



Le fluage à température linéairement croissante : caractérisation des sources de viscoélasticité anisotrope du bois.

Jean-Michel Génevaux

► To cite this version:

Jean-Michel Génevaux. Le fluage à température linéairement croissante : caractérisation des sources de viscoélasticité anisotrope du bois.. Mécanique [physics.med-ph]. Institut National Polytechnique de Lorraine - INPL, 1989. Français. NNT: . tel-00354640

HAL Id: tel-00354640

<https://theses.hal.science/tel-00354640>

Submitted on 20 Jan 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.

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE

ENSEM
LEMTA

THESE

Présentée à
L'INSTITUT POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

pour l'obtention du
DOCTORAT DE L'I.N.P.L.
en Mécanique et Energétique

par
Jean-Michel GENEVAUX

LE FLUAGE A TEMPERATURE LINEAIREMENT CROISSANTE:
CARACTERISATION DES SOURCES DE VISCOELASTICITE
ANISOTROPE DU BOIS

Soutenue publiquement le 10 Février 1989, devant la commission d'Examen
membres du jury:

Président: A. DEGIOVANNI

Examineurs: D. GUITARD

P. MORLIER

M. NIVOIT

J.P. PELLE

Le comportement différé en fluage du matériau bois est relativement mal connu. Les normes française en témoignent, par l'absence de méthode de prévision du fluage et de critères objectifs de dimensionnement.

Ce retard par rapport aux autres matériaux, est du à la complexité du bois (pour ne pas dire l'ingéniosité!). Le mécanicien devra donc se donner une image mécanique de ce composite anisotrope, tout en prenant en compte ses constituants de base (les polymères: cellulose, hémicelluloses, et lignines), et en définissant les axes d'orthotropie (chapitre I).

La prévision du comportement différé, nécessite la mise en évidence des phénomènes source de fluage. Le chapitre II tente de caractériser ces sources à partir d'expériences à température constante, et à l'aide de deux modèles (viscoélastique et à loi puissance). En fait, ils pourront être utilisé comme lissages des points expérimentaux, mais ne mettront pas en évidence les mécanismes: l'expérience de fluage à température constante ne contient pas suffisamment d'information.

Une méthode originale de fluage à température linéairement croissante en fonction du temps, permet par contre d'observer les déclenchements les uns après les autres des mécanismes. Un modèle viscoélastique à activation thermique permet de simuler les différentes transitions (chapitre III). Sous l'hypothèse d'invariance des rigidités relaxées avec la température, ce modèle donne accès à l'énergie d'activation de chaque mécanisme.

Les essais sont menés suivant les trois directions d'orthotropie. L'analyse des résultats à différents taux d'humidité (chapitre IV), permettra de localiser les sources du fluage: dans la matrice, les renforts ou à l'interface; et d'émettre des hypothèses quant aux polymères incriminés. Une comparaison des résultats avec ceux de la littérature nécessitera l'utilisation d'une représentation des transitions dans un espace paramétré en fréquence et température.

chapitre I

1 Le matériau composite naturel.....	1
1.1 De la structure, au repère local d'orthotropie.....	1
1.2 La répartition des polymères.....	3
2 Réponse des constituants à des sollicitations externes.....	5
2.1 Sollicitation mécaniques.....	6
2.2 Humidité.....	7
2.3 Température.....	8
2.3.1 Polymères extraits.....	8
2.3.2 Polymères "in situ".....	9
2.4 Couplages.....	9
2.5 Sens de la sollicitation.....	10
3 Conclusion.....	10

chapitre II

1 Comparaison des modèles viscoélastique et à loi puissance.....	21
1.1 Dans les travaux précédents.....	21
1.2 Spectre de temps de retard.....	27
1.2.1 Spectre continu.....	27
1.2.2 Spectre discret.....	28
1.3 Loi puissance.....	29
1.3.1 Simple.....	29
1.3.2 Deux termes puissance.....	29
1.4 Le logiciel de dépouillement.....	29
1.5 Equivalence puissance-spectre de temps de retard.	32
2 Représentativité des paramètres.....	34
2.1 Stabilité vis à vis de la plage d'observation....	34
2.1.1 Evolution à une exponentielle, et dépouillement à l'aide d'une raie spectrale.....	34
2.1.2 Evolution à trois exponentielles, et dépouillement à l'aide d'une raie spectrale.....	35
2.1.3 Evolution issue d'un spectre continu, et dépouillement à l'aide d'une raie spectrale.....	37
2.1.4 Loi puissance.....	38
2.1.5 Conclusion.....	38
2.2 Sensibilité aux incertitudes.....	39
2.2.1 Evolution à une exponentielle avec incertitude, et dépouillement à l'aide d'une raie spectrale.....	39
2.2.2 Evolution issue d'une loi puissance avec incertitude, et dépouillement à l'aide d'une loi puissance.....	40
2.2.3 Conclusion.....	43
3 Deux critères pour les dépouillements.....	44
3.1 Un exemple de dépouillement fluage du Sapelli.....	44
3.1.1 Le spectre de temps de retard est-il discret?.....	44
3.1.1.1 Simulation recherche de critères	44

3.1.1.2	Sapelli	45
3.1.1.3	Autre niveau de sollicitation	47
3.1.1.4	Conclusion	48
3.1.2	Loi puissance	48
3.1.2.1	Sapelli, 35% charge de rupture	48
3.1.2.2	Autres niveaux de charge	49
3.2	Limites et utilisation des modèles	49
3.2.1	Exemple	50
3.2.1.1	1er critère répartition aléatoire des écarts	50
3.2.1.2	2ième critère incertitude expérimentale	51
3.2.2	Limites des modèles	53
3.2.2.1	Caractéristiques du bois?	53
3.2.2.2	Sensibilité aux incertitudes expérimentales	53
3.2.2.3	Prévision à plus long terme	53
3.2.2.4	Conclusion	53

chapitre III

1	Activation thermique	55
1.1	Le phénomène	55
1.1.1	Description	55
1.1.2	Interprétation	56
1.2	Les lois descriptives	58
1.2.1	William- Landel- Ferry	59
1.2.2	Arrhénius (cinétique du premier ordre)	60
1.3	Les méthodes expérimentales de quantification	60
1.3.1	Essais de fluage à différentes températures.....	60
1.3.2	Saut de température	61
1.3.3	En vibration	62
1.4	Remarques	62
1.5	Surfaces de transition	63
1.5.1	Essais de vibration	63
1.5.2	Nature des transitions	67
1.5.2.1	Transition α_1	67
1.5.2.2	Transition α_2	67
1.5.2.3	Transition δ	67
1.5.2.4	Transition β	68
1.5.2.5	Transition γ	68
1.5.3	Essai de fluage	69
2	Essais de fluage à température croissante	74
2.1	Réponse du modèle viscoélastique.	74
2.1.1	Hypothèses	74
2.1.2	Maximum de vitesse de fluage	75
2.2	Choix des éprouvettes - mode opératoire	79
2.2.1	Structure	79
2.2.2	Procédure expérimentale	79
2.2.3	Passage de la rigidité d'éprouvette au module d'Young.....	83
2.2.4	Incertitudes	85
2.2.4.1	Géométrie de l'éprouvette	85
2.2.4.2	Dilatations thermiques	85
2.2.4.3	Taux d'humidité	87

2.2.4.4	Chargement extérieur	90
2.2.4.5	Flèche	91
2.3	Réponses expérimentales - reproductibilité.....	91
2.3.1	Sollicitation d'une éprouvette une seconde fois.....	91
2.3.2	Variabilité entre les réponses de deux éprouvettes sollicitées en même temps.....	93
3	Identification des paramètres.....	95
3.1	Représentation des paramètres.....	95
3.2	Méthode du simplexe.....	96
3.2.1	Description.....	96
3.2.2	Validation du logiciel.....	97
3.2.3	Démarche de dépouillement.....	100
3.3.1	Eprouvettes sollicitées une seconde fois...	102
3.3.2	Variabilité des paramètres.....	103
3.4	Conclusion.....	106

chapitre VI

1	L'anisotropie de chaque mécanisme est différente.....	109
1.1	Anisotropie de constante de temps et d'énergie d'activation	109
1.1.1	Incidence de la découverte d'un T supérieur à T _{maxi} , sur le nombre de mécanismes nécessaires au lissage.....	112
1.1.2	De l'énergie d'activation apparente à la localisation des sources de transition.....	113
1.2	Anisotropie de rigidités relaxées.....	115
2	Influence du taux d'humidité.....	118
2.1	Eprouvettes de papier.....	118
2.2	Eprouvettes en bois.....	119
2.3	Eprouvettes traitées à l'acétylène.....	124
3	Comparaison avec la littérature.....	126
3.1	Maximum de frottement intérieur associé à un mécanisme	126
3.2	Comparaison des transitions découvertes à différents taux d'humidité avec celles mise en évidence par Salmen et Kelley	127

conclusion

bibliographie

annexe I

annexe II

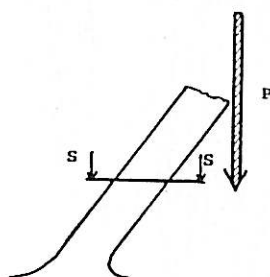
Chapitre I

Un composite formé de plusieurs
polymères:
le bois.

1 Le matériau composite naturel

Nous ne tenterons pas dans ce chapitre de décrire complètement la structure anatomique du matériau bois, mais plutôt de présenter les particularités anatomiques de ce composite naturel, utiles aux mécaniciens comme bornes et guides dans la recherche et l'interprétation des lois de comportement.

1.1 De la structure, au repère local d'orthotropie



sections S-S

feuillus



résineux



De l'arbre abattu, seule la grume sera utilisée comme matériau de structure. Une coupe transversale de celle-ci met en évidence, dans les pays tempérés une alternance de bois de printemps (initial) et de bois d'été (final), relatifs aux différences de vitesse de croissance dues pour l'essentiel aux conditions météorologiques.

Une approche mécanique peut considérer ces couches concentriques comme un stratifié composé de deux matériaux.

Ce stratifié n'est généralement pas un cylindre de révolution. Ainsi si une section transverse doit lutter contre un moment fléchissant due au chargement extérieur (poids propre par exemple):

- un résineux créera plus de matière, du côté en compression
- un feuillu, du côté en tension.

La loi de comportement du matériau stratifié doit prendre en compte les orientations locales de la croissance par la définition d'un repère local et non relatif à l'ensemble de la grume.

Dans le cas d'une production accélérée de matière ligneuse, le bois est qualifié "d'anormal" du fait de sa composition différente, et de la diminution de ses caractéristiques mécaniques (bois de réaction). Les éprouvettes qui seront testées dans cette étude ont été tirées des planches ne présentant pas de défaut visible.

figures I,1,1,a:

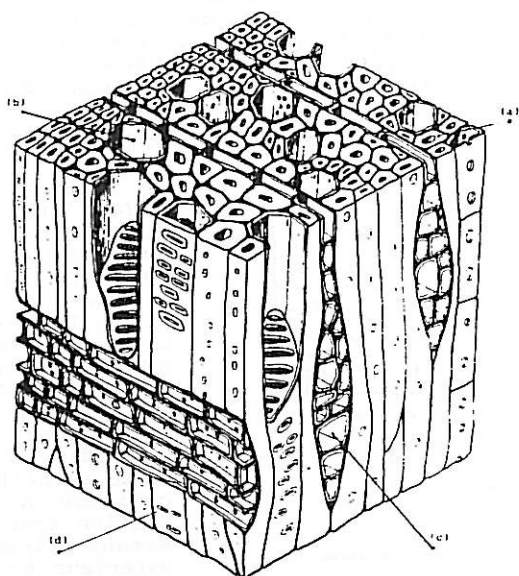
Position du bois de réaction pour un feuillu et un résineux.
Prise en compte de la direction de croissance pour le choix de repère d'orthotropie.

A une échelle inférieure, l'inhomogénéité de la matière apparaît dans les figures page suivante.

figure I,1,1,b: d'après [Guitard 1987]

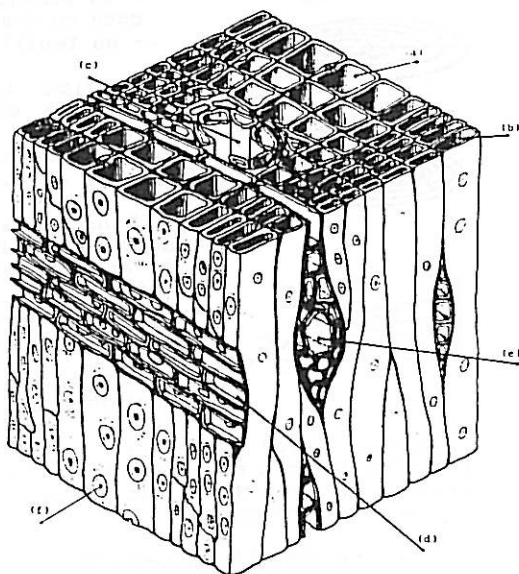
ORGANISATION CELLULAIRE D'UN BOIS FEUILLE

- a) fibres
- b) vaisseaux
- c) rayons
- d) ponctuations



ORGANISATION CELLULAIRE D'UN BOIS RESINEUX

- a) Trachéide dans le bois de printemps
- b) Trachéide dans le bois d'été
- c) Canal résinifère
- d) Rayon ligneux
- e) Rayon ligneux avec canal résinifère
- f) Ponctuation assurant des passages intercellulaires.



Selon la nature feuillue ou résineuse, les dimensions et la composition des renforts longitudinaux varient. Ils seront dénommés respectivement fibres et trachéides. La rigidité de la structure parallèlement à ceux-ci est grande.

Suivant la direction radiale ou tout au moins de croissance, des rayons ligneux permettent la circulation de la sève. Le renforcement mécanique dans cette direction est d'autant plus grand que la proportion de rayons ligneux est grande. Elle peut atteindre 35% dans le cas du chêne. Dans la direction tangentielle aucun renfort n'est présent. Les couches inter-fibres et inter-rayons ligneux, appelées lamelles mitoyennes, garantissent la cohésion de la matière.

Cette structure composite tridimensionnelle, peut donc être considérée comme une matrice (lamelle mitoyenne, à laquelle on adjoint généralement la paroi primaire), renforcée principalement dans la direction longitudinale par un grand nombre de fibres (ou trachéides), et radialement par quelques rayons ligneux. Du fait de la présence de ces renforts, le comportement est dit anisotrope.

Nous négligeons volontairement de prendre en compte l'existence des vaisseaux parallèles aux fibres et qui permettent la montée de la sève (augmentation de la porosité du matériau), tout comme l'existence de canaux résinifères dans la direction des trachéides et des rayons ligneux, vides qui servent à stocker des matières nutritives. En effet ceux-ci peuvent être pris en compte simplement par la diminution du taux de fibres et de rayons ligneux par volume de matière, dans la mesure où la rigidité des vaisseaux est faible et que les canaux résinifères ne sont que des vides entre les renforts.

Les axes d'anisotropie sont donc parallèle aux fibres, parallèle aux rayons ligneux et tangentiel. La direction des fibres ne correspond pas nécessairement à la direction du tronc: certaines espèces peuvent présenter une fibre torse (qui s'enroule en spirale le long du tronc), et à proximité du départ d'une branche, le fil du bois aussi est dévié pour contourner le noeud ou bien participer à la branche.

Il est donc nécessaire de définir un repère local à la matière dont les axes seront :

- parallèle au fil du bois
- parallèle à la direction de croissance
- perpendiculaires aux deux précédentes.

Elles seront référencées dans la suite du mémoire comme longitudinale, radiale et tangentielle, notation abusive dans la mesure où ceci n'est vrai que dans le cas d'un tronc cylindrique de révolution à croissance axisymétrique, sans noeud, ni fibre torse.

L'orthotropie cylindrique du matériau bois pourra être considérée localement comme orthotrope cartésienne.

1.2 La répartition des polymères

Face à des sollicitations de charge ou de déformation, de température, d'humidité, ou même d'une combinaison de celles-ci, nous sommes en droit de nous demander si les trois éléments

structurels fibre, rayon ligneux et matrice réagissent de la même façon. Il faut pour cela connaître la composition polymérique de chacun d'eux, car c'est à cette échelle que les transformations peuvent apparaître.

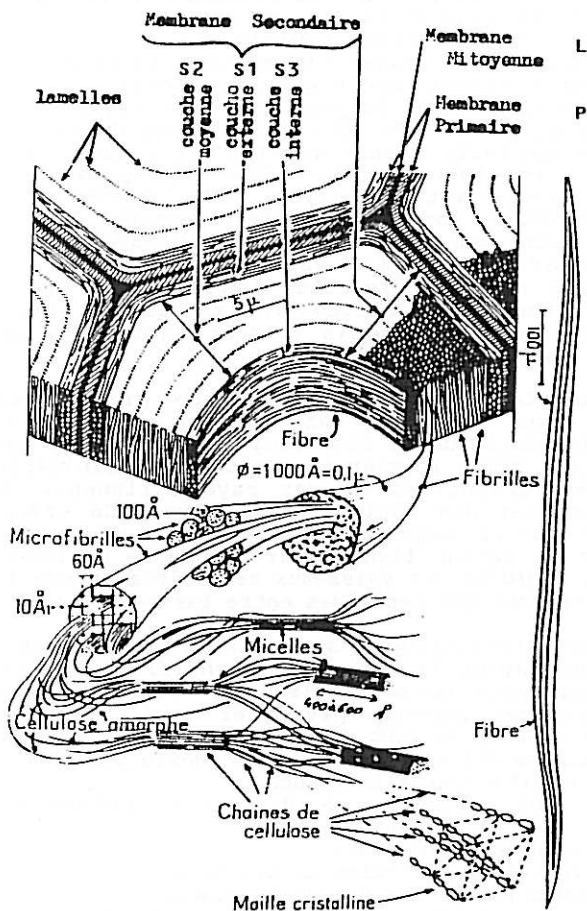


Figure n° 4
Structure fine de la
paroi d'une fibre
(d'après BOURNEAU)

figure I, 1, 2, a:

De la micro-structure à l'ultra-structure du bois, d'après [Polge 1966]

La figure ci-dessus [Polge 1966] précise la constitution d'une fibre. Les molécules de cellulose regroupées sous forme de cristal forment les micelles eux même reliées par de la cellulose amorphe.

