilité observée avec l'augmentation de la vitesse de coupe.



#### 2.2.4.2. Influence du mouillage sur la microstructure des surfaces bois

Rappelons que l'application de produits aqueux peut causer des soulèvements de fibres. C'est pourquoi nous avons essayé à travers des observations MEB avant et après mouillage de voir les surfaces les plus propices au soulèvement du fil. La *figure 2-46* présente la même surface défoncée à 20 m/s avant et après mouillage. Pour comparer ces résultats à ceux obtenus par la campagne préliminaire nous avons privilégié l'observation du bois de printemps. La comparaison entre les surfaces avant et après mouillage ne montre pas un changement important dans le faciès des surfaces usinées à 20 m/s. En revanche, nous pouvons dire qu'ils sont similaires à ceux usinées avec 10 m/s lors de la campagne préliminaire.



Figure 2-46. Effet du mouillage sur la microstructure des surfaces défoncées à 20m/s

Ces images montrent qu'il n'y a pas de changement important dû au mouillage dans la topographie des surfaces défoncées avec nos paramètres de coupe. La *figure 2-47* montre une surface défoncée à 40 m/s avant et après mouillage.



Nous remarquons ici aussi qu'il n'y a pas de différence spectaculaire entre la surface avant et après mouillage. En revanche il est clair qu'elles sont moins accidentées dans l'ensemble par rapport aux surfaces défoncées à 20 m/s (nous distinguons mieux les trachéides). La *figure 2-*48 compare deux surfaces défoncées à 60m/s avant et après mouillage. Sur les deux clichés nous observons que les trachéides dans ce cas sont très nettement dégagées, d'autre part ces surfaces sont similaires à celles obtenues avec la campagne préliminaire. Mais dans ce cas aussi le mouillage semble ne pas changer la microstructure des surfaces défoncées à 60m/s.



En résumé, ces observations confirment d'une part, que l'augmentation de la vitesse de coupe produit des surfaces moins accidentées et d'autre part, que l'hystérèse de mouillage est due essentiellement à l'hétérogénéité chimique vu que le mouillage visiblement ne montre pas la microstructure des surfaces défoncées avec des paramètres de finition. Notons que pour avoir une donnée plus objective que l'observation MEB nous avons effectuée une manipulation de vieillissement de surfaces nues que nous avons caractérisés en terme de rugosité.

### 2.3. Conclusions sur les essais de défonçage

Nous avons pu identifier plusieurs paramètres du processus de coupe qui influent sur la mouillabilité des surfaces défoncées. :

- le temps de stockage s'est avéré primordiale : un stockage excédent une semaine dans des conditions standard de 20°C et 65% HR et à l'abri des rayons ultra-violets, transforme des surfaces hydrophiles et basiques en surfaces hydrophobes et acides. Tant que la composante basique est prédominante par rapport à la composante acide ( $\gamma_{s}^{-}/\gamma_{s}^{+} \geq 3$ ) la surface est plutôt mouillable, en dessous elle devient hydrophobe. Ce phénomène observé par les industriels du bois et vérifié par quelques chercheurs, semble avoir comme origine l'oxydation des surfaces. Cette dernière est ensuite aggravée par la migration des extractibles du cœur du bois vers sa surface. Il est donc intéressant du point du vue mouillabilité de traiter les surfaces, si nous utilisons un produit à solvant aqueux, le plus rapidement possible après l'usinage et de préférence dans la semaine au risque de dégrader durablement la mouillabilité des surfaces défoncées.

- les paramètres inhérents à la variabilité du bois de Douglas influent aussi fortement sur la mouillabilité des surfaces défoncées : l'aubier est plus hydrophile que le duramen, le bois adulte et plus hydrophile que le bois juvénile, enfin le bois prélevé du bas de l'arbre est plus hydrophile que celui issu d'un mètre de hauteur.

 l'augmentation de la vitesse produit des surfaces moins accidentées avec une rugosité plus faible, cette augmentation diminue l'acidité est augmente la basicité et améliore faiblement la mouillabilité.

L'hystérèse de mouillage du bois est très importante traduisant l'influence de la rugosité et de l'hétérogénéité chimique sur la mouillabilité des surfaces défoncées. Nous avons vu au travers de l'analyse de l'hystérèse de mouillage, que l'évolution de la mouillabilité de ces dernières est essentiellement influencée par l'hétérogénéité chimique. En effet, le critère de Wenzel r = 1.03 est constant dans notre cas et montre donc que la rugosité de surfaces a très peu d'influence sur la mouillabilité des surfaces défoncées ; produites par un usinage de finition. Enfin les observations MEB des micros endommagements confirment les observations faites auparavant sur la prédominance de l'hétérogénéité chimique pour expliquer la mouillabilité ainsi que l'influence de la vitesse sur la topographie des surfaces défoncées. Dans le chapitre suivant nous explorerons l'influence des paramètres de l'usinage par abrasion sur la mouillabilité des surfaces poncées.

# 3. Deuxième partie expérimentale : analyse des surfaces poncées

## 3.1. Ponçage

#### 3.1.1. Montage expérimental

Les essais de ponçage ont été réalisés sur le lapidaire de l'atelier de modelage de l'ENSAM, permettant de tester des vitesses de ponçage allant de 8 à 32 m/s environ par un seul passage ; Différentes grosseurs de grains abrasifs sont disponibles (*figure 3-1*). Grâce à un montage spécifique basé sur un système de glissière et de deux ressorts de rappel, nous avons pu imposer une pression de contact constante. Ces deux ressorts identiques à boucles allemandes de longueur initiale  $l_0 = 118$ mm et de raideur K1 = 0.498 (*figure 3-2*). L'effort seuil caractéristique au décollement du ressort est égal à 6.8 N.



Figure 3-1. Montage de ponçage (a) ; équerre de préhension (b) ; disques abrasifs (c)



Figure 3-2. Réponse en traction du ressort de rappel utilisé pour appliquer une pression constante des éprouvettes sur le lapidaire

Les deux ressorts K<sub>1</sub> et K<sub>2</sub> sont montés en parallèle, la raideur équivalente K est donc égale à :  $K_1 = K_2 = 0.498 \Rightarrow K = 2K_1 \Rightarrow K = 0.996$ .

#### **3.1.2.** Choix des paramètres de ponçage

#### 3.1.2.1. Pression du ponçage

Les choix des paramètres de poncage ont été faits en prenant en compte l'usage final des surfaces poncées (collées, peintes ou vernies ; usage en extérieur ou intérieure). Rappelons que pour le travail du bois brut, les grosseurs courantes vont de 60 à 180. Dans des cas particuliers de finition on peut atteindre des valeurs de 220 ou 250. Nous ciblons dans cette étude, l'application en extérieur pour les finitions (vernis et lasures) et intérieur pour les colles. Nous avons choisi une grosseur de grain, de manière à trouver un compromis entre ces deux applications contradictoires. En effet, pour des applications intérieures avec films de protection transparents, il est préconisé d'utiliser des grains relativement fins entre 80 et 120 [WIELOCH et KORTYLEWSKI; 1997] et [WILLIAMS et MORRIS, 1998] voir entre 120 et 180 dans le cas d'essences nobles comme l'érable à sucre pour une meilleure valorisation [DE MOURA et HERNANDEZ, 2005]. Pour des applications extérieures avec des films opaques on recommande plus tôt une grosseur de grain au tour de 60 [FEIST, 1999]. Pour l'application intérieure de type collage, on ne trouve pas de recommandations particulières, hormis celles pour un ponçage destiné à résoudre les difficultés au collage des bois gras et/ou résineux, durs et/ou denses [COGNARD, 2005]. Le ponçage est utilisé dans ce cas, pour éliminer les exsudations et augmenter la rugosité/porosité pour une meilleure accroche du joint de colle. Le choix s'est donc porté sur des disques abrasifs de grosseur de grain moyenne 80 (figure 1-16 page 27). La pression spécifique définie comme l'effort d'application de l'abrasif sur le matériau divisé par la surface de contact, est difficilement mesurable sur les ponceuses industrielles. Cette pression spécifique augmente avec la grosseur des grains [JUAN, 1992], et est proportionnelle à l'effort exercé [SIKLIENKA et OCKAJOVA, 2003]. Le taux de matière enlevée est aussi proportionnel à la pression spécifique du ponçage. Cette dernière observation a permis à [SIKLIENKA et OCKAJOVA, 2003] d'établir une limite supérieure de 1.86 N/cm<sup>2</sup> (les grosseurs de grains utilisées sont alors respectivement de 40, 80 et 120).

D'autres auteurs se sont aussi penchés sur le problème des pressions lors du ponçage, et sa relation avec la quantité de matière enlevée ainsi que la grosseur des grains, c'est comme ça que [TAYLOR *et al.*<sup>a</sup>, 1999], [TAYLOR *et al.*<sup>b</sup>, 1999] et [SALONI *et al.* 2005] l'ont fait varier entre 0.5 psi et 1.5 psi (1psi = 6894 Pa (N/m<sup>2</sup>)) pour des grains entre 100 et 220. Dans ces conditions, ils ont aussi montrés que cette variation de pression n'a pas d'influence significative sur la rugosité des surfaces poncées.

Pour du pin (*pinus strobus*) la pression qui permet l'enlèvement du maximum de matière avec un minimum d'encrassement de la bande abrasive est autour de 1 psi (soit 0.7 N/cm<sup>2</sup>). [OCKAJOVA *et al.* 2003], [SIKLIENKA et OCKAJOVA, 2003] et [BARCIK et SAMOLEJ, 2003] ont situé la pression de ponçage à 1.04 N/cm<sup>2</sup> pour une grosseur de grains de 80 dans le cas du ponçage du pin sylvestre et entre 0.84 et 1.04 N/cm<sup>2</sup> pour du hêtre. Nous avons donc choisi une pression spécifique standard de 1 psi. La surface de contact utilisée dans la présente étude est de 200 x 40mm. Le *tableau 3-1* résume le réglage du ponçage choisi.

Tableau 3-1	: pression de	ponçage
-------------	---------------	---------

Surface de contact en $m^2$ Effort résultant $F=K.\Delta l (N)$		Pression lors du ponçage Pa	Allongement du ressort (mm)	
0.008	55.15	6894	55.26	

L'influence des différents types d'abrasifs, sur la qualité des surfaces poncées a été très peu étudiée. Pour le bois massif on préconise le corindon, car ses arêtes s'arrondissent par l'usure et son pouvoir tranchant diminue progressivement. Ainsi, l'oxyde d'aluminium trace des sillons larges et peu profonds, comparativement au carbure de silicium [JUAN, 1992]. Il a été préalablement établi par [LIPTAKOVA et KUDELA, 1994] que pour avoir un mouillage correct, il était préférable d'éviter les poches d'air emprisonnées entre le liquide et la surface du bois avec ses ondulations et sa rugosité. Ainsi, plus les sillons sont profonds et étroits plus il est difficile d'obtenir un mouillage total de la surface.

#### 3.1.2.2. Orientation du ponçage

Les études antérieures au sujet de l'effet de l'orientation du ponçage avec du gros grain sur la rugosité ont abouti à des conclusions contradictoires. [STEWART, 1976] et [TAYLOR *et al.* <sup>a</sup>, 1999] par exemple n'ont pas trouvé de différences dans les états de surfaces obtenues en ponçant de l'érable à sucre perpendiculairement ou parallèlement au fil ; [KATO et FUKUI, 1976] ont trouvé que poncer le long du fil produisait des surfaces plus rugueuses qu'en travers du fil ; [JUAN, 1992] a trouvé l'inverse, c'est à dire que les traces du ponçage à travers le fil étaient plus profondes et aussi plus visibles car elles ne se confondaient pas avec les fibres. De fait, les surfaces dans le bois sont poncées majoritairement le long du fil surtout en finition car les traces sont moins visibles. Mais, rappelons que nous ne recherchons pas un résultat esthétique pour la finition, mais une application plutôt de type ébauche suffisante pour des finitions en extérieure et des collages pour des applications intérieurs.

Cependant, nous avons conduit une campagne préliminaire pour la comparaison entre le ponçage dans le sens et au travers du fil, afin de nous faire notre propre opinion et valider un choix.

#### Campagne préliminaire : ponçage à travers et le long du fil

Cette campagne vise à comparer les surfaces en bois de Douglas poncées en travers et le long du fil. Un échantillonnage réduit composé de 18 échantillons (9 paires) = 3 vitesses x 3 natures de bois (aubier, duramen adulte et juvénile) x 2 sens d'usinage (*figure 3-3*). Les éprouvettes sont centrées lors de l'usinage en face du rayon correspondant à la vitesse souhaitée. Elles sont ensuite caractérisées par la rugosité selon la même procédure utilisée pour les surfaces défoncées.



Afin de comparer les rugosités des surfaces poncées à travers et le long du fil ; surfaces poncées au grain 80. Nous utilisons la procédure statistique comparative basée sur une ANOVA et divers test statistiques comme expliqué dans le chapitre précédent.

Le *tableau 3-2* de l'ANOVA décompose la variance des données en deux parties : une partie intergroupes (entre les éprouvettes poncées le long et à travers fil) et une partie intra-groupes (à l'intérieur du groupe d'éprouvettes poncées le long du fil indépendamment de celui des éprouvettes poncées à travers fil et vice versa). Le ratio F, qui dans ce cas est égal à 2.13, est un ratio de l'estimation intergroupe par rapport à l'estimation intra-groupe.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité			
Effets principaux								
Intergroupes	3.03401	1	3.03401	2.13	0.164			
Intra-groupe	22.8106	16	1.42566					
Total (Corrigé)	25.8446	17						

Tableau 3-2. Comparaison des sRa des surfaces poncées suivant et à travers fil

Comme la valeur de la probabilité pour le test F est largement supérieure à 0.0001, nous pouvons en conclure qu'il y n'a pas de différence statistiquement significative entre les moyennes de sRa selon le sens du ponçage au niveau de confiance de 99.99%. Les tests des étendues multiples ont montré que les résultats de sRa formaient un seul groupe homogène. Pour s'assurer que les résultats de l'ANOVA sont valables malgré l'existence de points extrêmes, nous appliquons dans un premier temps le test de *Kruskall-Wallis* (*tableau 3-3*).

Tableau 3-3. Test Kruskal-Wallis pour sRa en fonction du sens de ponçage

Sens du ponçage	Taille échantillon	Rang moyen
Longitudinal	9	7.777
Transversal	9	147.84
Test statistiqu	ie = 1.877 ; Probabi	ilité = 0.1706

Comme la valeur de la probabilité est très largement supérieure à 0.0001, il n'y a pas de différence statistiquement significative entre les médianes des sRa selon le sens du ponçage au niveau de confiance de 99.99%.

Les analyses statistiques faites sur les médianes donnent en substance les mêmes résultats que celles effectués sur les moyennes. La *figure 3-4* illustre cette conclusion.



Le fait que les données (sRa) dans ce cas ne suivent pas une loi binomiale, nous oblige à vérifier la validité de l'ANOVA. Nous appliquons donc plusieurs tests résumés dans le *tableau 3-4*. Ces tests permettent de s'assurer des résultats de l'ANOVA malgré que l'une de ces hypothèses soit violée.

Nom du test	Valeur	Probabilité
Cochran	0.6213	0.4992
Bartlett	1.0308	0.4989
Hartley	1.6410	
Levene	1.1861	0.2922

Tableau 3-4. Vérification de la variance

Comme la plus petite des valeurs de la probabilité est largement plus grande que 0.0001, il n'y a pas de différence statistiquement significative entre les écarts types au niveau de confiance de 99.99%. Par conséquence les résultats de l'ANOVA sont valables.

Nous venons de démontré que du point de vue du critère sRa, il n y a pas de différence entre les surfaces poncées le long et à travers le fil avec une grosseur de 80.

Bien sûr un seul critère ne peut pas caractériser à lui seul un état de surface bois. C'est pourquoi nous avons effectué les mêmes tests sur tous les facteurs surfaciques que nous avions à disposition (sRv, sRp, sRt, sRq, sRSk, sRKu, sWa, sWv, sWp, sWt, sWq, sWSk et sWKu).

Les résultats des études comparatives de tous ces critères rejoignent ceux obtenus avec sRa : le sens du ponçage avec des grains de grosseur 80 n'influe pas sur les critères de la rugosité testés. Le *tableau 3-5* résume l'étude statistique pour le critère sRa.

Sens du ponçage	Effectif	Moyenne	Médiane	Variance	Ecart type					
longitudinal	9	10.13	9.96	1.079	1.039					
Transversal	9	10.95	10.91	1.771	1.331					
Total	18	10.54	10.2	1.520	1.232					
Sens du ponçage	Erreur type	Minimum	Maximum	Ete	ndue					
longitudinal	0.346	8.4	11.86	3.46						
Transversal	0.443	9.34	12.92	3.58						
Total	0.290	8.4	12.92	4	.52					

Tableau 3-5. Résumé statistique pour sRa

Dans le cas du Douglas et avec du grain 80, la rugosité des surfaces poncées le long ou à travers fil est similaire.

Le ponçage sera donc réalisé au travers du fil pour deux raisons : la présente étude a montré que dans notre cas, l'influence de l'orientation du ponçage avec du gros grain sur l'état de surface n'est pas significative. Parce que les manipulations sont simplifiées du fait que nous obtenons toutes les vitesses en un seul passage et sur la même éprouvette.

#### 3.1.2.3. Vitesse de ponçage

Il est recommandé de travailler avec une vitesse de coupe entre 25 à 30 m/s au maximum avec du corindon sur du bois massif tendre (comme du Douglas). Une vitesse plus élevée diminue la pénétration de l'abrasif dans le bois, entraîne un échauffement plus grand, une usure et un encrassement plus rapides [JUAN, 1992]. Le montage choisi nous permet de balayer la plage de 5 à 30m/s. les surfaces qualifiées sont obtenues à 10, 20 et 30m/s. La durée de chaque essai est constante est dure 5 secondes.

Ainsi, le disque abrasif choisi en s'appuyant sur les recommandations citées dessus, est le 1919 SIAWOOD TopTec de la société « SIA Abrasives Industries AG », conseillé pour le ponçage du bois et largement utilisé dans l'industrie du bois. La grosseur des grains abrasifs était de P80, le type d'abrasif est l'oxyde d'Aluminium synthétique et le liant est la résine phénolique de calcium.

#### 3.1.3. Echantillonnage

#### 3.1.3.1. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée »

Les échantillons de dimensions  $300 \ge 60 \ge 10$  mm, sont prélevés du plateau 30 du même billon 5, de la partie duramen : 2 positions radiales (duramen adulte et juvénile) et 3 positions en hauteur (*figure 3-5*).



Figure 3-5. Répartition des échantillons de la campagne de ponçage mouillabilité « angle à l'avancée »

Pour la manipulation de mouillabilité angle à l'avancée des surfaces poncées, nous avons donc considéré 2 positions radiales, 3 répétitions en hauteur (<1m), 3 vitesses de ponçage, 3 temps de stockage et 10 gouttes d'eau par échantillons. Soit au total 540 gouttes d'eau exclusivement. La *figure 3-6* résume le plan d'expériences.

10 m/s	20 m/s	30 m/s	10 m/s	20 m/s	30 m/s	
A_2_1	$\bigwedge$	$\bigwedge$	A_3_1	$\bigwedge$	$\bigwedge$	
A_2_1_1	A_2_1_1_2	A_2_1_1_3	A_3_1_1_1	A_3_1_1_2	A_3_1_1_3	<1h
A_2_1_2_1	A_2_1_2_2	A_2_1_2_3	A_3_1_2_1	A_3_1_2_2	A_3_1_2_3	24h
A_2_1_3_1	A_2_1_3_2	A_2_1_3_3	A_3_1_3_1	A_3_1_3_2	A_3_1_3_3	48h
A_2_2			A_3_2			- 1011
A_2_2_1_1	A_2_2_1_2	A_2_2_1_3	A_3_2_1_1	A_3_2_1_2	A_3_2_1_3	<1h
A_2_2_1	A_2_2_2_2	A_2_2_3	A_3_2_2_1	A_3_2_2_2	A_3_2_3	24h
A_2_3_1	A_2_3_2	A_2_3_3	A_3_2_3_1	A_3_2_3_2	A_3_2_3_3	48h
A_2_3			A_3_3			
A_2_3_1_1	A_2_3_1_2	A_2_3_1_3	A_3_3_1_1	A_3_3_1_2	A_3_3_1_3	<1h
A_2_3_2_1	A_2_3_2_2	A_2_3_2_3	A_3_3_2_1	A_3_3_2_2	A_3_3_2_3	24h
A_2_3_3_1	A_2_3_3_2	A_2_3_3_3	A_3_3_3_1	A_3_3_3_2	A_3_3_3_3	48h

Figure 3-6. Répartition des échantillons en fonction du temps de stockage et des vitesses de ponçage

# 3.1.3.2. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul »

Pour les campagnes de la mouillabilité angle à l'avancée et au recul, les échantillons poncés sont prélevés du plateau 31 (*figure 3-7*).



Figure 3-7. Répartition des échantillons des campagnes de ponçage mouillabilité dynamique (plateau 31)

Au total, 27 échantillons ont été débités sur quartier de dimensions 100 x 40 x 10. Il y a eu une répétition de 10 gouttes d'eau par échantillon. Pour les deux autres liquides il a été difficile d'obtenir 10 gouttes compte tenu de leurs dispersions rapides sur la surface du bois. Le nombre de gouttes oscille donc entre 6 et 8 pour le diiodométhane et l'éthylèneglycol. Le plan d'expérience est présenté dans la *figure 3-8*.

# 3.1.3.3. Campagne de mesure de la rugosité

Rappelons qu'en dehors des plateaux centraux numéros 30 et 31, la partie occupée par l'aubier dans l'arbre de douglas (utilisé pour la présente thèse) est minime. C'est pourquoi pour les essais qui suivent les bruts en aubier ont été prélevés du plateau 30. La *figure 3-9* représente l'échantillonnage des manipulations sur la rugosité. Il y a eu 3 vitesses de ponçage, trois positions radiales et 6 répétitions. Ce qui fait au total 54 échantillons. Dans le but de voir l'influence d'un stockage long d'un mois et afin de les comparer aux surfaces défoncées nous avons caractérisé par la mouillabilité 9 échantillons (3 vitesses x 3 types de bois) 12 gouttes par échantillon.





Figure 3-9. Répartition des échantillons pour la campagne de la rugosité (Plateaux30 et 24).

#### 3.1.3.4. Campagne d'observations au MEB

Pour observer d'une part les micros endommagements dû au ponçage et l'influence du mouillage sur le soulèvement du fil dans le cas des surfaces poncées, 12 éprouvettes issues du duramen juvénile du plateau 31 (*figure 3-7*) ont été usinées à 10, 20 et 30m/s. Nous avons aussi utilisé le module de spectromètre de masse du MEB pour analyser la composition du papier abrasif.

#### 3.1.4. Résultats et discussions

#### 3.1.4.1. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée »

L'échantillonnage des surfaces poncées a été réduit en hauteur de manière à éviter son effet (1mètre au lieu de 2mètres). L'ANOVA multifactorielle présentée par le *tableau 3-6* résume l'étude statistique sur les 520 gouttes déposées sur les surfaces poncées (*figure 3-6*). Comme pour les surfaces défoncées, les angles de contact à l'avancée sont généralement mesurés 1seconde après la dépose de la goutte.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	Ratio F	Probabilité	Effet significatif à <b>99,99%</b>			
Effets principaux									
A : vitesse de coupe	4105.810	2	2052.910	8.68	0.0002	*			
B : type de bois	133152.000	1	133152.000	562.72	<0.0000	*			
C : position en hauteur	306.001	2	153.000	0.65	0.5243				
D : temps de stockage	52082.000	2	26041.000	110.05	<0.0000	*			
	In	teractions	entre facteurs						
AB	333.059	2	166.530	0.70	0.4952				
AC	888.149	4	222.037	0.94	0.4414				
AD	2595.520	4	648.879	2.74	0.0281				
BC	1239.940	2	619.972	2.62	0.0738				
BD	7720.580	2	3860.290	16.31	<0.0000	*			
CD	6859.220	4	1714.800	7.25	<0.0000	*			
ABC	1427.340	4	356.836	1.51	0.1986				
ABD	1448.640	4	362.160	1.53	0.1921				
ACD	3494.900	8	436.863	1.85	0.0665				
BCD	605.541	4	151.385	0.64	0.6343				
ABCD	2016.740	8	252.092	1.07	0.3861				
Résidu	114999	486	236.623						
Total (Corrigé)	333274	539	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratiqu moyenne ; *effets significatifs						

Tableau 3-6. L'ANOVA multifactorielle de l'angle de contact à l'eau à 1seconde

Nous avions supposé dans l'étude des surfaces défoncées que l'effet de la hauteur est dû à la variabilité de notre bois en hauteur à cause des vigueurs d'accroissement différentes entre le bas et le haut de la bille de base. La réduction d'amplitude dans la hauteur de l'échantillonnage des surfaces poncées a annihilé l'effet de la hauteur dans l'arbre sur la mouillabilité. Ceci tend à prouver que cet effet est bien dû à la variabilité de notre bois en fonction de la hauteur. Le *tableau 3-6* montre que 5 valeurs des probabilités sont inférieures à 0,01 : deux interactions doubles BD (F =16,31) et CD (F = 7,25) et les trois facteurs simples A (F = 8,68), B (F = 562,72) et D (F = 110,05). Nous pouvons dire à ce stade puisque P<0,01 que les 5 ont un effet statistiquement significatif sur l'angle de contact au niveau de confiance de **99%.** 

Par ailleurs, le *tableau 3-6* révèle l'existence de deux interactions significatives au niveau de confiance de 99.99 % entre le temps de stockage d'une part avec le type de bois et la position en hauteur d'autre part (*figure 3-10*).

Rappelons qu'il suffit que les lignes ne soient pas parallèles pour qu'il y ait interaction. Pour dire ensuite que cette interaction est significative ou pas au niveau de confiance de 99 %, il faut que la probabilité (*tableau 3-6*) soit inférieure à 0,01. Notons aussi que ces résultats suivent une loi binomiale, un préalable pour la validité de l'ANOVA.



En ce qui concerne l'interaction entre la hauteur et le temps de stockage : les faits que les lignes s'entrecroisent et que l'amplitude de l'effet de la hauteur sans stockage et après 48 heures soit pratiquement la même, montre qu'il y a interaction mais que l'effet de la hauteur contribue faiblement à l'influence du temps de stockage. Dans ce cas nous pouvons dire qu'il y a un seul effet principal qui est le temps de stockage. En effet, la courbe d'interaction (a) montre que les angles de contact des surfaces stockées 48h sont plus grands que celui des surfaces fraîchement usinées.

Pour l'interaction entre le type de bois et le temps de stockage, nous observons qu'entre 24 h et 48 h de stockage, il n'y a pas d'interaction et que l'effet du type de bois est plus important que l'effet du temps de stockage.

En revanche pendant les premières 24 heures il y a une interaction quantitative car les effets d'un facteur sur l'autre varie en amplitude mais conserve la même direction. Cette interaction perturbe donc l'effet du temps de stockage mais sa nuisance reste très limitée en ce qui concerne l'effet du type de bois. Globalement, la courbe d'interaction (b) montre surtout que le bois de duramen juvénile est plus hydrophobe que le bois de duramen adulte.

Dans ce cas les effets les plus importants (selon les ratios F) sont : le type de bois et le temps du stockage.

Dans ce qui suit, nous détaillerons l'effet de chacun des facteurs afin de voir dans quelle mesure ces facteurs influencent la mouillabilité des surfaces bois poncées.

3.1.4.1.1. Influence du type du bois : bois juvénile et bois adulte

La *figure 3-11* montre l'effet de type de bois (duramen juvénile et adulte) sur la mouillabilité des surfaces poncées. Nous remarquons que la moyenne des angles de contact du duramen adulte est plus faible que celle du duramen juvénile (l'écart type est égale à 24.2°). La moyenne du duramen adulte est de 60.5° tandis que celle du duramen est de 91.9°, soit une différence de 31.4°. Le duramen adulte semble moins hydrophobe que le duramen



*rigure 3-11.* L'influence du type du bois sur la mouillabilité du bois de Douglas (surfaces poncées)

juvénile. Dans ce cas la variation des angles de contact entre le duramen adulte et juvénile ne peut être expliquée par leur densité. En effet, le duramen adulte ayant une densité plus grande que le duramen juvénile, en toute logique ce sont les moyennes des angles de contact du duramen adulte qui devaient être plus grandes. Le *tableau 3-7* dresse une comparaison entre les densités moyennes du bois juvénile et adulte du Douglas français. Les moyennes sont calculées pour chacun des arbres à partir de 10 cernes adultes et de 10 cernes juvéniles.

Auteur	Auteur Localisation et âge			Densité moyenne x1000
	Rhône	Juvénile	6.6	409
	62 ans	Adulte	2.0	506
[THOBY 1975]	Haut Rhin	Juvénile	4.0	486
	65 ans	Adulte	2.5	564
	Hérault	Juvénile	7.3	435
	30 ans	Adulte	4.8	471
Ce travail	Morvan	Juvénile	9.3	439
	39 ans	Adulte	3.0	453

 Tableau 3-7 Densité moyenne du Douglas français (comparaison juvénile adulte)

Il est connu que plus on se rapproche de la moelle plus le taux de résine dans le bois est grand [ROWELL, 1984], [TAYLOR *et al.* 2003], [TAYLOR *et al.* 2008], la différence de la mouillabilité observée entre le duramen adulte et le duramen juvénile semble être due donc aux extractibles (en particulier à la résine).

#### 3.1.4.1.2. Influence du temps de stockage

La *figure 3-12* montre l'évolution de l'angle de contact à l'eau en fonction du temps de stockage (l'écart type est de 26.07). Dans ce cas l'écart type est du même ordre que la variation observée. L'augmentation du temps de stockage augmente l'angle de contact. Ceci traduit une détérioration comme pour les surfaces défoncées due à l'oxydation des surfaces avec l'âge.



Cette détérioration sur 48 heures est presque linéaire. La *figure 3-13*, présente les courbes de tendance associée à ce phénomène.



Il est clair que dans le cas des surfaces poncées, le modèle qui explique le mieux l'évolution du vieillissement est linéaire avec un coefficient de détermination  $R^2 = 0.99$ , contre  $R^2 = 0.90$  pour le modèle logarithmique. Quoi qu'il en soit comme pour le cas des surfaces défoncées la diminution de la mouillabilité reste très forte lors de ces 48 heures.

#### 3.1.4.1.3. Effet de la vitesse de coupe

La *figure 3-14* montre l'effet de la vitesse de ponçage sur la mouillabilité des surfaces bois. Nous observons que l'augmentation de la vitesse de entraîne une légère augmentation des moyennes des angles de contact. Ces dernières varient entre  $72.6^{\circ}$  pour les surfaces usinées à 10 m/s et  $79.3^{\circ}$  pour les surfaces poncées à 30 m/s. Soit une variation de  $6.7^{\circ}$  (l'écart type est de 25.12). Ici l'écart type est plus grand que la variation observée, par conséquence il faut être très prudent en ce qui concerne la signification de cet effet. Cet effet plus timoré que les précédents pourrait être expliqué par l'augmentation de la température. Si tenté qu'on suppose qu'on



chauffe plus la surface poncée à 30 m/s qu'à 10 m/s. Rappelons qu'il a été rapporté par plusieurs auteurs que l'augmentation de la température rend le bois hydrophobe [NORTHCOTT *et al.* 1962], [GUNNELLS *et al.* 1993] et dernièrement [HAKKOU *et al.* 2005].

D'après ces auteurs, des transformations chimiques s'opèrent dans les extractibles présents sur les surfaces et la température favorise en plus la migration des extractibles vers la surface ; la conjugaison de ces phénomènes rendrait les surfaces du bois plus hydrophobes.

#### 3.1.4.1.4. Influence de la position en hauteur

La réduction de l'échantillonnage lors de cette campagne d'usinage a eu l'effet escompté, c'est-à-dire pas d'influence de la position en hauteur sur la mouillabilité. La *figure 3-15* illustre ces propos, les moyennes oscilles autour de 75° (l'écart type est de 26.39).



#### 3.1.4.1.5. Conclusions

Le *tableau 3-8* regroupe les résultats essentiels de la partie traitant de la mouillabilité dite statique des surfaces en bois de Douglas poncées. Le travail d'adhésion Wa entre l'eau et les surfaces poncées est calculé selon la démarche expliquée dans le chapitre précédent.

Paramètres explorés	Degré de liberté	Effectifs	Moyenne θ en°	cos θ	Ecart type	Wa (mN/m)
Position	Duramen adulte	270	60.5	0.49	24,20	108.61
radiale	Duramen juvénile	270	91.9	-0.03	12,58	70.33
	Base de l'arbre	180	75.5	0.25	25,41	91.02
hauteur	0.6 m	180	77.3	0.22	25,39	88.84
	0.9 m	180	75.9	0.24	26,39	90.49
Vitesses de	10	180	72.6	0.30	25,12	94.52
ponçage	20	180	76.7	0.23	24,31	89.51
(m/s)	30	180	79.3	0.18	23,61	86.26
<b>T</b>	<1h	180	63.8	0.44	26,07	104.92
Temps de stockage	24h	180	77.1	0.22	21,32	89.09
	<b>48h</b>	180	87.8	0.04	20,61	75.56

 Tableau 3-8 résumé de l'analyse de la mouillabilité des surfaces poncées

Les surfaces poncées comme les surfaces défoncées sont influencées par les paramètres du processus de leur fabrication:

-Si le temps de stockage est inférieur à 2 jours, l'effet bois juvénile/adulte est prédominant sur l'effet temps de stockage. Ceci confirme que l'effet de la variabilité du bois est très important : deux surfaces usinées dans les mêmes conditions peuvent être hydrophobe ou hydrophile selon qu'elles soit issues respectivement du duramen adulte ou juvénile. Nous avons vu aussi que cet effet semble être lié au taux de résines du bois. Il sera intéressant de conclure sur ce point.

-La dégradation de la mouillabilité due au temps de stockage semble plus forte dans le cas des surfaces poncées par rapport aux surfaces défoncées. En effet, au bout de 24 heures l'évolution de l'angle de contact dans le cas des surfaces poncées est le double de celle constatée sur les surfaces défoncées (7° pour le défonçage et 13.3°pour le ponçage). Si bien qu'au bout de 48 heures nous sommes au seuil de l'hydrophobie (autour de 90°) dans le cas des surfaces poncées tandis qu'il fallait une semaine pour l'atteindre dans le cas des surfaces défoncées. Nous supposons que cet effet dans notre cas est due à la nature de la surface produite par ces deux procédés : la surface défoncée est plutôt lisse et contient moins de défauts, tandis que les surfaces poncées avec du grain 80 sont plus accidentés et donc contiennent plus d'aspérités qui sont propices aux échanges entre l'air et les extractibles.

-L'effet de la vitesse de ponçage est plus faible que les facteurs précédent et demande à être confirmé. Nous dirons donc avec réserve que l'augmentation le la vitesse de ponçage détériore la mouillabilité.

- Enfin, nous avons montré ici que nous pouvons s'affranchir de l'effet hauteur dans l'arbre si l'échantillonnage est compris dans un intervalle d'un mètre. L'effet de la variabilité due à la hauteur dans l'arbre est ainsi annihilé. Dans les parties suivantes traitant de la rugosité et de l'hystérèse de mouillage nous tenterons d'éclaircir la relation entre la mouillabilité, l'hétérogénéité chimique et la rugosité des surfaces poncées.

# 3.1.5. Campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul »

Nous avons utilisé ici la même démarche expliquée précédemment dans le *chapitre 2* pour déterminer les angles de contact à l'avancée et au recul. Rappelons que nous avons utilisé 10 gouttes par échantillon. Chacune donne 5 mesures d'angle à l'avancée et 5 mesures au recul. Le *tableau 3-9* résume les résultats de l'hystérèse de mouillage des surfaces poncées

	Mouillabilité angle à l'avancée et au recul des surfaces poncées (hystérèse de mouillage)								
Temps de stockage	Vitesses de ponçage en (m/s)	Moyenne θ avance	Ecart type	Moyenne θ recul	Ecart type	Hystérèse de mouillage °	cos θ avance	Wa (mN/m)	
	10	35.0	13.1	18.8	14.6	16.2	0.8	132.4	
	20	41.7	11.6	20.7	13.7	21.0	0.7	127.2	
<1h	30	49.9	22.1	17.2	5.3	32.7	0.6	119.7	
	Moyenne	42.2	15.6	18.9	11.2	23.3	0.7	126.4	
	Ecart type	7.5	5.7	1.8	5.1	8.5	0.1	6.4	
	10	56.3	17.3	29.6	16.1	26.7	0.6	113.2	
	20	60	10.1	30.4	6.5	29.6	0.5	109.2	
24h	30	65.1	11.3	36.3	6.8	28.8	0.4	103.5	
	Moyenne	60.5	12.9	32.1	9.8	28.4	0.5	108.6	
	Ecart type	4.4	3.9	3.7	5.5	1.5	0.1	4.9	
	10	68.7	8.0	27.5	7.7	41.2	0.4	99.2	
48h	20	69.0	18.5	37.0	4.1	32.0	0.4	98.9	
	30	80.3	7.7	27.1	8.9	53.2	0.2	85.1	
	Moyenne	72.7	11.4	30.5	6.9	42.1	0.3	94.4	
	Ecart type	6.6	6.2	5.6	2.5	10.6	0.1	8.1	

Tableau 3-9 hystérèse de mouillage : influence du temps de stockage et de la vitesse de coupe.

Les résultats de la mouillabilité dite « angle à l'avancée et au recul » des surfaces confirment l'influence de la vitesse de ponçage et du temps de stockage. Comme pour les résultats de la mouillabilité statique :

-l'augmentation de la vitesse de ponçage et contrairement au défonçage augmente l'angle de contact et donc détériore la mouillabilité. Dans ce cas et contrairement à la campagne de la mouillabilité statique des surfaces poncées, l'augmentation de l'angle de contact avec l'augmentation de la vitesse de ponçage est très significative (en moyenne de  $11.8^{\circ}\pm 3.05$ ).

-l'augmentation du temps de stockage augmente l'angle de contact et par conséquent dégrade la mouillabilité (une variation de  $42.2^{\circ}\pm7.5$  sans stockage à  $72.7^{\circ}\pm6.6$  après 24 heures de stockage, soit une variation de  $30.5^{\circ}$ ). Cette variation est presque le double de celle observée sur les surfaces défoncées (variation de  $17.6^{\circ}$ ).

D'autre part, nous observons que l'hystérèse de mouillage est importante, en moyenne entre  $23.3\pm8.5^{\circ}$  et  $42\pm10.6^{\circ}$ . Cela traduit l'influence de l'hétérogénéité chimique et de la rugosité sur la mouillabilité des surfaces bois poncées (résultat similaire à celui des surfaces défoncées).

Nous remarquons aussi que l'hystérèse augmente fortement avec le temps de stockage et augmente plus faiblement avec la vitesse. Enfin le travail d'adhésion entre l'eau et les surfaces du bois de Douglas Poncées confirme sans surprise les conclusions faites au travers des angles de contact :

-il diminue avec le temps de stockage, il passe de 126.4±6.4 mN/m sans stockage à 94.4±8.1 mN/m après 48 heures de stockage.

-il diminue avec l'augmentation de la vitesse : une augmentation en moyenne de 12.24±2.24 mN/m entre 10 et 30 m/s.

Rappelons que les moyennes des angles de recul et de l'avance ne sont pas recommandées pour le calcul de l'énergie de surface. Par contre, les angles à l'avancée peuvent tout à fait convenir à la mesure des énergies de surface. En introduisant les angles issus des autres liquides (diiodométhane et éthylène glycol) nous pouvons calculer l'énergie de surface. La partie suivante traitera donc de l'énergie de la surface mesurée par la méthode de la mouillabilité dynamique sur les surfaces poncées.

#### Energie de surface (mouillabilité angle à l'avancée et au recul)

Dans le cas des gouttes issus de l'éthylène glycol nous avons utilisé 5 gouttes par échantillon, cette réduction est due à la grande absorption du bois de ce liquide. Dans le cas du diiodométhane il a été possible d'avoir 6 gouttes exploitables. De chacune de ces gouttes nous avons pu tirer 5 mesures de l'angle à l'avancée et 5 au recul. Le tableau *annexe 14* résume les résultats de la campagne de mesure des angles de contact avec les trois liquides (eau, diiodométhane et éthylène glycol). A partir de ces angles nous avons calculé l'énergie de surface avec les deux méthodes préalablement choisies (Wu et acido-basique), le *tableau 3-10* résume les résultats obtenus.

Malgré les difficultés rencontrées lors des mesures des angles de contact au diiodométhane et à l'éthylène glycol, les résultats de l'énergie de surface issus de ces mesures via la méthode de Wu, sont cohérents avec ceux de l'eau. En effet, même si les variations sont moins spectaculaires, le temps de stockage et la vitesse de ponçage diminuent l'énergie de surface (donc dégrade la mouillabilité).

En ce qui concerne la méthode acido-basique :

- même si l'effet de la vitesse est faible si l'on se tient qu'aux moyennes de l'énergie de surface totale, il est très net en revanche sur sa composante basique. En effet l'augmentation de la vitesse de ponçage fait baisser fortement la composante basique de la surface du bois de Douglas poncé.

le temps de stockage à toujours les mêmes effets sur les composantes acide et basique de l'énergie de surface à savoir : il diminue la composante basique et augmente la composante acide.

Temps de stockage	Vitesse de ponçage en (m/s)	Energie de surface (méthode de WU en mN/m)	Partie polaire mN/m	Partie dispersive mN/m	Energie de surface (méthode acido- basique en mN/m)	Composante dispersive LW	composante polaire	partie acide	partie basique
<1h	10	61.87	39.55	22.33	47.99	44.51	3.48	0.07	44.67
	20	61.27	41.48	19.78	50.58	45.83	4.76	0.16	35.16
	30	57.29	40.16	17.13	49.17	43.5	5.67	0.3	27.13
	Moyenne	57.1	43.2	13.9	51.5	45.4	6.1	0.7	14.4
	Ecart type	1.5	1.4	2.1	1.0	1.2	0.4	0.2	6.4
8h	10	54.56	39.57	14.98	48.16	42.12	6.04	0.44	20.63
	20	55.12	41.61	13.5	49.76	43.8	5.96	0.57	15.49
	30	52.62	41.54	11.08	47.77	43.55	4.22	0.35	12.58
	Moyenne	55.8	44.3	11.6	50.9	45.6	5.3	2.8	8.9
	Ecart type	1.9	1.0	2.5	1.8	0.8	1.5	3.0	5.9
24h	10	49.41	37.58	11.83	44.91	38.12	6.79	1.3	8.87
	20	50.79	39.49	11.3	46.39	40.26	6.13	1.16	8.11
	30	47.12	39.68	7.44	42.88	39.61	3.27	1.12	2.39
	Moyenne	53.8	45.1	8.7	48.5	45.2	3.4	1.7	2.2
	Ecart type	3.0	2.3	1.1	4.0	2.9	1.3	0.5	1.7

Tableau 3-10 Energie de surface : influence du temps de stockage et de la vitesse de coupe.

En résumé, dans le cas du bois l'hystérèse de mouillage est importante et augmente avec l'augmentation du temps de stockage, ce qui est logique vu que l'angle à l'avancée augmente fortement avec l'augmentation du temps de stockage et que l'angle au recul reste relativement stable.

Comme pour les surfaces défoncées, rappelons que l'angle au retrait est mesuré lors de la diminution du volume de la goutte ce qui se traduit par le « démouillage » partiel de la surface du solide, à cause du pouvoir hygroscopique du bois. La mouillabilité « angles à l'avancée et au recul » a confirmé les deux conclusions obtenues avec la mouillabilité statique :

- l'augmentation de la vitesse de ponçage et du temps de stockage augmente l'acidité, diminue la basicité et donc détériore la mouillabilité,

- l'hystérèse de mouillage des surfaces poncées (en moyenne entre  $23.3\pm8.5^{\circ}$  et  $42\pm10.6^{\circ}$ ) est similaire à celle des surfaces défoncées (en moyenne entre  $24\pm5^{\circ}$  et  $44\pm11.2^{\circ}$ ). Or nous savons que nos surfaces poncées au grain 80 sont plus rugueuses, cela pourrait confirmer une fois encore que l'hystérèse de mouillage des surfaces en bois de Douglas est essentiellement l'œuvre de l'hétérogénéité chimique. Dans la partie suivante nous essayerons de confirmer cette dernière hypothèse.

#### 3.1.6. Campagne de mesure de la rugosité

Dans le cas des surfaces défoncées et d'après l'ANOVA, le critère type de bois a une influence significative sur la rugosité des surfaces produites au niveau de confiance de 99%. La vitesse de ponçage n'a pas d'influence significative sur les critères de la rugosité des surfaces poncées. Parmi les critères de rugosité explorés seuls SRa et SRq ont montré une variation significative en fonction du type de bois et aucun n'a présenté une variation significative avec l'augmentation de la vitesse de ponçage. Notons aussi qu'il n'y a pas d'interaction entre la vitesse de ponçage et le type de bois. La *figure 3-16* résume la variation des critères de la rugosité en fonction de la vitesse de ponçage et de la nature du bois.

Le bois d'aubier poncé est plus rugueux que le bois de duramen juvénile, qui est à son tour plus rugueux que le duramen. La variation de la vitesse de ponçage (entre 10 et 30 m/s) ne change pas la topographie des surfaces poncées. Nous supposons que le résultat de la rugosité en fonction du type de bois est peut être perturbé par l'exsudation de la résine présente en quantité plus importante dans le duramen juvénile que dans le duramen adulte et encore moins dans l'aubier. Il se peut aussi que cet effet soit le fruit de la différence de quantité de matière enlevée entre 10, 20, et 30 m/s. Rappelons que la durée de chaque essai est constante quelle que soit la position par rapport au lapidaire, ce qui explique pourquoi nous enlevons plus de matière à 30m/s qu'à 20m/s et de la même manière qu'à 10m/s.



### 3.1.7. Interactions mouillabilité/rugosité

Comme pour les surfaces défoncées nous utilisons ici aussi l'interaction mouillabilité/rugosité via le modèle de Wenzel. La *figure 3-17* représente une surface poncée à 20 m/s recomposée selon la méthodologie expliquée dans le chapitre précédent.



Figure 3-17. Exemple de recomposition d'une surface poncée à 20 m/s.

Nous remarquons que la surface poncée au grain 80 est plus accidentée que la surface défoncée, ce qui prouve que la recomposition à partir de 12852 points au lieu des 347027 est assez représentative des surfaces bois. L'autre constatation importante est que la surface produite par le lapidaire est légèrement inclinée, cette inclinaison vient du mode de production de la surface : l'enlèvement de matière est plus important à 30 m/s qu'à10 m/s vue que le temps de ponçage est le même (5secondes). Le *tableau 3-10*, présente l'évolution du critère de Wenzel en fonction du type de bois et de la vitesse de ponçage.

Le tableau 3-10 évolution du critère de Wenzel r et de la mouillabilité en fonction de la vitesse de ponçage et du type de bois

	Ponçage					
Critere explore	Critères explorés	r Wenzel	Ecart type	Mouillabilité : angle de contact statique	Ecart type	
	10	1.4038	0.0051	118.47	6.13	
Vitesses de coupe (m/s)	20	1.4002	0.0287	119.63	6.10	
	30	1.4062	0.0019	124.43	3.62	
	Aubier	1.3767	0.0961	108.10	10.12	
Type de bois	Duramen adulte	1.4058	0.0017	124.27	3.21	
	Duramen juvénile	1.4056	0.0020	130.17	2.51	

Nous remarquons que r est constant par rapport à la variation de la vitesse de ponçage. Ce qui prouve peut être que l'effet de la vitesse de ponçage sur la mouillabilité n'est pas dû à la rugosité. Le critère r est constant dans le cas du changement du type de bois donc la variation de la rugosité entre l'aubier et le duramen influence faiblement la mouillabilité des surfaces poncées. Par contre si nous comparons ces résultats à ceux obtenus avec le défonçage nous pouvons dire que la différence de rugosité entre les surfaces défoncées et les surfaces poncées est pour beaucoup dans leur différence dans la mouillabilité. En effet, les surfaces poncées au grain 80 sont plus rugueuses ce qui se traduit par un r de 1.4 contre 1.03 pour les surfaces défoncées plus lisses. Les résultats de la mouillabilité ont démontré que les surfaces poncées ont une meilleure mouillabilité que les surfaces défoncées. Nous montrerons dans la partie suivante la microstructure de la surface poncée pour voir si elle concorde aux observations faites auparavant.

#### **3.1.8.** Campagne d'observations au MEB

La *figure 3-18* présente la même surface poncée à 10 m/s avant et après mouillage. Pour comparer ces résultats à ceux obtenus par la campagne préliminaire nous avons privilégié l'observation du bois de printemps. La comparaison entre les surfaces avant et après mouillage montre un léger changement dans le faciès des surfaces poncées à 10 m/s.

Les clichés montrent que les mécanismes de production des surfaces par abrasion sont très différents de ceux mis en jeu lors du défonçage : ici nous distinguons des sillons dûs aux rayures des grains de ponçage et plus d'arrachements ainsi qu'une multitude de micros copeaux malgré le fait que nous avons nettoyé les surfaces poncées à la soufflette.



La figure 3-19 montre une surface poncée à 20 m/s avant et après mouillage.



La comparaison entre les surfaces avant et après mouillage montre un léger changement dans le faciès des surfaces poncées à 20 m/s. Avant mouillage ces surfaces semblent être plus policées que celle produite avec 10 m/s. La *figure 3-20* compare deux surfaces poncées à 30m/s avant et après mouillage. Sur ces deux clichés nous observons que les trachéides dans ce cas sont plus visibles, d'autre part ces surfaces semblent être moins rayées que les précédentes. Mais globalement la surface reste très accidentée. Après mouillage, nous remarquons une légère accentuation des défauts d'usinage.



En résumé, ces observations confirment d'une part, que le ponçage produit des surfaces radicalement différentes que celles fabriquées par défonçage. D'autre part, le mouillage accentue les défauts inhérents au ponçage.

### **3.2.** Conclusions sur les essais de ponçage

La campagne préliminaire montre que dans le cas du ponçage du Douglas et avec du grain 80, la rugosité des surfaces poncées le long ou à travers fil est similaire.

La réduction d'amplitude dans la hauteur de l'échantillonnage des surfaces poncées a annihilé l'effet de la hauteur dans l'arbre sur la mouillabilité. Nous supposons que cet effet est dû à la variabilité de notre bois en hauteur à cause des vigueurs d'accroissement différentes entre le bas et le haut de la bille de base.

Comme pour les essais de défonçage, lors du ponçage nous avons observé que le duramen juvénile est plus hydrophobe que le duramen adulte bien que ce dernier soit plus dense.

La dégradation de la mouillabilité due au temps de stockage semble plus forte dans le cas des surfaces poncées par rapport aux surfaces défoncées. Ces dernières deviennent hydrophobes après une semaine de stockage quant les surfaces défoncées sont hydrophobes après deux jours de stockage.

Enfin, contrairement au défonçage, l'augmentation le la vitesse de ponçage détériore faiblement la mouillabilité.

4. Campagnes des essais de finition, de vieillissement accéléré et de collage

#### 4.1. Essais de finition et de vieillissement accéléré

Le but principal recherché par les essais de finition était d'observer si la vitesse de coupe et de ponçage avait ou non une influence sur l'adhésion des produits en phase aqueuse. Dans l'affirmative ces résultats concordent-ils avec les observations faites auparavant au sujet de la mouillabilité des surfaces poncées et défoncées ?

Les études sur les finitions et vieillissements ont été menées en deux étapes :

- une première étude sur la rugosité et le mouillage des surfaces avant et après vieillissement, quelles soit revêtues ou non, visant à voir l'influence des vitesses et du type du bois sur le soulèvement des fibres.

- Une deuxième étude pour vérifier l'influence des vitesses d'usinage sur l'adhérence des produits de finition sur les surfaces défoncées ou poncées.

#### 4.1.1. Matériels et méthodes

#### 4.1.1.1. Pistolet et roue de vieillissement

Le pistolet air mixte « Europro AC\_25\_G » a été utilisé pour l'application de la peinture et de la lasure. L'application par pistolet permet une répartition plus homogène de la couche de protection (peinture ou lasure). Les éprouvettes finies ont été ensuite vieillies via une roue de vieillissement (roue Gardner de diamètre 1m 50). Cette dernière effectue un tour complet en 90 minutes. 6 semaines de vieillissement accéléré à la roue correspondent à 2 ans en vieillissement naturel [BRENNAN et FEDOR, 1988], [PATEL, 1991]. La *figure 4-1* représente le pistolet ainsi que la roue Gardner utilisés.

Le cycle de fonctionnement sur un tour était composé de quatre étapes :

- 12 minutes d'immersion dans l'eau distillée à température ambiante,
- 27 minutes à l'air libre dans les conditions du laboratoire,
- 24 minutes d'exposition sous 6 lampes UV,
- 27 minutes à l'air libre dans les conditions du laboratoire.

Les 6 lampes UV utilisées ULTRA-VITALUX® E27 (300Watts) de chez ORSAM sont des lampes à haute pression à filament de tungstène, dont le rayonnement est similaire dans sa composition au mélange de radiations du soleil en montagne (rayonnement composite ultraviolet et infrarouge compris entre 250 et 2000 nm) [BRAUN *et al.* 1986]. Notons qu'elles sont échangées après 1000 heures de fonctionnement.



La norme NF EN ISO 2409 de Novembre 1994 prévoit d'effectuer les essais de vérification de l'adhérence à une température de 23±2 °C et une humidité relative de 50±5%. Après toutes les manipulations de vieillissement, et avant toute analyse, les échantillons ont donc été stabilisés autour de 10%, notre taux d'humidité de travail (Température du local était de 21°C et l'humidité relative de l'air était de 55% HR).

#### 4.1.1.2. Choix des produits de finition

Visant des applications extérieures pour les finitions, sur le conseil de Madame Marie-Lise Roux responsable Recherche et Développement (R&D) du pôle ameublement du FCBA Paris nous avons choisi d'utiliser:

- la protection provisoire acrylique AKZO NOBEL® (46208). Le grammage recommandé par le fabricant est de  $120g/m^2$ , l'épaisseur du film humide correspondant (par couche) est de 125 à 150 µm (film sec de 40 à 80µm). Cette peinture, destinée à l'application industrielle des menuiseries et panneaux extérieurs, est recommandée tout particulièrement pour la protection temporaire en extérieur des bois de conifères dans le bâtiment pendant la période des chantiers. Ce produit contient au maximum 26.4g/l de COV.

- La lasure teintée d'imprégnation SIKKENS® Cetol WP 560 (acrylique). Le grammage recommandé est de 20g/m<sup>2</sup>, l'épaisseur du film humide correspondant varie entre 10 et 15  $\mu$ m (film sec entre 3 et 5 $\mu$ m). Cette lasure est recommandée pour menuiseries extérieures. Cette lasure contient au maximum 45g/l de COV, soit largement inférieur au taux maximum imposé par la directive européenne « solvants1999/13/CE » de 150g/l en 2007 et de 130g/l à l'horizon 2010. Le *tableau 4-1* résume les principales caractéristiques de ces deux produits. Ceux-ci ont été préparés et conditionnés par Madame Emmanuelle ALLAIS de la société AKZO NOBEL INDUSTRIAL FINISHES SAS.

Finition		SIKKENS® Cetol WP 560 (teintée)	AKZO NOBEL® (46208)			
Туре		Acrylique copolymère en phase aqueuse	Acrylique en phase aqueuse			
Densité		1.013	1.28			
Viscosité dynamique η à 20°C (mPa.s)		25	750			
Epaisseur	Film humide	10 à 15	125 à 150			
(µm)	Film sec	3à5	40 à 80			
Consommation (g/m <sup>2</sup> )		20	120			
Taux limite des COV (g/l)		45	24.5			
Extrait sec		14%	53%			
Stockage/péremption		Entre 5 et 30°C (craint le gel); 12mois après fabrication et dans un emballage fermé, 6 mois				
		après la première utilisation				
Applications/ durée de protection		Teinte pour menuiseries extérieures, tous supports en bois (feuillus ou conifères) / protection 3 mois maximum	Primaire pour menuiseries et panneaux extérieurs ; recommandée pour support en conifère / protection 6 mois maximum			
Méthodes	d'application	Par trempe ; Vaccumat ; « pistolage »	Machine à rideau ; « pistolage »			

Tableau 4-1. Caractéristiques des deux produits de finition (extrait des fiches techniques fabricants)

Les deux produits de finition sont en phase aqueuse et applicable au pistolet (voir tableau 4 - 1). Le fait que ce soit des impressions (pré-finitions) nous a permis, d'appliquer qu'une seule couche à chaque manipulation afin de réduire le temps du vieillissement à la roue Gardner : 1 semaine pour une couche de pré-finition opaque au lieu de 3 semaines pour deux couches (finition complète).

L'application des finitions est réalisée par le pistolet air mixte « Europro AC\_25\_G » à débit constant (*figure 4.1*). Pour la reproductibilité des essais, le peintre de l'ENSAM Cluny Monsieur Marc DEPART a été mobilisé pour les opérations d'application des deux finitions par pistolet. Des essais préliminaires ont montré une parfaite maîtrise des quantités de produits déposés sur les échantillons. Les coefficients de variation ( $C_v$ ) des quantités de peinture et de lasure déposées avant séchage étaient tous inférieurs à 12% (voir *annexe 15*) : - pour les surfaces défoncées Cv lasure et peinture, respectivement de 7.6% et 11.7%. - pour les surfaces poncées Cv lasure et peinture, respectivement de 4% et 6.9%.

Notons qu'après séchage la valeur des coefficients de variation était plus forte, semblant indiquer une évaporation des produits de finition de manière inégale entre les différentes surfaces traitées, surtout dans le cas des surfaces défoncées et traitées à la lasure. Il semblerait que dans ce cas la pénétration du produit soit perturbée. Cependant, le coefficient de variabilité n'excède pas 30%.

La taille des échantillons parallélépipédiques vieillis est imposée par l'encombrement de la roue Gardner de vieillissement (*figure 4-1*). Ainsi les échantillons faisaient 200 mm de longueur et 50 mm de largeur. Le choix de l'épaisseur étant plus libre, nous l'avons fixé à 15 mm pour limiter le voilement. Pour une meilleure observation du vieillissement des surfaces revêtues, il est nécessaire de protéger les champs des éprouvettes avec plusieurs couches de vernis, pour réduire les retraits et gonflements du bois lors des cycles de vieillissement. La roue Gardner de l'ENSTIB supporte 40 échantillons au maximum.

#### 4.1.1.3. Essais d'adhérence des finitions

Comme nous visons des applications industrielles, nous avons choisi d'utiliser une méthode de test de l'adhérence applicable aussi bien en laboratoire qu'in situ (dans un atelier). La norme européenne « NF EN ISO 2409 : 1994 » expliquée précédemment (*figure 1-38 chapitre1 page 73*), convient parfaitement à cet usage. Elle prévoit un essai de quadrillage pour une ou plusieurs couches de finition. Elle est fortement recommandée pour le test des finitions complètes (primaire plus finition). Dans notre cas cependant, nous n'avons utilisé que des primaires et en une seule couche. C'est pourquoi dans un premier temps nous utiliserons un essai dérivé de la norme susmentionnée. Préconisé par le FCBA, cet essai est similaire à la norme hormis le fait que les surfaces ne sont pas incisées : les adhésifs sont appliqués directement sur la surface revêtue, sans quadrillage, après une semaine de stabilisation à une température de 21°C et un taux d'humidité relative de l'air de 55%HR, ce qui correspond à une humidité d'équilibre du bois de 10%.

Pour les essais d'adhérence, nous avons utilisé, le ruban d'adhésif « 3M Filament Tape N°880 » de 25 mm de largeur présentant une résistance minimale à l'arrachement de 4.5N par centimètre de largeur (Norme NF X 41-022).

Le ruban adhésif est appliqué fortement à 45° par rapport au fil du bois sur une surface de contact d'environ 625 mm<sup>2</sup>. Le ruban est ensuite arraché en tirant d'un coup sec.
L'opération a été répétée 4 fois pour chacune des modalités d'usinage (3 fois sur des surfaces vieillies et 1 fois sur un témoin) [CTBA, 1993].

L'interprétation des résultats a été faite selon la démarche suivante :

1) Avec l'observation de l'adhésif, l'adhérence est cotée comme suit :

- très faible : ruban sans trace d'écaille ou de particule de produit,

- faible : quelques petites écailles ou particules arrachées,

- moyen : arrachement moyen.

- fort : mauvaise adhérence (*figure 4-2*).

2) Si l'observation de l'adhésif n'est pas discriminante (les produits présentent tous une bonne résistance à l'arrachement ou inversement), ces observations sont complétées par d'éventuelles observations visuelles opérées sur les éprouvettes (craquelage, écaillage,...) en cours ou après vieillissement. En suivant les conseils de Madame Coralie PELLETIER responsable du pôle essais du Centre de Ressources des Industries du Bois Epinal (CRITT, <u>www.cribois.net</u>) et Madame Marie-Lise ROUX responsable Recherche et Développement (R&D) du pôle ameublement du FCBA Paris, nous avons établi une grille d'évaluation composée de plusieurs critères habituellement utilisés pour la qualification des surfaces des conifères revêtues :

- remontée de résine à la surface : classée de 0 à 10 (0 pas de remontée)

- soulèvement de fibres : classé de 0 à 3 (0 = pas de soulèvement)

- décoloration, lessivage de la primaire : classé de 0 à 3 (0 = ni décoloration ni lessivage).

La somme de ces critères nous donne un facteur de détérioration des surfaces revêtues.

3) Si aucune des observations précédentes ne donnent de résultats contrastés, on peut conclure au faible effet des facteurs testés sur l'adhérence. Sinon on peut toutefois avoir recours au prolongement de la période de vieillissement, au test de l'adhérence avec quadrillage ou encore à d'autres tests de mesure de l'adhérence (Voir *chapitre 1 paragraphe 1 1.5.2.2 évaluation de l'adhérence des finitions (essais mécaniques)*). Les paramètres du défonçage et du ponçage sont les mêmes que ceux utilisés dans les deux chapitres précédents.



#### 4.1.1.4. Echantillonnage

# Première étude : rugosité et mouillage avant et après vieillissement des surfaces revêtues ou non.

Pour cette étude préliminaire visant à faire le lien entre les essais de l'adhésion des finitions et les essais de la mouillabilité, nous avons exploré l'influence du type de bois, de la vitesse de coupe et de ponçage sur la réactivité des surfaces poncées ou défoncées (qu'elles soient nues ou revêtues) avant vieillissement et après une semaine de vieillissement à la roue Gardner. La *figure 4-3* résume le plan de découpe des bruts des différentes manipulations constituant cette étude préliminaire.



Figure 4-3. Répartition des bruts de l'étude préliminaire ; manipulations de vieillissement de surfaces poncées et défoncées nues et revêtues (Plateau 25)

#### Manipulations concernant les surfaces nues

Les manipulations de vieillissement des surfaces nues ont pour but principal d'observer l'influence du type de bois de la vitesse de coupe et de ponçage sur le soulèvement de fibres. En effet, le vieillissement amplifie les défauts dus à l'usinage ce qui permet de mieux les quantifier grâce à des mesures de la rugosité. Nous avons mesuré la rugosité de toutes les surfaces nues après vieillissement. Pour voir l'influence du vieillissement accéléré sur le mouillage, nous avons en plus caractérisé les surfaces nues vieillies par la mouillabilité « angle à l'avancée » (20 gouttes par surface). Pour les surfaces défoncées nous avons 9 modalités (3 vitesses x 3 types de bois). Pour les surfaces poncées nous avons 18 modalités (3 vitesses x 3 types de bois). La *figure 4-4* résume le plan d'échantillonnage de la campagne préliminaire des surfaces nues vieillies.



Les mesures de la rugosité ont été réalisées seulement après vieillissement d'une semaine à cause notamment de l'implantation géographique des différents moyens de production, de caractérisation et de vieillissement utilisés dans ce travail de thèse. En effet, le goniomètre, la défonceuse et le lapidaire sont basés à l'ENSAM Cluny, les roues de vieillissement sont à l'ENSTIB à Epinal et le rugosimètre est à l'IUT de Tarbes.

#### Manipulations sur surfaces revêtues

Pour voir l'influence du vieillissement sur la topographie et la mouillabilité des surfaces revêtues (lasure et peinture), nous avons usiné puis revêtu des surfaces que nous avons qualifiées par la mouillabilité statique avant et après vieillissement. Nous avons aussi gardé des témoins revêtus et non vieillis qui pourront être éventuellement caractérisés plus tard en rugosité, pour voir l'influence des produits de finition sur la rugosité des surfaces en bois. La *figure 4-5* résume le plan d'expériences de la campagne préliminaire des surfaces revêtues vieillies.



# Deuxième étude : vérification de l'adhérence des finitions (influence de la vitesse)

L'interprétation des résultats de cette deuxième étude a été faite selon la démarche expliquée dans le paragraphe *4.1.1.3 essais d'adhérence des finitions*. Dans cette étude les échantillons ont été vieillis plus longtemps (4 semaines au total).

# Défonçage

Nous avons suggéré que la résine a une grande influence sur la mouillabilité des surfaces en bois de Douglas. De plus, l'arbre de Douglas d'une quarantaine d'années contient une part majoritaire de duramen. C'est pourquoi nous avons fait les essais de vieillissement des revêtements appliqués sur du bois du duramen juvénile riche en résine que celui du duramen adulte. La *figure 4-6* montre le plan de débit des bruts destinés à la campagne de finition des surfaces défoncées.



Figure 4-6. Bruts des échantillons de la campagne de finition (surfaces défoncées)

Au total à partir des huit bruts, nous avons fabriqué 24 éprouvettes revêtues avec les deux primaires (lasure et peinture) dont 18 ont été vieillies à la roue Gardner et 6 conservées comme témoins. La *figure 4-7* présente le plan d'expériences de la campagne sur les surfaces défoncées.