Des paquets de micelles entourées par des hémicelluloses forment une microfibrille. Ces microfibrilles s'enroulent en hélice pour former la couche S₂ de la fibre. Les couches S₁ et S₃

sont aussi formées de microfibrilles mais l'angle que celles-ci font avec la direction de la fibre est plus grand. La lamelle mitoyenne est, elle, principalement formée de lignine, polymères phénoliques dont les compositions ne sont pas bien connues.

Les taux de polymères varient suivant la couche et la nature feuillue ou résineux. Le tableau ci-dessous [Guitard 1987] n'est qu'une image de la répartition continue des polymères dans une fibre. Pour une trachéide, Bodig [Bodig 1982] en trace les parts respectives.

	cellu.	hémic.	liqn.
	%	%	%
feuillus			
global	50	30	20
M	5	10	85
P	10	15	75
S ₁	30	30	40
S ₂	50	30	20
S ₃	50	35	15
résineux			
global	50	25	25

tableau I,1,2,a:
répartition des polymères dans
la paroi cellulaire d'une
fibre, d'après [Guitard 1987]

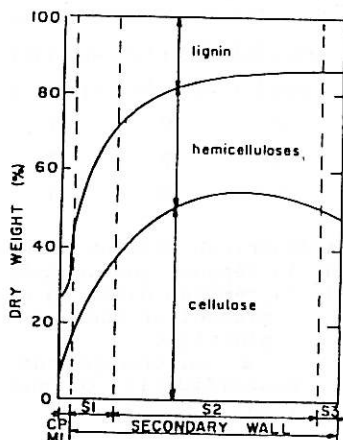


figure I,1,2,b:
Répartition des polymères dans
la paroi cellulaire d'une
trachéide, d'après [Bodig 1982]

Les rayons ligneux se distinguent des fibres par le taux d'hémicellulose qui peut atteindre 50% [Bodig 1982] et l'inclinaison des microfibrilles de la couche S₂ par rapport à la direction radiale qui est plus grande.

Le bois dit "anormal" de compression chez les résineux ou de tension chez les feuillus, est repérable par une épaisseur importante de la couche S₃, et une inclinaison plus forte des microfibrilles.

2 Réponse des constituants à des sollicitations externes

Un élément de charpente est soumis à des variations climatiques (taux d'humidité de l'air, température) et à une histoire de chargement. La loi de comportement d'un volume unitaire représentatif du matériau, dépend de la sensibilité de ces renforts et de la matrice à ces sollicitations. Ces sensibilités ne seront que l'image macroscopique des réactions à ces sollicitations des différents polymères constitutifs. Dans les paragraphes suivants, nous ne considérerons que les incidences des sollicitations externes sur le comportement différé du matériau bois.

2.1 Sollicitation mécaniques

Dans le cas d'une sollicitation de contrainte en échelon, l'anisotropie du matériau nécessite la définition pour une humidité H et une température T fixée, de neuf fonctions du temps $S_{ijkl}(t)$:

$$\begin{bmatrix} \epsilon_{rr} \\ \epsilon_{tt} \\ \epsilon_{ll} \\ \gamma_{tl} \\ \gamma_{lr} \\ \gamma_{rt} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{rrrr}(t) & S_{rrtt}(t) & S_{rrll}(t) & 0 & 0 & 0 \\ S_{ttrr}(t) & S_{tttt}(t) & S_{ttll}(t) & 0 & 0 & 0 \\ S_{llrr}(t) & S_{lltt}(t) & S_{llll}(t) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 4S_{tltl}(t) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 4S_{rlrl}(t) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4S_{rttr}(t) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{rr} \\ \sigma_{tt} \\ \sigma_{ll} \\ \sigma_{tl} \\ \sigma_{lr} \\ \sigma_{rt} \end{bmatrix}$$

Ces fonctions doivent rendre compte:

- de la réponse instantanée
- de la réponse différée qui peut être:
 - viscoélastique
 - plastique
 - à endommagement régi par exemple par une plastification ou une cinétique d'évolution [Schaffer 1978].

Par la comparaison des fonctions suivant les différentes directions, il serait souhaitable de reconnaître la signature des différents polymères constitutifs du matériau, pour pouvoir localiser quels sont les éléments de structure (matrice ou renforts) qui régissent la réponse observée en déformation.

La caractérisation de chaque polymère après extraction, ne permet pas de connaître leur comportement "in situ" dans la mesure où les techniques d'extraction modifient grandement leurs caractéristiques mécaniques et physiques. Néanmoins, des ordres de grandeurs des caractéristiques mécaniques instantanées peuvent être donnés pour le bois anhydre, à une température de 20°C [Navi 1988]:

$$\bar{\bar{C}} = \bar{\bar{S}}^{-1}$$

pour la microfibrille de cellulose:

$$\bar{\bar{C}} = \begin{bmatrix} 20.8 & 0.774 & 0.774 & 0 & 0 & 0 \\ 0.774 & 20.8 & 0.774 & 0 & 0 & 0 \\ 0.774 & 0.774 & 246.5 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0.2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2.58 \end{bmatrix} \text{ en GPa}$$

dans la base $(\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$ avec $\vec{e}_1$ parallèle à la direction de la microfibrille

la matrice de lignine et d'hémicellulose est considérée comme isotrope: (en GPa)

$$\text{avec } \begin{cases} E = 1.8 \\ \nu = 0.29 \end{cases} \quad \text{soit} \quad \bar{C} = \begin{bmatrix} 2.3 & 0.9 & 0.9 & 0 & 0 & 0 \\ 0.9 & 2.3 & 0.9 & 0 & 0 & 0 \\ 0.9 & 0.9 & 2.3 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.7 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0.7 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0.7 \end{bmatrix}$$

La caractérisation du comportement différé nécessite par contre, une connaissance beaucoup plus précise de l'influence du taux d'humidité et de la température.

2.2 Humidité

Au dessus du point de saturation des fibres ($\approx 30\%$), seule la quantité d'eau à l'intérieur des vaisseaux et fibres varie avec un changement de taux d'humidité de l'air (eau libre). Le bois d'oeuvre étant utilisé à des taux d'humidité inférieurs, une variation du taux d'humidité du bois s'accompagne d'un mécanisme d'adsorption (ou de désorption) de l'eau contenue dans la paroi cellulaire (eau liée). Les mécanismes de sorption et de désorption impliquent un gonflement (ou d'un retrait). Apparemment anisotrope, il semble en fait issu de l'anisotropie des propriétés élastiques [Tahani 1988]. Ces phénomènes n'interviendront pas dans cette étude, car les expériences seront menées à taux d'humidité constant.

Les molécules d'eau liée se fixent en priorité sur les hémicelluloses qui sont les plus hydrophiles. Une plus faible quantité viendra interagir avec la lignine. La part de cellulose cristalline, hydrophobe, ne sera pas affectée.

Si l'on considère la paroi primaire et la lamelle mitoyenne comme les constituants de la matrice de ce composite naturel, cette matrice devrait donc être sensible au taux d'humidité dans le bois. Par contre les renforts (fibres ou trachéides et rayons ligneux) verront leurs caractéristiques mécaniques affectées de façon moindre, grâce à la présence de cellulose cristalline.

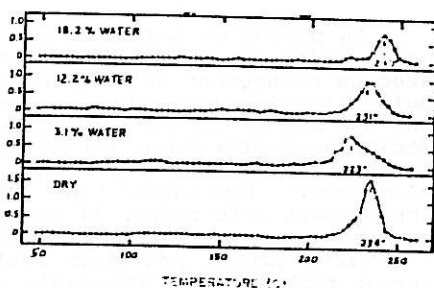
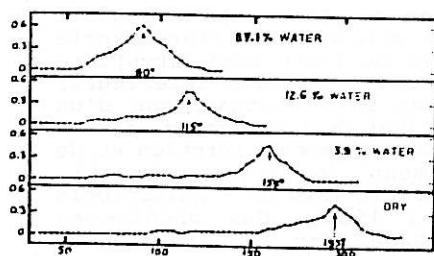
L'amplitude du fluage est peut-être modifiée par le taux d'humidité, mais c'est surtout une modification de la cinétique d'évolution des déformations qui est prépondérante pour la réponse en fluage du matériau. Ce phénomène est du à l'abaissement de la température de transition vitreuse des polymères affectés par l'eau. Dans le chapitre IV, nous essayerons à l'aide des réponses suivant les trois directions d'orthotropie de localiser dans la matrice ou les renforts, les mécanismes observés.

2.3 Température

Certains polymères (thermoplastiques) sont sensibles à une élévation de température, par leur passage d'un état vitreux à un état caoutchoutique. La température à laquelle est observée l'effondrement du module et le maximum de frottement interne est appelé température de transition vitreuse (T_g).

2.3.1 Polymères extraits

Des essais ont été effectués sur des lignines de bois moulu, de cellulose et d'hémicelluloses [Goring 1963]. La température de transition lors de ces essais est repérée par le maximum de vitesse de plongée d'un piston (il comprime la poudre). L'influence du taux d'humidité (H) sur les lignines et les hémicellulose est fortement marquée, alors que T_g de la cellulose cristalline y est insensible (voir figures ci-dessous).



figures I, 2, 2, a

Vitesse de plongée du capteur pour

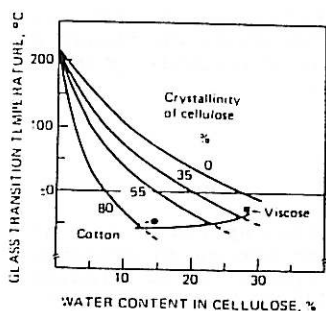
a: la lignine d'épicéa

b: pour de la cellulose d'épicéa (extraite à l'aide d'un traitement chimique au bisulfite)

figure I, 2, 2, b

Pour la cellulose, Salmen met en évidence une sensibilité de T_g à H dans le cas uniquement d'un faible taux de cristallinité [Salmen 1977]. Dans le bois, les zones de cellulose amorphe fixent aussi les molécules d'eau mais en faible quantité. Ainsi la chute de la température de transition vitreuse est d'autant plus forte pour les matériaux cellulosiques, que le degré de cristallinité est faible. Mais Salmen précise bien que le diagramme ci-dessous n'est pas applicable directement pour le bois, dans la mesure où les polymères interagissent entre eux (la lignine avec la cellulose).

La sensibilité des lignines extraites au taux d'humidité doit être paramétrée par la méthode d'extraction [Kelley 1987].



figures 1, 2, 2, c:

La température de transition vitreuse pour un système eau-cellulose, avec de la cellulose à différents degrés de cristallinité [Salmen 1977].

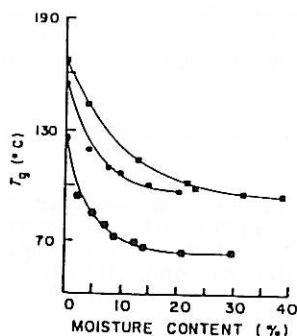


figure 1, 2, 2, d:

Effet du taux d'humidité sur de la lignine périodique (●), de la lignine kraft (■), de la lignine de bois moulu (●).

2.3.2 Polymères "in situ"

Des essais ont été aussi effectués sur les polymères "in situ". L'augmentation du taux d'humidité dans le bois jusqu'à 12%, par la fixation préférentielle des molécules d'eau sur les hémicelluloses, fait chuter leur température de transition vitreuse (à 1 Hz) en dessous de la température ambiante [Kelley 1987].

Les caractéristiques mécaniques de chaque polymère dépendent donc de son état (vitreux ou caoutchoutique). La température des différents polymères peut être considérée comme identique dans le bois, par contre le taux d'humidité relatif à chacun varie avec l'hydrophilie de celui-ci. La donnée du taux d'humidité global du matériau n'est donc pas suffisante pour connaître l'état de chaque polymère.

2.4 Couplages

Plusieurs travaux précédents [Ranta Manaus 1975, Gril 1988] ont tenté de qualifier l'accroissement considérable de déformation dû à une variation du taux d'humidité du bois sous contrainte. Ce phénomène de couplage entre l'adsorption d'eau et la contrainte (mécanosorptif), n'a pas d'équivalent entre température et contrainte. L'accroissement de déformation due à une modification de température sous contrainte, reste inférieure à la déformation observée si l'expérience avait été menée à la température maximale constante [Jouve 1986].

L'absence de déformations de couplage contrainte-température, induit qu'une loi de comportement issue d'un essai de fluage à température croissante pendant l'essai, est utilisable pour la prévision du fluage à température constante.

2.5 Sens de la sollicitation

Les travaux menés par Vittecoq [Vittecoq 1988] sur un composite artificiel (IM6-914) ont permis de mettre en évidence sur les faces tendues et comprimées d'une éprouvette en flexion quatre points, une différence non négligeable des modules élastiques de compression et de traction.

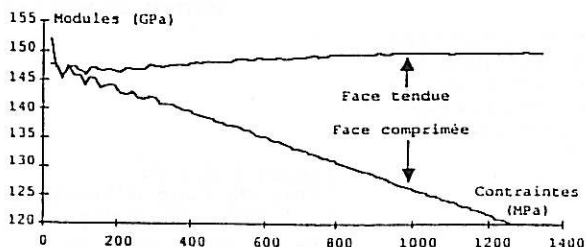


Figure I,1,2,5,a:
Modules sécants de traction et de compression d'un IM6-914, d'après [Vittecoq 1988]

Cette diminution du module de compression avec l'accroissement de charge peut s'expliquer par des microflambements de fibres. Le comportement élastique en flexion est la superposition des comportements de traction et de compression. Il en est de même pour le comportement différé de fluage. Il est donc fort possible qu'un même mécanisme (transition) se manifeste plusieurs fois si l'on ne mesure qu'une grandeur globale, la flèche par exemple. Si le niveau de contrainte influe sur la signature d'un mécanisme, la variation de la contrainte normale dans l'épaisseur de l'éprouvette en flexion, tend à rendre moins discernable ce mécanisme source de fluage, car il apparaîtrait sur toute une plage de température.

L'influence du sens de la sollicitation extérieure est aussi visible en humidité par la non coïncidence des isothermes de sorption et de désorption.

3 Conclusion

Pour le mécanicien, le matériau peut donc être considéré comme un composite à deux éléments: la matrice et les renforts (fibres ou rayons ligneux). Chaque élément est composé avec des taux différents de polymères. Ces derniers régissent le comportement en fluage du matériau. La question se pose alors, par une étude suivant les trois directions d'orthotropie, et la

connaissance de chaque polymère, de savoir si l'on peut localiser les sources du fluage: dans la matrice, les renforts ou l'interface.

Pour mettre en évidence les mécanismes, deux techniques expérimentales sont comparées:

- fluage à température constante
- fluage à température linéairement croissante avec le temps.

Chapitre II

Dépouillement d'expériences
de fluage à température constante.

1 Comparaison des modèles viscoélastique et à loi puissance

1.1 Dans les travaux précédents

Le comportement différé en fluage, peut-être visualisé par la réponse du matériau à une charge constante.

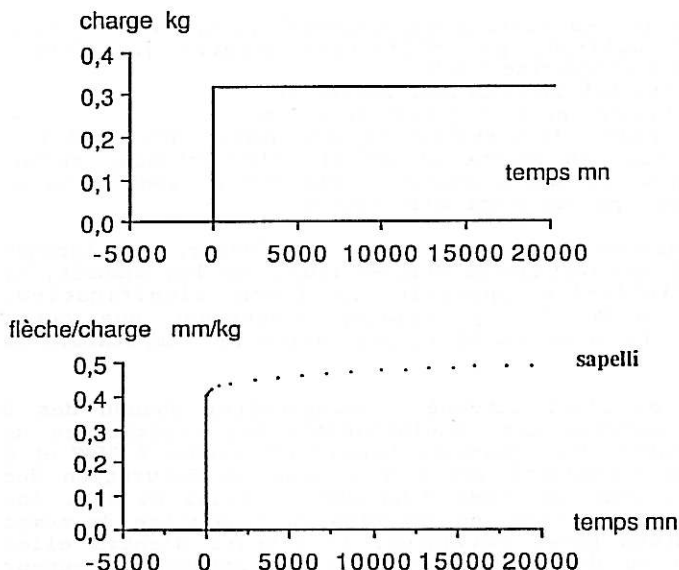


figure II,1,1,a:

Réponse en fluage d'une éprouvette de bois, d'après [Foudjet 1986] (éprouvette isocontrainte en flexion, charge appliquée à 300 mm de l'encastrement, flèche mesurée à 80 mm de l'encastrement).

Ce comportement différé doit être caractérisé dans chaque direction d'orthotropie: les éléments des tenseurs des modules ou des complaisances doivent être des fonctions du temps:

$$S = \begin{bmatrix} S_{RRRR}(t) & S_{RRTT}(t) & S_{RRLL}(t) & 0 & 0 & 0 \\ S_{TTRR}(t) & S_{TTTT}(t) & S_{TTLL}(t) & 0 & 0 & 0 \\ S_{LLRR}(t) & S_{LLTT}(t) & S_{LLLL}(t) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{TLTL}(t) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{RLRL}(t) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{RTRT}(t) \end{bmatrix}$$

Dans ce mémoire nous ne remettons pas en cause l'hypothèse de symétrie du tenseur des complaisances. Les difficultés

expérimentales deviennent importantes si l'on désire mesurer S_{32} (S_{11tt}). En effet, pour rester dans le domaine de comportement linéaire, la charge suivant la direction tangentielle est nécessairement faible. De plus comme la souplesse suivant les fibres est faible, l'élongation suivant cette direction due à une charge tangentielle est minime et disparaît dans les incertitudes de mesure. La comparaison de S_{32} et S_{23} est alors difficile.

Pour décrire les courbes expérimentales, une loi de type puissance est utilisée par différents auteurs [Schniewind 1972][Le Govic 1986][Cariou 1987].

Le choix de cette loi descriptive, implique:

- que le fluage ne soit jamais stabilisé
- dans la plage d'observation expérimentale, entre les deux instants, de mise en charge et de fin d'expérience, qu'une représentation de la complaisance en fonction du logarithme du temps ne présente pas de point d'inflexion.

Cette deuxième condition n'est à considérer, que lorsque l'on a reporté les rectangles d'incertitude sur les mesures. Si un point d'inflexion apparaît de façon significative, l'utilisation d'une loi puissance, présuppose que cette "anomalie" est due à un défaut de régulation (en température ou en humidité).