# Ponçage

Comme pour les surfaces défoncées, nous avons 8 bruts dont deux dédiés à la préparation des témoins et 6 pour préparer les échantillons destinés au vieillissement. La *figure 4-8* montre le plan de découpe dans le plateau n°30 des échantillons poncés dédiés à la campagne de finition.



Figure 4-8. Répartition des échantillons de la campagne de finition, surfaces poncées (Plateau 30).

Comme nous l'avons expliqué dans le chapitre traitant du ponçage, la répartition des vitesses de ponçage est linéaire et varie de 8 m/s est 32 m/s à l'intérieur d'un même échantillon. Cette spécificité fait que nous avons trois fois plus de répétitions que pour la campagne de défonçage puisque chaque éprouvette doit être divisée en trois parties. Ainsi nous avons 9 répétitions pour chaque vitesse de ponçage au lieu de trois pour le défonçage. La même remarque est valable pour les témoins : nous avons trois témoins par vitesse au lieu d'un seul dans le cas du défonçage. La *figure 4-9* résume la campagne de finition des surfaces poncées.



# 4.1.2. Résultats et discussion

#### 4.1.2.1. Rugosité et mouillage des surfaces revêtues ou non

#### Résultats des manipulations des surfaces nues

#### Défonçage (figure 4-4)

La *figure 4-10* résume l'évolution de la rugosité des surfaces défoncées et vieillies (sans revêtement), en fonction de la vitesse et du type de bois. Avant d'analyser la rugosité de ces surfaces vieillies, rappelons que celle des surfaces défoncées et non-vieillies évoluait entre 5.8 et 7.7  $\mu$ m pour SRa et entre 8 et 12  $\mu$ m en ce qui concerne SRq (*figure 2-45*).

La rugosité des surfaces défoncées et vieillies est globalement plus grande que celle des surfaces défoncées et non-vieillies. En effet, SRa dans ce cas évolue entre 9 et  $11\mu m$ ; SRq est compris entre 13 et 19  $\mu m$ .



f**igure 4-10**. Evolution de la rugosité des surfaces défoncées vieillies une semaine (sans revêtement) ; effen de la vitesse de coupe et du type du bois (moyenne et écart-type)

L'augmentation des valeurs de la rugosité des surfaces vieillies traduit probablement le soulèvement de fibres. Ce dernier est plus important dans les surfaces usinées à 20m/s que dans celles défoncées à 40 ou 60m/s. Nous avons montré auparavant que les surfaces défoncées à 20m/s présentaient un faciès plus accidenté que celles produites à 40 ou 60m/s (voir *paragraphe 2.2.4 Campagne d'observation au MEB*). Nous pensons que ces défauts sont accentués par le vieillissement, ce qui explique dans ce cas l'effet de la vitesse de coupe. En ce qui concerne l'influence du type de bois, en comparaison avec les rugosité des surfaces défoncées non vieillies (*tableau 2-19 page 139*), nous observons que le soulèvement du fil est plus important dans le cas de l'aubier par rapport au duramen. Nous pensons que cela est dû à la porosité et la perméabilité plus forte de l'aubier qui favorise le gonflement et le retrait lors du vieillissement à la roue Gardner. Cet effet est peut être dû à la différence de l'angle des microfibrilles. En effet, nous avons expliqué précédemment que l'angle des microfibrilles favorise le sectionnement des fibres lors de l'usinage ce qui à son tour pourrait augmenter le soulèvement des fibres.

Rappelons que nous avons caractérisé par la mouillabilité statique les mêmes surfaces dont on a mesuré la rugosité (*figure 4-10*).

La *figure 4-11* résume l'évolution des angles de contact statiques mesurés sur ces surfaces. Les deux courbes relatives à la mouillabilité montrent que les angles de contact sont peu sensibles aux variations de la vitesse de coupe et du type de bois. Nous supposons que ces surfaces après une semaine de vieillissement accéléré (à la roue Gardner) ont étaient lessivées de leurs extractibles. Notons que chaque point des courbes représente une moyenne sur soixante gouttes ; 20 gouttes par surface (*figure 4-4*).



Le fait que dans ce cas où les extractibles sont peut être lessivés, qu'il n'y a pratiquement pas d'effet de vitesse de coupe ni du type de bois sur la mouillabilité des surfaces défoncées et vieillies, alors que la rugosité de ces dernières varie en fonction de ces facteurs, montre que cet effet est peut être dû à l'absence des extractibles.

## Ponçage (figure 4-4)

La *figure 4-12* résume l'évolution de la rugosité des surfaces poncées puis vieillies (non revêtues) en fonction de la vitesse de ponçage et du type du bois.

Nous remarquons une légère diminution de la rugosité en fonction de l'augmentation de la vitesse de ponçage. Nous remarquons ici aussi que le vieillissement accéléré à la roue fait ressortir les défauts dus au ponçage. En effet, même si les mesures de la rugosité des surfaces poncées non-vieillies n'ont pas montré un effet significatif de la vitesse du ponçage (*figure 3-16 page166*), les observations MEB ont montré que les surfaces poncées à 10m/s était plus accidentées que celles produites à 30 m/s (voir *paragraphe 3.1.8 Campagne d'observation au MEB*).



En ce qui concerne l'effet du type du bois, la tendance est similaire à celle observée sur les surfaces poncées non vieillies (figure 3-16 page166). Nous supposions alors que cette évolution est due à l'exsudation de la résine qui perturbe la mesure, car nous savons qu'elle est présente en quantité plus importante dans le bois juvénile que le bois adulte, lui-même plus riche en résine que l'aubier. Rappelons aussi qu'il se peut que cet effet soit le fruit de la différence dans la quantité de matière enlevée entre 10, 20, et 30 m/s. Dans le cas des surfaces poncées vieillies, ce raisonnement est valable ici aussi, car il est possible que la résine ne soit pas totalement lessivée par le cycle d'une semaine du vieillissement accéléré. En effet, l'évolution de la mouillabilité des surfaces vieillies en fonction du type du bois (figure 4-13) montre que le duramen juvénile reste plus hydrophobe que le duramen adulte, qui a son tour est plus hydrophobe que l'aubier. L'évolution de la mouillabilité en fonction du type de bois dépendrait donc des extractibles du bois. Car rappelons que le duramen du Douglas est notoirement moins perméable que l'aubier (annexel). L'évolution de l'angle de contact en fonction de la vitesse de ponçage quant à elle peut être expliquée par la rugosité. En effet, une grande rugosité comme dans le cas des surfaces poncées à 10m/s, peut causer le phénomène de piégeage de bulles d'air dans les différents interstices de la surface dans l'interface eau/surface bois empêchant le contact intime entre l'eau et le bois. Ce phénomène a été décrit par plusieurs auteurs dont [ZISMAN, 1963], [JOHNSON et DETTRE, 1969], [LIPTAKOVA et KUDELA, 1994].



# Résultats des manipulations des surfaces revêtues

# Surfaces défoncées (figure 4-5)

La figure 4-14 résume l'évolution de la rugosité des surfaces défoncées revêtues et vieillies,

en fonction de la vitesse de coupe.



vitesse de coupe

Nous remarquons que les tendances après vieillissement de l'évolution de la rugosité en fonction de la vitesse de coupe, sont similaires à celles des surfaces nues (*figure 4-10*).

La rugosité est cependant plus faible du fait de la peinture ou de la lasure. Cette dernière semble mieux pénétrer car les valeurs de la rugosité des surfaces « lasurées » sont proches des surfaces nues. En revanche, la peinture forme un film qui rend les surfaces très lisses. Cela explique les valeurs relativement faibles de l'angle de contact mesuré sur ces surfaces (*figure 4-15*). En effet, les surfaces « lasurées » beaucoup plus rugueuses présentent des angles de contact plus forts que les surfaces peintes. La *figure 4-15* nous montre aussi que la peinture protège plus efficacement les surfaces contre le vieillissement accéléré. En effet, il n'y a pas de différence entre les angles de contact mesurés avant et après vieillissement. En plus nous avons observé lors des essais de la mouillabilité que les angles de contact étaient constants pendant les 5 premières secondes, ce qui traduit une absorption nulle de l'eau par les surfaces peintes.



Figure 4-15. Evolution de la mouillabilité des surfaces défoncées vieillies une semaine (revêtues) ; effet de la vitesse de coupe

Dans le cas des surfaces « lasurées » nous observons une dégradation de la mouillabilité, nous pensons qu'elle est peut être due à l'augmentation de la rugosité des surfaces « lasurées » après vieillissement. Car leur rugosité est plus élevée comparativement aux surfaces nues défoncées non vieillies (*figure 2-45*). En même temps l'évolution de la goutte pendant les 5 premières secondes, nous indique une absorption presque similaire à celle observée sur les surfaces nues. Enfin, il serait intéressant d'explorer la cinétique d'absorption de l'eau, si possible dans une atmosphère contrôlée pour éviter l'effet de l'évaporation, pour quantifier l'absorption des surfaces « lasurées » (*figure 1-33*).

## Surfaces poncées (figure 4-5)

La *figure 4-16* résume l'évolution de la rugosité en fonction de la vitesse de coupe des surfaces poncées revêtues et vieillies. L'évolution de la rugosité des surfaces poncées revêtues après vieillissement (peintes ou « lasurées ») est similaire à celle des surfaces nues (*figure 4-12*). Comme pour les surfaces défoncées, la rugosité est plus faible du fait de la peinture ou de la lasure. Il semblerait que l'augmentation de la vitesse de ponçage (ou de coupe) limite le soulèvement de fibres dû au vieillissement accéléré.



La *figure 4-17* présente l'évolution de la mouillabilité des surfaces poncées et revêtues avant

et après vieillissement.



e ponşuğe

Nous observons dans ce cas aussi que l'angle de contact mesuré avant est après vieillissement sur des surfaces poncées et peintes est constant, tandis que celui mesuré sur des surfaces « lasurées » est plus grand après vieillissement. Cela confirme que la peinture primaire protège mieux la surface du vieillissement accéléré. Ici aussi la mouillabilité des surfaces « lasurées » est dégradée, ce qui risque fort de poser problème pour appliquer une seconde couche de lasure. En résumé, cette première partie de manipulations permet de conclure :

que l'augmentation de la vitesse de coupe ou de ponçage limite le soulèvement des fibres (effet Maxwell);

- que la lasure d'imprégnation protège moins bien la surface du vieillissement accéléré, parce qu'elle est absorbée par le bois tandis que la peinture forme un film en surface plus protecteur ; d'où la recommandation d'appliquer la deuxième couche de lasure le plus rapidement possible ;

# 4.1.2.2. Résultats des essais de finitions sur surfaces défoncées

Dix jours après l'application des produits de finition nous avons commencé les essais du vieillissement qui ont duré au total quatre semaines. Au bout d'une semaine de vieillissement nous avions établi une grille d'évaluation intermédiaire avec les critères expliqués précédemment (voir *paragraphe 4.1.1.3 Essais d'adhérence des finitions*) afin de suivre l'évolution des échantillons finis. La *figure 4-18* présente des photos caractéristiques des critères observés au bout de 4 semaines de vieillissement. Le *tableau 4-2* résume les résultats des observations en cours et après le vieillissement des surfaces défoncées et revêtues





En principe la norme NF EN ISO 2409 : 1994 recommande pour le test des protections provisoires opaques appliquées en 1 seule couche un vieillissement à la Roue de deux semaines avant les tests d'arrachements de l'adhésif. Les produits utilisés sont réputés très performants, nous les avons fait vieillir 2 semaines de plus. Malgré cela, les observations faites au bout d'une semaine de vieillissement sont similaires à celles effectuées à la fin des essais de vieillissement après 4 semaines. En effet, l'aspect des surfaces vieillies n'a pas évolué entre 1 et 4 semaines de vieillissement à la roue Gardner. Mieux, les tests d'arrachements de l'adhésif ont montré une absence d'arrachement du revêtement. La *figure 4-19* présente un exemple d'arrachement effectué avec l'adhésif « 3M Filament Tape N°880 » de 25 mm de largeur. Rappelons que les témoins ne sont pas vieillis mais simplement stockés à l'abri des UV aux conditions d'équilibre hygroscopique du bois à 10%.

Essais vieillissement de	Après 4 semaines						
N° échantillon ( <i>figure 4-7</i> )	(1) Sortie Résine (0 à 10)	(2) Soulèvements fibres (0 à 3)	(3) Décoloration lessivage de la primaire (0 à 3)	Facteur détérioration	Tests arrachement de l'adhésif		
3'_1_1_20m/s_A	4	3	1		Ι		
3'_1_2_20m/s_A	2	3	0		,es		
3'_1_3_20m/s_A	10	3	0		fac		
Moyenne 20m/s	5.3	3.0	0.3	8.7	cte		
3_5_1_20m/s_A (témoin)	0	3	0		ur:		
3'_2_1_40m/s_A	3	2	0		s d na		
3'_2_240m/s_A	3	2	0		e d ine		
3'_2_3_40m/s_A	10	2	1		éte ;		
Moyenne 40m/s	5.3	2.0	0.3	7.7	éri		
3_5_3_40m/s_A (témoin)	0	2	0		ora		
3'_3_1_60m/s_A	5	1	0		atio		
3'_3_2_60m/s_A	2	1	1		on to		
3'_3_3_60m/s_A	1	0	0		so		
Moyenne 60m/s	2.7	0.7	0.3	3.7	nt le c		
3_6_2_60m/s_A (témoin)	0	1	0		sin d'a		
3'_4_1_20m/s_C	6	3	3		nilı		
3'_4_2_20m/s_C	6	3	3		air		
3'_4_3_20m/s_C	3	3	3		ler		
Moyenne 20m/s	5.0	3.0	3.0	11.0	à c ne		
3_5_2_20m/s_C (témoin)	0	0	0		reu		
3'_5_1_40m/s_C	4	2	2		du		
3'_5_2_40m/s_C	4	1	2		rel		
3'_5_3_40m/s_C	3	1	2		evé		
Moyenne 40m/s	3.7	1.3	2.0	7.0	és : ter		
3_6_1_40m/s_C (témoin)	0	0	0		ne		
3'_6_1_60m/s_C	6	0	2		bo nt		
3'_6_2_60m/s_C	6	0	2		ut		
3'_6_3_60m/s_C	6	0	1		d'ı		
Moyenne 60m/s	6.0	0.0	1.7	7.7	, In		
3_6_3_60m/s_C (témoin)	0	0	0		e		
C = lasure CETOL WP560 : $A = $ Peinture primaire hydro blanc : $0 =$ meilleur comportement							

Tableau 4-2 résumé des essais de finitions
--



Quelle que soit la surface testée, la quantification de l'arrachement du revêtement sur le ruban adhésif est classée comme très faible (*figure 4-2*). Ceci montre que l'adhérence des produits testés est très forte. Cependant nous pouvons nous aider des observations regroupées dans le *tableau 4-2* pour conclure sur l'influence de la vitesse de coupe sur la qualité des surfaces revêtues. Globalement nous pouvons observer dans le cas des surfaces défoncées que :

- le soulèvement des fibres est plus important dans le cas des surfaces usinées à 20 m/s. Nous pensons que cette dégradation est essentiellement due à la différence de la rugosité entre les surfaces défoncées due à la coupe moins franche à 20 m/s. En effet, nous avons démontré auparavant que les surfaces défoncées à 20 m/s sont plus rugueuses que celles produites à 40 ou à 60m/s.

- la décoloration et le lessivage sont plus importants chez les surfaces « lasurées », ceci confirme que la lasure protège moins bien la surface défoncée que la peinture.

- l'augmentation de la vitesse de coupe semble diminuer la sortie de la résine (en dehors du point correspondant aux surfaces défoncées à 60m/s et « lasurées »).

Nous pouvons conclure ici que :

- la qualité des surfaces usinées à 20 m/s se dégrade plus que celle des surfaces usinées à 60 m/s.

- le critère le plus discriminant de la qualité dans le cas des surfaces défoncées semble être le soulèvement des fibres et donc la rugosité des surfaces.

- l'augmentation de la vitesse de coupe réduit le soulèvement des fibres.

# 4.1.2.3. Résultats des essais de finitions sur surfaces poncées

Le *tableau 4-3* résume les résultats des observations en cours et après le vieillissement des surfaces poncées et revêtues.

Essais vieillissement campagne	1 (ponçage) (	observation aprè	ès 1semaine)		Après 4 semaines		
N° échantillon ( <i>figure 4-9</i> ) * A3'_1_ (1, 2 et 3) 10m/s_A = A3'_1_ 1_10m/s_A + A3'_1_ 2_10m/s_A + A3'_1_ 3_10m/s_A : soit 3 répétitions de surfaces par ligne (3)	(1) Sortie Résine (0 à 10)	(2) Soulèvements fibres (0 à 3)	(3) Décoloration lessivage de la primaire (0 à 3)	Facteur détérioration	Tests de l'arrachement de l'adhésif		
$A3'_1_(1, 2 \text{ et } 3) 10 \text{m/s}_A (3)^*$	4	0	2				
$A3'_2(1, 2 \text{ et } 3) 10 \text{m/s}A$ (3)	5	0	2		Г		
A3'_3_ (1, 2 et 3) 10m/s_A (3)	4	0	2		es f		
Moyenne 10m/s	4.3	0.0	2.0	6.3	lact		
A3_5_ (1 et 3) 10m/s_A et A3_6_2_10m/s_A (témoin)	0	0	0		eurs		
$A3'_1(1, 2 \text{ et } 3) \ 20 \text{m/s}A$ (3)	6	1	2		de		
$A3'_2(1, 2 \text{ et } 3) 20 \text{m/s}A$ (3)	2	0	2		déte		
$A3'_3_(1, 2 \text{ et } 3) 20 \text{m/s}_A$ (3)	2	0	2		ério		
Moyenne 20m/s	3.3	0.3	2.0	5.7	rati		
A3_5_ (1 et 3) 20m/s_A et A3_6_2_20m/s_A (témoin)	0	0	0		ion se		
$A3'_1(1, 2 \text{ et } 3) 30m/s_A$ (3)	10	0	2		ont		
$A3'_2(1, 2 \text{ et } 3) 30 \text{m/s}A$ (3)	2	0	2		sim 1'aı		
A3'_3_ (1, 2 et 3) 30m/s_A (3)	10	0	2		ullai		
Moyenne 30m/s	7.3	0.0	2.0	9.3	res		
A3_5_ (1 et 3) 30m/s_C et A3_6_2_30m/s_C (témoin)	0	0	2		à ceu ment		
$A3'_4(1, 2 \text{ et } 3) 10 \text{m/s}C$ (3)	2	2	4		du		
$A3'_5_(1, 2 \text{ et } 3) 10 \text{m/s}_C$ (3)	2	2	6		eler rev		
A3'_6_ (1, 2 et 3) 10m/s_C (3)	2	2	6		vés		
Moyenne 10m/s	2.0	2.0	5.3	9.3	au		
A3_6_ (1 et 3) 10m/s_C et A3_5_2_10m/s_C (témoin)	0	0	0		bout nt		
A3'_4_ (1, 2 et 3) 20m/s_C (3)	4	2	3		d'u		
$A3'_5_(1, 2 \text{ et } 3) 20 \text{m/s}_C$ (3)	4	1	3		ne :		
A3'_6_ (1, 2 et 3) 20m/s_C (3)	3	1	3		sem		
Moyenne 20m/s	3.7	1.3	3.0	8.0	lain		
A3_6_ (1 et 3) 20m/s_C et A3_5_2_20m/s_C (témoin)	0	0	0		ıe;al		
A3'_4_ (1, 2 et 3) 30m/s_C (3)	6	1	3		oser		
A3'_5_ (1, 2 et 3) 30m/s_C (3)	6	1	3		ıce		
A3'_6_ (1, 2 et 3) 30m/s_C (3)	6	1	6		toti		
Moyenne 30m/s	6.0	1.0	4.0	11.0	ale		
A3_6_ (1 et 3) 30m/s_C et A3_5_2_30m/s_C (témoin)	0 Deircí	0	0				
C = lasure CETOL WP560 ; A = Peinture primaire hydro blanc ; 0 = meilleur comportement							

Comme pour les surfaces défoncées l'augmentation de la vitesse réduit le soulèvement du fil, pour la peinture le soulèvement reste constant Cet effet est visible dans le cas des surfaces « lasurées », nous pensons que c'est ainsi parce que les surfaces « lasurées » ont un comportement par rapport au vieillissement accéléré plus proche de celui des surfaces nues. En effet, l'augmentation de la vitesse de ponçage réduit la rugosité des surfaces nues vieillies (*figure 4-12*).

Par contre par rapport au défonçage, le ponçage donne des résultats globaux opposés au sujet de l'influence de la vitesse sur la qualité des surfaces revêtues. En effet, les surfaces poncées à 30 m/s sont plus détériorées que celles produites à 10 m/s. Le fait que l'effet de la vitesse soit opposé entre le ponçage et le défonçage n'est pas une surprise vu que nous avons rencontré cette tendance aussi lors des précédentes analyses de la mouillabilité. Globalement, l'augmentation de la vitesse de coupe lors des essais du défonçage, tendait vers une amélioration de la mouillabilité. Tandis que l'augmentation de la vitesse de ponçage, avait tendance à détériorer la mouillabilité.

Dans le cas des surfaces poncées le critère qui semble être le plus discriminant de la qualité des surfaces est la remontée de la résine : l'augmentation de la vitesse de ponçage entraine une augmentation de la sortie de la résine à la surface. Ici aussi les surfaces « lasurées » sont plus dégradées que les surfaces peintes.

Les conclusions pratiques que nous pouvons faire à la lumière de ces résultats sont :

- pour limiter le soulèvement des fibres il est souhaitable, surtout dans le cas du défonçage, d'augmenter la vitesse de coupe.

- Dans le cas du ponçage l'augmentation de la vitesse limite certes le soulèvement des fibres, mais engendre l'augmentation de l'exsudation des surfaces (sortie de résine). Dans le cas des bois riches en extractibles (résine en particulier) il sera donc préférable d'éviter les grandes vitesses de ponçage.

- La lasure d'imprégnation protège moins efficacement les surfaces que la peinture contre le vieillissement accéléré. Par conséquence il est souhaitable de ne pas trop espacer dans le temps l'application des différentes couches de lasures.

- La primaire (peinture) a présenté en revanche une pérennité intéressante. Elle semble en effet moins sensible aux sollicitations du vieillissement à la Roue Gardner.

- Il semble que la viscosité de la peinture limite sa pénétration mais n'empêche pas son accroche lors du lessivage subit par les cycles de vieillissement tandis que la fluidité de la lasure semble favoriser sa pénétration dans le substrat et la rend plus vulnérable au lessivage (*tableaux 4-2 et 4-3*). Il serait par conséquent intéressant de faire des observations MEB avant et après vieillissement pour quantifier la pénétration des produits dans le bois de Douglas.

Enfin nous pensons qu'il sera intéressant aussi de faire les essais de quadrillage pour compléter le travail qualitatif que nous avons effectué sur la qualité et l'adhérence du revêtement.

# 4.2. Essais de la tenue du collage

Comme nous l'avons évoqué précédemment le but principal recherché par les essais de la tenue du collage est d'établir la relation entre deux colles structurales (MUF et PUR) et les paramètres de fabrication des surfaces bois. Nous mettrons en lumière donc l'influence sur la tenue des colles :

- du type d'usinage : ponçage et défonçage ;

- de la vitesse de coupe ou de ponçage ;

- du type de bois : duramen adulte et juvénile ;

 - du temps de stockage : surfaces collées directement après usinage et surfaces collées après 1 mois de stockage.

# 4.2.1. Matériels et méthodes

#### 4.2.1.1. Choix des colles

Rappelons que nous avons choisi sur les conseils du Professeur Antonio PIZZI du laboratoire du LERMAB à l'ENSTIB, deux colles structurales. Il s'agit de la colle Mélamine-Urée-Formol (MUF) qui a fait ses preuves, utilisée industriellement depuis plus de vingt ans [PIZZI, 1983, 1994], [PROPERZI <sup>a</sup> *et al.* 2001] - les MUF sont moins riches en formol que les colles Urée-formole classiques - et une colle polyuréthane mono-composante (PU ou PUR) d'avenir : la « 510 FibreBond » de chez KLEIBERIT® moins polluante et plus technique mais qui présente plus de difficultés d'applications notamment à cause de sa sensibilité à l'humidité de l'air et du substrat : l'augmentation de l'humidité raccourcit le temps de durcissement des PU [PIZZI et MITTAL, 2003].

Cependant après réticulation, les deux colles résistent bien aux environnements humides et sont utilisées aussi bien pour des applications extérieures qu'intérieures [PROPERZI <sup>b</sup> *et al.* 2001], [GEORGE *et al.* 2003], [BURDURLU *et al.* 2006]. Notons qu'à cause de la faible vie en pot de la MUF après sa fabrication, nous avons choisi de la fabriquer dans le laboratoire de l'ENSTIB grâce à l'aide de l'équipe du Professeur PIZZI. Le ratio molaire de la MUF utilisée était de (M+U) : F = 1 : 1.9 [PIZZI, 1994]. Rappelons que la MUF est sensible à l'acidité du support qui accélère la prise des colles urée-formol [COGNARD, 2005]. Le *tableau 4-4* résume les principales caractéristiques des deux colles utilisées dans ce travail.

Colle	510 FibreBond	MUF [PIZZI, 1994]				
Туре	Polyuréthanne (isocyanate)	Ratio molaire : (Mélamine + Urée) : Formol = 1 :1.9				
Densité	1.13	1.25				
Viscosité dynamique η à 20°C (mPa.s)	8000 ± 1.500	Entre 2000-2500				
Grammage (g/m <sup>2</sup> )	100-200	120-320				
Temps ouvert (avant réticulation) Stockage/péremption	60 min à 20°C et 10% ; 20 min si la température et le taux d'humidité augmente Pas de problème de vie en pot hermétique même après ouverture : jusqu'à 10 mois à	<ul> <li>5 heures à 20 °C ; diminue si le pH diminue ou si la température augmente : temps de gel à 67 secondes à 100°C</li> <li>De 3 à 6 mois après fabrication stocké à - 18°C ; 1 semaines stocké dans un freezer à –</li> </ul>				
	20°C	4°C ; 3 jours à 20°C				
Humidité de travail	Taux d'humidité du bois entre 8% à 19%	entre 9 à 14%				
Applications	Collage portes et fenêtre, collage laméllés de bois et dérivés	Primaire pour menuiseries et panneaux extérieurs ; recommandée pour support en conifère / protection 6 mois maximum				
Méthodes d'application	A partir d'un flacon, au moyen d'une spatule ou d'un rouleau encolleur manuel ; ou avec encolleuse industrielle					

Tableau 4-4. Caractéristiques des deux colles MUF et PUR

## 4.2.1.2. Principe et montages des essais de cisaillement

Rappelons que le principe des tests de la tenue des joints de colle du bois lamellé collé réside dans l'application d'une contrainte de cisaillement dans le joint de collage afin d'entraîner sa rupture. Pour nos essais de cisaillement nous avons utilisé la norme NF EN 392 : 1995. Les éprouvettes doivent avoir la géométrie décrite dans la *figure 4-18 (A)*. Elles peuvent contenir un ou plusieurs joints de colle. Ceux-ci sont ensuite sollicités un par un selon le principe représenté dans la *figure 4-18 (B)*. Pour exercer cette contrainte, la machine universelle doit pouvoir assurer une force équivalente à 6810 daN (15000 livres). La vitesse du chargement (F) souhaitée est de 5 mm/min, la rupture doit se produire au bout de 20s au minimum.



Selon la NF EN 392 : 1995, l'humidité des éprouvettes doit être comprise entre 8% et 13%. Avant chaque essai, les dimensions (b et t) de l'aire de la surface de cisaillement doivent être mesurées avec une précision de 0.5 mm avec un pied à coulisse pour une meilleure exploitation des résultats. La *figure 4-18* montre la machine universelle utilisée l'« INSTRON model 1185 » d'une capacité maximale de 10 tonnes et les montages que nous avons conçus pour caractériser nos éprouvettes préalablement collées.



*Figure 4-19* (A) Banc de traction INSTRON MODEL 1185; (B) principe essais de cisaillement simple joint de colle ; (C) montage essai de cisaillement double joint (annexe 19 (1 et 3)).

Nous avons utilisé pour les tests de l'adhérence des joints de colle, le montage (B) qui reproduit le principe de la norme NF EN 392 : 1995. Après la fin de nos essais nous avons initié une étude visant à améliorer la sollicitation du joint de colle. Le montage (C) a été conçu dans cette optique pour se rapprocher le mieux possible du cisaillement pur et pour minimiser les frottements bois métal intervenant lors des tests (*annexe 19 (1 et 3)*).

Les éprouvettes à casser étaient toutes parallélépipédiques de largeur b = 40 mm, d'épaisseur t = 50 mm et de longueur l = 40mm avec un seul joint de colle (*figure 4-18 (A)*). Notons que nous appliquons à la main sur la surface à coller une double ligne de colle et le grammage adopté pour toutes les manipulations a été de 200 g/m<sup>2</sup>. Les échantillons ont été assemblés par presse à plateaux chauffants à 100°C pendant 8 heures sous une pression de 10 bars (la surface en contact avec la presse était comprise entre 0.16 et 0.2 m<sup>2</sup>). Avant d'être cassées au sur la machine d'essai avec le principe B (*figure 4-19 (B)*), les éprouvettes ont été stockées 7 jours pour favoriser la prise complète ou définitive de la colle qui se produit dans le cas de la MUF après 30 heures à 20°C [COGNARG, 2005] (*annexe 19 (2)*).

# 4.2.1.3. Echantillonnage pour les essais des surfaces collées à la MUF

# Essais sur les surfaces défoncées

La *figure 4-20* montre le plan de débit des bruts destinés à la campagne de collage MUF des surfaces défoncées.



Figure 4-20. Répartition des échantillons pour la campagne des essais des surfaces défoncées puis collées à la MUF (Plateau 24)

Après les avoir débité, chacun de ces bruts a été défoncé et collé selon la démarche illustrée par la *figure 4-21* (le schéma n'est pas à l'échelle). Par exemple, le brut E-2'-3 est tout d'abord déligné en deux éprouvettes jumelles « E-2'-3-1 » et « E-2'-3-2 ».



Chacune des faces jumelles est ensuite usinée à la vitesse choisie, dans ce cas 40 m/s, aux dimensions de 320x40x20mm. Après usinage, les éprouvettes sont collées pour constituer un assemblage, dans ce cas (A), lequel est placé sous presse, est stabilisé pendant 8 jours avant de le divisr en 6 éprouvettes à casser. Au total pour les manipulations concernant les surfaces défoncées et collées à la MUF (directement après usinage ou stockées un mois) nous avons 72 éprouvettes à casser (3vitesses x 2vieillissements des surfaces avant collage x 2types de bois (duramen adulte et juvénile) x 6 répétitions).

#### Essais sur les surfaces poncées

La *figure 4-22* montre le plan de débit des bruts destinés à la campagne de collage MUF des surfaces poncées. A cause de la répartition des vitesses de ponçage lors des essais de ponçage nous ne pouvons obtenir d'un brut que trois échantillons au lieu de six dans le cas du défonçage. C'est pourquoi nous avons doublé le nombre de bruts utilisés (*figure 4-22*) pour assurer le même nombre de modalités que pour les surfaces défoncées.



Figure 4-22. Répartition des échantillons pour la campagne des essais des surfaces poncées puis collées à la MUF (Plateau 22)

La *figure 4-23* montre la démarche suivie pour obtenir les échantillons poncées et collées à la MUF. Au total nous avons 24 bruts ce qui revient à 72 éprouvettes à casser préparés par ponçage. Par exemple, le brut E-2'-4 (*figure 4-23*) est tout d'abord déligné en deux éprouvettes jumelles « B-2'-4-1 » et « E-2'-4-2 ». Chacune des faces jumelles est ensuite usinée en un seul passage de 5 secondes aux trois vitesses 10, 20 et 30m/s, aux dimensions de 260x40x20mm.

Après usinage, les éprouvettes sont collées pour constituer un assemblage, dans ce cas (B), lequel est placé sous presse, est stabilisé pendant 8 jours avant de le diviser en 3 éprouvettes à casser de dimensions 40x40x50mm. La cote de 50mm est centrée autour des lignes correspondant aux usinages souhaités, ce qui fait que la vitesse de ponçage réelle est comprise en fonction de la variation du rayon (±2.5mm) respectivement pour 10, 20 et 30 m/s entre 9.7 et 10.2, entre 19.7 et 20.1 et entre 29.7 et 30.2 m/s.



#### 4.2.1.4. Echantillonnage pour les essais des surfaces collées à la PUR

#### Essais sur les surfaces défoncées

Comme nous avions presque épuisé les plateaux centraux des deux billons du bas de notre arbre, les 12 bruts destinés à la campagne de collage PUR des surfaces défoncées ont été assemblés à partir du reste des plateaux 30 31 et 24 en respectant la répartition duramen juvénile et adulte (*figure 2-2*, page 78), le *tableau 4-5* résume cette répartition.

Tableau 4-5. Répartition des échantillons pour la campagne des essais des surfaces défoncées puis collées à laPUR (Plateaux 30 31 et 24)

Vitesse de coupe	20 m/s	40 m/s	60 m/s	
Bruts d'éprouvettes collés directement	Duramen adulte	A_2'_1	A2'3	E_2_5
Ĩ	Duramen juvénile	3_1	3_3	2_6
Bruts d'éprouvettes collés après un	Duramen adulte	A_2'_2	E_2_4	E_3_5
stockage d'un mois	Duramen juvénile	3'_4	3_4	3_6

La même démarche utilisée précédemment pour l'échantillonnage MUF a prévalue pour les surfaces défoncées puis collées à la PUR (*figure 4-21*). Ainsi nous avons préparé au total pour la PUR 72 assemblages (directement après usinage ou stockées un mois).

#### Essais sur les surfaces poncées

La *figure 4-24* montre le plan de débit des bruts destinés à la campagne de collage PUR des surfaces poncées. Dans ce cas les bruts ont été obtenus à partir du même plateau n°23.



Figure 4-24. Répartition des échantillons pour la campagne des essais des surfaces poncées puis collée à la PUR (Plateau 23)

Comme pour les autres modalités de collage, nous avons 72 assemblages à casser. Notons que la mise aux dimensions des 288 assemblages a été réalisée juste avant les essais de cisaillement grâce à la scie circulaire et à la raboteuse pour avoir des essais les plus répétitifs possibles. Notons aussi que lors de ces essais, la charge maximale ( $F_{max}$ ) a été mesurée avec une précision de  $\pm$  3%.



Enfin toutes les précautions ont été prises pour aligner les deux sabots (*figure 4-19 (B*)) de manière à ce que l'effort soit uniformément réparti sur la largeur de l'éprouvette, dans le sens du bois de bout (*figure 4-18 (B*)).

Avant d'analyser les résultats, notons un point important illustré par la (*figure 4-25*). Les faciès de ruptures montre que les ruptures se sont produites dans nos essais en partie dans le bois et en partie dans le joint de colle. Ceci est d'une importance capitale, en effet, si les ruptures se produisent que dans le bois, alors dans ce cas nous sommes entrain de tester la résistance au cisaillement du bois. Si les ruptures se produisent essentiellement dans le joint de colle alors nous testons cette fois-ci la résistance au cisaillement de la colle. Dans ce cas aussi l'adhérence de la colle n'est pas testée. Globalement, dans notre cas la rupture s'est produite au tour du joint à  $\pm 2mm$  (*figure 4-25*).

#### 4.2.2. **Résultats et discussions**

Des analyses préliminaires des résultats des efforts Fmax enregistrés lors des essais de cisaillement ont montré qu'il y avait une corrélation positive entre la densité et le Fmax. La *figure 4-26* montre le nuage de points de l'effort maximal pour les essais de cisaillement en

fonction de la densité du bois.

Le facteur P de l'ANOVA est strictement inférieur à 0.00001, il existe donc une relation statistiquement significative entre les deux variables Fmax et densité avec un niveau de confiance de 99.99%. Cette relation est linéaire et est définie par l'équation suivante :

Fmax = -3942.43 + 47351.5\*densité. C'est



pourquoi, pour s'affranchir de cet effet perturbateur, nous analyserons la contrainte spécifique maximale définie par la formule suivante :

Contrainte Spécifique (MPa) = 
$$\frac{\sigma}{d}$$
; avec : la contrainte  $\sigma$  (MPa) =  $\frac{F_{max}(en N)}{b.t (mm^2)}$  et d la densité (4.1)

Rappelons que b et t sont les dimensions qui définissent la surface du joint de colle (*figure 4-18*). L'ANOVA entre la Contrainte Spécifique (CS) et la densité a montré que nous nous sommes bien affranchis de l'effet de la densité. En effet, le facteur P de l'ANOVA entre CS et la densité est égal à 0.942 >> 0.01. Rappelons que si P>0.01 il n'y a pas d'effet statistiquement significatif au niveau de confiance de 99% et l'erreur de se tromper dans ce cas est de 1%.

#### 4.2.2.1. Essais des surfaces collées à la MUF

#### Essais sur les surfaces défoncées

Pour analyser l'influence de chacun des facteurs du processus de la fabrication des assemblages MUF avec des surfaces défoncées, nous appliquons une analyse variance multifactorielle avec interactions entre facteurs. Nous rappelons que les facteurs explorés ici sont le type de bois (duramen adulte et juvénile), la vitesse de coupe et le temps de stockage. Le *tableau 4-6* résume l'ANOVA effectuée.

 Tableau 4-6. L'ANOVA multifactorielle de la contrainte spécifique du joint de colle MUF sur des surfaces

 défoncées

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif	
		Effets pi	rincipaux				
A : vitesse de coupe	17,0541	2	8,5271	1,26	0,2920		
<b>B</b> : type de bois	5,4011	1	5,4011	0,80	0,3759		
C : temps de stockage	65,1701	1	65,1701	9,60	0,0030	*	
Interactions entre facteurs							
AB	14,2454	2	7,1227	1,05	0,3564		
AC	17,8850	2	8,9425	1,32	0,2754		
BC	0,8235	1	0,8235	0,12	0,7288		
ABC	2,4164	2	1,2082	0,18	0,8374		
Résidu	407,194	60	6,7866				
Total (Corrigé)	530,19	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs				

Nous remarquons que dans ce cas seul l'effet du temps de stockage a une influence statistiquement significative au niveau de confiance de 99% sur la contrainte spécifique de cisaillement des surfaces défoncées et collées à la MUF (*figures 4-27 et 4-28*). Notons aussi qu'il n'y a pas d'interactions entre les facteurs explorés. Nous remarquons que le collage à la MUF est meilleur sur des surfaces stockées un mois que sur des surfaces fraichement défoncées. Cet effet est



**Figure 4-27.** Influence du temps de stockage sur la contrainte de cisaillement spécifique : assemblage à la MUF des surfaces défoncées.

peut être dû à la différence du pH des surfaces. En effet, nous avons montré que les surfaces stockées sont plus acides que les surfaces fraichement usinées et nous avions rapporté que l'acidité accélérait la prise des colles urée-formol.

Notons aussi que vu le grand temps ouvert de la colle MUF utilisée à 20°C (5 heures) nous supposons que la réticulation de la colle est négligeable lors de l'application et ensuite influencée par le pH du substrat lors du pressage, ce qui explique dans ce cas pourquoi le temps de stockage est bénéfique sur la réticulation. La *figure 4-28* illustre l'évolution de la contrainte spécifique de cisaillement en fonction du type de bois et de la vitesse de coupe dans le cas des surfaces défoncées et collées à la MUF.



Figure 4-28. Influences de la vitesse de coupe et du type de bois sur la contrainte de cisaillement spécifique : assemblage à la MUF des surfaces défoncées

En résumé, nous faisons l'hypothèse que le collage des surfaces défoncées dépendrait plus de l'acidité des surfaces que du type de bois ou de la vitesse de coupe.

#### Essais sur les surfaces poncées

Le *tableau 4-7* résume l'ANOVA multifactorielle de la contrainte spécifique du joint de colle MUF sur des surfaces poncées pour les facteurs vitesse de coupe, type de bois et temps de stockage.

Tableau 4-7. L'ANOVA multifactorielle de la contrainte spécifique du joint de colle MUF sur des surfaces

nonchas	
poncees	

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif	
		Effets p	rincipaux				
A : vitesse de coupe	1,4032	2	0,7016	0,1300	0,8754		
B : type de bois	54,1893	1	54,1893	10,3100	0,0021	*	
C : temps de stockage	18,2116	1	18,2116	3,4600	0,0676		
Interactions entre facteurs							
AB	9,7585	2	4,8792	0,9300	0,4010		
AC	1,8332	2	0,9166	0,1700	0,8405		
BC	18,6549	1	18,6549	3,5500	0,0645		
ABC	1,1558	2	0,5779	0,1100	0,8961		
Résidu	315,497	60	5,2583				
Total (Corrigé)	420,703	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratiqu moyenne ; *effets significatifs				

Seul l'effet du type de bois a une influence statistiquement significative au niveau de confiance de 99% sur la contrainte spécifique de cisaillement des surfaces défoncées et collées à la MUF (*figures 4-29 et 4-30*). Les assemblages des bois en duramen adulte sont plus résistants que ceux réalisés avec du bois juvénile. Cet effet est probablement dû aux performances mécaniques du bois juvénile moins bonnes que celles du bois adulte même à densité égale du fait des angles des microfibrilles plus élevés dans le bois



juvénile. Cependant, cet effet peut être aussi expliqué par la différence de rugosité des surfaces poncées en fonction de la nature du bois (*figure 3-16 page166*). En effet, le duramen adulte ayant une rugosité plus forte qui favoriserait l'accroche mécanique. L'ANOVA (*tableau 4-5*) n'identifie pas le facteur temps de stockage comme ayant une influence statistiquement significative sur la contrainte de cisaillement des assemblages des surfaces poncées collés à la MUF, même si la tendance est similaire à celle observée sur les surfaces défoncées (*figures 4-27 et 4-30*). En ce qui concerne la vitesse il n'y a pas d'effet ni de tendance clairement identifiée, que ce soit pour les surfaces poncées ou défoncées. Notons aussi que le *tableau 4-5* montre qu'il n'y a pas d'interactions entre les facteurs explorés.





En résumé, le collage à la MUF des surfaces défoncées est amélioré par le temps de stockage. Dans le cas des surfaces poncées cette amélioration est très faible et il est préférable d'assembler du bois adulte. Notons que les ruptures lors des essais de cisaillement des joints de colles à la MUF étaient toutes fragiles. Il est admis qu'après réticulation la colle MUF devient amorphe et vitreuse, ce qui explique son comportement fragile vis-à-vis de la sollicitation mécanique : elle casse brutalement après avoir atteint la limite du domaine élastique [PIZZI et MITTAL, 2003].

Les conclusions pratiques que nous pouvons faire à la lumière des résultats des essais des surfaces collées à la MUF sont :

- la vitesse de coupe ou de ponçage ne semble pas avoir une influence sur la tenue de la colle MUF. Nous supposons par extension que la MUF n'est pas sensible aux faibles variations de la rugosité. En effet, elle est classée parmi les colles fluides ce qui lui permet de s'immiscer relativement facilement dans les interstices des surfaces bois favorisant sa diffusion.

- Le ponçage avec du grain 80 procure des assemblages plus résistants que ceux obtenus par défonçage. Il semblerait que la plus forte rugosité des surfaces poncées au travers du fil du bois soit à l'origine des assemblages poncés, favorisant une meilleure accroche mécanique de la colle.

- Les assemblages MUF réalisés avec du bois juvénile sont globalement moins performants que ceux obtenus avec du bois adulte (*figure 4-25*). Nous supposons que cet effet est dû à une meilleure accroche mécanique favorisée par la forte rugosité des surfaces en duramen adulte poncées (*figure 3-16 page166*). Ou alors, au performances mécaniques du bois adulte.

## 4.2.2.2. Essais des surfaces collées à la PUR

## Essais sur les surfaces défoncées

Le *tableau 4-8* résume l'ANOVA multifactorielle de la contrainte spécifique du joint de colle PUR sur des surfaces défoncées pour les facteurs vitesse de coupe, type de bois et temps de stockage.

défoncées								
Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif		
Effets principaux								
A : vitesse de coupe	179,4540	2	89,7271	17,9800	0,0000	*		
B : type de bois	0,3843	1	0,3843	0,0800	0,7823			
C : temps de stockage	14,4185	1	14,4185	2,8900	0,0943			
	In	teractions	entre facteurs					
AB	13,1843	2	6,5922	1,3200	0,2745			
AC	94,2592	2	47,1296	9,4500	0,0003	*		
BC	0,9339	1	0,9339	0,1900	0,6668			
ABC	37,9718	2	18,9859	3,8100	0,0278			
Résidu	299,371	60	4,9895					
Total (Corrigé)	639,977	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs					

Tableau 4-8. L'ANOVA multifactorielle de la contrainte spécifique du joint de colle PUR sur des surfaces

Nous remarquons dans ce cas qu'il y a deux effets statistiquement significatifs au niveau de confiance de 99% : la vitesse de coupe et une interaction entre cette dernière et le temps de stockage. La figure 4-31 montre que les surfaces usinées à 20 ont des performances m/s plus importantes que celles défoncées à 40 ou 60m/s. Nous pensons que cet effet est probablement dû à la variation de la rugosité. En effet, la PUR semble mieux accrocher sur les surfaces



des surfaces défoncées

usinées à 20 m/s plus rugueuses (figure 2-43 page138).

La *figure 4-32* montre l'évolution de l'interaction entre la vitesse de coupe et le temps de stockage. Nous remarquons que l'effet de la vitesse de coupe est confirmé et que le temps de stockage nivelle cet effet. Ce qui montrerait que la chimie de la surface a aussi un rôle très important dans l'explication des performances de la colle PUR dans l'assemblage des surfaces défoncées.

Pour les surfaces défoncées en bois de Douglas, le fait de laisser reposer une surface 1 mois détériore le collage à la PUR des surfaces rugueuses (produites à 20m/s). Par contre, dans le cas de surfaces plus lisses défoncées à 40 ou à 60m/s le collage à la PUR serait amélioré surtout dans le cas des surfaces défoncées à 60m/s.

La *figure 4-33* illustre l'évolution des influences du type de bois et du temps de stockage sur la contrainte spécifique de cisaillement du joint de colle PUR sur des surfaces défoncées.







Figure 4-33. L'influence du type de bois et du temps de stockage sur la contrainte de cisaillement spécifique : assemblage à la PUR des surfaces défoncées

Nous observons que dans le cas des surfaces défoncées qu'il n'y a pas d'effet de type de bois sur la qualité des joints de colle PUR. Par contre même si l'ANOVA ne montre pas que l'effet du temps du stockage est statistiquement significatif, constatons qu'il suit la même tendance que dans le cas des surfaces défoncées puis collées à la MUF.

#### Essais sur les surfaces poncées

Le *tableau 4-9* résume l'ANOVA multifactorielle de la contrainte spécifique du joint de colle PUR sur des surfaces poncées pour les facteurs vitesse de coupe, type de bois et temps de stockage.

 Tableau 4-9. L'ANOVA multifactorielle de la contrainte spécifique du joint de colle PUR sur des surfaces

 poncées

		<u>^</u>					
Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif	
	Effets principaux						
A : vitesse de coupe	8,1447	2	4,0723	1,0000	0,3736		
<b>B</b> : type de bois	21,4327	1	21,4327	5,2700	0,0252	*	
C : temps de stockage	0,0124	1	0,0124	0,0000	0,9562		
	In	teractions	entre facteurs				
AB	0,1456	2	0,0728	0,0200	0,9823		
AC	0,8647	2	0,4324	0,1100	0,8993		
BC	0,0192	1	0,0192	0,0000	0,9454		
ABC	4,2520	2	2,1260	0,5200	0,5957		
Résidu	244,099	60	4,0683				
Total (Corrigé)	278,970	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs				

Dans le cas des surfaces poncées seul le type de bois a un effet statistiquement significatif au niveau de confiance de 98% sur la tenue de la colle PUR. Dans ce cas comme pour celui des surfaces poncées puis collées à la MUF, le bois juvénile présente des performances au collage moins bonnes de celles du bois adulte (*figure 4-34*). Ceci confirme la conclusion faite auparavant dans la partie traitant de la colle MUF à savoir :

- cet effet est peut être dû à une meilleure accroche mécanique favorisée par la forte ruggeité des surfaces en duramen adulte pope



rugosité des surfaces en duramen adulte poncées (figure 3-16 page166).

- les assemblages réalisés avec du bois juvénile sont globalement moins performants que ceux obtenus avec du bois adulte. La *figure 4-35* montre qu'il n'y a pas d'effet de la vitesse de ponçage et du temps de stockage sur la contrainte spécifique de cisaillement des assemblages PUR sur des surfaces poncées.

Cependant cette courbe confirme l'effet observé dans le cas du collage à la MUF à savoir : le ponçage avec du grain 80 donne des assemblages plus résistants que ceux obtenus par défonçage.



Les conclusions pratiques que nous pouvons faire à la lumière des résultats des essais des surfaces collées à la PUR sont :

- la PUR adhère mieux sur les surfaces usinées à 20 m/s que sur celles défoncées à 40 ou 60
 m/s. Elle semble en cela favorisée par les grandes rugosités.

- Le temps de stockage nivelle l'influence de la vitesse de défonçage sur les performances de la PUR.

- La PUR adhère mieux sur les surfaces poncées au grain 80 que sur les surfaces défoncées.

- Les assemblages MUF réalisés avec du bois juvénile sont globalement moins performants que ceux obtenus avec du bois adulte.

Enfin notons que contrairement à la MUF la PUR a présenté un comportement plus ductile lors des essais de rupture des joints de colle.

#### 4.2.2.3. ANOVA globale du collage MUF et PUR confondues

Afin d'avoir une vision globale sur l'ensemble des essais du collage. Nous avons appliquée une ANOVA multifactorielle sur les 288 données des contraintes de cisaillement spécifique de tout l'échantillonnage. Les effets explorés ici sont : le type de bois, le temps de stockage le type de colle et le type d'usinage (*tableau 4-10*). L'ANOVA nous permettra en plus d'hiérarchiser l'influence de ces facteurs. Nous avons démontré précédemment que le défonçage et le ponçage étaient deux mécanismes de production de surface bois très différents, c'est pourquoi les vitesses de ponçage et de coupe ne sont pas comparables à ce titre ils ne sont pas intégrées à l'ANOVA globale.

**Tableau 4-10.** L'ANOVA multifactorielle de la contrainte spécifique du joint de colle MUF ou PUR sur dessurfaces poncées ou défoncées

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	Ratio F	Probabilité	Effet significatif	
		Effets p	rincipaux				
A : type de bois	55,7621	1	55,7621	9,0800	0,0028	*	
B : temps de stockage	66,0043	1	66,0043	10,7500	0,0012	*	
C : type de colle	142,8870	1	142,8870	23,2700	<0,0000	*	
D : type d'usinage	710,5440	1	710,5440	115,7200	<0,0000	*	
	Ir	teractions	entre facteurs				
AB	4,2467	1	4,2467	0,6900	0,4064		
AC	4,9193	1	4,9193	0,8000	0,3715	*	
AD	20,4619	1	20,4619	3,3300	0,0690		
BC	17,7747	1	17,7747	2,8900	0,0900		
BD	14,0300	1	14,0300	2,2800	0,1318		
CD	287,6360	1	287,6360	46,8400	<0,0000	*	
ABC	10,0225	1	10,0225	1,6300	0,2025		
ABD	4,4930	1	4,4930	0,7300	0,3931		
ACD	0,2640	1	0,2640	0,0400	0,8359		
BCD	0,0036	1	0,0036	0,0000	0,9808		
ABCD	1,6693	1	1,6693	0,2700	0,6025		
Résidu	1670,19	272	6,1404				
Total (Corrigé)	3010,91	287	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs				

Le tableau montre que tous les effets explorés ont une influence statistiquement significative au niveau de confiance  $\geq$  à 99%. Ils sont classés par ordre d'importance le moins influent étant le type de bois et le plus influent dans nos conditions expérimentales est le type d'usinage. Notons que l'ANOVA révèle une interaction entre le type d'usinage et le type de colle. La *figure 4-36* montre que la MUF est très sensible au type de l'usinage contrairement à la PUR qui évolue moins. D'autre part, l'interaction confirme que le ponçage donne de meilleurs résultats que le défonçage quelque soit la colle utilisée.

La MUF donne des résultats légèrement moins bons que la PUR dans le cas des surfaces défoncées. Par contre, les assemblages par la PUR sur des surfaces



poncées sont beaucoup moins résistants que ceux obtenus par la MUF. Enfin en moyenne la MUF donne des performances plus importantes que la PUR.

#### Performances en fonction du type d'usinage et type de colle

La *figure 4-37* illustre l'évolution des influences du type de bois et du temps de stockage sur la contrainte spécifique de cisaillement du joint de colle PUR ou MUF sur des surfaces défoncées ou poncées.



Figure 4-37 Influences du type de l'usinage et du type de colle sur le collage des surfaces en bois de Douglas

La *figure 4-38* confirme et complète les observations obtenues par la courbe des interactions. En effet, les surfaces poncées au grain P 80 donnent des assemblages plus résistants que ceux obtenus avec les surfaces défoncées. La MUF présente des performances plus importantes que la PUR. Sachant que les conditions de température de travail étaient similaires pour les deux colles, nous pensons que la PUR est moins bonne dans nos conditions de collage essentiellement à cause du taux d'humidité du substrat. En effet, notons que le taux idéal de l'humidité du substrat pour la PUR est de 14% (*tableau 4-4*) celui de la MUF est plutôt autour de 10% qui est notre humidité favorise la réticulation de la colle PUR et gène celle de la MUF (phénomène du joint bu) [HSE, 1972], [PIZZI et MITTAL, 2003].

#### Performances en fonction du type de bois et du temps de stockage

La *figure 4-37* illustre l'évolution des influences du type de bois et du temps de stockage sur la contrainte spécifique de cisaillement du joint de colle PUR ou MUF sur des surfaces défoncées ou poncées.





La *figure 4-37* confirment que les assemblages du duramen juvénile sont moins résistants que ceux du duramen adulte et que l'augmentation du temps de stockage 1 mois améliore légèrement l'adhérence des joints de colles. Rappelons que cet effet est plus marqué dans le cas de la MUF.
A la lumière des résultats de la comparaison globale du collage nous pouvons dire que :

- les colles PUR et MUF adhère mieux sur les surfaces poncées à P80 que sur les surfaces défoncées. Rappelons que plusieurs études ont montré que les produits de finition et les colles, mouillaient et adhéraient mieux sur des surfaces poncées que sur des surfaces défoncées [BOGNER, 1995], [STEHR *et al.* 2001], [KUDELA *et al.* 2004].

- La MUF adhère mieux sur des substrats à 10% de taux d'humidité que la PUR.

- Les assemblages du duramen juvénile sont moins résistants au cisaillement que ceux du duramen adulte.

- L'augmentation du temps de stockage d'1 mois améliore légèrement l'adhérence des joints de colles toutes colles confondues.

# **4.3.** Conclusions sur les essais de finition, vieillissement accéléré et de collage

Cette partie nous a permis de vérifier l'incidence des paramètres du processus d'usinage identifiés lors des deux chapitres précédents comme influant sur l'adhésion des surfaces en bois de douglas.

Ainsi nous avons pu conclure dans le cas des essais de finition et du vieillissement accéléré :

- que concernant la mouillabilité, le vieillissement nivelle les effets dus aux vitesses de coupe,

que la qualité des surfaces usinées à 20 m/s se dégrade plus que celle des surfaces usinées à 60 m/s,

- que le critère le plus discriminant de la qualité dans le cas des surfaces défoncées et revêtues semble être le soulèvement des fibres et donc la rugosité des surfaces. Dans le cas des surfaces poncées le critère discriminant semble être la remontée de la résine.

- Que pour limiter le soulèvement des fibres il est souhaitable, surtout dans le cas du défonçage, d'augmenter la vitesse de coupe.

- Que dans le cas du ponçage l'augmentation de la vitesse limite le soulèvement des fibres, mais engendre l'augmentation de l'exsudation des surfaces. Dans le cas des bois riches en résine, il sera donc préférable d'éviter les grandes vitesses de ponçage.

Enfin la lasure d'imprégnation protège moins efficacement les surfaces contre le vieillissement accéléré.

En ce qui concerne le collage nous avons observé que la densité du bois augmente la résistance à la rupture en cisaillement des joints de colles. Nous avons observé aussi que la rupture de la MUF était fragile et celle de la PUR était plus ductile.

Pour la MUF qui devient vitreuse en réticulant, il semblerait que les soient insensibles à la vitesse de coupe. L'effet temps de stockage montre que les surfaces vieillies un mois avant d'être collées accrochent mieux que celles collées immédiatement après leur usinage. Il semble que la MUF adhère mieux sur des surfaces acides. Une fois encore ces évolutions montrent que les extractibles ont certainement un effet très important dans l'adhésion entre les liquides et les surfaces bois.

En ce qui concerne la colle PUR une colle plus technique moins polluante et qui a un comportement plus élastique MUF après réticulation, celle-ci semble moins influencée par l'effet temps de stockage, par contre elle est très sensible à la rugosité. En effet, elle présente de meilleures performances sur des surfaces plus rugueuses. Cependant, l'effet du temps de stockage nivelle l'influence de la vitesse de défonçage sur les performances de la PUR. Nous pensons que cet effet est dû au fait qu'elle est plus expansive. Pour voir l'influence de la rugosité et de la pénétration des colles sur l'accroche mécanique il serait intéressant de faire des observations MEB du joint de colle.

Les deux colles adhèrent mieux sur les surfaces poncées au grain 80 que sur les surfaces défoncées. La MUF adhère mieux sur un substrat à 10% de taux d'humidité que la PUR. Quelle que soit la colle utilisée (MUF ou PUR) les assemblages du duramen juvénile résistent moins au cisaillement que ceux du duramen adulte. Nous pensons que cet effet est du au fait les angles de microfibrilles sont plus importants dans le duramen juvénile.

#### **Conclusions et perspectives**

Lors de ce travail de thèse nous avons pu mettre en lumière les paramètres du processus de fabrication influençant le comportement des surfaces de bois de Douglas vis à vis de l'eau avant et après vieillissement.

1. Le paramètre « temps de stockage » influe fortement sur la mouillabilité des surfaces en bois de Douglas :

- l'augmentation du temps de stockage (à l'abri des UV) dans des conditions standards (20°C et 65%HR) dégrade l'aptitude des surfaces à interagir avec l'eau. En effet, au bout d'une semaine dans le cas des surfaces défoncées, des surfaces passent hydrophiles à hydrophobes.
Pour les surfaces poncées, ce phénomène de dégradation est plus actif : il se produit vers 48 heures au lieu d'une semaine.

- Du point de vue énergétique, la perte de la mouillabilité se traduit par une baisse importante dans l'énergie de surface. Cette perte est plus rapide dans le cas des surfaces poncées. L'évolution du travail d'adhésion Wa entre l'eau et les surfaces de bois de Douglas montre que l'eau déposée sur des surfaces fraîchement usinées est deux fois plus difficile à retirer que si elle était déposée une semaine plus tard dans le cas des surfaces défoncées ; deux jours plus tard dans le cas des surfaces poncées au grain 80 plus rugueuse.

- Nous avons montré aussi que les surfaces du bois de Douglas sont paradoxalement basiques contrairement au cœur du bois de Douglas connu pour être acide. Il semble que la dégradation de la mouillabilité des surfaces soit due à l'oxydation de ces dernières. Cette oxydation est aggravée par la migration des extractibles du bois du cœur vers sa surface, ce qui se traduit par une augmentation de l'acidité des surfaces avec l'augmentation du temps de stockage.

-L'hydrophobie des surfaces bois de Douglas serait donc fortement liée aux extractibles. En effet, les surfaces en bois de Douglas vieillies à la roue Gardner et sur lesquelles nous avons observé l'exsudation des extractibles sont très hydrophobes. Les extractibles jouent donc un rôle majeur dans la relation entre l'eau et les surfaces en bois de Douglas. Il sera donc intéressant d'éliminer les extractibles (en particulier la résine) du Douglas et analyser les évolutions de leurs composantes polaires et dispersives afin de mieux expliquer ce rôle.

-En résumé sur l'effet du temps de stockage, l'augmentation de ce dernier oxyde les surfaces en bois de Douglas et favorise la migration des extractibles du cœur vers sa surface. L'action conjuguée de ces deux phénomènes rend les surfaces bois plus acides et plus hydrophobes. Si nous devons utiliser des traitements à solvant aqueux, il sera donc bien plus avantageux de traiter les surfaces bois le plus rapidement possible après leurs genèses.

2. l'effet de la variabilité du bois se manifeste selon la position radiale et en hauteur :

- ainsi les échantillons issus de l'aubier sont plus hydrophiles que ceux issus du duramen. Ici aussi les extractibles présents en nombre plus important dans le duramen et la faible imperméabilité notoire de ce dernier semble être à l'origine de ce comportement. Même constat dans le duramen : le duramen juvénile plus près de la moelle et donc contenant plus de résine et plus hydrophobe que le duramen adulte.

- La différence d'un mètre de hauteur dans l'arbre a une influence comparable sur la mouillabilité que celle observée avec la position radiale. Nous supposons que cet effet est dû en partie à la différence dans la vigueur de croissance entre le bas et le haut du tronc et donc à la différence des angles des microfibrilles.

Pour vérifier ces suppositions il sera intéressant d'extraire les résines du bas et du haut de l'arbre d'échantillons comparables du point de vue volume et position radiale afin de voir si l'effet hauteur n'est pas aussi dû aux résines.

3. Nous avons aussi montré que la vitesse d'usinage a une influence opposée sur la mouillabilité du bois selon le type d'usinage (défonçage ou ponçage) :

- l'augmentation de la vitesse (entre 20m/s et 60m/s) dans le cas du défonçage améliore faiblement la mouillabilité. Nous pensons que cette amélioration est due aux mécanismes des micro-endommagements mis en jeu en fonction de la vitesse de coupe. En effet, les surfaces produites à 60 m/s présentent un faciès se rapprochant de ceux produits par microtome : les trachéides étant sectionnées plus nettement dans ce cas, l'eau y pénètre plus facilement et s'étale selon le sens du fil.

-Dans le cas du ponçage l'augmentation de la vitesse entre 10 et 30 m/s, augmente le taux de matière enlevée ce qui se traduit par un échauffement qui s'accroît avec la vitesse de coupe peut être responsable de la dégradation de la mouillabilité. En effet, les surfaces produites à 10 m/s sont plus hydrophiles que celles produites à 30m/s. Pour vérifier si la température est à l'origine de ce phénomène nous avons instrumenté des échantillons de bois avec des thermocouples afin de récupérer la réponse en température que subissent les pièces usinées (*annexe 18*).

Globalement, les surfaces poncées sont plus hydrophiles que les surfaces défoncées. Nous supposons que cela est dû :

- aux divers poussières et micro-copeaux qui subsistent sur les surfaces poncées malgré le nettoyage par air comprimée,

- aux faciès plus accidentés dans le cas des surfaces poncées qui favorise l'accroche mécanique des liquides sur ce type de surfaces.

**4.** Dans le cas des finitions à solvants aqueux les résultats ont montré une très bonne accroche quelles que soient les modalités explorées dans ce travail de thèse. Finalement, ces produits de finition propres se comportent comme l'eau par rapport aux surfaces du bois de Douglas.

- Les vieillissements ont montré dans le cas du défonçage que les surfaces usinées à 60 m/s accrochent légèrement mieux les finitions que celles produites à 20 m/s.

- Dans le cas du ponçage les surfaces usinées à 30 m/s accrochent moins les produits de finition que celles poncées à 10 m/s.

Nous pensons qu'il sera intéressant de faire un test avec deux couches de finitions au lieu d'une afin de confirmer par le test de quadrillage ces résultats.

5. Pour le collage le comportement est différent du cas des finitions parce que nous avons utilisé deux colles dont les caractéristiques physiques et chimiques sont différentes de celles de l'eau.

- Pour la MUF une colle de référence qui a fait ses preuves et qui devient vitreuse en réticulant, il semblerait qu'elle soit insensible à l'effet vitesse de coupe. Par contre, l'effet type de bois est important (entre le bois juvénile et adulte). En effet, les assemblages avec le bois juvénile sont moins résistants que ceux du bois adulte. Nous pensons que cet effet est dû aux angles des microfibrilles plus faibles dans ce cas. L'effet temps de stockage montre que les surfaces vieillies un mois avant d'être collées accrochent mieux que celles collées immédiatement après leur usinage : il semble que la MUF adhère mieux sur des surfaces acides. Une fois encore ces évolutions montrent que les extractibles ont un effet très important dans l'adhésion entre les liquides et les surfaces bois.

- En ce qui concerne la colle PUR une colle plus technique moins polluante et qui a un comportement plus élastique que la MUF après réticulation, celle semble moins influencée par l'effet temps de stockage mais par contre est très sensible à la rugosité. En effet, elle présente de meilleures performances sur des surfaces plus rugueuses. Notons aussi que l'effet du temps de stockage nivelle l'influence de la vitesse de défonçage sur les performances des la PUR Nous pensons que cet effet est dû au fait qu'elle est plus expansive.

Rappelons que les deux colles ont montré une meilleure adhérence sur les surfaces poncées au grain 80 que sur les surfaces défoncées. Enfin, pour voir l'influence de la rugosité et de la pénétration des colles sur l'accroche mécanique il serait intéressant de faire des observations MEB du joint de colle.

#### **Références bibliographiques**

AFNOR. Etats de surface des produits, prescriptions 1. Généralité, terminologie, définitions, 1972. NF E 05.015.

AGUILERA, A., Optimisation des conditions de coupe pour l'usinage du bois. Application de la méthode couple outil matière au défonçage des panneaux de fibres de densité moyenne Thèse de doctorat. Sciences et Technologies Industrielles. Epinal : Université Henri Poincaré-Nancy1, 2000.

AGUILERA, A., MARTIN, P., Machining qualification of solid wood of Fagus silvatica L. and Picea excelsa L.: cutting forces, power requirements and surface roughness. Holz. Roh. Werkst, 2001. Vol. 59, 483-488.