J.L. Cariou s'est attaché à caractériser chacun des 9 termes de la matrice des complaisances. Ses expériences de fluage d'une durée d'une journée, étaient effectuées à 25°C et à plusieurs taux d'humidité ($7\% < H < \text{Point de Saturation des Fibres (PSF)}$). Pour des taux d'humidité voisins de 12%, les courbes des complaisances, en fonction du logarithme du temps sont représentées pages suivantes. La plupart d'entre elles présentent un ou des points d'inflexion. Pourtant l'auteur modélise ces évolutions par des lois:

$$S_{ijkl} = S^0_{ijkl}(H) \quad (1 + m_{ijkl}(H) t^{n_{ijkl}(H)})$$

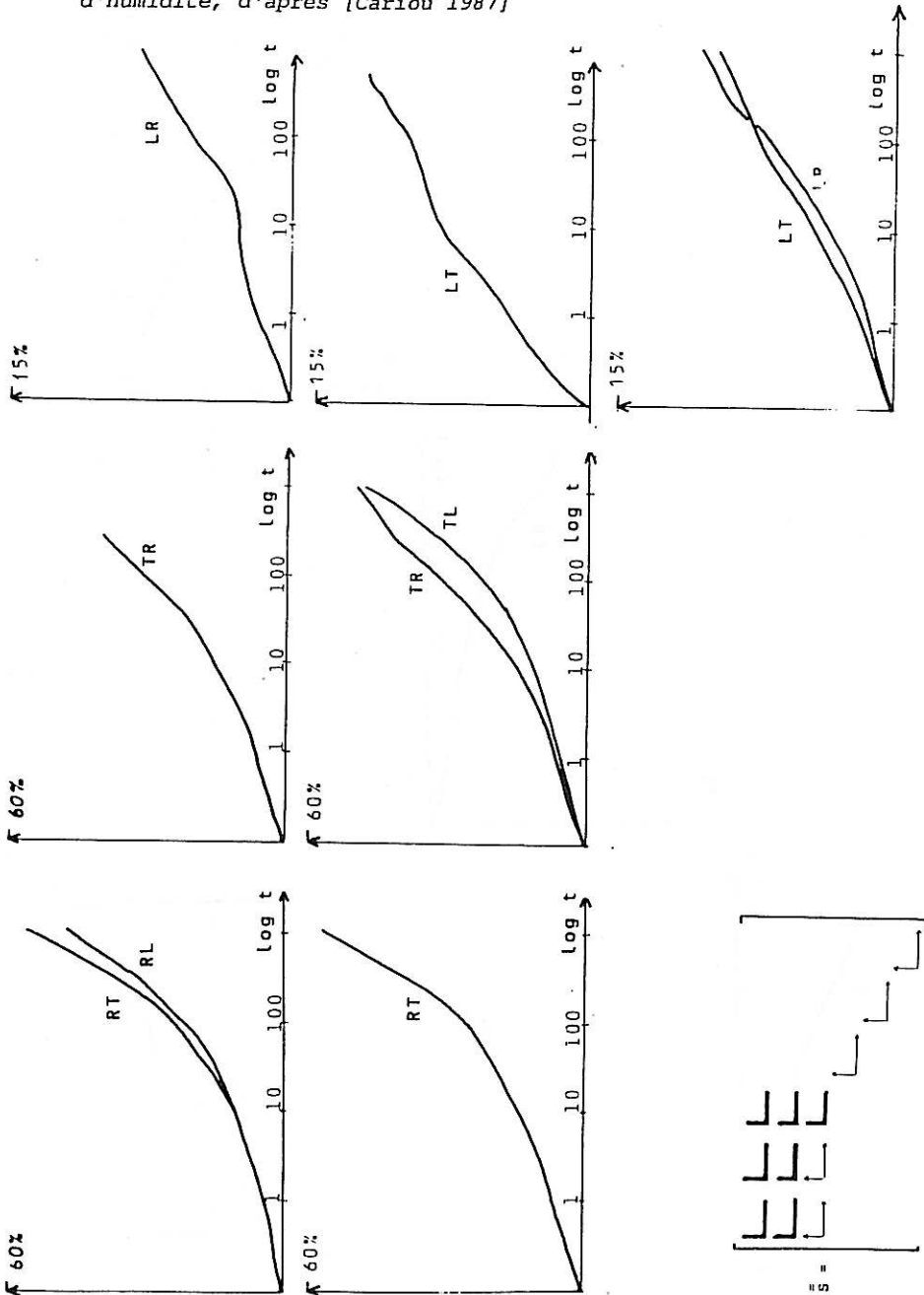
Les lois d'évolution de $S^0_{ijkl}, m_{ijkl}, n_{ijkl}$ en fonction de l'humidité, dans la gamme ($7 \rightarrow \text{PSF}$) ont été choisies linéaires. L'auteur fait part de problèmes d'instabilité des paramètres m et n , qui l'ont amené à imposer la valeur de la flèche instantanée: "Si les erreurs quadratiques sont faibles sur la complaisance instantanée, par contre la dispersion sur les paramètres m et n est plus grande, fortement influencée par la qualité du lissage".

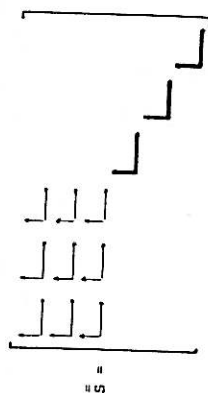
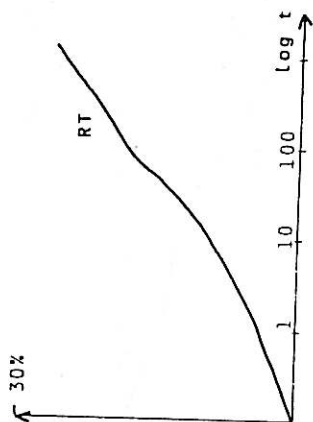
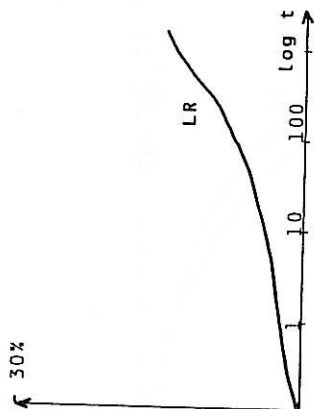
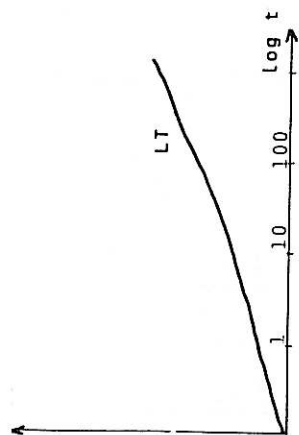
Pour compléter cette étude, il serait intéressant de connaître la sensibilité de m et n aux incertitudes de mesure. Cette étude est présentée au paragraphe (2.2).

Un autre modèle, à plusieurs éléments viscoélastiques peut être développé afin de prendre en compte les inflexions des courbes flèche($\log t$), qui ne peuvent être reflétées par une loi puissance.

figures II,1,1,b:

Evolution des complaisances du pin maritime à 12% de taux d'humidité, d'après [Cariou 1987]





Le même problème de stabilité des paramètres apparaît à Schniewind et Barret, lorsqu'ils effectuent des mesures relatives aux plans RT et TL pour du Douglas à 10% de taux d'humidité, sur une durée d'une journée. Les courbes présentées sont aussi lissées à l'aide de la loi puissance. [Schniewind 1972]

$$S_{ijkl} = S^0_{ijkl}(H) \quad (1 + m_{ijkl}(H) t^{n_{ijkl}(H)})$$

Les valeurs m et n citées pour l'un des essais sont les suivantes:

$$\begin{aligned} S_{LLLL} &= 5,224 \cdot 10^{-11} (1 + 0,04077 t^{0,0608}) \\ S_{TTTT} &= 132,7 \cdot 10^{-11} (1 + 0,06041 t^{0,2075}) \\ S_{TTLL} &= -2,015 \cdot 10^{-11} (1 - 0,00234 t^{0,4420}) \\ S_{TLTL} &= 130,9 \cdot 10^{-11} (1 + 0,06970 t^{0,1415}) \end{aligned} \quad \begin{array}{l} S \text{ en Pa}^{-1} \\ t \text{ en minutes} \end{array}$$

Mais les auteurs se gardent bien de fournir des valeurs relatives à l'ensemble des essais pour les paramètres m et n du fait de la grande sensibilité de ceux-ci, à la forme de la courbe. Le nombre de chiffres significatifs présenté nous semble abusif.

L'une des causes de la sensibilité des paramètres provient du fait que l'amplitude et la cinétique du phénomène de fluage ne possèdent pas chacun leur paramètre propre. Pour une même courbe expérimentale, une décroissance de m peut être corrigée par un accroissement de n .

Il est à noter que les courbes expérimentales obtenues par ces auteurs semblent présenter des points d'inflexion. Elles peuvent être interprétées comme les relaxations de plusieurs mécanismes.

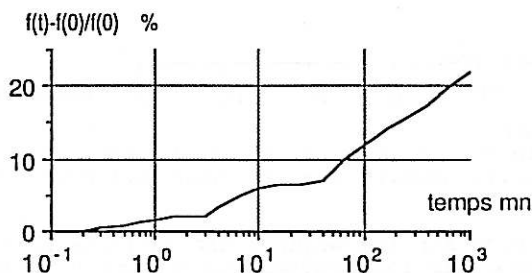


figure II,1,1,c:

Evolution du taux de fluage du Douglas, d'après [Schniewind 1972]

Il est donc intéressant de caractériser chaque mécanisme séparément. C'est ce qu'ont essayé de faire Foudjet et N'Gouagoum, lorsqu'ils ont testé en fluage des bois camerounais sur 4 décades de temps.

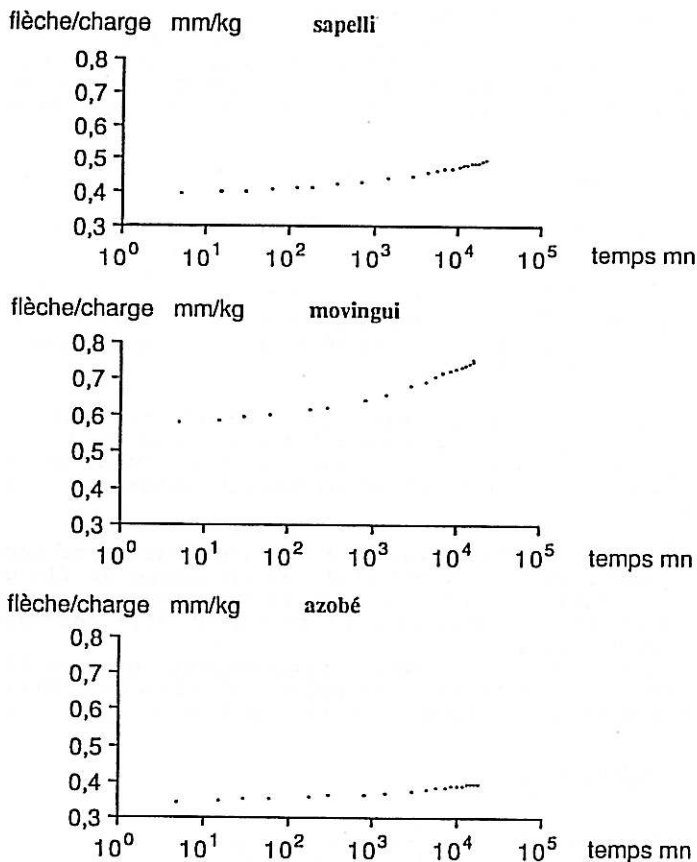


figure II,1,1,d:

Evolution de la souplesse de la structure éprouvette pour trois bois africains de densité respective (0.63, 1.03, 0.62), d'après [foudjet 1986]

L'incertitude sur les mesures est suffisamment faible pour que l'on observe sur les courbes des points d'inflexion. Les auteurs ont dépouillé leurs courbes, en utilisant un modèle à plusieurs éléments viscoélastiques:

$$S_{LLLL} = S^0_{LLLL} \left(1 + \sum_{n=1}^N a_n (1 - e^{-t/\tau_n}) \right)$$

Le choix d'un modèle puissance ou à éléments exponentiels, ne peut pas s'appuyer uniquement sur l'observation des courbes de flèche en fonction du logarithme de temps. En effet, l'incertitude sur les mesures, à laquelle il faudrait ajouter des défauts éventuels de régulation, ne permettent pas de

distinguer clairement une stabilisation du phénomène de fluage, pendant les durées relativement courtes des expérimentations.

Pour mettre en évidence les caractéristiques propres et les sensibilités de ces deux types de lois, un travail de comparaison a été effectué. Il s'appuie sur les données expérimentales de Foudjet, de J.L Cariou et de C.Le Govic. Ce travail a donné lieu à une publication aux actes du colloque "Science et Industrie du bois" à Nancy le 26-27 Avril 87 [Genevaux 1987].

1.2 Spectre de temps de retard

1.2.1 Spectre continu

La réponse en fluage peut être décrit par un spectre de temps de retard.

$$S_{ijkl} = S^0_{ijkl} + \int_0^{\infty} L_{ijkl}(\tau) (1 - e^{-t/\tau}) dt$$

La connaissance du spectre de temps de retard est intéressante pour la compréhension des mécanismes qui régissent le comportement différé. Dans le cas du polyméthyl méthacrylate (plexiglas), E.V.Thompson [Thompson 1968] en donne une image issue d'essais de tension. Le début de la transition α , dite vitreuse, est visible par la montée rapide de $L(t)$ pour les longs temps de relaxation. Deux autres transitions β de moindre importance sont visibles dans la zone d'étude.

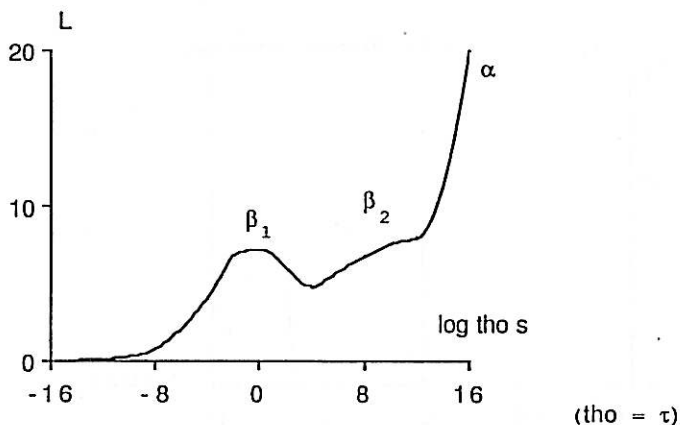


figure II,1,2,1:

Spectre de temps de retard pour le polyméthyl méthacrylate à 25°C d'après [Thompson 1968]

Ce spectre de temps de retard n'est pas connu pour le bois.

1.2.2 Spectre discret

Un spectre continu de temps de retard, pour la prévision du comportement différé permet une interprétation des mécanismes, mais est d'utilisation lourde. La description peut être faite de façon discrète, par l'utilisation de distributions gaussiennes des amplitudes relatives aux temps de retard d'un mécanisme [Guitard 1969]; ou plus simplement encore par des raies spectrales qui à un mécanisme ne fait correspondre qu'une constante de temps et une amplitude. Evidemment la représentativité de tels spectres ne sera bonne que si le spectre continu équivalent est formé localement de pics acérés.

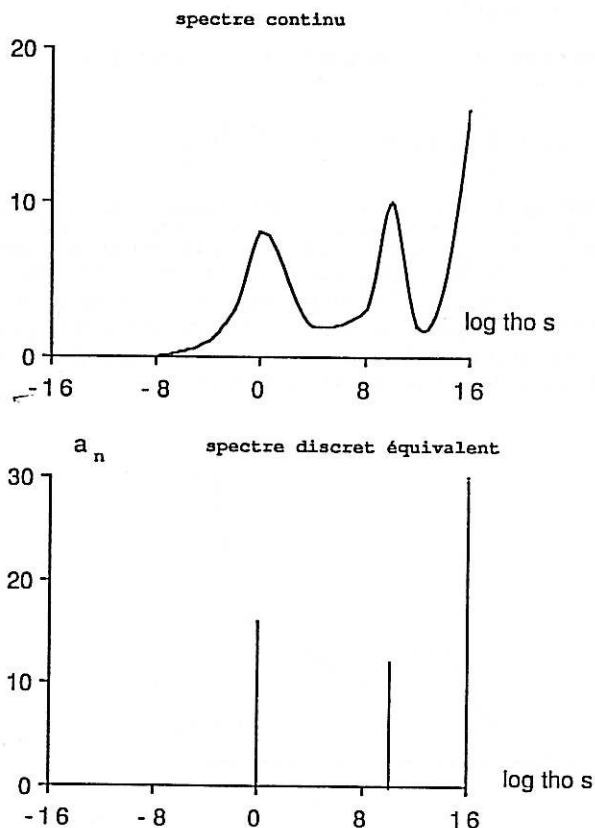


figure II,1,2,2:

Approximation d'un spectre continu de temps de retard par un spectre discret.

1.3 Loi puissance

1.3.1 Simple

$$S_{ijkl} = S^0_{ijkl}(H) \quad (1 + m_{ijkl}(H) t^{n_{ijkl}(H)})$$

Certains auteurs [Le Govic 1986] égalent à priori la complaisance instantanée et la complaisance mesurée par un essai de flexion élastique normalisé (à 1 minute). Ils obtiennent alors de façon simple les valeurs des paramètres m et n , par le tracé du graphe bilogarithmique, et d'une régression linéaire.

Mais les valeurs de m et de n alors obtenues sont fortement liées au choix de S^0 . Une optimisation des paramètres doit selon nous, s'effectuer sur les trois paramètres simultanément.

1.3.2 Deux termes puissance

Jamais, dans la littérature n'ont été utilisées de fonctions du type:

$$J(t) = J^0 (1 + m_1 t^{n_1} + m_2 t^{n_2})$$

En effet l'optimisation est impossible car les deux termes influent sur toute la plage d'observation. Il existe une infinité de combinaisons qui ont comme image la même courbe. Ce n'est pas le cas pour les termes exponentiels, dans la mesure où chacun n'influe que pour t appartenant à l'intervalle: $[t/3, 3t]$.

La loi puissance a l'inconvénient de n'être que descriptive, alors que la loi viscoélastique par sa description indépendante de chaque mécanisme, peut être explicative.