AKNOUCHE H., OUTAHYON A., NOUVEAU C., MARCHAL R., ZERIZER A., BUTAUD J.C., Tool wear effect on cutting forces: in routing of Aleppo pine wood. Journal of Materials Processing Technology, 2009, Vol.209 (6), pp.2918-2922.

ASTM D 1666-87. American Society for Testing and Materials: Standard methods for conducting machining tests of wood and wood-base materials. 1987, Philadelphia, PA.

ASTM D 4541-95. American Society for Testing and Materials. Standard test method for pull-off strength of coatings using portable adhesion testers. 1995, Philadelphia, PA.

ASTM D 3359-97. American Society for Testing and Materials. Standard test methods for measuring adhesion by tape test. 1997, Philadelphia, PA.

ASTM D 905-03. American Society for Testing and Materials: Standard test method for Strength properties of adhesive bonds in shear by compression loading. 2003, Philadelphia, PA.

BACK E.K., Oxidative activation of wood surfaces for glue bonding. Forest Products Journal, 1991, Vol.41 (2), pp 30-36.

BAILLARGEON G., Méthodes statistiques : méthodes d'analyse de régression linéaire simple et régression multiple. Volume 2. Québec : les Editions SMG, 1995, 274p. ISBN 2-89094-029-2

BARCIK S., SAMOLEJ A., Experimental investigation sanding process disc sander. Drevarsky Vyskum, Wood Research, 2003. Vol.48 (1/2), pp. 36-42.

BENDSTEN B.A., Properties of wood from improved and intensively managed trees. Forest Products Journal, 1987, Vol.28 (10), pp. 61-72.

BERG J.C., Wettability. In: J.C. BERG Edition, Chapter 2, Marcel Dekker, New York, 1993.

BIKERMAN J.J., The science of Adhesive Joints, Academic Press, New York, 1961.

BLACHON J.L., HADJ HAMOU A. Le Douglas du Limousin, Caractéristiques physiques et mécaniques. QB 3518. CTBA Bordeaux Paris, 1987, 51p.

BLUNT L., JIANG X., Advanced techniques for assessment surface topography. Development of a basis for 3D surface texture standards SURFSTAND. SELWOOD Printing, London and sterling, 2003.

BOEHME C., HORA G., Water absorption and contact angle measurement of native European, North American and tropical wood species to predict gluing properties. Holzforschung, 1996, Vol. 50, pp. 269-276.

BOGNER A., Work of adhesion as a criterion for determination of optimum surface tension in adhesives. DRVNA INDUSTRIJA, 1995. Vol. 46 (4), pp. 187-194.

BONAC T., Measuring of wood surface texture by the pneumatic method. Paperi ja Puu, 1975. Vol. 57 (4), pp.309-326.

BONAC T., Wood roughness volume and depth estimated from pneumatic surface measurement. Wood science, 1979. Vol. 11 (4), pp. 227-132.

BOUCHARENE P., Métrologie des surfaces, Techniques de l'Ingénieur, 1999. Vol. R1390, pp. 1-15.

BOUCHER J., Caractérisation de la coupe rotative du bois interaction machine/outil/pièce/procédé. Thèse de doctorat. Génie des Produits, Procédés et des systèmes Industriels. Epinal : Université Henri Poincaré-Nancy1, 2007.

BOULANGER J., Tolérances et écarts dimensionnels, géométriques et d'états de surface. Techniques de l'Ingénieur, 1991, Vol. B7010, pp. 1-25.

BRAUN M., MAURETTE M.T., OLIVEROS E., Technologie Photochimique, Presses Polytechniques Romandes, 1986.

BRENNAN P., FEDOR C., Sunlight UV and accelerated weathering. Paint and Resin, Vol. February, 1988, pp. 17-21.

BRUEL L., Etude comparative de méthodes optique et mécanique pour caractériser les états de surface. Thèse de doctorat, Université Aix-Marseille, 1992.

BRDURLU E., KILIC G., ELIBOL G.C., KILIC M., The shear Strength of Calabrian Pine (Pinus brutia Ten.) Bonded with Polyurethane and polyvinyl Acetate Adhesives. Journal of Applied Polymer Science, 2006, Vol. 99, pp. 3050-3061.

CAVE I.D., Theory of x-ray measurement of microfibril angle in wood. Forest Products Journal, 1966. Vol. 16(1), pp. 37-42.

CHAMPETIER G., RABATE H., Chimie des peintures, vernis et pigments. Tome 1, Edition Dunod. 1956.

CHAUMAT G., Nouveau procédé de protection du bois contre l'humidité. Techniques de l'Ingénieur, 2006, IN 62, 6p.

CHARRETON M., FALCY M., TRIULET J., Peintures en phase aqueuse (ou peintures à l'eau), composition, risques pathologiques, mesures de prévention. Cahiers de notes documentaires 2001; 182 : 5 4 16.

CHERON J., Risques présentés par les polymères et leurs adjuvants au cours de la mise en œuvre. Techniques de l'Ingénieur, 1983, Vol. A3498, pp. 1-26

CHENG Y.S., Effect of extractive Removal on Adhesion and Wettability. Forest Products Journal, 1970. Vol. 20(1), pp. 36-46.

CLIFFE R.W., Woodworker's handbook. Sterling, New York, 1990. 486p.

COELHO C., Influence de l'usinage du bois sur les caractéristiques objectives et sur la perception subjective de la qualité d'une finition. Thèse de doctorat. Nancy - Porto : cotutelle France - Portugal, Université Henri Poincaré-Nancy1 et Université de Porto, 2006, 279p.

COGNARD J. Science et technologie du collage, Presses polytechniques et universitaires romandes, 2000.

COGNARD P., Collage des matériaux : Mécanismes. Classification des colles. Techniques de l'Ingénieur, 2002, BM 7615, 20p.

COGNARD P., Collage du bois : colles et adhésifs et leurs caractéristiques. Techniques de l'Ingénieur, 2005, BM 7634, 18p.

COGNARD P., Collage du bois. Applications Produits de première transformation. Techniques de l'Ingénieur, 2007, BM 7636, 21p.

COLLARDET a J., BESSET J., Les bois commerciaux et leurs utilisations. **Tome I** : Bois résineux (Conifères). Editions H. Vial et C.T.B.A., Dourdan, France, Mars 1988, 277p. ISBN 2-85 101 -018-2.

COLLARDET b J., BESSET J., Les bois commerciaux et leurs utilisations. **Tome II** : Bois Feuillus (des régions tempérées et froides). Editions H. Vial et C.T.B.A., Dourdan, France, Mars 1988, 400p. ISBN 2-85 101 -027-1.

COLLETT B.M., A review of surface and interfacial adhesion in wood science and related fields. Wood Science and Technology, 1972. Vol.6, pp.1-42.

COLLINS R.E., COOKE C.E., Jr., Trans. Faraday Soc., 55, p. 1602, 1959.

CORE H.A., COTE W.A., DAY A.C., Wood structure and identification. 2nd edition, Syracuse University Press, p. 182, 1979.

COSTES J-P., LARRICQ P., Towards high cutting speed in wood milling. Annals of Forest science, 2002. Vol. 59, pp. 857-865.

COSTES J-P., Approche de l'usinage à grande vitesse du bois : application au défonçage. Thèse de doctorat. Génie Mécanique. Toulouse : Université Toulouse III- Paul Sabatier, 2001.

CRETON C., PAPON E., Materials science of adhesives: How to bond things together, MRS Bulletin. Vol. 28 (6), 2003, pp. 419-421.

CTBA, Le Douglas. Cahier 118 du CTBA, septembre 1986.

CTBA, Etude Fibex2, Finitions transparentes pour bois en emploi extérieur (convention N° 01.40-17/91), 1993, 98p.

CTBA, CETIAT, ADEME et COFIDA, Guide de recommandations : les finitions aqueuses en ameublement, 2007, 39p.

DARQUE-CERETTI E., FELDER E. Adhésion, In : Adhésion et adhérence. CNRS EDITIONS, Paris, 2003, pp. 65-121. ISBN : 2-271-06092-3

DE GENNES P-G., BROCHARD-WYART F. et QUERE D. Gouttes, bulles, perles et ondes. Edition : Belin. Paris, 2002, 256p. ISBN : 2-7011-3024-7

DELLA VOLPE C., SIBONI S., Some reflections on acid-base solid surface free energy theories. Journal of Colloid Interface Science, 1997, Vol. 195, pp. 121-136.

DELLA VOLPE C., SIBONI S., MORRA M., Comments on some recent papers on interfacial tension and contact angles. Langmuir, 2002. Vol. 18, pp. 1441-1444.

DE MEIJER M., THURICH K., MILITZ H., Comparative on penetration characteristics of modern wood coatings. Wood Science and Technology, 1998, Vol. 32 (5), pp. 347-365.

DE MEIJER M., HAEMERS S., COBBEN W., MILITZ H., Surface energy determinations of Wood: comparison methods and wood species. Langmuir, 2000. Vol. 16, pp. 9352-9359.

DE MOURA L.F., Etude de trois procédés de finition des surfaces du bois d'érable à sucre pour fins de vernissage. Thèse de doctorat. Sciences du bois. Laval : Faculté des études supérieures de l'Université Laval, 2006, 177p.

DE MOURA L.F., HERNANDEZ R.E., Evaluation of varnish coating performance for two surfacing methods on sugar maple wood. Wood and Fiber Science, 2005, Vol. 37 (2), pp. 355-366.

DE MOURA L.F., HERNANDEZ R.E., Evaluation of varnish coating performance for three surfacing methods on sugar maple wood. Forest Products Journal, 2006, Vol.56 (11/12), pp 130-136.

DE MOURA L.F., HERNANDEZ R.E., Characteristics of sugar maple wood surfaces machined with the fixed-oblique knife pressure-bar cutting system. Wood Science and Technology, 2007. Vol. 41(1), pp.17-29.

DERYAGUIN B.V., KORTOVA N.A., Dokl. Akad. Nauk SSSR, 1948, Vol.6, 843p.

DIN 4760. Form deviations. Concepts. Classification System. Deutsches Institut Für Normung, Berlin, 1982.

DOUGAL E.F., KRAHMER R.L., WELLONS J.D., KANAREK P., Glueline characteristic and bond durability of Southeast Asian species after solvent extraction and planning of veneers. Forest Products Journal, 1980, Vol.30, pp 48-53.

DOUZET J-L., Abrasifs. Techniques de l'Ingénieur, 1990, Vol. B7050, pp. 1-33.

DUNKY M., Urea-Formaldehyde (UF) adhesive resins for wood. International Journal of Adhesion & Adhesives, 1998. Vol. 18, pp. 95-107.

EBEWELE R.O., RIVER B.H., KOUTSKY J.A., Tapered double cantilever beam fracture test of phenolic - wood adhesive joints. Part. II – Effects of surface roughness, the nature of surface aging on joint fracture energy, Wood and Fiber, 1980, Vol.12 (1), pp.40-65.

EFFNER J., Chisels on a wheel. A comprehensive reference to woodworking tools and materials. Prakken Publications, Inc., 1992.

ELBEZ G., Le collage du bois. Editions CTBA. 2002, 185 p. ISBN : 2-85684-051-5

ELBEZ G., Etude de la mouillabilité du bois, Holzforschung, Bd32, H.3, 1978.

EYMA F., MEAUSOONE P-J, MARTIN, P., Strains and cutting forces involved in the solid wood rotating cutting process. Journal of Material Processing and Technology, 2004, Vol. 148, 220-225.

EYMA F., Caractérisation des efforts de coupe de différentes essences d bois à l'aide de leurs paramètres mécaniques. Thèse de doctorat. Sciences et Technologies Industrielles. Epinal : Université Henri Poincaré-Nancy1, 2002.

ERICKSON H.D., ARIMA T., Douglas fir wood quality studies. Part II. Effects of age and stimulated growth on fibril angle and chemical constituents. Wood Science and Technology, 1974, 8(4): 255–265.

ESTRADA N., Exposure characteristics of clear finishes for exterior wood surfaces. Forest Products Journal, 1958. Vol. 5(2), pp.66-72.

FAUST T.D., Real time measurement of veneer of surface roughness by image analysis. Forest Products Journal, 1987, Vol.37 (6), pp.34-40.

FAUST T.D., RICE J.T., Characterizing the roughness of southern pine veneer surfaces. Forest Products Journal, 1986, Vol.37 (11/12), pp.75-81.

FEIST W.C., Making paint stick to wood siding & trim. The Journal of Light Construction, 1999, September pp.45-49.

FINNIE I., MISRA A. Correlation between two-body and three-body abrasion and erosion of metals. Wear, 1981, Vol. 68 pp. 33-39.

FOWKES F.M., Attractive forces and interfaces. Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 56 (2), 1964, pp. 40-52

FRANCE DOUGLAS, Réalisations, Références CNDB [en ligne] 2006, [Réf. Du 01 juillet 2008]. Disponible sur : <<u>http://www.france-douglas.com</u>>

FRANZ, N.C. An analysis of the wood-cutting process. Thèse de doctorat : University of Michigan, 19/8/1958.

FREEMAN H.G., Relation between physical and chemical properties of wood and adhesion, Forest Products Journal. Vol. 9 (12), pp. 451-458.

FUNCK J.W., FORRER J.B., BUTLER D.A., BRUNNER C.C., MARISTANY A.G., Measuring surface roughness on wood: a comparison of laser scatter and stylus tracing approaches. SPIE. 1992, Vol. 1821, pp.173-184.

FURMIDGE C. G. L., Studies at phase interfaces. I. The sliding of liquid drops on solid surfaces and a theory for spray retention. Journal of Colloid Science. 1962, Vol.17 (4), pp. 309-324.

GARCIA R.A., Amélioration de la stabilité dimensionnelle des panneaux de fibre de MDF par traitements physico-chimiques. Thèse de doctorat. Science du bois. Laval : Faculté de foresterie et de géomatique de l'Université Laval, 2005.

GARDNER H.A., Paints, varnishes, lacquers and colour.  $4^{\text{ème}}$  édition en 1927 : Institute of Paints and Varnish Research.  $10^{\text{ème}}$  édition en 1947 : Henry A. Gardner, laboratoire Bethesda, Maryland.

GARDNER D.J., GENERALLA N.C., GUNNELLS D.W., WOLCOTT M.P., Dynamic Wettability of Wood, Langmuir, 1991. Vol. 7, pp. 2498-2502.

GELHAYE P., INRA, Extrait de la Notice à l'attention des utilisateurs des différentes procédures et étapes, utilisées en microdensitomètrie. Découpe des échantillons, exposition aux rayons X, développement du film radio, exploration numérique du plan film [en ligne] 2007, [Réf. Du 01 avril 2008]. Disponible sur :

<https://www2.nancy.inra.fr/unites/lerfob/microdensitometre.htm#mdescription>

GENT A.N., SCHULTZ J., Equilibrium and Non-equilibrium aspects of the strength of adhesion of viscoelastic materials. In: Proceedings Rubbercon 72, International Rubber Conference, London England, 1 January 1972, 6p.

GEORGE B., SIMON C., PROPERZI M, PIZZI A., ELBEZ G., Comprative creep characteristics of structural glulam wood adhesives. Holz als Roh-und Werkstoff, 2003. Vol. 61 pp.78-80.

GIBBS W. J., The Collected Works of J. WILLARD GIBBS, Volume1, Thermodynamics, Yale University Press, New Haven, 1928.

GINDL <sup>a</sup> M., SINN G., GINDL W., REITERER A., TSCHEGG S., A comparison of different methods to calculate the surface free energy of wood using contact angle measurements. Colloids and Surfaces (A: Physicochemical and Engineering Aspects), 2001. Vol.181, pp. 279-287.

GINDL<sup>b</sup> M., SINN G., REITERER A., TSCHEGG S., Wood Surface Energy and Time Dependence of Wettability: A Comparison of Different Wood Surfaces Using an Acid-Base Approach. Holzforschung, 2001. Vol. 55, 433-440.

GINDL M., REITERER A., SINN G., TSCHEGG S., Effects of surface ageing on wettability, surface chemistry, and adhesion of wood. Holz Roh Werkst, 2004. Vol. 62, pp.273-280.

GINDL M., SINN G., TSCHEGG S., The effects of ultraviolet light exposure on the wetting properties of wood. Journal of Adhesion Science Technology, 2006. Vol. 20 (8), 817-828.

GOOD R.J., Journal of Adhesive Science and Technology, 1992. Vol.6, pp.1269.

GOUPY J., La méthode des plans expériences : optimisation du choix des essais et de l'interprétation des résultats. Paris : Edition Dunod, 1988.

GOUPY J., Les plans d'expériences pour surface de réponse. Paris : Edition Dunod, 1999.

GRAY A., The Wettability of Wood, Forest Products Journal, 1962. Vol. 19 (9), pp.452-461.

GREGG S. J. Phase Changes in Adsorbed Films at the Gas/Solid Interface, In: Films on solid surfaces, Surface Chemistry, BUTTERWORTHS SCIENTIFIC PUBLICATIONS, London, 1949. pp. 205-216.

GRELIER S., CASTELLAN A., KAMDEM D.P., Photoprotection of copper-amine-treated pine. Wood an Fiber Science, 2000. Vol. 32 (2), pp.196-202.

GUITARD Daniel., Mécanique du matériau Bois et composites. Cépaduès-éditions, 1987. 238 p.

GUNNELLS D.W., GARDNER D.J., WOLCOTT M.P., Temperature dependence of wood surface. Wood and Fiber Science, 1994. Vol. 46 (4), pp.447-455.

GURAU L., Quantitative Evaluation of the Sanding Quality in Furniture Manufacturing. Edition: University of Brasov, Transylvania, 2007, 261p. ISBN: 978-973-598-126-6

HAKKOU M., PETRISSANS M., ZOULALIAN A., GERARDIN P., Investigation of wood wettability changes during heat treatment on the basis of chemical analysis. Polymer degradation and stability, 2005. Vol. 89, pp.1-5.

HANCOCK W.V., Effect of heat treatment on the surface of Douglas-fir veneer. Forest Products Journal, 1963. Vol.13 (2), pp.81-88.

HAYGREEN J.G., BOWER I.L., Forest Products and Wood Science: An introduction. 1982, 107p.

HEITLER C., Some physicochemical aspects of adhesion, Aspects of Adhesion, in: the Proceedings of the 4th conferences EC1, The City University, England, 20, 21 April 1966, ALNER D.J., pp.47-64.

HELLER M.A., SCHIFF W., Psychology of touch. Lawrence Erlbaum Associates, Hill stale, New Jersey, 1991.

HERCZEG A., Wettability of Wood, Forest Products Journal, 1965, Vol. 15 (11), pp.499-505.

HERNANDEZ <sup>a</sup> R.E., COOL J., Evaluation of three surfacing methods on paper birch wood in relation to water- and solvent-borne coating performance. 2008, Wood and fiber science. Vol. 40 (3), pp.459-469.

HERNANDEZ <sup>b</sup> R.E., COOL J., Effects of cutting parameters on surface quality of paper birch wood machined across the grain with two planing techniques. 2008, Holz als Roh - und Werkstoff. Vol. 66 (2), pp. 147-154.

HERRING C., The Physics of Powder Metallurgy, W.E. Kingston, Edition: McGraw Hill, New York, 1951.

HEURTEMATTE J., LE SAGE R., POUZEAU P., ORUS M., Usinage du bois. Edition Delagrave, 1991, 127p. ISBN : 2-206-00317-1.

HIZIROGLU S., Surface roughness analysis of wood composites: A stylus method. Forest Products Journal, 1996, Vol. 46(7/8), pp.67-72.

HOADLEY R.B., Understanding wood: a craftsman's guide to wood technology. Taunton Press, Newtown, Connecticut, 2000. 256 pp.

HSE C-Y., Wettability of southern Pine veneer by phenolformaldehyde wood adhesives. Forest Products Journal, 1972, Vol.22 (1).

HSE C-Y., KUO M-L., Influence of extractives on wood gluing and finishing, a review. Forest Products Journal, 1988, Vol.38 (1), pp. 52-56.

Hutchings G.R., MARTIN G.E., COLEMAN J.M., Working with wood. McKnight Publishing Company, Bloomington, Illinois, 1982, 438 p.

IFJU<sup>a</sup> G. LABOSKY P., A study of loblolly pine growth increments. Part I. Wood and tracheid characteristics. Tappi, 1972. Vol.55 (4), pp. 524-529.

IFJU<sup>b</sup> G. LABOSKY P., A study of loblolly pine growth increments. Part II. Pulp yield and related properties. Tappi, 1972. Vol.55 (4), pp. 530-534.

JOHNSON R. E., Journal, J. Phys. Chem., 63, p.1655, 1959.

JOHNSON R. E., DETTRE E. I., Wettability and contact angles, in: EGON MAIJEVIC Surface and Colloid Science. Vol. 2. New York : WILEY-INTERSCIENCE, 1969, pp. 85-153. ISBN: 471 57631 9.

JORDAN R., WELLONS J.D., Wettability of Dipterocarp veneers, Wood Science. 1977, Vol.10 (1).

JUAN J., Travail mécanique du bois : Principales opérations d'usinage, Techniques de l'Ingénieur, 1992, Vol. BT3, B7306, pp. 1-21.

JUAN J., Travail mécanique du bois : opérations d'usinage sans outil tranchant, Techniques de l'Ingénieur, 1993, Vol. BT3, B7307, pp. 1-8.

KAJITA H., SKAAR C., Wettability of the surfaces of some American softwoods species. Mokuzai Gakk, 1992. Vol. 38, pp.516-521.

KATO C., FUKUI H., The cutting force and the stock removal rate of coated abrasives in sanding wood under constant sanding pressure. Journal of Japanese Wood Research Society, 1976, Vol. 22, pp. 349-357.

KHAZAEIAN A., LARRICQ P., FELICES J.-N., EYMA F. 3D Measuring Strategy of Wood Surface Quality (Machined Wood) Using Laser Optical Profilometry. In: Proceeding of the 17th International Wood Machining Seminar, Rosenheim (Germany), September 26-28 2005, pp 298-307.

KHAZAEIAN A., Caractérisation 3D de l'état de surface du bois: stratégie d mesureinfluence des paramètres liés à l'essence et à l'usinage. Thèse de Doctorat. Sciences Forestières du Bois. Tarbes. Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et des Forêts (ENGREF) –IUT GMP de Tarbes, Université Paul Sabatier (Toulouse III), 2006, 204p.

KILIC M., HIZIROGLU S., BURDURLU E., Effect of machining on surface roughness of wood. Building and Environment, Vol.41, pp. 1074-1078.

KIKATA Y., Studies on surface roughness of wood. II- A simple apparatus for determining surface roughness and its applicable conditions. J. Jap. Wood Res. Soc., Vol. 4, n°6, pp. 216-219.

KIVIMAA E., Cutting force in wood working. Thèse de doctorat. Publication N°18. The State Institute For Technical Research, Helsinki, Finland, 103p.

KOCAEFE D., PONCSAK S., DORE G., YOUNSI R., Effect of heat treatment on the wettability of white ash and soft maple by water. Holz. Roh. Werkst, 2008. Vol. 66, 355-361.

KOCH P., Wood machining processes. The Ronald Press Company, New York, 1964. pp. 111-141.

KOCH P., Utilization of hardwoods growing on southern pine sites. Volume II. Processing. Agriculture handbook N°. 605, USDA, Forest Service, Washington, DC. 1985.

KOLLMANN, F.P., COTE, W.A., 1968. Principles of Wood Science and Technology: Volume1, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York, 592p. ISBN : 3-540-04297-0

KUSIAK A., Caractérisation thermique des outils revêtus en usinage du bois. Thèse Sciences du bois. Bordeaux : Université de Bordeaux1, 2004, 171p.

KUDELA J., LIPTAKOVA E., GINDL M., On the Wetting Behaviour of Different Treated Beech Wood Surfaces. In: Proceeding of the 2nd International Symposium on Wood Machining, Vienna (Austria) July 5-7, 2004. pp. 467-473. ISBN : 3-9501315-2-3.

KRUSS GmbH, Drop Shape Analysis, Theory for DSA 100, User manual [en ligne]. 2004, [Réf. du 30 juillet 2007]. Disponible sur : http://www.kruss.info/

KUSIAK A., Caractérisation thermique des outils revêtus en usinage du bois. Sciences du Bois. Bordeaux : Université de Bordeaux1, 2004, 172p.

KWOK D. Y., NEUMANN A. W., Contact angle measurement and contact angle interpretation. Advances in Colloid and Interface Science, 1999, Vol. 81, pp.167-249.

LARRICQ P., Une méthode d'estimation des caractéristiques de rupture différée d'un matériau viscoélastique orthotrope. Application au bois. Thèse de doctorat. Mécanique. Bordeaux : Université de Bordeaux 1, 1992, 122p.

LEBAN J. M., TRIBOULOT P., Défauts de forme et états de surface. In : JODIN P. Le bois matériau d'ingénierie. ARBOLOR. Nancy. 1994, pp. 333-363. ISBN : 2-907086-07-3

LEE L.H., in K.L. Mittal edition, Contact angle, Wettability and Adhesion, VSP, Utrecht, The Netherlands, 1993, p45.

LIPTAKOVA E., KUDELA J., Analysis of the Wood-Wetting Process. Holzforschung, 1994, Vol.48, pp. 139-144.

LIPTAKOVA E. KUDELA J., BASTL Z., SPIROVOVA I., Influence of mechanical surface treatment of wood on wetting process. Holzforschung, 1995, Vol.49, pp. 369-375

LIPTAKOVA E., KUDELA J., BASTL Z., Thermodynamics and Chemistry of real wood surfaces. In: Proceeding of the 2nd International Symposium on Wood Structure, properties and quality, Moscow (Russia) 21-24 October 1996. pp. 323-327.

LIPTAKOVA E., KUDELA J., SARVAS J., Problems Concerning the Equilibrium State on the Wood-Liquid Phase Boundary. In: Wood Structure and Properties, 1998, Edited by S. Kurjartko and J. Kudela, pp. 109-114.

LIPTAKOVA E., KUDELA J., SARVAS J., Study of the System Wood-Coating Material. I. Wood-Liquid Coating Material. Holzforschung, 2000, Vol.54, pp. 189-196.

LIPTAKOVA E., KUDELA J., Study of the System Wood-Coating Material. Part2. Wood-Solid Coating Material, 2002, Vol.56, pp. 547-557.

LU J.Z., WU Q., Surface Characterization of Chemically Modified Wood: Dynamic Wettability. Wood and Fiber Science, 2006, Vol. 38 (6), pp. 497-511.

MA D., JOHNS W.E., DUNKER A.K., BAYOUMI A.E.J., The effect of donor-acceptor interactions on the mechanical properties of wood. Journal of Adhesion Science and Technology, 1990. Vol. 4 (5), pp. 411-429.

MAHR-METROLOGY, (2006): Mean roughness DIN EN ISO 4287, ASME B46.1, <u>http://www.mahr.com</u>

MALDAS D. C. and KAMDEM D. P., Wettability of extracted southern pine. Forest Products Journal, 1999, Vol. 49(11/12), pp. 91-93.

MALDAS D. C. and KAMDEM D. P., Surface tension and wettability of CCA-treated red maple. Wood and Fiber science, 1998. Vol. 30(4), pp. 368-373.

MANTANIS G.I., YOUNG, R.A., Wetting of wood. Wood science and Technology. 1997, Vol. 31, pp. 339-353.

MANWILLER F.G., Senarmont compensation for determining fibril angle and cell wall layers. Forest Products Journal, 1966. Vol. 16(1), pp. 26-30.

MARCHAL R., Usinabilité du bois de Douglas. Premières Assises Nationales du Douglas, 21-22 octobre 2004, Tulle, 6 p.

MARCHAL R., BUTAUD J.-C, DOREAU C., TETARD V., MARCHAND C., BRUN G., GUILLAND O. Les hétérogénéités du bois de Douglas (eau et densité) et son aptitude à l'usinage. Rapport de la Tranche 3 (1998) du contrat de recherche Etat/Région "Douglas Bourgogne", octobre 1999, 17 p.

MARIAN J.E., STUMBO D.A., MAXEY C.W., Surface texture of wood as related to gluejoint strength. Forest Products Journal, 1958. Vol. 8(12), pp. 345-351.

MARIAN J.E., Surface Texture in Relation Adhesive Bonding. In: Symposium on Properties of surfaces. A.S.T.M. Materials Science Series 4: Special Technical Publication, n° 340. A.S.T.M. Philadelphia, 1962, pp. 122-149.

MARTIN P., SALES C., Processus de coupe et la scie à ruban. In : Le bois matériau d'ingénierie. Association pour la recherche sur le bois en Lorraine. Nancy : ARBOLOR, 1994, p.127-182. ISBN : 2-907086-07-3

MATSUSHITA ELECTRIC WORKS LTD. Preparation of inorganic board having finished surface by laying wooden plate on core of urethane resin and binder, then shaped and cold pressing. Brevet no 59088383, Japon, 1984.

MCBAIN J.W., HOPKINS D.G., On Adhesives and Adhesive Action. J. Phys. Chem.; 1925; Vol. 29 (2) pp. 188-204.

McNUTT J.E., ANDES M.G., J. Chem. Phys. 30, 1959, p.1300.

McKENZIE W.M, Fundamental aspects of the wood cutting process. Forest Products Journal, 1960, Vol. 10(9), pp.447-456.

MEURICE A., MEURICE C., Industrie des peintures, des vernis et des mastics. Chapitre premier. Dans : Analyse des produits des industries chimiques – Peintures –Vernis – Savons – Détergents artificiels. Tome II, 3<sup>ème</sup> édition, Dunod. Paris, 1952, 373 p.

MITTAL K.L., Contact angle, wettability and adhesion. In: K.L. MITTAL Edition, VSP, Utrecht, The Netherlands, 1993.

MOTHE F., Essai et comparaison de trois méthodes de classement de surface de bois massif pour leur rugosité : méthodes pneumatique et sensorielles. Annales des Sciences Forestières, 1985, Vol. 42(4), pp. 435-452.

MOTHE F., Aptitude au déroulage du bois de Douglas conséquences de l'hétérogénéité du bois sur la qualité. Thèse de doctorat. Nancy : Institut National Polytechnique de Lorraine de l'Université des Sciences et Techniques du Languedoc, 1988, 200p.

MULLINS W. W., Metal Surfaces: Structure, Energetics, and Kinetics, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1963.

MUSZYNSKI L., M.E.P. WALINDER, C. PIRVU, D.J. GARDNER, (2003): Application of droplet dynamic method for characterization of water penetration into permeable surfaces. Proceedings of the 8th International IUFRO Wood Drying Conference. Brasov, Romania (August 24-29): pp. 360-365.

NEPVEU G., Variabilité génétique de la qualité du bois chez l'épicéa et le Douglas. Revue Forestière Française, 1984. XXXVI, n°4, pp. 303-312.

NEPVEU (a) G., L'eau dans le bois de l'arbre sur pied et dans le bois mis en œuvre. In : JODIN P. Le bois matériau d'ingénierie. ARBOLOR. Nancy. 1994, pp. 183-199. ISBN : 2-907086-07-3

NEPVEU (b) G., Variabilité. In : JODIN P. Le bois matériau d'ingénierie. Association pour la recherche sur le bois en Lorraine. Nancy : ARBOLOR, 1994, p.127-182. ISBN : 2-907086-07-3

NEPVEU G., TRAN NGOC T., Relations entre les composantes densitométriques et l'état de surface de planches rabotées Chez Pseudotsuga menziesii. Annales des Sciences Forestières, 1984, Vol. 41(2), pp. 171-194.

NEUMANN, A.W., GOOD, R.J., HOPPE, C.J., SEJPAL, M., An equation-of-state approach to determine surface tensions of low-energy solids from contact angles. Journal of Colloid Interface Science, 1974, Vol.49, p. 291.

NF EN ISO 4624 : 1978 F, Norme internationale, version européenne et française : Peintures et vernis- Essai de traction, 1978.

NF EN ISO 2409 : 1994 F, Norme internationale, version européenne et française : Peintures et vernis-Essai de quadrillage, 1994.

NF EN 392 : 1995 F, Norme européenne, version française : Bois lamellé collé-Essai de cisaillement des joints de collage, 1995.

NGUYEN T., JOHNS W.E., Polar and dispersion Force Contributions to the Total Surface Free Energy of Wood, Wood Science and Technology, 1978, Vol. 12, pp. 63-74.

NGUYEN T., JOHNS W.E., The effects of aging and extraction on the surface free energy of Douglas Fir and Redwood, Wood Science and Technology, 1979, Vol. 13, pp. 29-40.

NICHOLLS J.W.P., DADSWELL H.F., Assessment of wood qualities for tree breeding in pinus radiata D. don from the Australian Capital Territory. Forest Products Research Laboratory. Melbourne, 1959.

NORTHCOTT, HANDCOCK, COLBECK, Forest Products Journal, 1962, Vol.12 (10), pp. 1-9.

NUSSBAUM R.M., Natural surface inactivation of Scots pine and Norway spruce evaluated by contact angle measurements, Holz als Roh-und Werkstoff, 1999. Vol. 57 pp.419-424.

NYLUND J., SUNDBERG K., SHEN Q., ROSENHOLM J., Determination of surface energy and wettability of wood resins, Colloids and Surfaces (A: Physicochemical and Engineering Aspects), 1998. Vol. 133, pp. 261-268.

OCKAJOVA A., SIKLIENKA M., BARCIK S., Sand Belt Wear in the Dependence on Sanding Direction for Beech, Alder Oak and Pine Samples. In: Proceeding of the 16th International Wood Machining Seminar, Kyoto (Japan), October 2-4 1995, pp 56-62. ISBN: 4-9900401-1-2.

OHTA M., KAWASAKI B., The Effect of Cutting Speed on the Surface Quality in Wood Cutting- Model Experiments and Simulations by Extended Distinct Element Method. In: Proceeding of the 12th International Wood Machining Seminar, Kyoto (Japan), October 2-4, pp 56-62. ISBN: 4-9900401-1-2.

OHTANI T., KAMASAKI K., TANAKA C., Comparison of Two-Body and Three-Body Abrasive Wear Property of Wood. In: Proceeding of the 16th International Wood Machining Seminar, Matsue (Japan), August 24-30 2003, pp 183-192. ISBN: 4-9901767-0-7.

OUTAHYON A., MARCHAL R., LARRICQ P., MEAUSOONE P-J., Engineering of wood surfaces - Influence of cutting parameters on wood surfaces micro damages and wettability. Proceedings of the International conference on Integrated Approach to Wood Structure-Behaviour and Applications- ESWM and COST Action E35 Meeting; May 14-17th 2006, Florence University (Italy), 8p.

OUTAHYON A., MARCHAL R., BUTEAUD J-C., COLLET R., Influence of cutting speed and storage time on Douglas-fir surface wettability, Proceedings of the Third International Symposium On Wood Machining- COST Action E35; May 21-23rd 2007, EPFL, Lausanne (Switzerland), Presses Polytechniques Romandes, 4p. ISBN: 978-2-88074-725-1 OWENS D.K., WENDT R.C., Estimation of the surface Free Energy of Polymers. Journal of Applied Polymer Science, 1969. Vol.13, pp. 1741-1747.

PAGE D.H., A method for determining the fibrillar angle in wood tracheids. Journal of Microscopy 90, 1969, Part 2. pp. 137-143.

PALMQVIST J., Parallel and normal cutting forces in peripheral milling of wood. Holz als Roh-und Werkst, 2003. Vol. 61pp.409-415

PARK S.B., Development of surface improvement technique of Japanese larch flooring board. Journal of the Korean Wood Science and technology, 1999. Vol. 27(3), pp.31-38.

PASSERONE A., The basic principles of wetting processes. In: CHAPMAN B. N. and ANDERSON J. C. Science and technology of surface coating. London: Academic press London and New York, 1974, pp. 194-208. ISBN : 0 12 168350 8

PERRE P., Le séchage du bois. Dans : Le bois matériau d'ingénierie. Association pour la recherche sur le bois en Lorraine. Nancy : ARBOLOR, 1994, pp.201-286. ISBN : 2-907086-07-3

PETERS C.C., CUMMING J.D., Measuring wood surface smoothness. A review. Forest Products Journal, 1970, Vol. 20(12), pp. 40-43.

PETITPAS J., Chapitre IX - Rabotage. Dans : L'usinage du bois – Un travail rationnel et économique des machines à bois - Puissance requise par les machines à bois – Dynamique des machines à grande vitesse. Edition : Dunod. Paris, 1923, pp.147-157.

PETRISSANS M., CSCAPO E., Retention of glycerol sessile drop on MDF wood material. Holz als Roh - und Werkstoff. 2003, Vol. 61 (2), pp. 112-116. PETRISSANS M., GERARDIN P., EL BAKALI I., SERRAJ M., Wettability of heat-treated wood. Holzforschung, 2003. Vol. 57, 301-307.

PATEL J.N., Artificial weathering of paints. JOCCA, 1991, Vol. 3, pp.6-104.

PIZZI A., Wood adhesives Chemistry and Technology Vol. 1 (A. PIZZI Ed.). Marcel Dekker Inc., New York, 1983.

PIZZI A., Advanced Wood Adhesives Technology. Marcel Dekker Inc., New York, 1994.

PIZZI A., MITTAL K.L., Handbook of adhesive technology – Second Edition, Revised and Expanded. 2003. Marcel Dekker Inc., ISBN 0-8247-0986, 1024 p.

PLASSAT F., Mise en œuvre du bois. Techniques de l'Ingénieur, 1992, Vol. BT3, B7301, pp. 1-25.

PLEASANTS S., PARKER I.H., A micro-raman investigation of wood pulp fibre structure. Proceedings of the 49th Appita Ann. Gen. Conf. 1995: 1B, No. 32.

PODGORSKY L., Caractérisation d'un système bois -finition : étude du support bois de la résine et du vieillissement de système complet. Thèse de doctorat. Nancy : Université de Nancy1, 1993, 207p.

POLGE H., Contribution à l'étude de la qualité du bois des principales essences résineuses exotiques dans le reboisement français. Annales de l'Ecole Nationale des Eaux et Forêts, 1963, Vol. 20, n°3, pp. 404-469.

POLGE(a) H., Délimitation de l'aubier et du bois de coeur par analyse densitométrique de clichés radiographiques. Annales des Sciences Forestières, tome XXI, fascicule 4, 1964 pp. 607-623.

POLGE(b) H., 1964 : Le bois juvénile des Conifères. Revue Forestière Française, Juin, n° 6, 474-505.

POLGE(c) H., Structural analysis of wood by densitometric studies of radiographs. Joyce-Loebl Review, 1964, pp.1-4.

POLGE H., L'étude du bois par les rayons X. Comptes-rendus de l'Académie d'Agriculture de France, séance du 16 Juin, 1965, pp.821-828.

POLGE H., Etablissement des courbes de variation de la densité du bois par exploration densitométrique de radiographies d'échantillons prélevés à la tarière sur des arbres vivants - Applications dans les domaines technologique et physiologique. Thèse de Doctorat. Sciences Appliquées. Nancy, Université de Nancy I, 1966, 215p.

PROPERZI (a) M., PIZZI A., UZIELLI L., Performance limits of pure MUF honeymoon adhesives for exterior grade glulam and fingerjoints. Holzforschung und Holzverwertung. 2001, Vol. 53 (4), pp. 73-77.

PROPERZI (b) M., PIZZI A., UZIELLI L., Honeymoon MUF adhesives for exterior grade glulam. Holz als Roh - und Werkstoff. 2001, Vol. 59 (6), pp. 413-421

RAMANANANTOANDRO T., Implications tactiles et visuelles de la rugosité du bois et des matériaux dérivés du pin maritime. Thèse de doctorat. Saint-Etienne : Ecole Nationale Supérieur des Mines de Saint-Etienne, l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 2005, 190p

RAMANANANTOANDRO T., BACOU M., LARRICQ P., Understanding the influence of wood material properties on the 3D microtopography measurement behaviour of two optical instruments. In: Congrès International de métrologie, Lyon, France, 20-24 juin 2005.

RATNASINGAM J., SCHOLZ F., Optimizing the abrasive sanding process of rubberwood (Hevea brasiliensis). Holz Roh Werkst, 2004. Vol. 62, pp. 411-418.

REIST T., Introduction à la chimie-physique des surfaces. Dunod, Paris, 1952.

RIOUT J., Les états de surfaces. Notes techniques du CETIM numéros 18 et 19, 1979.

ROUGIE A., Interactions Usinage – Finition en phase aqueuse rapport de stage, ENSTIB 3ème année. Epinal : ENSTIB, Université de Nancy1, 2005, 36 p.

ROUX M.L., Les produits de revêtements du bois utilisés à l'extérieur. Revue Technique du Bâtiment et des Constructions Industrielles, 1987, Vol. 121, pp.45-52.

ROUX M.L., Produits et méthodes de revêtement, Revue du Bois, 1991, Vol. 8, pp.22-26.

ROUX M.L., ANGUETIL F., Finition des ouvrages en bois dans le bâtiment. Paris : Editions CTBA, 1994, 121p. ISBN : 2-85684-018-3

ROWELL R. The chemistry of solid wood. The chemistry series N.207, Washington D.C. American Chemical Society. 1984. ISBN : 0-8412-0796-8

ROZUMEK O., Pin maritime pour contreplaqués: étude de mouillabilité : rapport de stage de DEA. DEA Sciences du bois, Université Nancy1, 1983, 39p.

ROZUMEK O, ELBEZ G. Etude de la mouillabilité du pin maritime par une résine uréeformol. Holzforschung, 1985, Vol. 39 (4), pp. 239-243.

SALONI D.E., LEMASTER R.L., JACKSON S.D., Abrasive machining process characterization on material removal rate, final surface texture, and power consumption for wood. Forest Products Journal, 2005, Vol.55 (12), pp. 35-41.

SANDAK J., TANAKA C., Evaluation of surface smoothness by laser displacement sensor1 : effect of wood species. Journal of Wood Science, 2003. Vol. 49, pp. 305-311.

SCHEIKL M., DUNKY M., Measurement of Dynamic and Static Contact Angles on Wood for the Determination of its Surface Tension and the Penetration of Liquids into the Wood Surface. Holzforschung, 1998, Vol. 52 (1), pp. 89-94.

SCHMALZ G., Technische Oberflachenkunde, Springer Verlag, Berlin 1936.

SCHUH A.E., THEUERER H.C., Physical evaluation of finishes. Industrial and Engineering Chemistry, 1934. Vol.6 (2), pp. 91-97.

SCHULTZ J., NARDIN M., Theories and Mechanisms of Adhesion, in Handbook of Adhesive Technology, Second Edition. Edited by PIZZI A. and MITTAL K. L., New York: Marcel Dekker Inc, 2003, pp.53-67.

SCHULTZ J., NARDIN M., in M.E. Schrader, G. Loeb (Eds.), Modern Approaches to Wettability: Theory and application, Ch4, Plenum Press, New York, 1992.

SEDIGHI-GILANI Marjan, NAVI Parviz. Influence of Local Variation of Microfibril Angle on Tensile Behavior of Individual Wood fibers. In: Proceedings of the 2nd International Symposium on Wood Machining, Vienna, Austria, 2004, pp. 27-36. ISBN: 3-9501315-2-3.

SHEN Q., MIKKOLA P., ROSENHOLM J.B., Quantitative characterization of the subsurface acid-base properties of wood by XPS and Fowkes theory. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 1998. Vol.145 (1-3), pp. 235-241.

SHI S.Q., GARDNER D.J., Dynamic adhesive wettability of wood. Wood and Fiber Science. 2001, Vol.33 (1), pp.58-68.

SHUPE T.F., HSE C.Y., CHOONG E.T., GROOM L.H., Effect of wood grain and veneer side on loblolly pine veneer wettability. Forest Products Journal, 1998, Vol.48 (6), pp. 95-97.

SHUPE T.F., HSE C.Y., WANG W.H. An Investigation of selected factors that influence hardwood wettability. Holzforschung, 2001, Vol. 55 (1), pp. 541-548.

SIKLIENKA M., OCKAJOVA A., Analysis of cutting forces during sanding of native wood. Drevarsky Vyskum, Wood Research, 2003. Vol.48 (1), pp. 15-21.

SIMON F., Endommagement et rupture des joints de colles sollicités en traction ou cisaillement. Application au collage du bois. Thèse mécanique. Bordeaux : Université de Bordeaux1, 2001, 227p.

SINN G., GINDL M., REITERER A., TSCHEGG S., Changes in the surface properties of wood due to sanding. Holzforschung, 2004. Vol. 58, pp. 246-251.

SINN G., REITERER A., TSCHEGG S., Surface analysis of different wood species using X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). Journal of Materials Science, 2001, Vol. 36, pp.4673-4680.

STAMM A.J., BUUR H.K., KLINE A.A., Staybwood-heat-stabilized wood. Industrial and Engineering Chemistry, 1946, Vol. 38 (6), pp. 630-634.

STAMM A.J., Modified Woods. U. S. Forest Products Laboratory Report N° 2192, 1960. Dans KOLLMANN, F.P., COTE, W.A., 1968. Principles of Wood Science and Technology: Volume1, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York, 592p. ISBN : 3-540-04297-0

STEHR M., GARDNER D.J., WALINDER M.E.P., Dynamic wettability of different machined wood surfaces. Journal of Adhesion. 2001. Vol. 76, pp.185-200.

STEWART H.A. Abrasive planning across the grain with higher grit numbers can reduce finish sanding. Forest Products Journal, 1976, Vol.26 (4), pp. 49-51.

STEWART H.A. Optimum rake angle related to selected strength properties of wood. Forest Products Journal, 1977, Vol.27 (1), pp. 51-53.

STOKKE D.D., GARDNER D.J., Fundamental aspects of wood as a component of thermoplastic composite. Journal of Vinyl and Additive Technology, 2003. Vol.9 (2), pp. 96-104.

STUART S-A., EVANS R., X-ray diffraction estimation of the microfibril angle variation in Eucalypt wood. Appita, 1994, Vol.48, pp.197-200.

STRÖM G., FREDERIKSON M., STENIUS P. Contact angles, Work of Adhesion and Interfacial Tensions at a Dissolving Hydrocarbon Surface. Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 119, N°2, 1987, pp. 352-361.

SU W.C., WANG Y., ZHU N., Effect of tool angles on the chips generated during milling of wood by straight router-bits. Journal of Wood Science, 2003, Vol.49, pp. 271-274.

TAYLOR A.M., GARTNER B.L., MORRELL J.J., Co-incident variations in growth rate and heartwood extractive concentration in Douglas-fir. Forest Ecology and Management, 2003, Vol.186, pp. 257-260.

TAYLOR A.M., BROOKS J.R., LACHENBRUCH B., MORRELL J.J., VOELKER S., Correlation of carbon isotrope ratios in the cellulose and wood extractives of Douglas-fir. Dendrochonologia, 2008, Vol.26, pp. 125-131.

TAYLOR J.B. (a), CARRANO A.L., LEMASTER R.L., Quantification of Process Parameters in a Wood Sanding Operation. Forest Products Journal, 1999, Vol.49 (5), pp. 41-46.

TAYLOR J.B. (b), CARRANO A.L., LEMASTER R.L., Experimental Modelling of the Sanding Process: the Relationship between Input and Output Parameters. In: Proceeding of the 14 th International Wood Machining Seminar, Paris, Epinal, Cluny (France), September 12-19 1999, pp 315-324. ISBN : 2-87614-362-3.

THIVOLLE-CAZAT Alain. AFOCEL, <u>Le douglas en France : une ressource résineuse en</u> <u>pleine expansion</u> [en ligne]. 2004, [Réf. du 10 juin 2006]. Disponible sur : <<u>http://www.afocel.fr/ForetCultiveeDouglas.htm</u>>

THOBY M., Validité de tests précoces d'appréciation des caractères technologique 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 3ème année, E.N.I.T.E.F. 1975.

THOMPSON R.J.H., ASHLEY P.N., OZARSKA B., Machining of Australian Hardwoods. In: Proceedings of the 14 th International Wood Machining Seminar, Paris, Epinal, Cluny (France), September 12-19 1999, pp 315-324. ISBN : 2-87614-362-3.

THOMPSON R.J.H., OZARSKA B., LEE M., TURVILLE G., ELBERS G., MOLENAAR S., (CSIRO) and ASHLEY P.N., (FITC). Machinability, Report 4: CNC machining. (Client Rep. No 452, 36p.

THORE Y., Etude théorique et expérimentale du frottement et de l'usure par abrasion des matrices en forgeage à chaud des aciers. Influence d'une nitruration. Thèse de Doctorat. Paris : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1984, 194p.

TROUY-TRIBOULOT a M-C., TRIBOULOT P., Matériaux bois - Structure et caractéristiques Techniques de l'Ingénieur, 2001, C 925, pp. 1-23.

TROUY-TRIBOULOT b M-C., TRIBOULOT P., Matériaux bois - Durabilité. Finition Techniques de l'Ingénieur, 2001, C 926, pp. 1-14.

TRIBOULOT P., Réflexions sur les surfaces et mesures des états de surface du bois. Annales des Sciences Forestières, 1984, Vol. 41(3), pp. 335-353.

VAN OSS C.J., Interfacial forces in aqueous Media. Marcel Dekker, New York, 1994.

VAN OSS C.J., GIESE R.F., GOOD R.J., Reevaluation of the surface tension components and parameters of polyethylene from contact angles of liquids. Langmuir, 1990. Vol. 6, pp. 1711-1713.

VILLENAVE Jean-Jacques. Assemblage par collage. Dunod. Paris, 2005, 319 p. ISBN : 2-10-006680-3

VON HARRACH G., CHAPMAN B.N., Charge effects in thin film adhesion. Thin Solid Films, 1972. Vol. 13, 157-161p.

VONNET Gérard, Contribution à l'étude de la variabilité génétique de la densité et de l'hétérogénéité du bois de Douglas (Pseudostuga menziesii Mirb.) : rapport de stage de DEA. DEA des Sciences Forestières. Université de Nancy1, 1983.

VOYUTSKII S. S., VAKULA V.L., Self-diffusion and interdiffusion in polymer systems. Russian Chemical Reviews, 1964. Vol. 33(2), pp. 103-117.

WAKE W.C., Adhesion and the formulation of adhesives, Applied Science Publishers, London, 1982.

WALINDER M.E.P., Study of Lewis Acid-Base properties of wood by contact angle analysis. Holzforschung, 2002, Vol. 56, pp. 363-371.

WALINDER M.E.P., JOHANSSON I., Measurement of wood wettability by the wilhelmy method. Part1. Contamination of Probe liquids by extractives. Holzforschung, 2001, Vol. 55, pp. 21-32.

WALINDER M.E.P., STRÖM G., Measurement of wood wettability by the wilhelmy method. Part2. Determination of apparent contact angles. Holzforschung, 2001, Vol. 55, pp. 33-41.

WANG H.H., DRUMMOND J.G., REATH S.M., HUNT K., WATSON P.A., An improved fibril angle measurement method for wood fibres. Wood Science and Technology, 2001. Vol. 34, pp. 493-503.

WELLONS J.D., Wettability and gluability of Douglas-fir veneer. Forest Products Journal, 1980, Vol. 30 (7), pp.53-55.

WELLWOOD R.W., SMITH J. G. H., Variations of some important wood qualities of young Douglas fir and western Hemlock. Université de Colombie Britanique. Research Paper n° 50, mai 162. Vancouver.

WENZEL, R.N. Resistance of solid surfaces to wetting by water. Industrial and Engineering Chemistry, 1936, Vol. 28(8), pp.988-994.

WENZEL, R.N. Surface roughness and contact angle. Journal of Physical and Colloid Chemistry, 1949, Vol. 53(9), pp.1466-1467.

WESTKÄMPER E., SCHADOFFSKY O., Oberflächentopographie von Massivholz. Einflüsse und Verfahren bei der Meßtechnischen Erfassung und Bewertung von Holzoberflächen. 1995, Teill. HOB. 3, pp.74-78.

WIELOCH G., KORTYLEWSKI B., Grinding of wood and wood products with grinding wheel that has conic surface of abrasive mineral. In: Proceedings of the 13th International Wood Machining Seminar, Vancouver (Canada). June 17-20 1997, pp 885-893.

WILLIAMS R.S., KNAEBE M., FEIST W., Finishes for exterior wood: Selection, application and maintenance (paperback). Forest Products Society, October 1996, 127p. ISBN 978-0935018837

WILLIAMS D., MORRIS R., Machining and related mechanical properties of 15 B.C. wood species, 1998, Forintek Canada Corp., Division de l'Ouest, Vancouver, B.C., 31 pp.

WIMMER R., Wood anatomical features in tree-rings as indicators of environmental change. Dendrochronologia, 2002. Vol. 20 (1-2), pp. 21-36.

WOODSON, G.E. and P. KOCH. Tool forces and chip formation in orthogonal cutting of loblolly pine. Forest Service Research Paper SO-52. 1970, U.S. Department of Agriculture.

WU W., GIESE RF., VAN OSS C.J., Evaluation of the Lifshitz-Van der Waals/Acid-Base Approach to Determine Surface Tension Components. Langmuir, 1995. Vol. 11, pp. 379-382.

WU S., Calculation of interfacial tension in polymer systems. Journal of Polymer Science, 1971. Part C 34, pp.19-30.

WU S., Journal of Colloid Surface Science, Vol. 71, 1979, p. 605.

ZANETTI M., PIZZI A., SIMON C., De nouvelles colles à bois d'origine végétale. Techniques de l'Ingénieur, 2003, RE 11, pp. 1-6.

ZISMAN W.A., Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 1963. Vol. 55 (10), pp. 19-38.

Annexes

## Annexe 1 : propriétés physico-chimiques du bois de douglas

Effet densité sur la dureté de surfaces des bois [TROUY-TRIBOULOT et TRIBOULOT<sup>a</sup>, 2001]

Classes de densité et de dureté	Densité	Dureté (échelle Chalais-Meudon)	Essences
Bois très lourds et très durs	> 0,85	> 9	Azobé, ipé
Bois lourds et durs	0,70 à 0,85	5 à 9	Charme, movingui, chêne dur
Bois mi-lourds et mi-durs	0,56 à 0,70	2,5 à 5	Niangon, iroko, châtaignier, chêne tendre, pins
Bois légers et tendres	0,45 à 0,55	1,25 à 2,5	Framiré, douglas, épicéa, sapin, pins
Bois très légers et très tendres	< 0,45	< 1,25	Western Red Cedar, séquoia, peuplier

Imprégnabilité, utilisation des bois en l'absence de traitement [TROUY-TRIBOULOT et TRIBOULOT<sup>b</sup>, 2001]

Essence	Largeur de l'aubier	Imprégnabilité		L'essence (bois parfait) peut-elle être utilisée sans traitement ?				
		Bois parfait	Aubier	Econos	Classe de risque			
Douglas	2 à 5 cm	4	3 ou 2-3 selon	Essence	1	2	3	4
	-	provenance	Résineux					
Épicéa	Non différencié	3-4	3 variable		neome	ил		
	a ) =			Douglas	Oui	Oui	Oui	Non
Meleze	2 a 5 cm	4	2 variable	Épicéa	Non	Non	Non	Non
Pin svlvestre	2 à 10 cm	3-4	1		0.1	0.1	0.1	
				Meleze	Oui	Oui	Oui	Non
Sapin	Non différencié	2-3	2 variable	Pin sylvestre	Oui	Oui	Oui	Non
Chênes	2 à 5 cm	4	1	Sapin	Non	Non	Non	Non
Hêtre	Non différencié	1	1	Western Red Cedar	Oui	Oui	Oui	Non

Coefficients de rétractabilité et de densité de quelques essences parmi les plus courantes [PLASSAT, 1992]

Essences	Retrait ou gonflement radial <u>(1)</u>	Retrait ou gonflement tangentiel (1)	Densité à 12 % d'humidité	Essences	Retrait ou gonflement radial <u>(1)</u>	Retrait ou gonflement tangentiel <u>(1)</u>	Densité à 12 % d'humidité
Feuillus européens Charme	0,19 - 0,26	0,30 - 0,40	0,75 - 0,85	Feuillus tropicaux Acajou d'Afrique	0,11 - 0,15	0,20 - 0,22	0,49 - 0,53
Châtaignier Chêne	0,12 - 0,15 0,18 - 0,22	0,21 - 0,26 0,28 - 0,35	0,55 - 0,70 0,65 - 0,75	Azobé Doussié	0,30 - 0,32 0,11 - 0,13	0,40 - 0,44 0,17 - 0,22	0,95 - 1,10 0,73 - 0,83
Frêne Hêtre	0,10 - 0,20 0,17 - 0,21 0,19 - 0,22	0,22 - 0,30 0,27 - 0,38 0,38 - 0,44	0,68 - 0,75 0,70 - 0,80	Iroko Moabi	0,10 - 0,12 0,13 - 0,19 0,26 - 0,29	0,15 - 0,19 0,25 - 0,28 0.34 - 0.42	0,63 - 0,67
Merisier Orme	0,16 - 0,18 0,17 - 0,20	0,26 - 0,30 0,27 - 0,29	0,55 - 0,70 0,60 - 0,68	Movingui Niangon	0,18 - 0,20 0,18 - 0,20	0,28 - 0,32 0,33 - 0,36	0,69 - 0,74 0,67 - 0,71
Peuplier	0,12 - 0,19	0,25 - 0,31	0,43 - 0,50	Okoumé Ramin Samba	0,13 - 0,15 0,19 - 0,25 0,10 - 0,11	0,21 - 0,23 0,35 - 0,40	0,43 - 0,45 0,56 - 0,67 0,27 - 0,40
Douglas. Epicea	0,15 - 0,19 0,15 - 0,19	0,27 - 0,36 0,27 - 0,36	0,47 - 0,55 0,44 - 0,47	Sapelli Sipo	0,19 - 0,24 0,18 - 0,22	0,26 - 0,32 0,23 - 0,26	0,64 - 0,70 0,59 - 0,66
Mélèze Pin maritime	0,14 - 0,18 0,15 - 0,20	0,28 - 0,36 0,30 - 0,40	0,47 - 0,65 0,53 - 0,55	Teck	0,13 - 0,15	0,24 - 0,29	0,65 - 0,75
Pin sylvestre Pins noir et laricio Sapin	0,15 - 0,19 0,14 - 0,17 0,12 - 0,16	0,25 - 0,36 0,25 - 0,31 0,28 - 0,35	0,50 - 0,54 0,51 - 0,65 0.44 - 0.48				
Western red cedar	0,07 - 0,09	0,20 - 0,24	0,33 - 0,39				

En % pour 1 % de variation d'humidité du b



### Annexe 2 : Classement des sciages résineux

Classement des sciages résineux (méthode visuelle) EN 1310

PS : le choix4 correspond aux sciages qui n'ont pas pu être classés dans les choix illustrés précédemment.

# Annexe 3 : classification visuelle des défauts de surfaces produits lors de l'usinage



Classification des défauts inhérents à l'usinage du bois selon l'ASTM D1666-87

## Annexe 4 : comportement à l'usinage du bois de douglas

Abrasivité et comportement à l'usinage des essences les plus courantes [PLASSAT, 1992]

Essences	Abrasivité	Comportement à l'usinage	
Acajou	faible à moyenne	Facile à usiner.	
Aniégré	faible à moyenne	Difficile à usiner, émousse les outils.	
Assaméla-Afrormosia	forte	Facile à usiner, mais préperçage indispensable. Assurer une bonne aspiration des poussières.	
Aune	faible	Facile à usiner.	
Avodíré	faible	Facile à usiner. Veiller à la bonne aspiration des poussières.	
Azobé	moyenne à forte	Difficile à usiner, préperçage indispensable.	
Bahia	moyenne à forte	Usinage facile mais émousse les outils. Assurer une bonne aspiration des poussières.	
Bété	moyenne	Assez facile à usiner.	
Bossé	moyenne à forte	Assez facile à usiner, émousse les outils, tendance aux exsudations de résine.	
Bouleau	faible	Facile à usiner.	
Bubinga	moyenne	Bois facile à usiner mais très dur.	
Charme	moyenne	Facile à usiner, risque d'éclats au rabotage, préperçage conseillé.	
Châtaignier	faible	Facile à usiner, risque de taches de tanin au contact du fer si le bois est humide.	
Chêne	moyenne	Facile à usiner, se tache au contact du fer quand il est humide.	
Dabéma Dibétou Douglas Doussié	moyenne faible faible à moyenne moyenne	Assez difficile à usiner, émousse rapidement les outils. Prévoir des préperçages. Assurer une bonne aspiration des poussières. Facile à usiner, préperçage indispensable. Assurer une bonne aspiration des poussières. Facile à usiner, tendance aux exsudations de résine. Facile à usiner mais émousse les outils, préperçage conseillé. Assurer une bonne aspiration des poussières.	
Épicéa	faible	Facile à usiner.	
Érable	faible	Facile à usiner, éventuellement plus difficile en présence de fil ondulé.	
Eyong	faible	Assez facile à usiner. Assurer une bonne aspiration des poussières.	
Framiré	moyenne	Facile à usiner, risque de taches au contact du fer quand le bois est humide.	
Frêne	moyenne	Facile à usiner.	
Hêtre	moyenne	Facile à usiner.	
llomba	faible	Facile à usiner.	
Iroko	moyenne à forte	Facile à usiner mais émousse les outils. Veiller à l'efficacité de l'aspiration des poussières.	
Kéruing	moyenne à forte	Facile à usiner mais émousse rapidement les outils, tendance aux exsudations de résine.	
Kosipo	moyenne	Facile à usiner mais émousse fortement les outils, préperçage requis.	
Kotibé	moyenne	Facile à usiner mais émousse fortement les outils, préperçage indispensable.	
Lauans	faible à moyenne	Facile à usiner mais émousse plutôt rapidement les outils.	
Limba	faible	Facile à usiner, se tache au contact du fer quand il est humide.	
Makoré Mélèze Mérantis Morisier Moabi Moabi	forte faible moyenne faible moyenne à forte moyenne à forte	Facile à usiner mais émousse les outils, préperçage recommandé, se tache au contact du métal. Facile à usiner, tendance aux exsudations de résine. Facile à usiner, tendance aux exsudations de résine. Facile à usiner. Assez facile à usiner, forte teneur en silice qui le rend abrasif. Assez facile à usiner mais émousse fortement les outils, préperçage indispensable.	
Niangon	moyenne	Assez facile à usiner, préperçage indispensable.	
Noyer	moyenne	Facile à usiner.	
Okoumé	moyenne	Assez facile à usiner, rabotage difficile.	
Orme	moyenne	Facile à usiner.	
Padouk	faible	Assez facile à usiner, préperçage recommandé.	
Peuplier	faible	Facile à usiner avec des outils bien affûtés pour éviter le relèvement des fibres et le peluchage.	
Pins	faible à moyenne	Facile à usiner, tendance aux exsudations de résine avec certaines espèces.	
Ramin	moyenne	Facile à usiner mais émousse les outils.	
Samba	faible	Facile à usiner. Assurer une bonne aspiration des poussières.	
Sapelli	moyenne	Facile à usiner, risque de taches au contact du fer quand il est humide.	
Sapin	faible	Facile à usiner.	
Sipo	faible	Assez facile à usiner.	
Teck	moyenne à forte	Facile à usiner mais émousse fortement les outils, préperçage indispensable.	
Tiama	moyenne	Assez facile à usiner, risque d'exsudations.	
Tilleul	faible	Facile à usiner.	
Wengé Western red cedar	faible faible	Facile à usiner malgré sa dureté, préperçage indispensable. Facile à usiner. Assurer une bonne aspiration des poussières, présence de tanin pouvant entraîner des taches au contact du fer quand il est humide.	

#### Annexe 5 : paramètres d'usinage ; profil d'état de surface

$$f_z = \frac{V_f}{N.Z} = avance \ par \ dent$$

Avec :

- Z : nombre de dents de l'outil
- N : vitesse de rotation de la broche
- V<sub>f</sub> : vitesse d'avance

L'épaisseur du copeau  $e_m$  est habituellement calculée par la formule de « SCHLESSINGER »

$$e_m = \frac{V_f}{N.Z} \times \sqrt{\frac{a_e}{D}} = épaisseur moyenne du copeau$$

Avec :

- a<sub>e</sub> : engagement radial
- D : diamètre de l'outil



Comparaison entre le profil d'état de surface et la courbe densitométrique d'un Douglas européen [NEPVEU et TRAN NGOC, 1984]

### Annexe 6 : l'écrasement du bois par le palpeur lors de la mesure de l'état de surface



Pénétration du palpeur dans le bois en fonction du diamètre de pointe et pour différents niveaux de charge [TRIBOULOT, 1984]et [KIKATA, 1958]

## Annexe 7 : tension de surface, énergie libre de surface et contrainte de surface

Une partie de la controverse autour de l'équation d'Young semble avoir comme origine la nomenclature utilisée pour designer la tension de surface  $\gamma$ . En effet, certains parlent d'énergie libre spécifique de surface et d'autres de contraintes de surface  $\sigma$ .

Le mot «tension» en particulier pose problème parce qu'il est utilisé à la fois pour la contrainte de surface et pour l'énergie libre spécifique de surface. Nous utilisons, la nomenclature de [HERRING, 1951] parce qu'elle offre le meilleur compromis entre l'histoire et les pratiques d'usage.

La tension de surface  $\gamma$  et l'énergie libre spécifique de surface f sont reliées par l'équation suivante :

$$f = \gamma + \sum_{i} \mu_{i} \Gamma_{i}$$

Où  $\Gamma_i$  est l'excèdent de la surface par unité d'aire de composante *i* et  $\mu_i$  est son potentiel chimique. Physiquement pour un liquide, la tension de surface correspond à la force par unité de longueur nécessaire pour étaler son interface ( $\gamma = \sigma$ ).

Pour les solides  $\gamma \neq \sigma$ , en général  $\gamma$  est un scalaire et  $\sigma$  est un tenseur. A l'équilibre  $\gamma$  est positif tandis que  $\sigma$  peut être négatif.

Le tenseur des contraintes d'une surface plane s'écrit:

$$egin{pmatrix} oldsymbol{\sigma}_{xx} & oldsymbol{\sigma}_{xy} \ oldsymbol{\sigma}_{xy} & oldsymbol{\sigma}_{yy} \end{pmatrix}$$

 $\sigma_{xx}$ : est la composante de la force surfacique agissant dans la direction x selon une unité de longueur normale à l'axe x.