1.4 Le logiciel de dépouillement

Soit $\{(t(1), f(1)) ; (t(2), f(2)) ; \dots ; (t(\text{nb points}), f(\text{nb points}))\}$ l'ensemble de points à lisser. La méthode des moindres carrés consiste à rechercher la fonction f_2 qui minimise la fonction coût Φ :

$$\Phi = \frac{\left(\sum_{i=1}^{\text{nb points}} [f(i) - f_2(t(i))]^2 \right)^{\frac{1}{2}}}{\sum_{i=1}^{\text{nb points}} |f(i)|}$$

Si l'on nomme par $\vec{A}$ le vecteur des paramètres de la fonction f_2 , et $\vec{\delta A}$ le vecteur de modification des paramètres tel que:

$$\vec{A}_{j+1} = \vec{A}_j + \vec{\delta A} \quad (j^{\text{ième}} \text{ itération}) \quad \vec{\delta A} = \begin{bmatrix} \vdots \\ \delta A^k \\ \vdots \end{bmatrix}$$

$$\phi^2 = \sum_{i=1}^{\text{nb points}} [f(i) - f_2(\vec{A}_j + \vec{\delta A}, t(i))]^2$$

$$\phi^2 = \sum_{i=1}^{\text{nb points}} \left[(f(i) - f_2(\vec{A}_j, t(i))) - \frac{\delta f_2(\vec{A}, t(i))}{\delta A^k} \vec{\delta A} \right]^2$$

On recherche $\vec{\delta A}$ tel que: $\frac{\delta \phi^2}{\delta A^k} = 0$

$$0 = \sum_{i=1}^{\text{nb points}} 2 \left[f(i) - f_2(\vec{A}_j, t(i)) - \frac{\delta f_2(\vec{A}, t(i))}{\delta A^1} \vec{\delta A} \right] \left[- \frac{\delta f_2(\vec{A}, t(i))}{\delta A^k} \right]$$

Soit

$$\sum_{i=1}^{\text{nb points}} 2 [f(i) - f_2(\vec{A}_j, t(i))] \left[\frac{\delta f_2(\vec{A}, t(i))}{\delta A^k} \right] = \dots$$

$$\dots \sum_{i=1}^{\text{nb points}} 2 \left[\frac{\delta f_2(\vec{A}, t(i))}{\delta A^k} \frac{\delta f_2(\vec{A}, t(i))}{\delta A^1} \right] \vec{\delta A}$$

Posons:

$$\vec{B} = \begin{bmatrix} \vdots \\ \sum_{i=1}^{\text{nb points}} 2 [f(i) - f_2(\vec{A}_j, t(i))] \left[\frac{\delta f_2(\vec{A}, t(i))}{\delta A^k} \right] \\ \vdots \end{bmatrix}$$

$$\bar{R} = \begin{bmatrix} \vdots \\ \vdots \\ \sum_{i=1}^{\text{nb points}} \left[\frac{\delta f_2(\vec{A}, t(i))}{\delta A^k} \quad \frac{\delta f_2(\vec{A}, t(i))}{\delta A^1} \right] \\ \vdots \\ \vdots \end{bmatrix}$$

$$\vec{X} = d\vec{A}$$

La minimisation de la fonction Φ (ou ϕ^2) revient donc à la résolution du système:

$$\bar{R} \vec{X} = \vec{B}$$

Par triangulation, puis substitution, le vecteur $\vec{X}$ de modification des paramètres est obtenu.

La méthode est nécessairement itérative car dans le calcul des matrices $\bar{R}$ et $\vec{B}$, les paramètres A^k de l'itération précédente sont utilisés. La recherche d'un minimum sur cette fonction, que l'on espère proche de la fonction solution, ne nous fournit donc qu'un minimum fictif (a_1). Dans le cas où la fonction coût croît (a_2), ou que les contraintes d'optimisation sont non vérifiées, le pas $\vec{X}$ est divisé par deux.

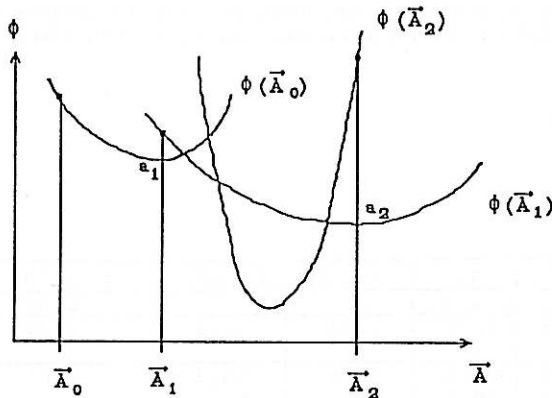


figure II,1,4:

La recherche itérative d'un minimum de la fonction coût utilise les paramètres de $\vec{A}_j$.

Les contraintes d'optimisation indispensables sont de nature logique, vis à vis du modèle choisi. Par exemple pour une courbe de fluage:

$$\text{si } f_2 = a^0 + \sum_{j=1}^N a_j (1 - e^{-t/\tau_j}) + d t$$

$$\text{alors } \begin{cases} a_j > 0 \\ \tau_j > 0 \\ d > 0 \end{cases}$$

$$\text{si } f_2 = a^0 (1 + m t^n)$$

$$\text{alors } \begin{cases} m > 0 \\ 1 > n > 0 \end{cases}$$

1.5 Equivalence puissance-spectre de temps de retard.

En fait la simplicité du modèle de type puissance dissimule le choix à priori de la forme du spectre du temps de retard. C'est dans ce sous-espace de spectre que l'on recherchera la solution optimale.

Ceci peut être mis en évidence par la création de points, générés à l'aide d'une fonction puissance ($f_1(t)$) puis de la recherche du spectre discret équivalent (dont la fonction $f_2(t)$ s'approche au mieux de $f_1(t)$):

$$f_1(t) = 1 + 0,2 t^{0,18}$$

$$f_2(t) = A_0 + \sum_{i=1}^N A_i e^{-t/\tau_i} + d t$$

Le tableau ci-dessous montre que quelque soit le nombre de raies spectrales utilisées, la répartition des raies est régie par les deux relations:

$$\begin{cases} \frac{A_{i+1}}{A_i} = \text{cst} \\ \frac{\tau_{i+1}}{\tau_i} = \text{cst} \end{cases}$$

nb	A0	A _i	τ _i	A _{i+1} /A _i	τ _{i+1} /τ _i	d x 10 ⁴
1	1,43	-0,266	17,9			2,92
2	1,5	-0,136 -0,223	2,29 71,5	1,64	31,2	2,04
3	1,53	-0,086 -0,125 -0,2	0,704 10,8 135	1,45 1,6	15,3 12,5	1,61
4	1,56	-0,0604 -0,0829 -0,113 -0,188	0,325 3,06 24,5 196	1,37 1,36 1,66	9,42 8,61 8	1,36
5	1,58	-0,0458 -0,0599 -0,0782 -0,104 -0,182	0,188 1,24 7,36 40,5 252	1,31 1,31 1,33 1,75	6,6 5,94 5,5 6,22	1,19

nb	A0	A _i	τ_i	A _{i+1} /A _i	τ_{i+1}/τ_i	d x 10 ⁴
6	1,59	-0,0363	0,123	1,26	5,06	1,07
		-0,0457	0,623	1,27	4,7	
		-0,058	2,93	1,27	4,44	
		-0,0734	12,997	1,33	4,34	
		-0,0973	56,42	1,84	5,32	
		-0,179	300			
7	1,61	-0,0315	0,1	1,15	4,19	0,97
		-0,0363	0,4185	1,23	3,54	
		-0,0447	1,48	1,26	3,54	
		-0,0565	5,81	1,21	3,93	
		-0,0684	20,8	1,34	3,58	
		-0,0915	74,03	1,95	3,56	
		-0,178	353	4,77		

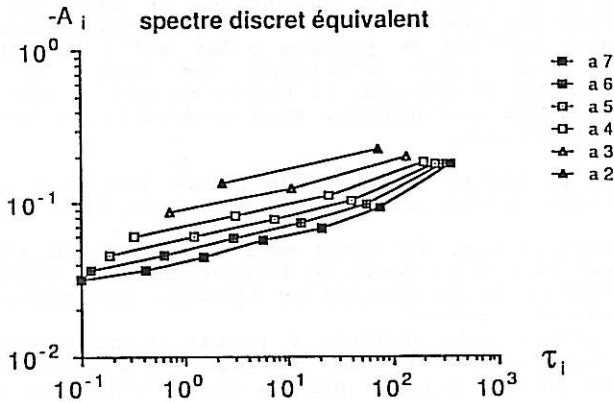


figure II,1,5:

Le spectre discret simulant au mieux une loi puissance est linéaire dans un diagramme bi-logarithmique.

Rechercher un modèle de type puissance est donc équivalent à rechercher un spectre discret appartenant au sous-espace des spectres tels que:

* les constantes de temps se répartissent de façon géométrique, entre les deux temps mini et maxi d'observation.

* d'amplitudes liées à la constante de temps par:

$$A_i = -B \tau_i^C$$

2 Représentativité des paramètres

2.1 Stabilité vis à vis de la plage d'observation.

La plage d'observation peut être définie par la connaissance des temps mini et maxi d'observation ($t_{(1)}$ et $t_{(nb \text{ points})}$).

Dans le cas d'une scrutation en temps plus rapide que la mise en charge, le fichier de points inclue les points pris en cours de mise en charge. Par exemple lors des essais effectués au CTBA par Le Govic, le temps de scrutation en début d'expérience était d'une seconde, alors que la mise en charge durait une vingtaine de secondes. Il faut avoir conscience que la mise en charge ne peut être instantanée et donc que la sollicitation n'est pas purement en échelon. L'expérimentateur doit non seulement définir le premier point qu'il considère comme correct, mais aussi l'origine des temps de la sollicitation théorique en échelon. La faible vitesse de mise en charge (pour éviter les vibrations), rend impossible la mesure de la rigidité instantanée.

Pour que les paramètres d'un modèle soient représentatifs du matériau, il faut qu'ils soient indépendants de cette plage d'observation.

Pour un dépouillement, le temps maxi d'observation n'est pas nécessairement égal à la durée de l'expérience. De façon à connaître les limites de la méthode de lissage, une série de simulations ont été effectuées:

* Trente points sont générés à partir d'une fonction $f_1(t)$. Ils sont répartis dans le temps de façon géométrique pour que les derniers points n'aient pas un poids supérieur aux premiers.

* Le logiciel de dépouillement est alors utilisé pour retrouver les paramètres de la fonction à l'aide d'un nombre variable de points (les x premiers). La fonction optimale sera notée f_2 .

2.1.1 Evolution à une exponentielle, et dépouillement à l'aide d'une raie spectrale

$$f_1(t) = 1 - 0,2 e^{-t/10} + 0,01 t$$

$$f_2(t) = A_0 + A_1 e^{-t/\tau} + d t$$

t mini	t maxi	A0	A1	τ	d
1	2,6	0,844	-0,045	4,160	0,01970
1	8,7	1,000	-0,200	10,001	0,01000
1	28	1,000	-0,200	10,000	0,01000
1	92	1,000	-0,200	10,000	0,01000
1	300	1,000	-0,200	10,000	0,01000
1	1000	1,000	-0,200	10,000	0,01000

Nous pouvons remarquer ci-dessus la très grande stabilité de la raie spectrale, une fois la constante de temps, comprise dans l'intervalle d'observation.

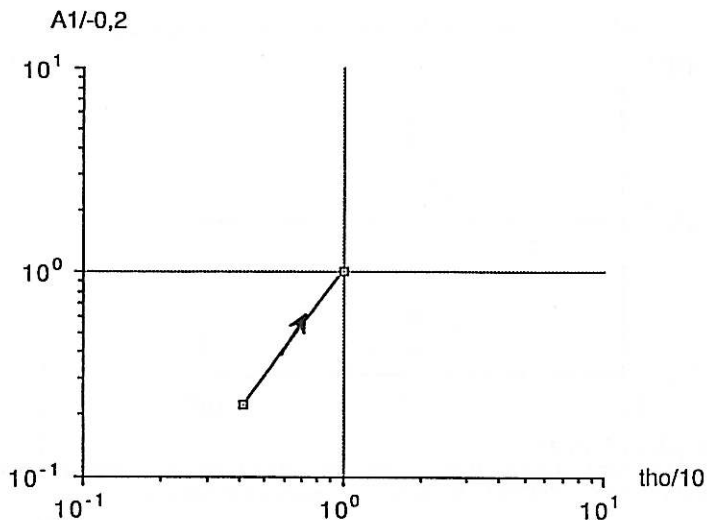


figure II,2,1,1:

Stabilité des paramètres de dépouillement, génération à 1 exponentielle, dépouillement à 1 exponentielle.

2.1.2 Evolution à trois exponentielles, et dépouillement à l'aide d'une raie spectrale

$$f_1(t) = 1 - 0,05 e^{-t/5} - 0,01 e^{-t/10} - 0,05 e^{-t/20} + 0,01 t$$

$$f_2(t) = A0 + A1 e^{-t/\tau} + d t$$

t mini	t maxi	A0	A1	τ	d
1	2,6	0,987	-0,007	2,59	0,01072
1	8,6	0,994	-0,014	6,69	0,01020
1	28	0,996	-0,016	7,66	0,01009
1	92	0,999	-0,018	9,20	0,01086
1	300	1,000	-0,019	10,0	0,01000
1	1000	1,000	-0,019	10,3	0,01000

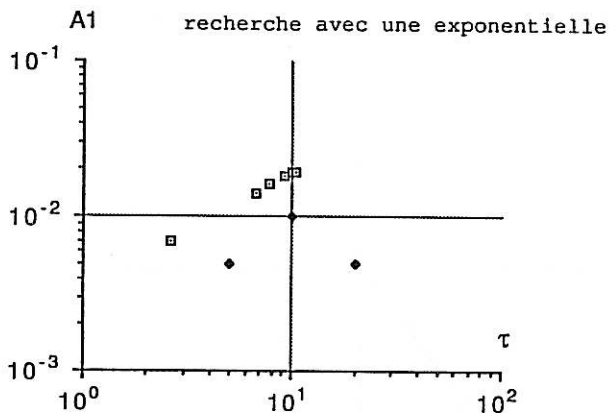


figure II,2,1,2,a:

Stabilité des paramètres de dépouillement, génération à 3 exponentielles, dépouillement à 1 exponentielle.

La stabilité est ici beaucoup moins nette. Ceci peut signifier que une seule raie spectrale n'est pas suffisante pour décrire les points expérimentaux.

Si l'on recherche les paramètres avec une fonction $f_2(t)$ à trois éléments viscoélastiques, on remarque qu'il faut que la fonction soit suffisamment décrite (une vingtaine de points) pour que la convergence soit possible.

nbpoints	t mini	t maxi	A ₁	τ
	mn	mn		heures
15	1	28		
20	1	92	-2,79 -8,88 -8,23	4,45 7,92 16,6
25	1	304	-5,02 -9,95 -5,03	5,01 10,0 19,9
30	1	1000	-5,07 -9,97 -4,96	5,02 10,1 20,02

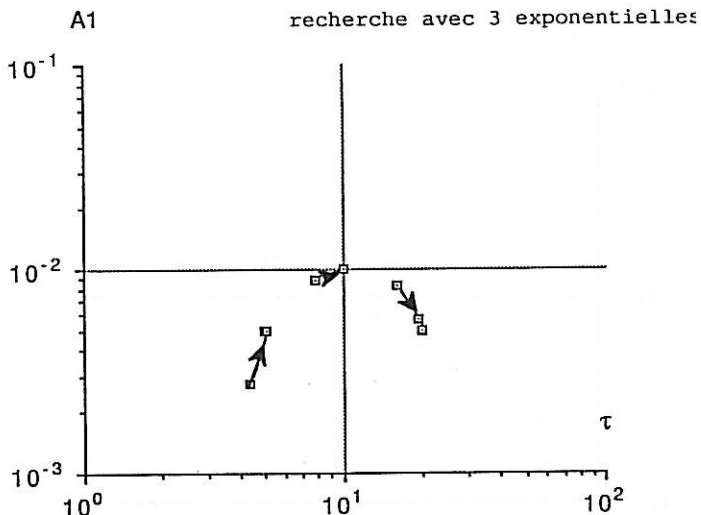


figure II,2,1,2,b:

Stabilité des paramètres de dépouillement, génération à 3 exponentielles, dépouillement à 3 exponentielles.

2.1.3 Evolution issue d'un spectre continu, et dépouillement à l'aide d'une raie spectrale

$$f_1(t) = 1 - \int_2^{20} \cos\left(\frac{2\pi}{18}(\tau-2)\right) (1 - e^{-t/\tau}) d\tau$$

$$f_2(t) = A_0 + A_1 e^{-t/\tau} + d t$$

La stabilité est moins nette que dans le premier cas: après onze points, la raie spectrale se déplacera encore, alors qu'elle appartenait déjà au domaine d'observation.

nbpoints	t mini	t maxi	A0	A1	τ
7	0,001	0,5	14,5	-13,5	7,38
9	0,001	2	17,2	-16,2	8,89
11	0,001	10	17,7	-16,7	9,26
13	0,001	50	18,8	-17,7	10,3
15	0,001	200	18,9	-17,9	10,4
17	0,001	1000	19,0	-17,9	10,5

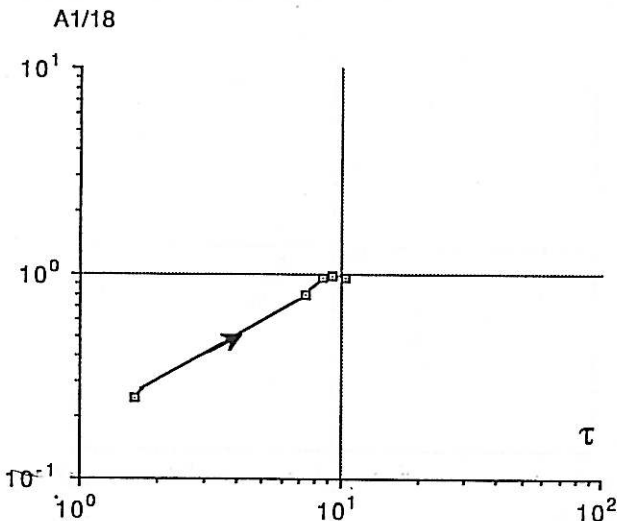


figure II,2,1,3:

Stabilité des paramètres de dépouillement, génération à l'aide d'un spectre continu, dépouillement à l'exponentielle.