 $\sigma_{xy}$ : est la composante de la force surfacique agissant dans la direction y selon une unité de longueur normale à l'axe  $x \cdot \sigma_{yy}$ : est la composante de la force surfacique agissant dans la direction y selon une unité de longueur normale à l'axe y [JOHNSON et DETTRE, 1969]. Il a été démontré par [HERRING, 1951] et [MULLINS, 1963] entre autres que la tension de surface est reliée aux composantes de contraintes de surface par des équations du type:

$$\sigma_{xx} = \gamma + d\gamma / d\varepsilon_{xx}$$

 $\mathcal{E}_{xx}$  est la composante élastique ( $\sigma = E\mathcal{E}$ ). E est le module d'Young ou d'élasticité. Pour les surfaces des liquides tous les termes  $d\gamma/d\varepsilon$  sont nuls ; la tension et la contrainte de surface sont égales. L'analyse de cet aspect est détaillée dans l'étude de [MULLINS, 1963].

En résumé :

- 1. La tension de surface  $\gamma$ , est toujours utilisée dans l'équation de Young.
- 2. En général  $\gamma$  est un scalaire,  $\sigma$  un scalaire. A l'équilibre  $\gamma$  est positive ; en revanche,  $\sigma$  peut être négatif.
- 3. Pour les systèmes liquides,  $\gamma \text{ et } \sigma$  sont égales.
- 4. Pour les systèmes avec un seul liquide,  $\gamma$ ,  $\sigma$ , et f sont équivalentes.
Annexe 8 : clichés des disques 4 et 5



Annexe 9 : plans montage d'usinage







Annexe 10 : vérification de l'usure de l'outil utilisé

Evolution de la composante tangentielle de l'effort de coupe avec l'usure



Evolution de l'angle  $\theta_w$  en fonction de la longueur d'usinage



Principe de la mesure de l'usure



L'évolution de l'usure en fonction de la longueur linéaire d'usinage parcourue

### Annexe 11 : moyennes des angles de contact (défonçage)

Moyennes des angles de contact (eau, diiodométhane et éthylène glycol), campagne défonçage mouillabilité angle à l'avancée :

				Movennes		Movennes des	-	Movennes des	-
N° de	Position	Position	vieillissem	des angles	Ecart	angles de	Ecart type	angles de	Ecart type
l'assemblage	radiale	hauteur	ent	de contacts	(eau)	contacts au	(dilodo méthane)	contacts à	(ethylene glycol)
		nauteur		à l'eau	(cau)	diiodométhane	methane)	l'éthylène glycol	grycory
1_A1_60_1	Aubier	A1	<10 min	29.60	2.09	25.70	2.89	16.10	2.01
1_A1_60_2	Aubier	A1	4h	35.00	4.65	25.70	2.89	13.70	1.42
1_A1_60_3	Aubier	A1	24h	45.30	4.51	27.80	1.50	14.90	2.46
1_A1_60_4	Aubier	A1	1 semaine	61.30	5.71	29.10	2.21	22.30	3.75
1_A1_60_5	Aubier	A1	1 mois	69.90	6.30	31.92	2.62	29.60	1.87
1_A1_60_6	Aubier	A1	4mois	85.02	5.00	41.90	2.41	32.25	2.93
1_A1_40_1	Aubier	A1	<10 min	45.60	4.37	25.40	5.85	16.90	2.07
1_A1_40_2	Aubier	A1	4h	51.50	7.25	28.30	2.81	19.70	3.08
1_A1_40_3	Aubier	A1	24h	52.00	6.10	29.60	5.06	21.02	2.09
1_A1_40_4	Aubier	A1	1 semaine	50.10	6.96	42.50	5.93	23.08	6.21
1_A1_40_5	Aubier	A1	1 mois	82.00	9.93	47.60	2.30	32.60	3.78
1_A1_40_6	Aubier	A1	4mois	93.22	4.25	43.38	6.30	41.90	4.14
1_A1_20_1	Aubier	A1	<10 min	56.03	5.84	28.00	4.16	19.40	3.53
1_A1_20_2	Aubier	A1	4h	55.50	3.51	27.90	4.37	23.60	1.53
1_A1_20_3	Aubier	A1	24h	55.10	3.15	29.10	3.78	25.90	3.01
1_A1_20_4	Aubier	A1	1 semaine	68.20	5.25	46.30	2.07	29.10	4.76
1_A1_20_5	Aubier	A1	1 mois	86.20	6.13	50.50	1.98	37.90	6.21
1_A1_20_6	Aubier	A1	4mois	103.50	5.98	47.04	2.58	28.30	5.91
1_A2_60_1	Aubier	A2	<10 min	55.24	2.43	34.79	2.38	20.45	1.97
1_A2_60_2	Aubier	A2	4h	55.8	4.22	24.82	7.45	25.67	2.39
1_A2_60_3	Aubier	A2	24h	53.04	9.11	28.91	2.81	26.03	3.53
1_A2_60_4	Aubier	A2	1 semaine	98.97	3.51	42.05	2.4	32.93	5.4
1_A2_60_5	Aubier	A2	1 mois	109.21	7.07	46.29	3.04	40.82	6.61
1_A2_60_6	Aubier	A2	4mois	107.83	3.87	54.09	1.97	42.45	6.56
1_A2_40_1	Aubier	A2	<10 min	50.81	4.36	14.12	2.02	21.8	2.77
1_A2_40_2	Aubier	A2	4h	56.5	4.13	18.81	2.33	23.11	7.63
1_A2_40_3	Aubier	A2	24h	56.37	7.91	28.18	2	23.56	2.67
1 A2 40 4	Aubier	A2	1 semaine	91.61	6.42	34	2.3	39.88	3.58
1_A2_40_5	Aubier	A2	1 mois	103.56	4.62	40.41	1.64	36.83	3.16
1_A2_40_6	Aubier	A2	4mois	116.2	4.79	45.86	1.98	40.73	2.69
1 A2 20 1	Aubier	A2	<10 min	50.63	6.31	19.31	1.41	27.28	3.54
1 A2 20 2	Aubier	A2	4h	53.43	3.19	17.21	3.11	17.38	1.5
1 A2 20 3	Aubier	A2	24h	58.61	6.64	21.91	1.15	21.4	2
1 A2 20 4	Aubier	A2	1 semaine	89.5	14.31	34.22	1.67	41.73	7.2
1 A2 20 5	Aubier	A2	1 mois	110.41	4.32	62.96	1.42	40.9	9.38
1 A2 20 6	Aubier	A2	4mois	116.07	4.25	65.63	2.59	49.44	5.1
2 B1 60 1	Duramen	A1	<10 min	47.25	4.1	22.28	4.4	14.65	1.01
2 B1 60 2	Duramen	A1	4h	51.28	2.17	21.85	4.08	19.57	2.26
2_B1 60 3	Duramen	A1	24h	63.61	3.17	33.17	5.22	20.87	1.53
2_B1 60 4	Duramen	A1	1 semaine	84.03	8.81	32.84	4.86	41.07	3.8
2_B1 60 5	Duramen	A1	1 mois	99.09	4.28	40.45	2.08	49.63	5.12
2 B1 60 6	Duramen	A1	4mois	94.21	6.84	39.54	1.53	51.22	3.97
2 B1 40 1	Duramen	A1	<10 min	61.79	4.53	25.16	3.12	19.9	1.98
2 B1 40 2	Duramen	A1	4h	62.81	3.36	25.93	2.6	20.36	2.23
2 B1 40 3	Duramen	Al	24h	66.84	2.81	27.18	4.66	20.17	2.33
2 B1 40 4	Duramen	Al	1semaine	88.07	3.23	45	1,13	44.09	7.33
2 B1 40 5	Duramen	Al	1mois	105.44	3.09	40.72	3,68	47.54	3,61
2 B1 40 6	Duramen	A1	4mois	109.3	3.01	44.34	2.15	53.2	3.58
2_B1_40_0	Duramen	A1	<10 min	60.37	5.01	22.04	3.26	16.54	2.71
2_B1_20_1	Duramen	A1	4h	67.07	5.26	25.67	4.31	19.82	2.76
2_B1_20_2	Duramen	A1	24h	64 47	6.26	1617	3.03	22.93	3 53
2_B1_20_3	Duraman	Δ1	Isemaine	96.43	4 32	49.30	4 44	29.64	7.82
$2_B1_{20_4}$	Duramen	Δ1	1 mois	120.45	5.11	65 37	2.83	38.05	7.65
2_B1_20_5	Duraman	Δ1	Amois	120.20	3.11	71.23	1.81	14.06	3.86
D1200	Duramen	AI	411018	121.21	5.11	/1.23	1.01	44.00	5.00

2_B2_60_1	Duramen	A2	<10 min	71.12	2.14	25.22	3.56	19.03	2.15
2_B2_60_2	Duramen	A2	4h	67.42	6.1	19.05	3.35	18.56	2.03
2_B2_60_3	Duramen	A2	24h	70.53	4.53	28.66	2.9	22.49	2.75
2_B2_60_4	Duramen	A2	1 semaine	104.46	3.75	33.3	2.01	26.96	3.91
2_B2_60_5	Duramen	A2	1 mois	110.27	1.79	40.48	2.08	37.9	4.67
2_B2_60_6	Duramen	A2	4mois	118.79	5.72	52.07	2.87	51.46	3.84
2_B2_40_1	Duramen	A2	<10 min	68.89	2.44	18.73	3.34	17.65	1.23
2_B2_40_2	Duramen	A2	4h	63.75	4.67	19.59	1.2	21.34	3.51
2_B2_40_3	Duramen	A2	24h	80.96	3.33	22.96	1	24.34	2.11
2_B2_40_4	Duramen	A2	1 semaine	104.37	6.25	22.6	2.34	34.51	2.64
2_B2_40_5	Duramen	A2	1 mois	117.79	4.46	40.18	2.44	52.73	4.57
2_B2_40_6	Duramen	A2	4mois	118.82	3.96	48.16	3.84	62.83	4.73
2_B2_20_1	Duramen	A2	<10 min	64.08	6.13	18.86	3.14	18.51	2.42
2_B2_20_2	Duramen	A2	4h	68.05	5.16	21.04	2.06	21.65	2.92
2_B2_20_3	Duramen	A2	24h	81.1	7.13	28.73	1.2	28.26	2.91
2_B2_20_4	Duramen	A2	1 semaine	101.31	12.11	41.69	3.87	39.98	4.23
2_B2_20_5	Duramen	A2	1 mois	120.89	1.64	56.22	1.87	44.83	6.39
2_B2_20_6	Duramen	A2	4mois	128.88	1.44	69.59	2.2	48.9	5.61

N° de l'assemblage	Energie critique de surface <b>Zisman</b> (mN/m)	Energie de surface par l'équation d'état (EOS) (mN/m)	Energie de surface <b>Fowkes</b> (mN/m)	partie <b>dispersive Fowkes</b> (mN/m)	Partie <b>polaire Fowkes</b> (mN/m)	Energie de surface selon <b>Owens</b> (mN/m)	Partie dispersive <b>owens</b> (mN/m)	Partie polaire Owens (mN/m)	Ennérgie de surface <b>WU</b> (mN/m)	Partie <b>dispersive</b> WU (mN/m)	Energie de surface <b>acido- basique</b> (mN/m)	Partie <b>polaire WU</b> (mN/m)	Composante dite de Lifshitz- Van der Waals (dispersive) (mN/m)	Composante acidobasique (polaire) (mN/m)	Partie acide (mN/m)	Partie basique (mN/m)
1_A1_60_1	25.49	52.33	58.95	41.59	17.36	62.61	37.17	25.45	63.79	40.22	23.57	47.41	45.90	1.51	0.01	50.49
1_A1_60_2	37.51	51.60	58.25	42.08	16.16	61.14	38.15	22.99	62.8	40.81	21.99	49.14	45.90	3.25	0.06	43.60
1_A1_60_3	41.87	49.43	55.78	42.26	13.52	57.4	39.3	18.11	59.84	41.2	18.63	50.45	45.10	5.35	0.23	31.26
1_A1_60_4	43.79	45.54	51.6	43.25	8.35	51.82	41.83	10	55.26	42.43	12.83	50.11	44.59	5.52	0.54	14.15
1_A1_60_5	44.5	43.41	49.56	43.26	6.3	49.55	43.1	6.45	53.05	42.5	10.54	48.73	43.41	5.32	1.08	6.51
1_A1_60_6	42.66	37.83	43.52	40.18	3.34	44.12	41.88	2.24	46.6	39.58	4.02	40.49	38.64	1.85	2.10	0.41
1_A1_40_1	42.45	49.51	55.9	43.02	12.88	57.47	39.91	17.56	60	41.91	18.09	50.40	46.01	4.39	0.15	31.21
1_A1_40_2	42.28	47.87	53.9	42.52	11.39	54.92	40.01	14.91	57.76	41.56	16.2	50.15	44.90	5.25	0.28	24.76
1_A1_40_3	41.46	47.45	53.38	42.03	11.35	54.39	39.56	14.83	57.2	41.12	16.08	49.67	44.80	5.29	0.29	24.55
1_A1_40_4	30.07	45.87	50.92	36.25	14.67	32.46	34.07	18.39	54.54	35.87	18.68	46.66	38.33	8.33	0.61	28.32
1_A1_40_5	40.5	37.56	41.75	36.88	4.87	41.97	38.28	3.69	45.06	36.67	8.38	39.16	35.60	3.56	2.33	1.35
1_A1_40_6	41.45	34.64	41.18	39.71	1.47	42.42	41.76	0.66	43.7	39.12	4.59	37.34	37.87	0.53	-1.72	0.04
1_A1_20_1	43.72	46.99	53.13	43.17	9.97	53.69	41.2	12.49	56.9	42.26	14.64	50.69	45.03	5.66	0.42	19.24
1_A1_20_2	42.13	46.81	52.84	43.47	9.37	53.53	40.9	12.62	56.66	42.55	14.11	49.47	45.90	3.57	0.14	21.97
1_A1_20_3	40.91	46.42	52.17	42.28	9.89	52.94	39.85	13.09	55.93	41.43	14.5	48.86	44.90	4.27	0.21	22.13
1_A1_20_4	37.38	40.96	44.51	35.79	8.72	44.66	35.34	9.33	47.78	35.45	12.34	52.58	46.07	6.51	3.26	3.26
1_A1_20_5	39.18	35.56	39.39	35.47	3.92	39.8	37.09	2.7	42.67	35.42	7.24	36.34	33.99	2.34	2.34	0.59
1_A1_20_6	44.43	33.73	41.41	40.37	1.05	45.48	45.48	0	43.37	38.88	4.49	24.74	35.91	-11.16	5.55	5.62
1_A2_60_1	40.62	46.2	51.75	40.38	11.36	52.5	38.54	13.96	55.39	39.67	15.72	49.07	42.13	6.94	0.58	20.75
1_A2_60_2	42.69	46.79	52.92	43.84	9.07	53.52	41.35	12.17	56.74	42.92	13.82	49.78	46.21	3.57	0.15	21.02
1_A2_60_3	40.08	46.83	52.57	42.1	10.47	53.55	39.42	14.13	56.37	41.22	15.16	48.56	44.67	3.9	0.15	24.71
1_A2_60_4	44.21	34.84	43.02	41.99	1.03	45.94	45.85	0.08	45.03	40.66	4.37	32.85	38.56	-5.71	3.5	2.33
1_A2_60_5	43.19	31.13	40.66	40.47	0.19	45.42	45.21	0.21	41.5	38.87	2.63	25.74	36.32	-10.58	3.85	7.27
1_A2_60_6	41.29	29.96	36.5	35.86	0.64	40.33	40.32	0.01	38.39	35	3.39	22.05	31.97	-9.91	4.48	5.49

### Annexe 12 : comparaison des méthodes de calcul de l'énergie de surface (Données)

1_A2_40_1	45.39	49.11	55.92	46.27	9.65	56.76	43.13	13.63	60.05	45.14	14.91	51.45	49.28	2.17	0.05	25.58
1_A2_40_2	45.09	47.5	54.21	45.83	8.38	54.6	43.4	11.2	58.13	44.83	13.3	51.5	48.12	3.37	0.15	19.26
1_A2_40_3	42.54	46.52	52.48	42.91	9.57	53.07	40.75	12.32	56.24	42.04	14.2	49.79	44.96	4.83	0.29	19.88
1_A2_40_4	43.45	36.57	45.14	44.07	1.07	46.32	45.81	0.51	47.42	43.18	4.24	42.25	42.49	-0.24	1.19	0.01
1_A2_40_5	44.26	33.65	43.48	43.1	0.39	47.3	47.28	0.02	44.71	41.49	3.22	31.96	39.4	-7.45	3.21	4.32
1_A2_40_6	43.86	29.89	41.6	41.6	0	48.51	47.43	1.08	41.2	39.39	1.81	20.5	36.55	-16.05	4.65	13.84
1_A2_20_1	42.03	48.18	54.45	44.73	9.72	55.49	41.34	14.15	58.47	43.66	14.81	49.1	47.98	1.12	0.01	27.77
1_A2_20_2	46.33	48.75	55.65	46.16	9.49	56.23	43.64	12.59	59.69	45.06	14.62	52.56	48.55	4.01	0.19	21.41
1_A2_20_3	45.24	46.96	53.59	45.35	8.24	53.87	43.39	10.48	57.43	44.39	13.03	51.6	47.2	4.4	0.29	16.56
1_A2_20_4	42.96	36.68	43.05	40.72	2.33	44.14	42.94	1.21	45.86	39.97	5.89	38.77	38.73	0.04	2.26	0
1_A2_20_5	39.01	28.38	40.94	40.77	0.16	43.12	42.56	0.56	39.98	40.24	-0.26	37.57	39.15	-1.58	0.25	2.53
1_A2_20_6	37.47	25.63	36.99	36.77	0.22	40.12	39.21	0.92	35.89	36.31	-0.43	31.29	34.55	-3.29	0.58	4.66
2_B1_60_1	44.76	49.68	56.31	44.25	12.06	57.58	41.3	16.29	60.42	43.1	17.32	51.55	47.08	4.47	0.18	28.49
2_B1_60_2	44.42	48.57	55.08	44.59	10.49	55.98	41.84	14.14	59.07	43.52	15.56	51.17	47.22	3.95	0.16	24.66
2_B1_60_3	43.46	44.7	50.45	42.03	8.42	50.58	41.15	9.43	54.01	41.31	12.7	49.28	42.86	6.42	0.88	11.7
2_B1_60_4	42.22	38.13	45.35	43.35	2	45.53	43.73	1.81	48.22	42.82	5.4	44.73	43.01	1.72	0.58	1.29
2_B1_60_5	41.39	32.69	38.7	37.39	1.32	40.91	40.66	0.24	41.13	36.73	4.41	30.4	34.48	-4.08	3.18	1.31
2_B1_60_6	40.35	33.55	38.25	35.97	2.28	39.56	38.68	0.94	41.18	35.66	5.52	32.19	33.59	-1.4	2.98	0.16
2_B1_40_1	45.34	46.11	52.65	44.82	7.83	52.78	43.47	9.31	56.38	43.92	12.46	51.36	46.09	5.27	0.53	13.02
2_B1_40_2	45.23	45.78	52.28	44.68	7.61	52.38	43.46	8.92	55.98	43.8	12.18	51.12	45.82	5.31	0.58	12.12
2_B1_40_3	45.52	44.83	51.43	44.78	6.65	51.42	44.18	7.25	55.05	43.92	11.12	50.64	45.35	5.29	0.83	8.45
2_B1_40_4	39.33	35.16	40.29	37.99	2.31	40.76	39.06	1.7	43.25	37.79	5.46	38.62	37.01	1.61	1.18	0.55
2_B1_40_5	42.6	31.69	39.8	39.32	0.49	43.51	43.5	0.01	41.32	38.09	3.23	27.58	35.63	-8.05	3.59	4.52
2_B1_40_6	43.16	30.3	35.08	34.87	0.2	35.08	34.87	0.2	34.58	35.93	-1.35	35.08	34.87	0.2	0.1	0.1
2_B1_20_1	46.37	47	53.84	45.78	8.06	53.99	44.32	9.67	57.66	44.81	12.85	52.44	47.16	5.29	0.51	13.76
2_B1_20_2	45.92	44.9	51.72	45.41	6.32	51.7	44.87	6.83	55.35	44.52	10.83	50.98	45.91	5.07	0.82	7.84
2_B1_20_3	46.49	46.13	53.51	47.49	6.02	53.43	46.08	7.34	57.32	46.58	10.75	52.58	48.81	3.77	0.33	10.77
2_B1_20_4	44.75	35.48	39.52	39.34	0.18	39.52	39.34	0.18	42.06	39.92	2.15	39.52	39.34	0.18	0.09	0.09
2_B1_20_5	41.29	26.44	31.73	31.17	0.57	38.41	37.94	0.47	33.83	30.37	3.47	-1.24	25.49	-26.73	9.92	18.01
2_B1_20_6	39.01	24.49	28.11	27.36	0.75	33.85	33.56	0.29	30.89	27.34	3.54	-2.88	22.19	-25.07	9.78	16.07
2_B2_60_1	46.43	44.27	51.46	46.1	5.36	51.46	46.13	5.33	55.01	45.17	9.84	50.67	46.07	4.59	1.05	5.01
2_B2_60_2	47.08	45.68	53.19	47.45	5.74	53.12	46.8	6.32	56.92	46.49	10.43	52.56	48.06	4.5	0.67	7.55
2_B2_60_3	45.27	43.69	50.32	44.61	5.71	50.3	44.45	5.85	53.83	43.78	10.05	49.58	44.77	4.81	0.97	5.94
2_B2_60_4	46.47	35.64	47.63	47.36	0.27	52.7	52.54	0.16	48.45	45.12	3.33	32.05	42.8	-10.75	4.08	7.08

2_B2_60_5	44.6	32.18	43.93	43.88	0.05	49.54	49.04	0.51	44.06	41.77	2.29	27.52	39.37	-11.85	3.8	9.24
2_B2_60_6	41.14	26.92	37.38	37.37	0.01	43.4	42.28	1.12	36.97	35.89	1.08	20.33	33.11	-12.72	3.45	11.84
2_B2_40_1	47.32	45.48	53.17	47.78	5.39	53.11	1	5.72	56.87	46.81	10.06	52.56	48.14	4.41	0.77	6.3
2_B2_40_2	46.27	46.14	53.25	46.66	6.59	53.23	45.33	7.9	57.03	45.73	11.3	52.24	47.9	4.34	0.42	11.22
2_B2_40_3	46.68	41.97	50.65	47.93	2.71	51.18	49.12	2.06	53.79	46.86	6.92	48.85	46.85	1.99	1.29	0.77
2_B2_40_4	46.57	36.01	50.78	50.76	0.02	55.39	55.03	0.36	50.83	48.61	2.22	39.81	46.97	-7.16	2.21	5.79
2_B2_40_5	43.01	28.62	38.12	38.05	0.07	45.13	44.24	0.89	38.48	36.2	2.28	13.38	32.74	-19.35	6.11	15.32
2_B2_40_6	39.71	25.68	31.81	31.59	0.23	37.48	37.02	0.46	33.37	30.92	2.45	9.43	26.95	-17.52	6.12	12.53
2_B2_20_1	46.88	46.39	53.65	47.05	6.6	53.62	45.91	7.71	57.45	46.09	11.36	52.76	48.11	4.65	0.52	10.41
2_B2_20_2	46.4	45.1	52.41	46.82	5.58	52.33	46.13	6.2	56.08	45.91	10.17	51.79	47.47	4.32	0.62	7.53
2_B2_20_3	45.37	40.88	48.63	45.69	2.94	49.05	46.73	2.32	51.74	44.76	6.98	47.02	44.74	2.28	1.27	1.03
2_B2_20_4	43.3	33.49	42.39	41.86	0.53	45.35	45.35	0	43.95	40.6	3.35	33.68	38.75	-5.07	2.6	2.47
2_B2_20_5	41.92	26.87	35.98	35.96	0.02	43.2	42.06	1.14	36.23	34.35	1.88	10.8	30.75	-19.94	6	16.56
2_B2_20_6	39.36	22.85	28.68	28.59	0.09	36.51	35.18	1.33	30.11	27.98	2.13	-5.24	23.1	-28.34	8.92	22.53

## Annexe 13 : comparaison des méthodes de calcul de l'énergie de surface (méthodologie du choix)

#### Le choix du modèle de calcul de l'énergie de la surface

L'étude comparative afin de choisir le modèle approprié pour le calcul de l'énergie de surface se fera en deux étapes :

1. l'ANOVA multifactorielle un par un, de tous les résultats obtenues avec les 6 modèles afin d'observer s'ils concordent avec les résultats de l'analyse des angles de contact à l'eau.

2. l'analyse statistique comparative, basée sur plusieurs tests statistiques et graphiques de comparaison. Cette procédure sera expliquée par la suite.

#### 1) L'ANOVA multifactorielle des 6 modèles de calcul

#### Méthode de Zisman

Le *tableau 1*, présente l'ANOVA multifactorielle faite sur les résultats de l'énergie critique de surface. Comme la valeur des probabilités correspondante au type de bois est inférieure à 0.01, ce facteur a donc un effet statistiquement significatif sur l'énergie critique selon Zisman au niveau de confiance de 99%. Notons que dans nos analyses nous avons choisi un taux de confiance supérieur ou égale à 99% pour limiter les erreurs d'interprétation. Par exemple, si nous avions choisi un seuil à 95% nous aurions aussi pris en considération l'effet de la position en hauteur puisque la valeur de la probabilité est inférieure à 0.05.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif	Classement selon importance	Correspondance Par rapport aux résultats de l'analyse des angles de contact à l'eau				
		<u> </u>			Effets princi	paux						
Vitesse de coupe	7.0965	2	3.54825	0.34	0.7137		4	-				
Position en hauteur	68.250	1	68.250	6.52	0.0131		2	-				
Type de bois	122.461	1	122.461	11.70	-							
Temps de stockage	82.231	5	82.231	1.57	0.1812		3	-				
Résidu	648.669	62	10.4624									
Total (Corrigé)	928.708	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs ; +conforme, -non conforme									

 Tableau 1. L'ANOVA multifactorielle de l'énergie critique de surface (Zisman)

Même si l'ANOVA montre que l'effet de la position radiale (du type de bois) a un effet significatif, il présente une évolution inverse à celle escomptée : la *figure 1* illustre cette contradiction. En effet, les tendances entre les angles de contact à l'eau et les énergies de surfaces ou du travail d'adhésion devraient être opposées, or ici ils ont les mêmes tendances.

D'autre part, le classement par ordre d'importance des effets n'est pas respecter. En effet, nous avions observé que l'amplitude des moyennes des angles de contact à l'eau pour la vitesse de coupe, était la plus petite comparativement aux autres moyennes : pour mémoire une amplitude de 8.33° pour l'effet de la vitesse contre 14.22°, 14.34°, et 55.8° respectivement pour les effets : de la position en hauteur, du type du bois et du temps de stockage. Nous classerons donc ces facteurs de 1 à 4 par ordre d'importance (1 pour l'effet du temps de stockage), ce classement nous donnera un critère en plus dans le choix de la méthode du modèle le plus approprié pour le calcul de l'énergie libre de la surface du bois de Douglas. En *annexe 12* nous présentons entre autres les quatre graphiques illustrant les influences respectives de tous les facteurs sur l'énergie de surface selon la méthode de Zisman.



#### Méthode de l'équation d'état

Le *tableau 2* résume l'ANOVA multifactorielle faites sur les résultats de l'énergie de surface obtenue par la méthode de l'équation d'état.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif	Classement selon importance	Correspondance Par rapport aux résultats de l'analyse des angles de contact à l'eau			
				Effets	s principaux						
Vitesse de coupe	93.050	2	46.525	9.46	0.0003	*	4	+			
Position en hauteur	192.44	1	192.44	39.15	< 0.00001	*	3	+			
Type de bois	247.865	1	247.865	50.42	< 0.00001	*	2	+			
Temps de stockage	3713.46	5	742.692	151.08	< 0.00001	*	1	+			
Résidu	304.79	62	4.916								
Total (Corrigé)	4551.61	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs ; +conforme, -non conforme								

Tableau 2. L'ANOVA multifactorielle de l'énergie de surface (EoS)

Les résultats montrent que tous les facteurs ont une influence significative sur l'énergie de surface au niveau de confiance de 99%. Le classement par ordre d'importance établi précédemment est respecté (voir les facteurs F). Notons que les tendances entre les angles de contact à l'eau et les énergies de surfaces ici sont opposées (voir *annexe 12*). Contrairement à la méthode de Zisman, les résultats de l'EoS abondent dans le sens des conclusions faites à partir de l'analyse des angles de contact à l'eau.

#### Méthode de Fowkes

Le *tableau 3* montre l'ANOVA multifactorielle faite sur les résultats de l'énergie de surface obtenus par le modèle de Fowkes.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif	Classement selon importance	Correspondance Par rapport aux résultats de l'analyse des angles de contact à l'eau			
				Effets	principaux						
Vitesse de coupe	121.721	2	60.860	7.83	0.0009	*	3	-			
Position en hauteur	15.951	1	15.951	2.05	0.1569		4	-			
Type de bois	185.378	1	185.378	23.86	< 0.00001	*	2	+			
Temps de stockage	3334.96	5	666.992	85.84	< 0.00001	*	1	+			
Résidu	481.757	62	7.770								
Total (Corrigé)	4139.77	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs ; +conforme, -non conforme								

Tableau 3. L'ANOVA multifactorielle de l'énergie de surface (Fowkes)

Dans le cas de la méthode de Fowkes (*tableau 3*) nous observons que, tous les effets sont significatifs et correspondent aux résultats de la mouillabilité, sauf pour l'effet de la position en hauteur (voir *annexe 12*). Ce qui est incohérent dans ce cas est le classement des effets vitesse et position en hauteur, ils sont inversés. Preuve que ce modèle a tendance à atténuer les résultats de l'énergie de surface : les faibles variations des angles de contact sont à peine prises en compte.

#### Méthode d'Owens-Wendt- Rabel-Kaeldle

Le *tableau 4* résume l'ANOVA multifactorielle faites sur les résultats de l'énergie de surface obtenue par la méthode d'Owens-Wendt.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif	Classement selon importance	Correspondance Par rapport aux résultats de l'analyse des angles de contact à l'eau			
				Effets	s principaux						
Vitesse de coupe	118.313	2	59.156	4.63	0.0134		3	-			
Position en hauteur	12.128	1	12.128	0.95	0.3338		4	-			
Type de bois	84.695	1	84.695	6.63	0.0125		2	-			
Temps de stockage	2251.85	5	450.369	35.24	< 0.00001	*	1	+			
Résidu	792.469	62	12.782								
Total (Corrigé)	3259.45	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs ; +conforme, -non conforme								

Tableau 4. L'ANOVA multifactorielle de l'énergie de surface (Owens-Wendt)

Nous remarquons que seul l'effet du temps de stockage est significatif au niveau de confiance de 99%. Le classement par ordre d'importance est le même que pour la méthode de Fowkes, notons quand même que si nous plaçons le curseur au niveau de 95% de confiance la méthode d'Owens donnent les mêmes résultats que celle de Fowkes : tous les essais serait significatifs en dehors de la position en hauteur et le classement par ordre d'importance serait le même. Cette méthode a donc aussi tendance à atténuer les résultats des énergies de surface et ne pas prendre en compte les faibles variations des angles de contact.

#### Méthodes de Wu

Le *tableau 5* montre l'ANOVA multifactorielle faite sur les résultats de l'énergie de surface obtenus par la méthode de WU.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif	Classement selon importance	Correspondance Par rapport aux résultats de l'analyse des angles de contact à l'eau				
			Effets pi	incipau	X							
Vitesse de coupe	138.167	2	69.084	9.04	0.0004	*	4	+				
Position en hauteur	69.915	1	69.915	9.15	0.0036	*	3	+				
Type de bois	243.947	1	243.947	31.92	< 0.00001	2	+					
Temps de stockage	4492.19	5	898.437	117.54	< 0.00001	*	1	+				
Résidu	473.905	62	7.643									
Total (Corrigé)	5418.12	71	les F sont basés sur l'erreur résiduelle quadratique moyenne ; *effets significatifs ; +conforme, -non conforme									

Tableau 5. L'ANOVA multifactorielle de l'énergie de surface (Wu)

Comme pour la méthode de l'équation d'état, les résultats montrent que tous les facteurs ont une influence significative sur l'énergie de surface. Ici aussi les résultats concordent avec l'analyse des angles de contact à l'eau. Les différentes évolutions sont présentées *annexe 12*.

#### Méthodes de Van Oss- Chaudhury-Good (acido-basique)

L'ANOVA multifactorielle faite sur les résultats de l'énergie de surface obtenus avec le modèle de Van Oss- Chaudhury-Good (acido basique) est résumé dans le *tableau 6*.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité	Effet significatif	Classement selon importance	Correspondance Par rapport aux résultats de l'analyse des angles de contact à l'eau
			Effets prir	ncipaux				
Vitesse de coupe	245.786	2	122.893	1.94	0.1517		4	-
Position en hauteur	318.066	1	318.066	5.03	0.0285		3	-
Type de bois	635.283	1	635.283	10.05	0.0024	*	2	+
Temps de stockage	9768.16	5	1953.63	30.91	< 0.00001	*	1	+
Résidu	3918.44	62	63.200					
Total (Corrigé)	14885.7	71	les F so	ont base	e moyenne ; *effets forme			

Tableau 6. L'ANOVA multifactorielle de l'énergie de surface (acido-basique)

Nous observons que seuls deux facteurs (type de bois et temps de stockage) ont une influence significative sur l'énergie de surface selon la méthode acido-basique au niveau de confiance de 99%. Par contre, le classement par ordre d'importance est respecté. Cette méthode semble aussi ne pas prendre en compte les faibles variations des angles de contact.