2.1.4 Loi puissance

$$f_1(t) = 4,85 + 0,615 t^{0,18} \quad (0,01 < t < 100 ; 30 \text{ points})$$

$$f_2(t) = A0 + A9 t^{A10}$$

t mini	t maxi	A0	A9	A10
0,01	0,04	4,8801	0,5989	0,1999
0,01	0,17	4,8508	0,6144	0,1804
0,01	0,85	4,8501	0,6149	0,1800
0,01	4,17	4,8502	0,6148	0,1801
0,01	20	4,8500	0,6150	0,1800
0,01	100	4,8500	0,6150	0,1800

Nous voyons ici une stabilité très grande des paramètres.

2.1.5 Conclusion

La non stabilité des paramètres vis à vis de la plage d'observation peut donc être le signe:

- * d'un mauvais type de fonction (puissance $\leftrightarrow$ exponentielle)
- * pour un modèle exponentiel:
 - un nombre insuffisant de raies spectrales.
 - la non appartenance de la raie spectrale au domaine d'observation.

2.2 Sensibilité aux incertitudes

Les points expérimentaux sont aussi entachés d'une incertitude, due aux techniques de mesure, mais aussi à d'éventuels défauts de régulation hygrométrique ou thermique. Le même travail que précédemment a été effectué, mais les points ont été générés en superposant une incertitude aléatoire d'amplitude maxi fixée. Une incertitude de 1% correspond à une incertitude sur les flèches 100 fois plus petite que l'amplitude du fluage observé: $f(100) - f(0,01)$

2.2.1 Evolution à une exponentielle avec incertitude, et dépouillement à l'aide d'une raie spectrale

$$f_1(t) = 6,26 - 1,41 e^{-t/1}$$

$$0,01 < t < 100 \text{ 30 points}$$

$$f_2(t) = A_0 + A_1 e^{-t/\tau}$$

taux d'incertitude: 0 %					
nb points	t mini	t maxi	A0	A1	τ
30	0,01	100	6,2600	-1,4100	1,0000
25	0,01	20,0	6,2600	-1,4100	1,0000
20	0,01	4,17	6,2600	-1,4100	1,0000
15	0,01	0,85	6,2600	-1,4100	1,0000
10	0,01	0,17	6,2599	-1,4099	0,9999
5	0,01	0,04	6,2588	-1,7386	1,2385

taux d'incertitude: 2 %					
nb points	t mini	t maxi	A0	A1	τ
30	0,01	100	6,2598	-1,4051	1,0171
25	0,01	20,0	6,2558	-1,4016	1,0107
20	0,01	4,17	6,2503	-1,3968	1,0019
15	0,01	0,85	6,1491	-1,2919	0,9423
10	0,01	0,17	7,8860	-3,0304	2,2405
5	0,01	0,04	5,3063	-0,4635	0,2704

taux d'incertitude: 5 %					
nb points	t mini	t maxi	A0	A1	τ
30	0,01	100	6,2620	-1,3859	0,9880
25	0,01	20,0	6,2748	-1,3973	1,0079
20	0,01	4,17	6,2840	-1,4053	1,0234
15	0,01	0,85	8,8120	-3,9158	3,6183
10	0,01	0,17	5,1149	-0,2390	0,1215
5	0,01	0,04	4,8968	-1582	0,0007

Avec 2% d'incertitude aléatoire, la stabilité est nettement moins bonne. Nous observons la convergence de la solution lorsque la plage de visualisation augmente. Si l'on crée un autre jeu de points avec 5% d'incertitude, il apparaît aussi une convergence, mais vers une autre valeur. La distance entre la solution obtenue et le point représentatif de f_1 , est d'autant plus grande que l'incertitude croît.

Il apparaît sur cette étude que si l'on désire retrouver les caractéristiques d'une fonction f_1 à moins de 10% près, il faut nécessairement que le taux d'incertitude soit faible. (voir ci-contre)

2.2.2 Evolution issue d'une loi puissance avec incertitude, et dépouillement à l'aide d'une loi puissance

$$f_1(t) = 4,85 + 0,615 t^{0,18}$$

$$f_2(t) = A1 + A9 t^{A10}$$

taux d'incertitude: 0 %					
nb points	t mini	t maxi	A1	A9	A10
30	0,01	0,04	4,8500	0,6150	0,1800
25	0,01	20,0	4,8500	0,6150	0,1800
20	0,01	4,17	4,8502	0,6148	0,1801
15	0,01	0,85	4,8501	0,6149	0,1800
10	0,01	0,17	4,8508	0,6144	0,1804
5	0,01	0,04	4,8801	0,5989	0,1999

taux d'incertitude: 2 %					
nb points	t mini	t maxi	A1	A9	A10
30	0,01	100	4,8857	0,5783	0,1888
25	0,01	20,0	4,9126	0,5501	0,2025
20	0,01	4,17	4,9220	0,5405	0,2074
15	0,01	0,85	4,8910	0,5722	0,1909
10	0,01	0,17	4,9615	0,5402	0,2547
5	0,01	0,04	4,1630	1,1598	0,0397

taux d'incertitude: 5 %					
nb points	t mini	t maxi	A1	A9	A10
30	0,01	100	4,6206	0,8660	0,1362
25	0,01	20,0	4,4036	4,4036	0,1037
20	0,01	4,17	4,4824	4,4824	0,1142
15	0,01	0,85	3,3219	3,3219	0,0439
10	0,01	0,17	3,2947	3,2947	0,0116
5	0,01	0,04			

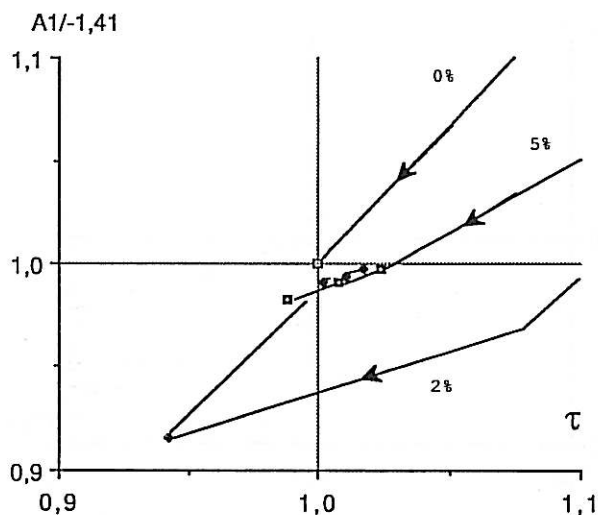
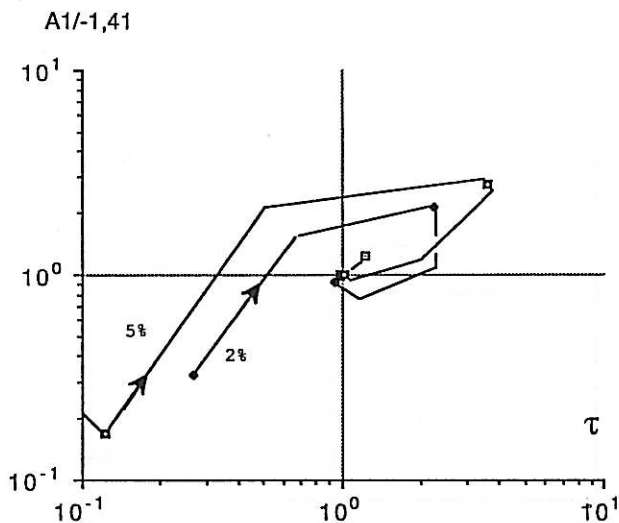


figure II,2,2,1:

Stabilité des paramètres de dépouillement, génération à une exponentielle entachée d'incertitude aléatoire, dépouillement à 1 exponentielle.

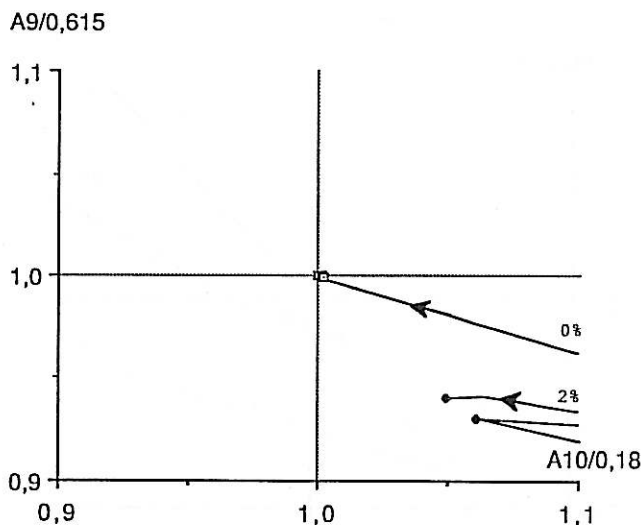
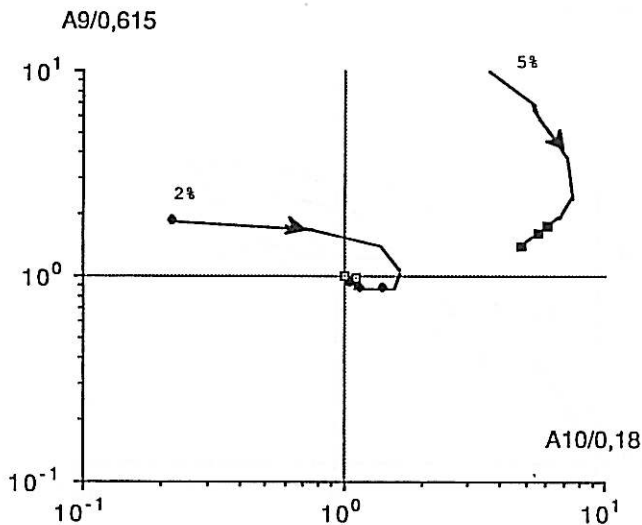


figure II,2,2,2:

Stabilité des paramètres de dépouillement, génération à l'aide d'une loi puissance entachée d'incertitude aléatoire, dépouillement à une loi puissance.

Autant, la stabilité des paramètres était parfaite lorsque la plage d'observation variait à partir de points générés sans incertitude, autant la moindre incertitude engendre des modifications conséquentes de A9 et de A10. Il est à remarquer

que la convergence est beaucoup plus lente lors des dépouillements de type puissance que lors des dépouillements à l'aide de modèle viscoélastique.

2.2.3 Conclusion

* La loi de type puissance est plus sensible aux incertitudes sur les points, que la loi de type exponentielle.

* Dans le cas d'incertitude faible ($<2\%$), par rapport au taux de fluage, une mauvaise stabilité des paramètres est le signe d'une fonction de dépouillement inadéquate (complexité trop faible ou autre type).

3 Deux critères pour les dépouillements

Nous connaissons maintenant les limites de sensibilité des modèles, vis à vis d'un ensemble de points à lisser. A l'aide du logiciel de dépouillement, il s'agit de tester si les caractéristiques du modèle optimal (qui lisse au mieux les points) dépendent du matériau bois soumis à une sollicitation de fluage.

3.1 Un exemple de dépouillement: fluage du Sapelli

Les essais de Foudjet à Yaoundé, portaient sur des éprouvettes de flexions simples isocontraintes. La régulation en température était effective à 1°C près, l'humidité ambiante était stabilisée par une solution saline saturée. L'exemple développé ci-dessous a été réalisé à 19°C, 35% de la charge de rupture instantanée, sur un bois Sapelli de densité 0,63 à un taux d'humidité du bois de 15%. La plage d'observation s'étalait sur 4 décades, de une minute à une semaine.

3.1.1 Le spectre de temps de retard est-il discret?

3.1.1.1 Simulation: recherche de critères

Si l'on génère les points à l'aide d'une fonction $f_1(t)$ à trois éléments viscoélastiques et que l'on recherche les paramètres à l'aide d'une fonction $f_2(t)$ de même complexité, les paramètres de $f_1(t)$ seront redécouverts (voir II.2.1.2.). Par contre si $f_2(t)$ est constituée de quatre exponentielles, deux cas peuvent se produire:

- l'une des exponentielles devient d'amplitude négligeable par rapport aux trois autres qui se calent sur les bonnes valeurs.

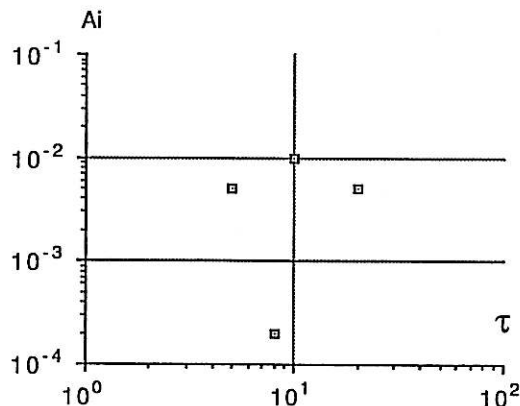


figure II,3,1,1,a:

Ejection d'une exponentielle qui devient d'amplitude négligeable et de constante de temps quelconque.

- deux exponentielles se calent sur la même constante de temps, telles que la somme de leurs amplitudes corresponde à l'exponentielle manquante.

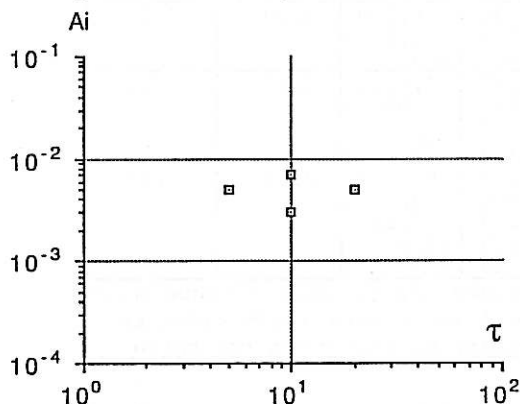


figure II,3,1,1,1,b:

Calage de deux exponentielles sur la même constante de temps, la somme de leurs amplitudes correspond à l'exponentielle recherchée.

Ces deux évolutions des paramètres de f_2 sont typiques de la surabondance d'éléments visco-élastiques.

Les modèles utilisés sont des modèles linéaires. Cela nécessite donc que les contraintes appliquées aux éprouvettes restent dans un domaine suffisamment petit par rapport à la charge de rupture. Si une raie spectrale est intrinsèque au matériau, elle doit apparaître dans les dépouillements d'essais à différents niveaux de contraintes.

Ces deux règles (exclusion ou confusion, découverte à tous les niveaux de charge) seront les deux critères pour déclarer une raie spectrale, intrinsèque au matériau.

3.1.1.2 Sapelli

Les dépouillements sont effectués en utilisant un nombre croissant d'éléments viscoélastiques afin d'observer ou non le phénomène précédent.

Les paramètres de la fonction f_2 sont les suivants:

complexité	A0 mm	A _i mm	τ_i heures	10 ⁴ d mm/heure	10 ⁴ ϕ
1 élément	5,62	-0,730	9,94	17,0	21,1
2 éléments	5,92	-0,443 -0,663	1,85 80,5	8,28	7,31

complexité	A0 mm	A _i mm	τ_i heures	10 ⁴ d mm/heure	10 ⁴ ϕ
3 éléments	6,01	-0,184 -0,395 -0,701	0,119 3,46 103	6,20	3,2
4 éléments	6,06	-0,150 -0,157 -0,317 -0,728	0,0645 0,930 5,41 117	5,12	2,66
5 éléments	6,12	-0,140 -0,108 -0,298 -0,110 -0,760	0,0577 0,574 3,52 16,5 135	3,81	2,59
6 éléments	La convergence n'a pu être obtenue avec une erreur ϕ inférieure à ϕ (5 éléments). Aucune éjection de raie n'est constatée.				

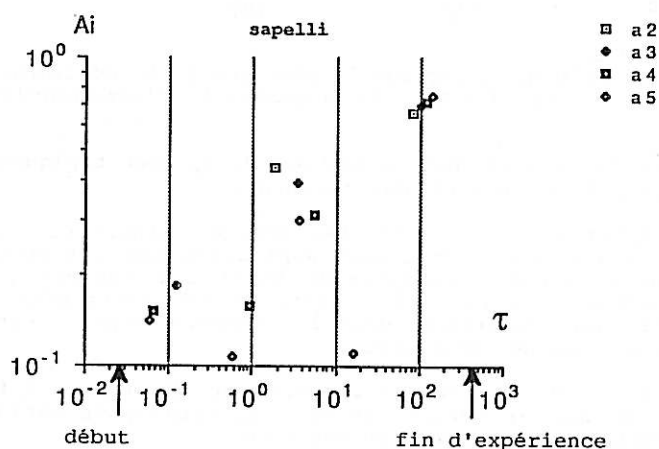


figure 3,1,1,2:

Raies spectrales issues d'un dépouillement de la réponse en fluage du Sapelli avec un nombre croissant d'éléments visco-élastiques

*fonction coût

La fonction coût diminue lorsque le nombre d'éléments viscoélastiques augmente. Les points expérimentaux sont donc de mieux en mieux lissés par les fonctions successives f_2 . La tentative avec six éléments n'a pas fourni de meilleure approximation, car les contraintes d'optimisation ($\tau_i > 0$ ou autre) ont bloqué l'évolution. Ce phénomène apparaît à une complexité plus ou moins grande, selon la régularité de la réponse expérimentale et la densité de points expérimentaux par décade de temps.

Plus les incertitudes de mesure seront grandes, plus la fonction de coût minimum sera de complexité faible.

*raies spectrales

Lorsque la complexité de f_2 augmente, seule la dernière raie spectrale semble stable. Pour les autres raies les paramètres τ_i et A_i sont sensibles à la complexité de f_2 . Elles ne sont donc pas caractéristiques du matériau.

La dernière raie ($\tau_i=130, A_i=-0,76$) sera déclarée comme caractéristique du matériau, si elle est indépendante de la plage d'observation. L'étude faite au paragraphe (II.2.2.1) a montré que lorsque le taux d'incertitude était de 2%, une raie intrinsèque était stable tant que la constante de temps du mécanisme appartient à la plage de visualisation [$t_{\min i}$, $t_{\max i}$].

Le taux d'incertitude est évalué pour l'expérience présente à 0,7% ($\pm 0,005$ / (6,25 - 4,8)). Le tableau ci-dessous montre qu'elle n'est pas stable.

nb points	$t_{\min i}$	$t_{\max i}$	i	A_i	τ_i
27	0,0167	417	5	-0,760	135
22	0,0167	317	4	-0,945	162
19	0,0167	249	4	-0,416	56

Cette raie spectrale n'est donc pas intrinsèque au matériau.

*éléments visqueux

Le terme de trainage (d) n'a pas de réalité mécanique: il ne représente pas la part de fluage non recouvrable.

En effet, la valeur du paramètre est liée à la complexité de la fonction et à la plage d'observation. L'élément viscoélastique ayant la plus longue constante de temps (135 heures) est complètement relaxé 418 heures après la mise en charge. La pente résiduelle (d) ne traduit en fait que le début de la réponse d'un mécanisme viscoélastique de constante de temps supérieure à la plage d'observation et qui ne peut être découvert lors de l'optimisation.

Le paramètre d n'est donc pas caractéristique du matériau bois.

3.1.1.3 Autre niveau de sollicitation

Le domaine de linéarité du comportement du matériau bois est estimé selon plusieurs auteurs [Dunlop 1978][Le Govic 1986][Genevaux 1987] à environ 35% de la charge de rupture. Les paramètres du modèle ne doivent pas dépendre du niveau de sollicitation pour la même température et la même humidité.

% charge rupt.	$A_i/\%$ charge	τ_i heures	i
35%	-2,72	350	5
30%	-2,28	208	3
25%	-1,70	113	4

La répartition des points et des plages d'observation sont les mêmes pour ces trois expériences. La non redécouverte de la dernière raie met en évidence la variabilité du comportement différé entre les différentes éprouvettes.

Les raies spectrales trouvées ne sont pas caractéristiques du bois Sapelli à 12% d'humidité.

3.1.1.4 Conclusion

Les paramètres d'un élément viscoélastique, qui lisse au mieux les points relatifs au fluage d'un bois Sapelli à 19°C, 35% de la charge de rupture, et 15% de taux d'humidité, dépendent plus de la fenêtre d'observation [1 min, 416h], que du matériau bois lui-même.

Quelles que soient les directions de sollicitation et de mesure (SLLLL $\leftrightarrow$ STTTT: Cariou), les niveaux de charge (25% $\leftrightarrow$ 40%: Foudjet), les taux d'humidité (7% $\leftrightarrow$ PSF: Cariou) et les températures (25°C $\leftrightarrow$ 65°C: Le Govic) les conclusions précédentes restent valables. Nous n'avons pas jugé utile de présenter dans ce mémoire, les résultats de chaque dépouillement.

Dans tous les exemples traités, une stabilisation claire du fluage n'est pas discernable (inflexion dans un graphe flèche(logt)). Le modèle viscoélastique calé sur une expérience de fluage à température constante ne permet alors pas de déterminer des caractéristiques du matériau bois: il permet uniquement un lissage des points expérimentaux.

3.1.2 Loi puissance

3.1.2.1 Sapelli, 35% charge de rupture

La stabilité des paramètres est présentée sur le même exemple (Sapelli, 19°C, 15%).

$$f_2(t) = A_1 + A_9 t + A_{10}$$

nb points	$t_{\min i}$	$t_{\max i}$	A_1	A_9	A_{10}	$10^3 \phi$
27	0,0167	417	4,55	0,483	0,210	4,99
24	0,0167	350	4,54	0,482	0,211	5,65
21	0,0167	297	4,55	0,479	0,212	6,30
18	0,0167	225	4,54	0,487	0,212	6,49
15	0,0167	144	4,53	0,504	0,201	6,54
12	0,0167	72	4,52	0,517	0,196	5,71

nb points	t _{mini}	t _{maxi}	A ₁	A ₉	A ₁₀	10 ³ φ
9	0,0167	12	4,56	0,472	0,221	3,28
6	0,0167	2	4,56	0,470	0,216	3,51
3	0,0167	0,25	4,53	0,504	0,200	3,11

Nous observons une très grande stabilité des paramètres vis à vis de la plage d'observation. Il est remarquable que le modèle calé sur la plage d'observation [1 mn, 12h] prévoit la flèche à 417 heures à 1,5% près.

Les paramètres semblent donc dépendre beaucoup plus du matériau bois, que les paramètres du modèle viscoélastique.

3.1.2.2 Autres niveaux de charge

Les rapports $\frac{A_1}{\text{charge}}$, $\frac{A_9}{\text{charge}}$ et l'exposant A₁₀ doivent être indépendants du niveau de chargement, la sollicitation reste dans le domaine du comportement linéaire.

% charge rupt.	A ₁ /%charge	A ₉ /%charge	A ₁₀
35%	13,0	1,38	0,211
30%	16,2	0,97	0,233
25%	13,0	1,16	0,217

Le comportement du Sapelli à 12% d'humidité peu donc raisonnablement être lissé par:

$$\frac{\text{flèche}}{\text{charge}} = \frac{\text{flèche}^0}{\text{charge}} (1 + (0,085 \pm 0,02) t^{(0,22 \pm 0,011)})$$

t en heures.

L'incertitude sur l'évaluation du fluage au bout d'une semaine est raisonnable. Le taux de fluage est donné par:

$$19\% < \frac{\text{flèche} - f^0}{f^0} < 31\%$$

3.2 Limites et utilisation des modèles

Les paragraphes précédents montrent que les deux lois testées précédemment ne peuvent pas être utilisées comme appui à l'interprétation des mécanismes:

- les paramètres des modèles viscoélastiques dépendent de la complexité de la fonction et de la plage d'observation de la réponse.
- le modèle de type puissance est un lissage global, qui ne permet pas de distinguer plusieurs mécanismes.

Si l'on ne peut découvrir que des caractéristiques de lissage, le modèle optimal sera celui qui en étant le plus simple vérifie les deux critères suivants:

- 1) les points expérimentaux doivent être répartis aléatoirement autour de la réponse du modèle.
- 2) l'écart entre chaque point expérimental et le modèle doit être inférieur à l'incertitude expérimentale.

3.2.1 Exemple

La discussion s'appuiera sur la réponse du Sapelli à 15% de taux d'humidité et 35% de la charge de rupture.

3.2.1.1 1^{er} critère: répartition aléatoire des écarts

La loi puissance, une fois les paramètres optimisés, nous fournit une répartition des écarts modèle-expérience comme ci-dessous:

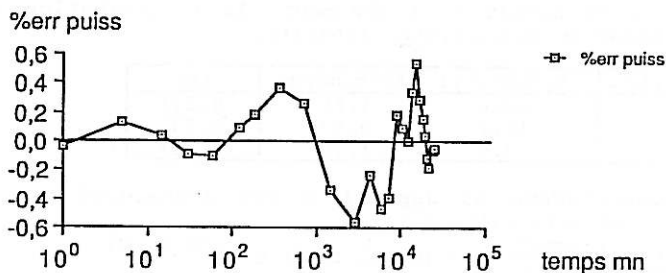


figure II,3,2,1,1,a:

Ecart entre le modèle puissance et la réponse expérimentale.

Les écarts sont caractérisés par sept changements de signe, la loi puissance vérifie bien le premier critère. Par contre le modèle à un seul élément viscoélastique, met en évidence sur sa courbe de répartition des écarts, un biais trop important: seulement quatre changements de signe. De plus, au bout de 10 minutes, l'élément viscoélastique est complètement relaxé (formule). La réponse n'est plus que linéaire et majore les points expérimentaux.

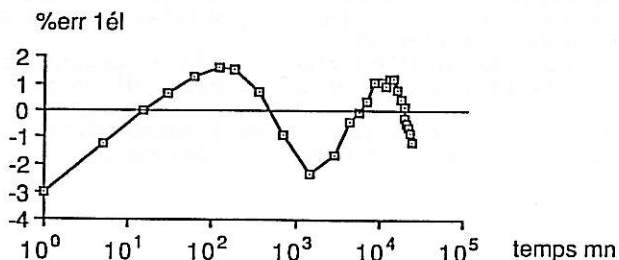


figure II,3,2,1,1,b:

Ecart entre le modèle à une raie spectrale et la réponse expérimentale.

Le modèle à deux éléments viscoélastiques est d'une complexité suffisante vis à vis de ce premier critère.

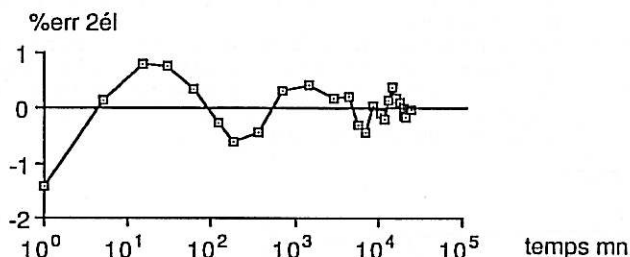
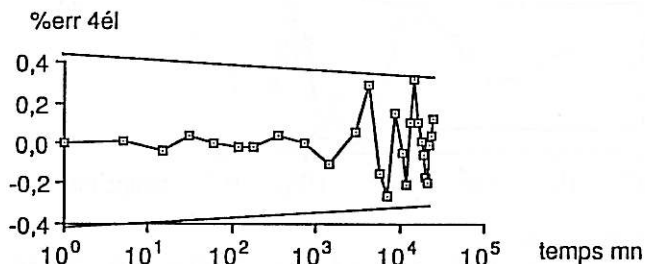
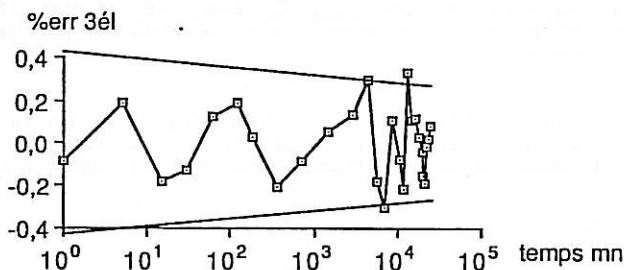


figure II,3,2,1,1,c:

Ecart entre le modèle à deux raies spectrales et la réponse expérimentale.

3.2.1.2 2^{ième} critère: incertitude expérimentale

La précision des mesures effectuées par Foudjet lui a fait apprécier les incertitudes de mesure du comparateur à environ $\pm 0,02$ mm. Ceci représente $\pm 0,42\%$ en début d'expérience et $0,32\%$ en fin. La plage de confiance est répartie sur les graphes suivants:

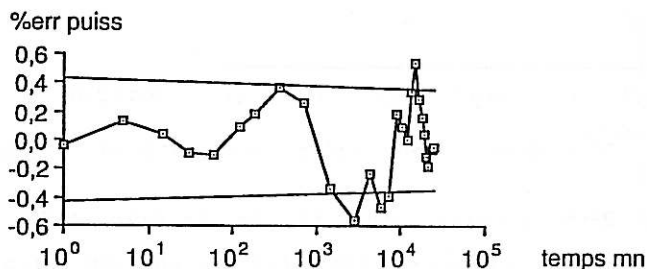


figures II,3,2,1,2,a:

Comparaison des écarts modèles-réponse expérimentale, avec les incertitudes.

A partir d'une complexité de quatre éléments viscoélastiques le second critère est vérifié. Les incertitudes expérimentales influent donc fortement sur le nombre d'éléments viscoélastiques nécessaires.

La loi de type puissance, par contre, ne vérifie pas ce critère. Dans la mesure où il est impossible d'utiliser un modèle à deux lois puissance, ce type de modèle ne peut dans le cas présent caractériser le fluage du Sapelli à 15% de taux d'humidité et 35% de charge de rupture.

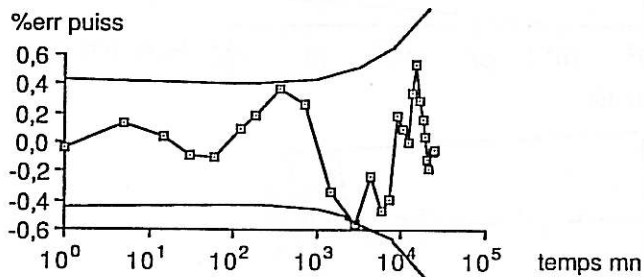


figures II,3,2,1,2,b:

Comparaison des écarts modèle (puissance)-réponse expérimentale, avec les incertitudes.

Dans les expériences de J.L. Cariou, les incertitudes expérimentales n'ont pas été précisées. Ce second critère ne peut donc pas être utilisé.

La régulation de l'ambiance hygrométrique et thermique, implique la prise en compte d'une incertitude supplémentaire sur la flèche, si l'expérience est d'une durée supérieure à quelques heures.



figures II,3,2,1,2,d:

Le domaine d'incertitude qui tient compte des défauts de régulation hygrométrique et thermique n'est généralement pas quantifiable.

En effet les expériences menées sur de l'épicéa par Le Govic (fig III,1,1,1,a), permettent d'observer pour l'expérience à 25°C une décroissance de flèche. Cette diminution ne peut être expliquée par l'un des deux modèles, et nous fournit donc un minorant local de l'incertitude sur la flèche due à une

variation d'hygrométrie. Cette incertitude supplémentaire permettrait d'accepter la loi puissance.

3.2.2 Limites des modèles

3.2.2.1 Caractéristiques du bois?

Nous avons montré la sensibilité des paramètres des lois de type viscoélastique à la plage d'observation. La fonction "lisse" mieux les points expérimentaux, mais les paramètres (amplitude, constante de temps) ne sont pas caractéristiques du matériau.

3.2.2.2 Sensibilité aux incertitudes expérimentales

Les paramètres de la loi puissance sont très sensibles aux incertitudes. Son utilisation nécessite donc, une grande régularité des points expérimentaux, tout comme de bonnes régulations thermiques et hygrométriques. Une incertitude trop importante entraîne la convergence des paramètres vers une solution qui peut être très éloignée de la solution réelle, voir pas de convergence du tout.

Les paramètres des fonctions de type exponentielles y sont moins sensibles.

L'augmentation du nombre d'éléments viscoélastiques permet dans la plupart des cas d'obtenir des écarts entre le modèle et les points expérimentaux, inférieurs à l'incertitude expérimentale. La possibilité de complexifier la fonction permet d'obtenir une fonction coût moitié moindre qu'avec la fonction puissance.

3.2.2.3 Prévision à plus long terme

L'utilisation d'un élément visqueux en série, ne permet pas au modèle de type exponentiel de prévoir le comportement au-delà du temps maxi d'expérimentation. Par contre la régularité de la loi puissance, autorise des extrapolations à plus long terme.

3.2.2.4 Conclusion

Les lois puissance et exponentielle peuvent être utilisées comme lissage des réponses expérimentales de fluage à température constante. La possibilité de complexifier la loi viscoélastique en augmentant le nombre d'éléments (de termes exponentielles) permet d'obtenir des écarts modèle - points expérimentaux deux fois plus faibles qu'avec la loi puissance. Les sensibilités des paramètres des deux lois sont différentes:

- puissance: sensibilité aux incertitudes de mesure.
- exponentielle: sensibilité à la plage d'observation.

Nous conseillons l'utilisation de la loi de type puissance du fait de la possibilité d'extrapolation du comportement en dehors de la plage en temps d'observation (l'optimisation portant aussi sur le terme "instantané").

Si l'on désire par contre détecter les mécanismes sources de fluage , ces lissages sont insuffisants.

- la loi puissance procède à un choix à priori de type de spectre de temps de retard

- la loi viscoélastique a des paramètres qui dépendent plus de la plage d'observation que du matériau.

En fait l'information contenue dans une seule courbe de fluage à température constante est insuffisante. Pour contourner cette pauvreté d'information, Huet [Huet 1988] utilise simultanément les réponses en fluage à plusieurs températures. Nous proposons au chapitre III une autre méthode: le fluage à température croissante pendant l'essai. Ceci nous permet d'obtenir une vision plus complète du comportement car continue en température.

Chapitre III

Mise en évidence de mécanismes multiples par une expérience de fluage à température linéairement croissante.

Un modèle viscoélastique à activation thermique.

1 Activation thermique

1.1 Le phénomène

1.1.1 Description

Comme pour les polymères, le comportement du matériau bois dépend de la température. Ceci est visible sur les courbes de fluage à température constante obtenues par Le Govic & al [Le Govic 1986]

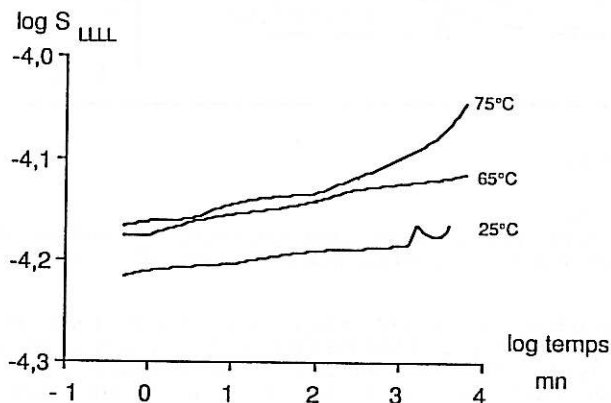


figure III,1,1,1,a:

Dépendance de la réponse en fluage vis-à-vis de la température.

Pour qualifier l'activation thermique de la réponse, faisons l'hypothèse que le fluage du matériau tend vers une valeur finie: le module correspondant est appelé, module relaxé. La réponse en fluage d'un mécanisme, pour la température T_0 , se traduit dans un graphe "souplesse apparente" ($\log t$) par un point d'inflexion (voir figure page suivante). La "souplesse apparente" évolue d'une valeur instantanée (non relaxée) S_1 , à une valeur relaxée S_2 .

Si l'on effectue la même expérience à une température T supérieure à T_0 , l'évolution de la souplesse semble non seulement accélérée, mais les amplitudes relaxées et non relaxées peuvent dépendre de la température.

La plupart des auteurs font l'hypothèse de non dépendance des modules extrêmes avec la température: bois [Le Govic 1986], PMMA [Maxwell 1956] [Thompson 1968]. Cette hypothèse implique que les courbes se déduisent les unes des autres par une translation (à $T > T_0$ ---).