En résumé, les 6 méthodes donnent des résultats différents et pourtant rappelons que les calculs sont basés sur les mêmes données des angles de contact (*annexe 9*). Nous proposons pour essayer de répondre à cette question en plus de la comparaison avec les résultats de l'analyse des angles de contacts à l'eau, une étude statistique globale qui nous permettra de trancher.

#### 2) L'analyse statistique comparative

Introduction	(résumé d	le la	procédure)	)
--------------	-----------	-------	------------	---

Echantillons comparés (étendues globales des valeurs par échantillons):								
: 72 valeurs entre 25.49 et 47.32 (mN/m).								
: 72 valeurs entre 22.85 et 52.33 (mN/m).								
: 72 valeurs entre 28.11 et 58.95 (mN/m).								
: 72 valeurs entre 32.46 et 62.61 (mN/m).								
: 72 valeurs entre 30.11 et 63.79 (mN/m).								
: 72 valeurs entre -5.24 et 52.76 (mN/m).								

Cette procédure compare les données des 6 colonnes. Elle calcule des tests statistiques et affiche des graphiques pour comparer les échantillons dont la démarche est la suivante : le test F dans le tableau de l'ANOVA permet de voir s'il y a une différence significative entre les moyennes. S'il y en a, les tests des étendues multiples permettent de dire quelles moyennes sont significativement différentes les unes des autres. Nous appliquons par la suite le test de Kruskal-Wallis pour comparer les médianes au lieu des moyennes. Ce test permet de voir si les points extrêmes ne changent pas profondément les résultats de l'ANOVA. Enfin pour l'illustration des résultats nous utiliserons des graphes des boîtes à moustaches et des moyennes.

#### L'ANOVA comparative

Le *tableau* 7 de l'ANOVA décompose la variance des données en deux parties : une partie intergroupes et une partie intra-groupe. Le ratio F, qui dans ce cas est égal à 31.86, est un ratio de l'estimation intergroupe par rapport à l'estimation intra-groupe.

Source	Somme des carrés	Degré de liberté	Carré moyen	F	Probabilité				
	Effets principaux								
Intergroupes	6703.07	5	1340.61	17.21	< 0.00001				
Intra-groupe	33183.4	426	77.895						
Total (Corrigé)	39886.5	431							

Tableau 7. L'ANOVA globale : comparaison entre les méthodes de calcul de l'énergie de surface

Comme la valeur de la probabilité pour le test F est inférieure à 0,00001, il y a une différence statistiquement significative entre les moyennes des 6 variables au niveau de confiance de 99,99%. Pour déterminer quelles moyennes sont significativement différentes les unes des autres afin de les classer par groupes homogènes, nous appliquons les tests des étendues multiples. Le *tableau 8* présente les résultats de ces tests.

Méthode	Effectif	Movenne (mN/m)	Groupes h	omogènes
		(	G1	G2
Zisman	72	42.73	Х	
EOS	72	40.001	Х	
Fowkes	72	47.091		Х
Owens	72	48.67		Х
Wu	72	49.86		Х
Acido-basique	72	40.33	Х	

 Tableau 8. Tests des étendues multiples (intervalle de confiance de 99%)

La procédure des comparaisons multiples a identifié 3 groupes homogènes (G1, G2 et G3). Dans chaque colonne, les niveaux contenant des X forment un groupe de moyennes à l'intérieur desquelles il n'y a pas de différences statistiquement significatives. La méthode actuellement utilisée pour discriminer entre les moyennes est la procédure des différences significatives minimales de Fisher (LSD). Avec cette méthode, il y a 0,1% de risque de dire que chaque paire de moyennes est significativement différence lorsque la vraie différence est nulle. D'après l'analyse des moyennes, ils existent donc deux groupes distincts :

-G1 composé des résultats obtenus par les méthodes de Zisman, de l'équation d'état et de l'acido-basique.

-G2 composé par les résultats obtenus par les autres méthodes : Fowkes, Owens et Wu.

L'observation des nuages de points (*figure 2*) nous montre qu'ils existent des points extrêmes et des dispersions différentes en fonction de la méthode de calcul de l'énergie de surface utilisée.



Nous avons donc appliqué le teste de Kruskal-Wallis pour comparer les médianes afin de voir l'influence des points extrêmes sur la validité de l'ANOVA faite précédemment.

#### Test de Kruskall-Wallis

Le test de Kruskal-Wallis teste l'hypothèse nulle que les médianes pour les 6 colonnes sont les mêmes. Les données de toutes les colonnes sont combinées puis triées de la plus petite à la plus grande. Le rang moyen est alors calculé pour les données de chaque colonne.

Méthode	Taille échantillon	Rang moyen					
Zisman	72	163.653					
EOS	72	147.84					
Fowkes	72	245.28					
Owens	72	268.09					
Wu	72	285.55					
Acidobasique	72	188.59					
Test statistique = 76.413 ; Probabilité < 0,001							

Tableau 9. Test de Kruskall-Wallis

Comme la valeur de la probabilité est inférieure à 0,001, il y a une différence statistiquement significative entre les médianes au niveau de confiance de 99,9% (voir *tableau 9*). Ce qui permet de dire donc que les points extrêmes ne changent pas les résultats de l'ANOVA basée sur les moyennes. Les analyses statistiques faites sur les moyennes donnent les mêmes résultats que celles effectués sur les médianes. La comparaison entre les deux graphiques dits « boites à moustaches » *figure 3*, illustre cette conclusion.



Afin de mieux observer les différences existantes entre les modèles de calcul de l'énergie de surface, la *figure 4* représente les moyennes et intervalles à 99.9% de confiance individuels des résultats des différentes méthodes utilisées.

Les deux méthodes Zisman et l'équation d'état donnent des résultats de l'énergie de surface plus faibles que les autres méthodes de calcul. Cette constatation a été aussi faite par [GINDL *et al.* 2001] dans le cas de l'épicéa norvégien (un bois résineux). Pour la méthode de Zisman, cette observation n'est pas surprenante car d'après Zisman lui-même, l'énergie critique de la surface n'est pas équivalente à l'énergie libre de la surface mais constitue seulement un paramètre empirique très lié à cette entité [SCHULZ et NARDIN, 1992].

Dans des travaux antérieurs Wu avait démontré que l'énergie critique obtenue avec la méthode de Zisman sur des polymères, était systématiquement 10 à 15% inférieure à l'énergie libre de surface selon les autres méthodes calculée géométriques, harmoniques et l'équation d'état [WU, 1979]. Dans notre cas la méthode de l'équation d'état donne des résultats globalement plus faibles que ceux obtenus par la méthode de Zisman, mais reste compris dans l'incertitude de mesure. Ces deux méthodes ont toutefois un sérieux inconvénient résidant dans le fait qu'elles ne permettent de calculer que le totale de l'énergie libre de la surface  $\gamma_s$ et non ces composantes polaire et dispersive  $\gamma_s^d et \gamma_s^p$ . Or d'après [GOOD, 1992] ces deux données supplémentaires sont nécessaires pour l'évaluation de la chimie de la surface [GINDL et al. 2001]. Les méthodes de Wu, Fowkes et d'Owens



ont presque les mêmes moyennes, ils constituent donc bien un groupe homogène et permettent le calcul des composantes  $\gamma_s^d et \gamma_s^p$ . Les résultats de l'analyse acido-basique sont équivalents à ceux obtenus par les méthodes de Zisman et par l'équation d'état mais présentent une plus grande dispersion. Cette dispersion peut être amputée au fait que la méthode acido-basique est la plus complexe des théories de calcul et trois liquides de références c'est le minimum nécessaire pour le calcul de l'énergie de surface par cette méthode. Pour limiter ces dispersions une solution existe, elle consiste dans l'utilisation de plus de liquides de références. Cette méthodologie a été expérimentée par [GINDL et al. 2001] dans une analyse approfondie de la méthode acido-basique utilisant trois, quatre et cinq liquides (diiodométhane, formamide, glycérol, eau et éthylène glycol); les résultats ont montrés une réduction remarquable de l'écart type de l'énergie de surface calculée. Les auteurs ont aussi expérimenté diverses combinaisons de liquides afin de comparer leurs résultats respectifs (*figure 5*). Le fait que la solution basée sur cinq liquides soit similaire (en dehors des dispersions) aux résultats obtenus par la combinaison à trois liquides diiodométhane, glycérol et eau, pointe les problèmes engendrés par l'acidité de l'éthylène glycol (PH 5.0) et par la basicité du formamide (PH 9.9) lors de la mesure des angles de contact, en effet d'après [GINDL et al. 2001] ces taux de PH modifient probablement la chimie de la surface du bois



en cours de la mesure. Cela explique en partie les problèmes que nous avons rencontrés lors de nos mesures des angles de contact à l'éthylène glycol. Ces problèmes ont été pointé du doigt par plusieurs auteurs dont [GOOD, 1992], [MITTAL, 1993] et [BERG, 1993], ils expliquent les résultats parfois irréguliers de l'angle de contact à l'éthylène glycol par l'absorption de l'eau à partir de l'air ambiant, ce qui expliquerait aussi peut être la grande dispersion dans les calculs de l'énergie de surface. Ceci dit, l'utilisation de l'éthylène glycol et du diiodométhane dans un environnement où le taux d'humidité de l'air est peu variable, est la moins pire des combinaisons, car il a été prouvé par [WALINDER et JOHANSSON, 2001] lors d'essais de mouillabilité par la méthode de Wilhelmy (immersion des bouts de bois en pin dans des solutions liquides) qu'ils été comparativement à l'eau et au formamide moins contaminé par les extractibles du bois. Il est à signaler tout de même que les angles de contact supérieurs à 100° posent des problèmes de résolution mathématiques par le modèle acidobasique.

Systématiquement lors de nos calculs ce type d'angles donnait des résultats incohérents : des énergies de surfaces négatives (voir *annexe 10*). Nous remarquons par ailleurs que la combinaison que nous avons utilisé (diiodométhane eau et éthylène glycol), donnait les plus faibles valeurs des énergies de surface ce qui pourrait expliquer la différence constatée dans la *figure 5* entre les résultats des énergies de surface obtenues selon la méthode acido-basique. Car dans notre cas cette dernière donnait des résultats plus faibles que ceux d'Owens et de Wu, ce qui n'était pas le cas dans l'étude de [GINDL et al. 2001].

Avant de statuer sur laquelle des méthodes est la plus appropriée pour le calcul de l'énergie de surface du bois de Douglas, nous présentons le résumé des résultats des études statistiques sur l'énergie de surface et leurs correspondance aux résultats obtenus avec les angles de contact à l'eau dans le *tableau 10* (aide à la décision).

Máthada	L'ANOVA F	A multifactori acteurs signif	elle (énergi icatifs analy	Etude co	omparative	Correspondance Par rapport aux résultats de		
Methode	Methode	Vitesse de coupe (4)	Position en hauteur (3)	Position radiale (2)	Temps de stockage (1)	Groupes homogène s	Moyenne (mN/m)	l'analyse des angles de contact à l'eau
Zisman	4	2	1;*	3	G1	42.73		
EOS	4;*	3;*	2;*	1;*	G1	40.001	+ + + +	
Fowkes	3;*	4	2;*	1;*	G2	47.091	++	
Owens	3	4	2	1;*	G2	48.67	+	
Wu	4;*	3;*	2;*	1;*	G2	49.86	++++	
Acido-basique	4	3	2;*	1;*	G1	40.33	++	

|--|

\* effet statistiquement significatif à 99% d'intervalle de confiance ; n° classement selon les facteurs F de l'ANOVA.

Nous remarquons ici que les méthodes des énergies de surfaces qui correspondent le plus aux angles de contacts à l'eau sont **l'équation d'état (EOS)** et **Wu** (*tableau 10*). La méthode de l'équation d'état est à écarter parce que d'une part elle ne permet pas l'évaluation des composantes polaire et dispersive de l'énergie de surface, d'autre part parce qu'il a été indiqué par [LEE, 1993] que la méthode de l'équation d'état ne donne de bons résultats que si à l'interface liquide/solide seules les interactions dispersives sont impliquées. Or nous verrons dans la suite que ce n'est pas le cas ici. Par ailleurs, rappelons que [NGUYEN et JOHNS, 1979] préfèrent utiliser la méthode de Wu pour la mesure de l'énergie de surface du bois. La méthode qui pourrait apportée un plus par rapport à la méthode de Wu est **l'acido-basique**. En effet, nous avons montré en quoi elle est incontournable pour l'étude de l'acidité des surfaces bois via les composantes de l'énergie libre de la surface.

### Annexe 14 : comparaison des méthodes de calcul de l'énergie de surface (graphiques)







## Annexe 15 : campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul » : moyennes des angles de contact à l'avancée et au recul (surfaces défoncées)

Paramètres explorés	s Angle de contact (eau)			Angle de contact (diiodométhane)			Etylène glycol						
Temps de stockage	Vitesses de coupe en (m/s)	Moyenne θ avance	Ecart type	Moyenne θ recul	Ecart type	Moyenne θ avance	Ecart type	Moyenne θ recul	Ecart type	Moyenne θ avance	Ecart type	Moyenne θ recul	Ecart type
	20	65.2	13.1	36.3	14.6	28.2	5.0	18.1	7.7	17.2	3.8	8.5	3.6
<1h	40	58.7	11.6	34.2	13.7	23.1	7.4	17.0	5.0	12.6	2.3	9.1	1.1
	60	53.2	22.1	34.3	5.3	29.4	11.2	12.3	7.2	14.9	1.4	8.4	2.0
	20	76.3	17.3	43.9	16.1	27.1	6.6	11.8	6.1	19.2	4.6	12.7	3.9
8h	40	62.6	10.1	26.1	6.5	28.1	4.37	14.73	2.94	15.9	1.7	9.7	1.1
	60	60.5	11.3	26.2	6.8	23.9	5.6	14.2	3.2	11.5	1.6	9.8	1.7
	20	82.5	8.0	28.7	7.7	35.1	6.8	18.6	4.3	23.3	4.3	10.0	2.9
24h	40	75.1	18.5	26.4	4.1	20.8	4.1	11.0	2.7	15.2	3.6	10.3	3.8
	60	72.3	7.7	40.0	8.9	25.6	7.2	12.4	13.9	13.9	2.6	8.1	1.8

## Annexe 16 : campagne de mesure de la mouillabilité « angle à l'avancée et au recul » : moyennes des angles de contact à l'avancée et au recul (surfaces poncées)

Paramètres explorés	Angle de contact (eau)			Angle de contact (diiodométhane)			Ethylène glycol						
Temps de stockage	Vitesses de coupe en (m/s)	Moyenne θ avance	Ecart type	Moyenne θ recul	Ecart type	Moyenne θ avance	Ecart type	Moyenne θ recul	Ecart type	Moyenne θ avance	Ecart type	Moyenne θ recul	Ecart type
	10	35.0	7.3	18.8	7.2	29.3	5.6	11.1	4.1	16.8	4.6	11.4	1.2
<1h	20	41.7	12.8	20.7	3.9	25.9	5.6	7.9	4.1	12.6	2.1	9.1	2.4
	30	49.9	8.9	17.2	8.0	31.7	4.0	11.6	3.7	20.6	4.4	9.2	1.7
	10	56.3	17.6	29.6	12.6	34.8	9.6	8.0	3.6	24.7	4.0	9.1	4.2
8h	20	60.0	20.3	30.4	14.2	31.0	4.0	14.0	6.8	21.8	3.6	9.4	3.9
	30	65.1	24.4	36.3	5.6	31.6	5.4	11.6	1.6	31.2	2.9	9.8	1.9
	10	68.7	21.2	27.5	10.4	42.9	9.7	20.5	8.8	28.0	6.8	8.7	2.9
24h	20	69.0	18.7	37.0	24.7	38.7	2.0	13.6	5.8	26.4	6.5	12.3	5.6
	30	80.3	11.7	27.1	8.4	40.0	6.9	13.4	2.2	36.5	5.6	10.6	3.8

Essais finition surfaces défoncées (vérification de la quantité de peinture déposée)										
N échantillon	Poids Ap usinage	Poids Av Finition	Poids Ap finition (Avant séchage)	Remarques	NC	Quantité de peinture (g)				
A3'_1_1_20_A	33.212	33.189	33.918	*RAS	6.000	0.729				
A3'_1_2_20_A	20.682	20.655	21.256	RAS	6.000	0.601				
A3'_1_3_20_A	43.303	43.266	44.233	RAS	6.000	0.967				
A3_5_1_20_A	26.19	26.16	26.99	RAS	6.000	0.830				
A3'_2_1_40_A	29.133	29.108	29.842	RAS	6.000	0.734				
A3'_2_2_40_A	27.874	27.836	28.733	RAS	6.000	0.897				
A3'_2_3_40_A	25.819	25.787	26.505	RAS	6.000	0.718				
A3_5_3_40_A	28.723	28.694	29.474	poids film humide	6.000	0.780				
A3'_3_1_60_A	27.777	27.751	28.418	RAS	6.000	0.667				
A3'_3_2_60_A	26.356	26.319	27.06	RAS	6.000	0.741				
A3'_3_3_60_A	25.614	25.593	26.274	RAS	6.000	0.681				
A3_6_2_60_A	29.456	29.408	30.202	RAS	6.000	0.794				
Moyenne	27.465	27.434	28.168			0.734				
Ecart type	3.249	3.248	3.290			0.080				
Coefficient de variation (%)	11.829	11.841	11.682			10.896				
A3'_4_1_20_C	24.403	24.388	24.493	RAS	6.000	0.105				
A3'_4_2_20_C	27.041	27.017	27.215	surchargée	6.000	0.198				
A3'_4_3_20_C	25.285	25.326	25.467	RAS	6.000	0.140				
A3_5_2_20_C	26.367	26.408	26.524	RAS	6.000	0.115				
A3'_5_1_40_C	28.406	28.447	28.557	RAS	6.000	0.109				
A3'_5_2_40_C	27.120	27.161	27.388	surchargée	6.000	0.226				
A3'_5_3_40_C	25.790	25.831	25.957	RAS	6.000	0.125				
A3_6_1_40_C	26.536	26.577	26.797	surchargée	6.000	0.219				
A3'_6_1_60_C	31.646	31.687	31.938	surchargée	6.000	0.250				
A3'_6_2_60_C	30.624	30.665	30.852	RAS	6.000	0.186				
A3'_6_3_60_C	29.244	29.285	29.533	surchargée	6.000	0.247				
A3_6_3_60_C	28.427	28.468	28.643	RAS	6.000	0.174				
Moyenne	27.574	27.605	27.780			0.175				
Ecart type	2.074	2.082	2.114			0.052				
Coefficient de variation (%)	7.520	7.543	7.611			29.818				
	C=CETOL WP560 ; A=PRIMAIRE HYDRO BLANC ; H% bois = 8%									

# Annexe 17 : vérification de la méthodologie de dépose de la peinture

\*RAS : Rien à signaler

Essais finition surfaces poncées (vérification de la quantité de peinture déposée)									
N échantillon	Poids Ap usinage	Poids Av Finition	Poids Ap finition (Avant séchage)	Remarques	NC	Quantité de peinture (g)			
A3'_1_1_A	34.941	34.932	37.314	Touché	6.000	2.382			
A3'_1_2_A	34.530	34.505	36.884	impurtés du bois	6.000	2.379			
A3'_1_3_A	35.600	34.569	38.043	porosité du bois	6.000	3.474			
A3_5_1_A	35.827	35.813	38.691	porosité du bois	6.000	2.878			
A3'_2_1_A	33.547	33.523	36.074	RAS	6.000	2.551			
A3'_2_2_A	33.820	33.773	36.184	RAS	6.000	2.411			
A3'_2_3_A	34.170	34.126	36.619	Touché	6.000	2.493			
A3_5_3_A	37.160	37.103	39.843	Touché	6.000	2.740			
A3'_3_1_A	32.956	32.946	35.457	RAS	6.000	2.511			
A3'_3_2_A	32.322	32.275	35.122	porosité du bois	6.000	2.847			
A3'_3_3_A	35.175	35.125	37.190	RAS	6.000	2.065			
A3_6_2_A	36.760	36.655	39.008	RAS	6.000	2.353			
Moyenne	34.538	34.496	36.970			2.473			
Ecart type	1.543	1.527	1.484			0.216			
Coefficient de variation (%)	4.467	4.427	4.015			8.744			
A3'_4_1_C	34.005	33.960	34.766	RAS	6.000	0.806			
A3'_4_2_C	33.296	33.249	33.782	RAS	6.000	0.533			
A3'_4_3_C	34.926	34.880	35.572	RAS	6.000	0.692			
A3_5_2_C	35.964	35.929	36.551	RAS	6.000	0.622			
A3'_5_1_C	32.012	31.980	32.551	RAS	6.000	0.571			
A3'_5_2_C	32.352	32.298	32.910	RAS	6.000	0.612			
A3'_5_3_C	32.609	32.544	33.154	RAS	6.000	0.610			
A3_6_1_C	38.782	38.774	39.420	RAS	6.000	0.646			
A3'_6_1_C	32.618	32.596	33.228	RAS	6.000	0.632			
A3'_6_2_C	34.137	34.099	34.757	RAS	6.000	0.658			
A3'_6_3_C	37.812	37.756	38.411	présence résine	6.000	0.655			
A3_6_3_C	38.968	38.922	39.520	RAS	6.000	0.598			
Moyenne	34.790	34.749	35.385			0.636			
Ecart type	2.421	2.424	2.434			0.065			
Coefficient de variation (%)	6.959	6.977	6.877			10.218			
	C=CETOL WP560 ; A=PRIMAIRE HYDRO BLANC ; H% bois = 8%								

### Annexe 18 : montage de thermocouples

Afin de comprendre l'influence de la température sur la réactivité des surfaces bois. Nous avons développé un montage spécifique destiné à mesurer la température des surfaces lors de l'usinage (*figure 1*). Les capteurs de la température sont des thermocouples de type T de diamètre 0.2 mm dont la plage de mesure est comprise entre -75 et 250°C ; leur temps de réponse est de 10ms.

Les thermocouples sont placés verticalement à l'intérieur du bois massif ; à une distance qui varie entre 6mm et 2mm de la surface usinée pour avoir assez de flux thermique. Les logements qui accueillent les thermocouples ont un diamètre d'un millimètre. L'espace restant dans les alésages est comblé par une pâte haute conductivité, à base de métal d'argent de manière à assurer un contact plus intime entre les thermocouples et le bois. Ainsi, une partie du flux thermique produit par l'usinage migre depuis la surface par conduction jusqu'aux thermocouples. Le système d'acquisition et de traitement du signal est constitué d'une centrale d'acquisition avec une carte d'acquisition intégrée le tout relié à un ordinateur.



*Figure 1.* Système d'acquisition de la température in situ; exemple de courbes de réponse en température (5 thermocouples).

#### Mesure de la température

La mesure de la température lors d'une opération d'usinage se fait principalement par des mesures directes, indirectes et à posteriori.

Les mesures directes se font en disposant un ou plusieurs capteurs au plus près de la zone de coupe. On distingue dans ce cas deux sous catégories : la mesure par contact où le transfert thermique se fait essentiellement par conduction et la mesure sans contact où le rayonnement est le principal convoyeur du flux thermique.

Les mesures à posteriori ou en fin d'usinage se font principalement en appliquant des films de produits thermosensible. Ces films subissent des changements de phases à températures fixes. Après usinage on peut aussi analyser le changement de la micro-dureté du matériau de l'outil pour remonter à la température atteinte.

Les mesures indirectes ou inverses, consistent à estimer la température de la zone de coupe à partir de mesures faites à des distances différente de la zone ciblée. C'est ce dernier principe qui sera adopté pour observer la variation de la température en fonction de la vitesse de coupe. Dans le cas du défonçage il est difficile de placer des capteurs pour mesurer la température directement sur l'outil tournant. De plus, le but de cette manipulation est de voir l'influence de la température sur la réactivité des surfaces en bois, en estimant la température de la surface du bois lors de l'usinage. C'est pourquoi, nous avons imaginé de placer les capteurs directement dans le brut du bois usiné. Cette démarche est inspirée de la méthode utilisée par [KUSIACK, 2004]. Pour que cette méthodologie soit applicable au bois, il faudra que le flux généré par l'usinage soit suffisamment important, pour être conduit jusqu'aux thermocouples placés à quelques millimètres de la surface usinée. En effet, du fait de la faible conductivité du bois de pin : à un taux d'humidité absolue du bois de 12 % à 20°C, la conductivité longitudinale (parallèle aux fibres)  $\lambda_{t} = 0.36$  W.m-1.K-1 et la conductivité transversale (perpendiculaire aux fibres)  $\lambda_T = 0.15$  W.m-1.K-1. Nous n'avons pas pu obtenir un signal exploitable en ayant une avance par dent de f  $_z = 0.83$ , d'autant plus que les mesures de la température doivent se faire dans le sens transversale aux fibres puisque que nous avons pris le parti dans cette thèse de produire des surfaces sur quartier. A titre comparatif la conductivité thermique du métal d'argent est de 418 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> à 20 °C. Dans le cas des manipulations dédiées à la mesure de la température durant l'usinage, nous avons utilisé une avance par dent de f<sub>z</sub> = 0.05. Par ce biais nous avons pu obtenir des signaux exploitables.

Le *tableau 1* résume les paramètres de défonçage choisis pour les essais de mesure de température.

Vc m/min	1200	2400	3600
Vc m/s	20	40	60
D outil (m)	0.08	0.08	0.08
ω rad/s	500	1000	1500
S tr/min	4777	9554	14331
fz mm/dt	0.05	0.05	0.05
Vf mm/min	238.9	477.7	716.56

Tableau 1. Paramètres de la coupe (état de surface très soigné)

Dans ces conditions expérimentales et à une distance supérieure ou égale à 8 mm, nous n'observons pas de changement de température. A moins de 2 mm nous risquons d'usiner les capteurs. En effet, à 1mm le thermocouple est happé par l'outil. La distance entre les thermocouples et la surface usinée est comprise entre 2 et 8 mm. Les résultats obtenus lors de cette campagne de manipulation sont résumés dans la *figure 2*. On y compare des réponses en température obtenues à deux distances (6 mm et 4 mm), avec une vitesse de 20 m/s et une avance par dent de 0.05 mm/dt.



La figure 2. Réponses en températures d'un Douglas en travers des fibres : comparaison entre deux profils obtenus à 6 mm et 4 mm des surfaces usinées à 20m/s.

Nous remarquons une augmentation de la température entre 1 et 2 °C dans le cas (a) et entre 2 et 5 dans le cas (b). Nous observons ainsi une variabilité entre les réponses enregistrées dans les mêmes conditions d'essai surtout dans le cas (b). Elle peut être due à l'hétérogénéité du bois, aux défauts de la mise en position des thermocouples ou encore au contact entre l'ensemble thermocouple/pâte haute conductivité et le bois (résistances de contact).

Quand nous augmentons la vitesse de coupe, nous observons aussi une augmentation de la température toutes choses égales par ailleurs. Le profile de la température (c) illustre cette constatation (*figure 3*).



La figure 3. Réponses en températures d'un Douglas en travers des fibres : comparaison entre 20 et 40 m/s à 6mm de la surface usinée.

En résumé, cette manipulation a permis de démontrer qu'il était possible de mesurer la variation de la température des surfaces usinées in situ, par la méthode inverse basée sur la conduction du bois de Douglas. A condition que le flux thermique soit suffisamment important. J'ai ensuite co-encadré un projet de fin d'étude intitulé « Etude de l'échauffement du bois durant l'usinage » qui a permis d'observer que la variabilité entre les réponses en température était due principalement à l'hétérogénéité du bois. En effet, La réponse en température d'un capteur placé dans le bois d'été est deux à trois fois plus importante que celle d'un thermocouple positionné dans le bois de printemps. Nous supposons que cette différence est due à la variation de la densité entre le bois de printemps est le bois d'été. Comme ce dernier est plus dense, il contient moins de vide ce qui fait que sa conductivité est plus importante que le bois de printemps bien plus poreux.

#### **Commentaires**

Pour une première approximation :

D'après [SACADURA, 1978], pour un bois de masse volumique 410 kg/m<sup>3</sup>  $\lambda_{\text{bois}} = 0.23 \text{ W.m-1.K-1}; \text{ Cp}_{\text{bois}} = 1.25 \text{ Joule.Kg}^{-1}; a_{\text{bois}} = 0.45 \text{ m}^2/\text{s}$ La conductivité du bois de pin ( $\lambda_L = 0.36 \text{ W.m-1.K-1}$  parallèle aux fibres et  $\lambda_T = 0.15 \text{ W.m-1.K-1}$  perpendiculaire aux fibres à 20 °C, et à un taux d'humidité de 12 %)

## Annexe 19 : montage des essais de cisaillement double joints de colle



1) Principe de la méthode du double joints de colle inspirée des normes EN et ASTM

2) Progression de la résistance au cisaillement de l'assemblage collé pendant le temps de prise (cas des colles polycholoropréne, urée-formol et vinylique) [COGNARD, 2005]





#### 3) Plan du montage des essais de cisaillement double joints de colle

#### INFLUENCE DE PARAMETRES D'USINAGE ET DE STOCKAGE SUR LES PROPRIETES FONCTIONNELLES DES SURFACES DE BOIS DE DOUGLAS

**RESUME**: la transformation du bois par enlèvement de matière génère de nouvelles surfaces qui ont une fonctionnalité précise et sont toutes appelées à recevoir des films protecteurs ou des colles. Ainsi, il convient d'être capable de produire d'emblée les surfaces les plus aptes à être revêtues sans surconsommation tout en offrant un fort pouvoir d'adhésion. Nous avons cherché à hiérarchiser les facteurs d'influence que sont la vitesse de coupe, la durée de stockage des surfaces, la rugosité des surfaces, la position dans la grume (aubier / duramen; bois juvénile / bois adulte ; hauteur dans l'arbre) sur la mouillabilité à l'eau, les énergies de surface, la tenue de finitions pour des usages extérieurs (bardage) et la tenue de colle pour des emplois intérieurs (lamellé-collé). Ce travail, mené sur du bois de Douglas, a été répété pour deux procédés d'usinage : le défonçage et le ponçage. La durée de stockage a un effet dominant sur la dégradation de la mouillabilité des surfaces. Ces dernières devraient être traitées dans la semaine qui suit leur création. Les effets de la position dans la grume sont également très prononcés et semblent très liés tant à l'angle des microfibrilles qu'au taux d'extractible. L'effet de la vitesse de coupe est significatif sur la mouillabilité à l'eau mais assez peu prononcé et avec une évolution contraire en défonçage et en ponçage où la mouillabilité se dégrade guand la vitesse augmente. Cela semble explicable par la sollicitation thermique du bois de nature différente dans les deux cas. Enfin on ne note pas d'effet de la rugosité sur la mouillabilité dans le cas des surfaces défoncées et un effet positif dans le cas du ponçage. Concernant la tenue des finitions et des joints de colle, les deux procédés sont d'efficacité équivalente dans le premier cas et le poncage est préférable pour la qualité du collage.

**Mots-clés**: Douglas, vitesse de coupe, temps de stockage, défonçage, ponçage, mouillabilité, énergie de surface, rugosité, finitions extérieures à base aqueuse, collage intérieur

### INFLUENCE OF MACHINING AND STORAGE PARAMETERS ON DOUGLAS-FIR WOOD FUNCTIONAL SURFACES PROPERTIES

**ABSTRACT**: wood machining is a process that creates new surfaces which have precise functionalities; most of these surfaces receive protection films or glues. It is desirable to directly produce surfaces that enable these coatings to be applied without any over consumption of products and offer a high adhesive power. This research was conducted to classify the influencing factors i.e. cutting speed, storage duration, surface roughness, position into the log (sapwood / heartwood; juvenile wood / mature wood; height into the tree) on the wettability, surface energy, finishing products behaviour for outdoor applications (cladding) and glue bond behaviour for indoor applications (glulam). This research was performed using Douglas-fir and was repeated for two machining processes: routing and sanding. Aging time was found to have a dominant effect on the degradation of surface wettabilities. These surfaces were best coated within a week following their creation. The location of the sample within the log was also found to have a significant effect; this was postulated to be a result of the variation in microfibril angle and the extractives ratio. The cutting speed was found to affect the wettability, but this was less significant than the previous factors and showed the opposite trend for routing as for sanding, where the wettability decreased as the cutting speed increased. This may well be explained by the different thermal reactions induced by the two processes. There was no effect of roughness on the wettability of routed surfaces and a positive effect in the case of sanding. The two machining processes have the same efficiency when considering the finishing coatings behaviour; however it was found that sanding should be preferred for a better glue bond.

**Keywords:** Douglas-fir, cutting speed, indoor gluing, outdoor water-based finishing, roughness, routing, sanding, storage time, surface energy, wettability.