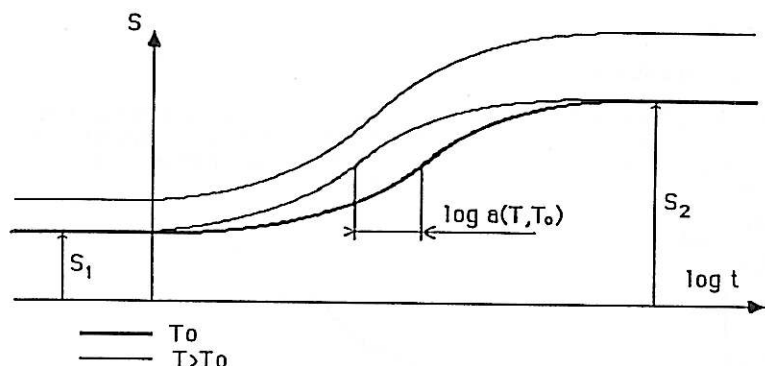


figure III, 1, 1, b:

Si les souplesses relaxées et non relaxées dépendent de la température, le facteur de glissement ne peut être évalué sans correction.

Cette hypothèse est-elle trop simplificatrice? Il est difficile de trancher par l'observation des graphes $E(\log t)$ (fig. III 1, 1, a), car la souplesse instantanée n'est pas accessible, du fait du temps de mise en charge (un choc provoquerait des vibrations), et la souplesse relaxée non plus, car la mise en évidence d'une stabilisation demande un temps d'essais très long et donc des problèmes de stabilisation de l'ambiance thermo-hygrométrique.

Pour le matériau bois, les essais effectués au CTBA, sur de l'épicéa ont été menés sur une durée d'une année. Nous pouvons remarquer les oscillations de la réponse (la flèche parfois diminue au cours du temps), qui montrent bien la difficulté que représente la mise en place d'essais à long terme. Les courbes de réponse flèche ($\log t$), semblent présenter un début de stabilisation.

A priori la réponse n'est pas issue d'un seul mécanisme de fluage. La correction des modules extrêmes avec la température peut n'être nécessaire que pour certains mécanismes. Ainsi à propos du PMMA (plexiglass), McCrum et Morris [Mc Crum 1962] ont mis en évidence la nécessité de corriger les modules relaxés et non relaxés de la transition principale dite vitreuse. La correction ne fut pas nécessaire pour les transitions secondaires du PMMA.

1.1.2 Interprétation

La matière ligneuse est constituée de plusieurs polymères (voir chap. I). Dans chaque polymère peuvent apparaître plusieurs mécanismes, qui ont chacun leur dépendance propre vis à vis de la température. Cette dépendance peut être caractérisée par la chute du module apparent avec la température lorsque l'on

effectue un essai de vibration [Maxwell 1956][Bernier 1967][Guerrin 1986]. Si l'on nomme frottement intérieur ($\tan \delta$) le rapport de l'énergie dissipée pendant un cycle sur l'énergie restituée, un maximum de frottement intérieur est aussi discernable à la même température. Ces deux phénomènes caractérisent, pour les rhéologues, la transition du mécanisme.

Les transitions d'un polymère sont de deux types [Maxwell 1956]:

-transition vitreuse:

Elle correspond à la possibilité pour tout un segment carboné, d'être mis en rotation. Avant cette transition, les chaînes carbonées sont suffisamment serrées et liées entre elles pour que tout mouvement interne soit bloqué. La rigidité du matériau est grande (souplesse non relaxée). Lorsque la température augmente, l'espace disponible et l'agitation thermique croît, jusqu'à ce que les rotations deviennent possibles. Le module s'effondre, mais l'espace encore relativement faible entre les chaînes, induit des frottements considérables, d'où un accroissement du frottement intérieur. Une fois la transition passée, le module correspond à la rigidité du polymère ayant des réorientations de segment de chaînes possibles, et le frottement interne a rediminué, car l'espace nécessaire à ces mouvements est alors disponible.

-transitions secondaires:

Elles correspondent à des rotations des groupements latéraux. Ces mouvements nécessitent moins de place et apparaissent donc à une température inférieure à celle de la transition vitreuse. La différence entre les modules relaxés et non relaxés est de moindre amplitude. Cette transition peut être bloquée par une modification du procédé de fabrication du matériau [Gall 1961]. Dans ce cas, les segments latéraux disposent d'un espace si faible qu'ils n'obtiennent leur mobilité qu'au moment où la transition vitreuse apparaît.

A ces transitions peuvent se superposer d'autres transitions, dues à l'eau adsorbée. W.G. Gall et M^c Crum ont mis en évidence pour le Polyméthyl méthacrylate une transition due aux molécules d'eau. La température à laquelle apparaît cette transition dépend de la teneur en eau du matériau. Si le PMMA est stabilisé à 23°C à divers taux d'humidité de l'air (h), puis testé, les températures de transition sont les suivantes:

h	T de trans.	fréquence
%	°C	Hz
0	pas de trans	
50	-82	0,98
100	-104	1,13

Pour le matériau bois, la littérature fait part généralement de trois transitions.

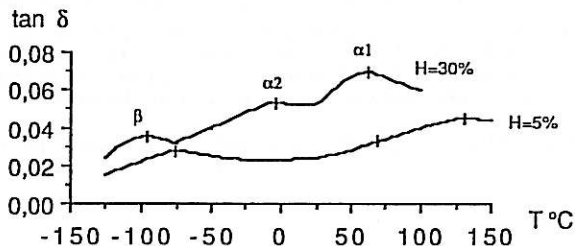


figure III,1,1,2:

Maximums de frottement interne à 1Hz, d'après [Kelley 1987]

La température à laquelle apparaît une transition dépend de la fréquence d'excitation, mais aussi du taux d'humidité dans le bois. Il apparaît sur le graphique ci-dessus trois transitions principales $\alpha_1, \alpha_2, \beta$. Kelley et al. n'estiment pas représentatif d'une transition le maximum relatif de frottement interne situé à -50°C ($H=30\%$). Grâce à d'autres auteurs et aux modèles développés ci-dessous, nous confirmerons son existence au paragraphe (1.5).

Nous ne tenterons pas dans ce mémoire de rechercher les causes d'une transition. Il est de la compétence du mécanicien de bien les décrire (température, humidité, énergies mises en jeu), pour que le polymériste puisse lui, interpréter ces données et en préciser la cause physico-chimique.

1.2 Les lois descriptives

Dans le cas où les souplesses relaxées et non relaxée d'un mécanisme ne dépendent pas de la température, le temps peut apparaître dans la loi de comportement de matériau, sous forme d'un temps réduit $t_r = t/\tau$. La relation qui lie τ à la température peut être évaluée:

- en fluage, par l'amplitude de translation (ou facteur de glissement) $a(T, T_{ref})$ nécessaire pour superposer une courbe de réponse à la température T sur une courbe dite maîtresse à la T_{ref} (fig. III,1,1,1,b).

- en vibration, par le déplacement de la température à laquelle est observée le maximum de frottement interne, avec la variation de la fréquence d'excitation.

Deux lois d'évolution du facteur de glissement (donc de τ), apparaissent dans la littérature:

- loi de William-Landel-Ferry (WLF)
- loi d'Arrhénius

1.2.1 William- Landel- Ferry

$$\log a(T, T_g) = - \frac{C_1 (T - T_g)}{C_2 + T - T_g}$$

Cette forme particulière du facteur de glissement est issue de considérations chimiques à propos de la transition α (vitreuse) des polymères. La température de référence doit être la température de transition vitreuse T_g . Elle n'est donc applicable que pour cette transition et non pour les transitions secondaires.

Dans un graphe $\log a(T, T_g)$ fonction de T , il faut trouver C_1 et C_2 , qui ajustent au mieux les facteurs de glissements expérimentaux.

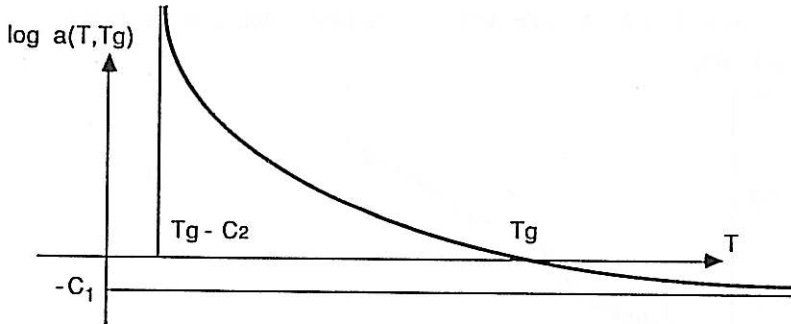


figure III,1,2,1,a:

Evolution avec la température de $a(T, T_g)$ si la loi de WLF est applicable.

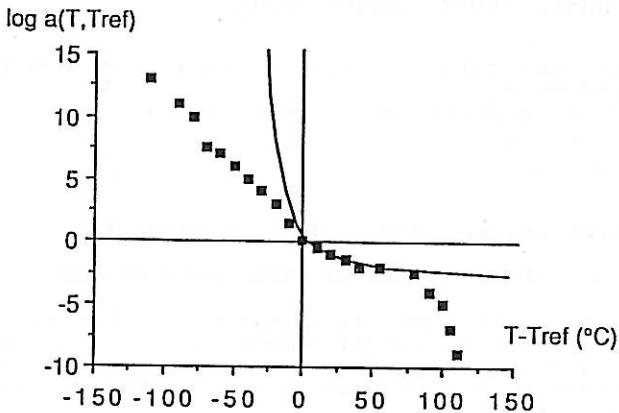


figure III,1,2,1,b:

Evolution avec la température de $a(T, T_{ref})$ pour l'identification de c_1, c_2 , d'après [Kelley 1987].

Les essais effectués par Kelley & al sur deux espèces (*Picea sitchensis*, *Acer saccharum*), montrent bien la limitation de cette loi à une seule transition alors qu'ils en observent plusieurs, d'où la difficulté de quantification des paramètres C_1 et C_2 pour le bois.

1.2.2 Arrhénius (cinétique du premier ordre)

Pour toutes les transitions (primaires ou secondaires), une loi d'Arrhénius est utilisable. Elle définit une énergie d'activation ΔW .

$$\log a(T, T_{ref}) = \frac{\Delta W}{R} \frac{T_{ref} - T}{T T_{ref}}$$

avec $R = 8.31 \text{ J/mol}^\circ\text{K}$ (constante des gaz parfait)

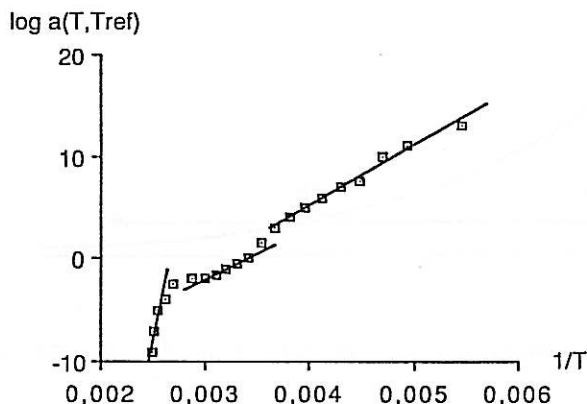


figure III, 1, 2, 2:

Evolution avec la température de $a(T, T_{ref})$ pour l'identification des énergies d'activation.

Les valeurs fournies par Kelley sont respectivement:

$$\Delta W_{(\alpha)} = 339 \text{ kJ/mol}$$

$$\Delta W_{(\beta)} = 109 \text{ kJ/mol}$$

1.3 Les méthodes expérimentales de quantification

1.3.1 Essais de fluage à différentes températures

Des travaux de ce type ont été effectués au CTBA par Le Govic et al. Par translation sur une courbe maîtresse, ils ont montré que si l'on associe une loi de comportement parabolique monotransition au fluage du bois l'énergie d'activation était de l'ordre de 167 kJ/mol .

$$f(t) = f(0) \left(1 + \left(\frac{t}{\tau} \right)^n \right)$$

$$\tau = \tau^\infty e^{\frac{\Delta W}{RT}}$$

La constance de l'énergie d'activation dans la gamme de température explorée, est visible dans un graphe ΔW fonction de $\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}}\right)$ pour un nombre discret d'écart $T - T_{ref}$. En fait chaque valeur est une moyenne des énergies d'activations des phénomènes qui prédominent entre les températures observées et la température de référence. En utilisant un modèle bi-transition, ces auteurs ont amélioré leur description. Chaque valeur d'énergie d'activation est calée sur deux courbes ($25^\circ\text{C} - 55^\circ\text{C}$: 135kJ/mol; $65^\circ\text{C} - 75^\circ\text{C}$: 240kJ/mol).

Pour détecter une éventuelle multiplicité des transitions dans ce domaine de température, il est nécessaire de dupliquer ces expériences à un grand nombre de températures (séparées de 5° par exemple). Mais la durée d'une manipulation de fluage rend difficilement réalisable un programme expérimental de ce type.

1.3.2 Saut de température

Lors d'une expérience de fluage, une éprouvette à la température T est portée rapidement à la température $T + \Delta T$. La vitesse de fluage est modifiée et cette variation de la pente flèche/temps permet alors de quantifier l'énergie d'activation, sous l'hypothèse d'invariance de A_0 avec la température.

$$f(t) = A_0 (1 + \phi(t/\tau)) \quad \tau = \tau^\infty e^{\frac{\Delta W}{RT}}$$

$$\dot{f}(t) = \frac{1}{\tau} \frac{d\phi}{dt} \left(\frac{t}{\tau}\right)$$

$$\frac{\dot{f}_{T_2}}{\dot{f}_{T_1}} = \frac{\tau^\infty e^{\frac{\Delta W}{RT_1}}}{\tau^\infty e^{\frac{\Delta W}{RT_2}}}$$

Nous avons bien: si $T_2 > T_1$

$$\dot{f}_{T_2} > \dot{f}_{T_1}$$

$$\Delta W = \frac{T_1 T_2}{T_2 - T_1} R \log \frac{\dot{f}_{T_2}}{\dot{f}_{T_1}}$$

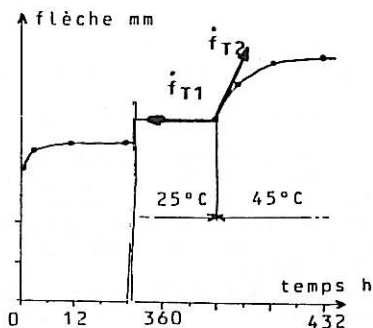


figure III,1,3,2,a:

modification de la vitesse de fluage du bois par un saut de température d'après [Foudjet 1986].

Pour que la valeur de ΔW ne soit pas trop entachée d'erreur, il faut que l'éprouvette monte rapidement en température, donc que ses dimensions soient faibles.

Des essais de ce type ont été effectués par Mc Crum et D.L.Pearce sur du PMMA [Mc Crum 1973]. A ma connaissance, aucune quantification de l'énergie d'activation par saut de température n'a été effectuée sur du bois.

1.3.3 En vibration

En vibration, une augmentation de la température est équivalente à augmenter la fréquence d'excitation. A une fréquence donnée, par un balayage en température, un maximum de frottement intérieur peut être détecté. La comparaison des températures de maximum de frottement intérieur, à différentes fréquences, permet d'accéder à l'énergie d'activation du mécanisme concerné.

1.4 Remarques

Si l'on est en présence d'une transition, les différentes méthodes d'expérimentales doivent fournir des valeurs similaires des paramètres:

pour W.L.F. : c_1 et c_2

pour Arrhénius : ΔW

Pour cela deux précautions sont à prendre:

* Dans le cas où les modules relaxés et non relaxés dépendent de la température, les essais de fluage ou de relaxation ne fournissent pas la bonne énergie d'activation si l'on n'utilise pas la correction de Mc Crum et Morris [Mc Crum 1962]. Pour une quantification par "saut de température" cette correction n'est nécessaire que si la vitesse de fluage est évaluée pour des temps inférieurs à la constante τ .

* Les essais à une température fixée ne doivent se faire que lorsque le matériau est dans un état stable. Or des travaux effectués par Schwarzl [Schwarzl 1984] sur le polystyrène ont montré que le volume d'activation était fonction du temps de maintien à cette température. Pour des valeurs proches (5°) de la température de transition vitreuse, le volume d'activation s'était stabilisé au bout d'une journée, alors que pour un écart plus grand (25°), aucune tendance à la stabilisation du volume d'activation n'apparaissait encore au bout de 2 semaines.

Le risque est donc grand, pour des essais à température éloignée de la température de transition vitreuse, de solliciter le matériau, alors que son état n'est pas encore stable. Les résultats obtenus par la méthode de "saut en température" peuvent être fortement influencés par ce phénomène.

Wolkenstein et Ptitsyn ont fourni une modélisation chimique de ce gel de la cinétique de stabilisation [Wolkenstein].

1.5 Surfaces de transition

La transition d'un mécanisme peut être repéré par son maximum de frottement intérieur. Pour un essai de vibration, la température à laquelle il est détecté dépend de la fréquence d'excitation et du taux d'humidité du matériau. Une transition est représentée comme une surface dans un espace tridimensionnel paramétré en température, en fréquence et en taux d'humidité (voir page suivante).

Si le mécanisme est régi par une loi d'Arrhenius et que l'on choisit comme base ($\log \omega, 1/T, H$), sa surface représentative des maximums de frottement interne, devrait être une surface réglée.

1.5.1 Essais de vibration

En fonction du taux d'humidité, de la fréquence et de la plage en température scrutée, une ou plusieurs transitions peuvent être détectées. De plus, suivant le mode de sollicitation (mécanique ou diélectrique), une transition est plus ou moins visible (le nombre de dipôles concernés varie). Ainsi la transition repérée γ , et détectée par Norimoto en diélectrique, n'est pas visible par Dunlop qui effectuait des sollicitations mécaniques (figure page ci-contre).

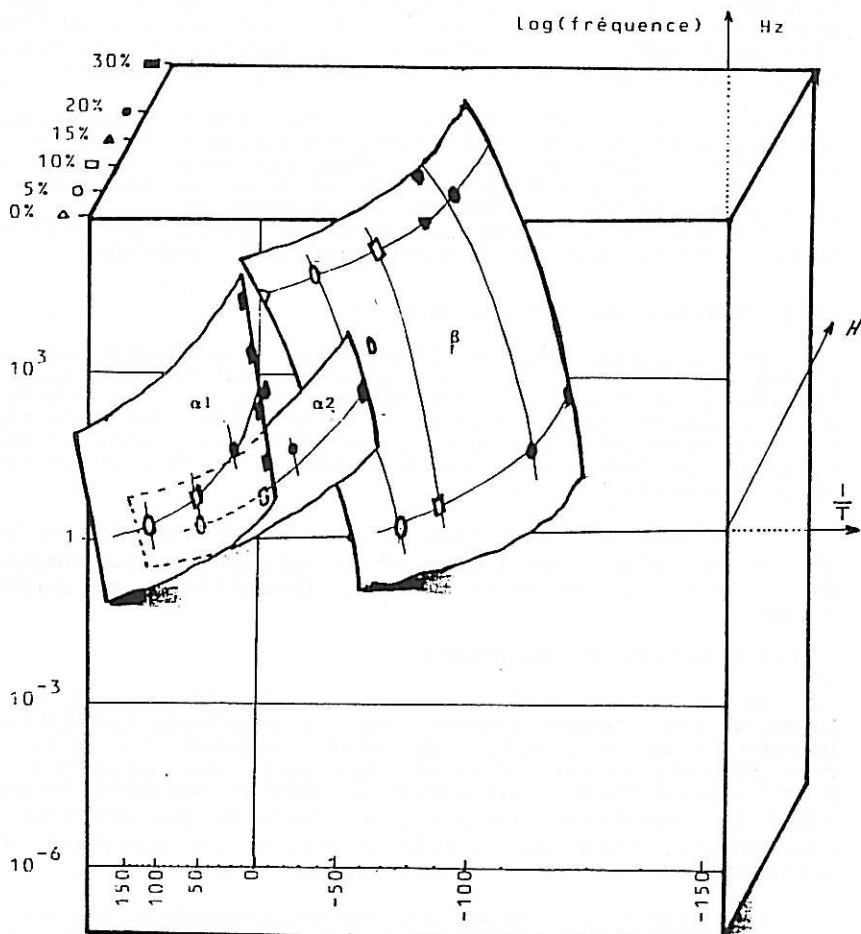
Pour différentes fréquences, les températures de maximum de frottement intérieur relatif à un même mécanisme doivent se déduire les unes des autres par une translation de pente $-\Delta W/R$:

$$\log \omega_{\max fi} = A - \left(\frac{\Delta W}{R} \right) \frac{1}{T_{\max fi}}$$

avec $\omega_{\max fi}$: pulsation de maximum de frottement intérieur

Figure III,1,5:

Les triplets (f, T, H) tels que le frottement interne soit maximum, peuvent être représentés par trois nappes correspondant chacune à une transition.



Dans les graphes page ci-contre, issus uniquement de la littérature, 5 transitions sont visibles: α_1 , α_2 , δ , β , γ .

- une ligne est représentative d'un domaine de température exploré.
- un sigle noirci, d'un maximum de frottement interne:
 - mécanique.
 - ◆ diélectrique.
- un sigle blanc, d'un maximum de frottement interne au taux d'humidité inférieur.
- une flèche, à la détection de la proximité d'une transition.

Figure III,1,5,1,a:
lieux des maximums de
frottements intérieurs
d'après:

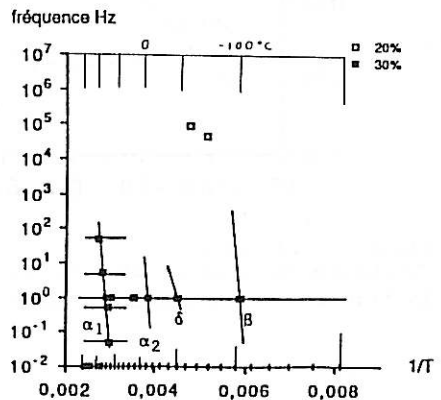
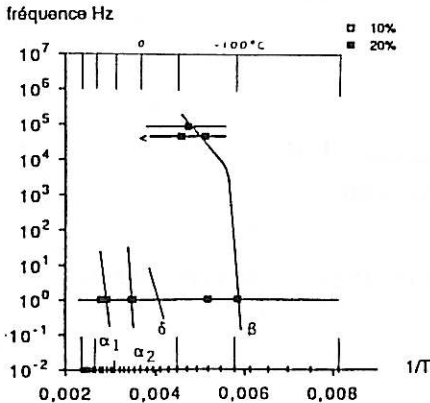
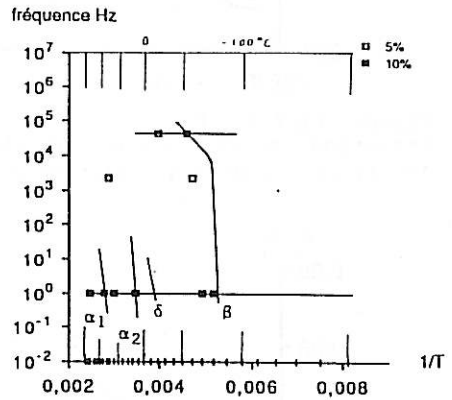
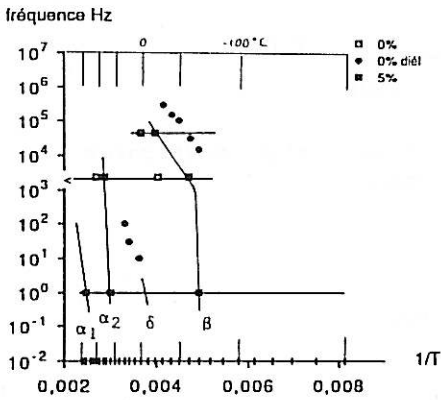
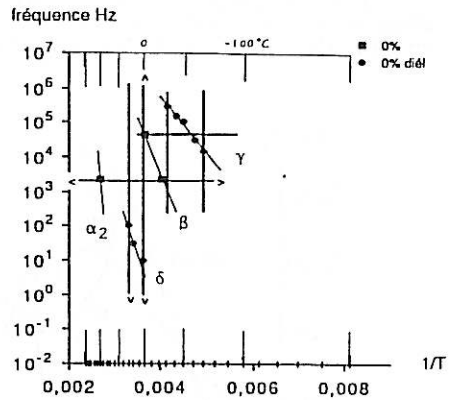
Norimoto: $f=10^6$ à 10^1 Hz

Dunlop: $f=4 \cdot 10^4$ Hz

Bernier: $f=2 \cdot 10^3$ Hz

Kelley: $f=1$ Hz

Salmen: $f=50$ à $5 \cdot 10^{-2}$ Hz



Par la comparaison des différents essais, nous détectons chez plusieurs auteurs des transitions de faibles amplitudes, qu'ils n'osaient considérer comme tel: b_1 , b_2 , k .

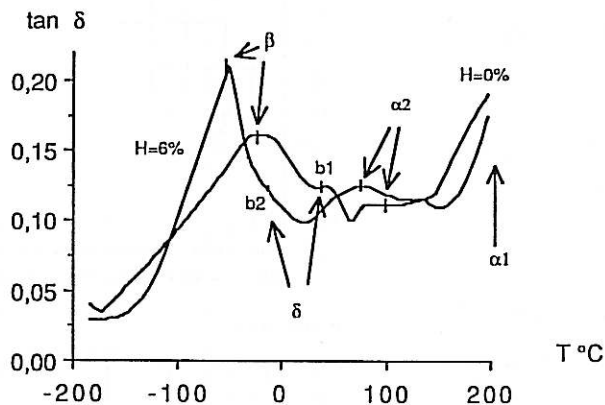


figure III,1,5,1,b:

Evolution du frottement intérieur à 2 kHz, d'après [Bernier 1967]: la transition δ n'était pas détectée.

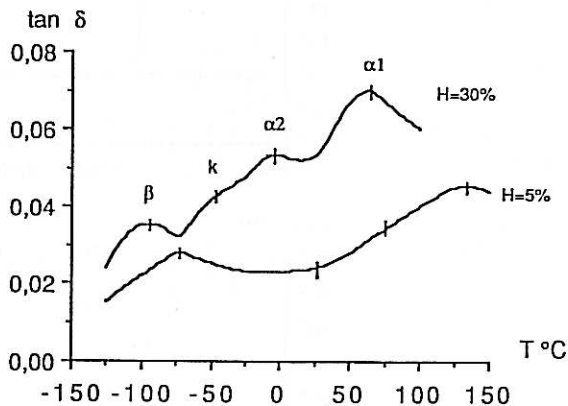


figure III,1,5,1,c:

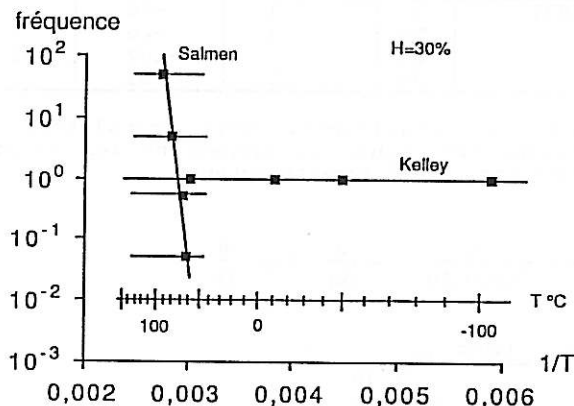
Evolution du frottement intérieur à 1 Hz d'après [Kelley 1987]: la transition δ n'était pas détectée

1.5.2 Nature des transitions

L'énergie d'activation est pour les chimiste un guide quant aux liaisons incriminées. Lorsque des liaisons covalentes sont concernées, l'énergie d'activation est de l'ordre de 60 à 150 kJ/mol; dans le cas contraire (pont hydrogène par exemple) les énergies d'activations sont inférieures à 30 kJ/mol. Ces valeurs sont à relativiser, car dans le cas de mouvement concerté (en bloc) l'énergie d'activation apparente peut être plus grande.

1.5.2.1 Transition α_1

Kelley et Salmen l'associent à la lignine.



Les résultats ne coïncident pas parfaitement: ils découvrent une transition d'énergie d'activation égale (395 kJ/mol et 339 kJ/mol) mais Kelley la trouve 10°K trop bas (si l'on prolonge les résultats de Salmen). Cette dispersion est acceptable dans la mesure où les essences, les éprouvettes et les essais étaient différents (les éprouvettes de Kelley étaient sollicitées depuis -150°C).

1.5.2.2 Transition α_2

Associée aux hémicellulose par Kelley, sa relative proximité avec la transition α_1 ne permet pas à cet auteur de quantifier son énergie d'activation.

Sous réserve que celle détectée par [Bernier 1967] vers 80°C (H=6%) est bien la même, son énergie d'activation devrait être de l'ordre de 100 kJ/mol.

1.5.2.3 Transition δ

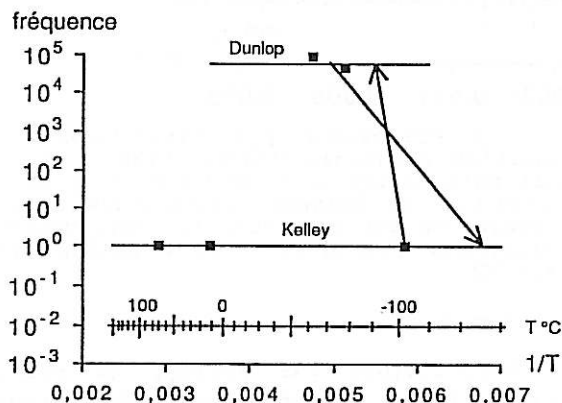
De faible amplitude, beaucoup d'auteurs la négligent. Aucun mécanisme explicatif n'a encore été envisagé. Elle aurait une énergie d'activation de l'ordre de 40 kJ/mol.

1.5.2.4 Transition β

auteur et référence	H	fréquence	T _{maxi}	ΔW
	%	Hz	°C	kJ/mol
[Dunlop 1978]	1	45000	0	24
	6	45000	-20	16
	12	45000	-55	15,5
	20	45000	-78	15
	20	85000	-62	24
[Bernier 1967]	0	2200	-23	
	6	2200	-63	
[Kelley 1987]	5	1	-70	102
	10	1	-80	
	20	1	-102	
	30	1	-103	

Pour comparer ces transitions, nous translatons les maximums de frottement intérieur, en respectant les énergies d'activation trouvées par les différents auteurs:

$$\frac{1}{T_{\max fi}(\omega)} - \frac{1}{T_{\max fi}(\Omega)} = - \frac{R}{\Delta W} \log \frac{\omega}{\Omega}$$



Les transitions ne coïncident pas exactement. La surface de transition β n'est pas réglée. Les énergies d'activation déterminées par ces auteurs n'est qu'une mesure locale de la pente. La loi d'Arrhénius ne lui serait pas applicable.

1.5.2.5 Transition γ

Norimoto l'associe aux groupements latéraux $-\text{CH}_2\text{OH}$ de la cellulose. L'énergie d'activation fournie par l'auteur est d'environ 10 kJ/mol.

1.5.3 Essai de fluage

A un essai de fluage à température constante correspond une scrutation de l'espace transitionnel parallèlement à l'axe des fréquences ($1/T$), pour des fréquences inférieures à 10^{-2} Hz. En effet, les problèmes de mise en charge impliquent que les constantes de temps les plus courtes sont au mieux de l'ordre d'une minute.

Les essais menés au CTAB distinguent deux transitions: l'une concerne les essais à 25 et 55°C, l'autre les essais à 65 et 75°C. La difficulté de distinguer une transition provient du presque parallélisme entre la direction d'observation et l'évolution de la transition.

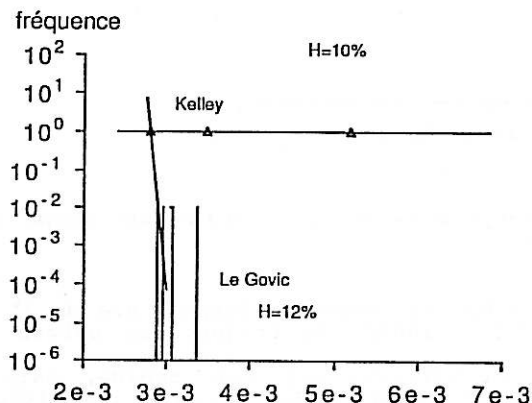


figure III, 1, 5, 3, a:

L'expérience de fluage à température constante correspond à une scrutation parallèle à l'axe des fréquences.

Néanmoins, Huet et Le Govic ont retrouvé les deux transitions α_1 et α_2 dans le domaine $[(10^2 \text{ Hz}, 10^6 \text{ Hz}), (25^\circ \text{ C}, 75^\circ \text{ C}), 12\%]$. Les énergies d'activation découvertes sont respectivement 135 kJ/mol et 240 kJ/mol et sont du même ordre de grandeur que celle trouvées à 1 Hz par Kelley.

Utiliser une trajectoire d'observation moins parallèle à l'évolution permettrait de mieux distinguer les transitions caractéristiques du comportement du matériau. Un essai de fluage à température croissante a donc été mis en oeuvre.

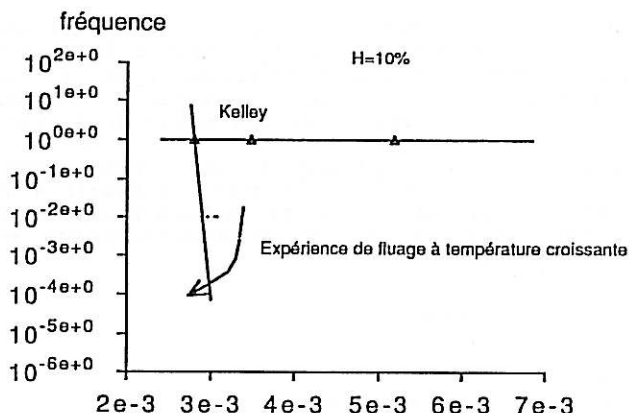


figure III, 1, 5, 3, b:

Une expérience de fluage à température croissante coupe plus rapidement une transition.

Dans le cas d'un accroissement de température de 1° par cinq minutes, de 20°C à 100°C , la trajectoire suivie est représentée ci-dessus.

Le passage des transitions est plus rapide, mais la trajectoire n'est ici pas optimale. Les énergies d'activation étant de l'ordre de 100 kJ/mol pour les deux transitions voisines de l'espace observé, il serait plus judicieux de choisir une évolution de température plus rapide. C'est ce qu'ont fait Jouve et Sales [Jouve 1986] au Centre Technique de la Forêt Tropicale (la montée en température de 20°C à 100°C s'effectuait en une demi-heure), mais les transitions ne sont apparues qu'une fois la température stabilisée à 100°C .

vitesse de fluage $\mu\text{m/mn}$

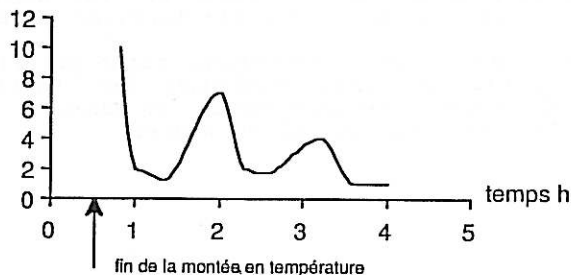


figure III, 1, 5, 3, c:

La vitesse de fluage d'une expérience à température croissante présente des maximums qui correspondent à la transition de différents mécanismes, d'après [Jouve 1986].

Ce retard à la transition montre bien que les caractéristiques mécaniques sont liées à la température par l'intermédiaire du volume d'activation. Si la montée en température est trop rapide, le volume d'activation évolue trop lentement par rapport à la température pour que la loi d'Arrhénius soit applicable directement (le volume d'activation n'y figure pas expressément).

Pour s'affranchir de la connaissance de la cinétique d'évolution du volume d'activation avec la température [Thompson 1968][Wolkenstein 1957], la vitesse de montée en température a été choisie lente, dans l'espoir que l'approximation par Arrhénius soit acceptable.

2 Essais de fluage à température croissante

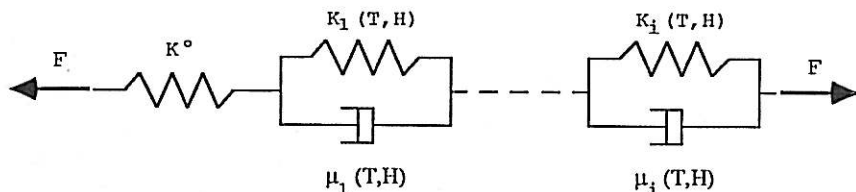
2.1 Réponse du modèle viscoélastique.

Pour illustrer notre propos, le modèle viscoélastique a été utilisé. Il diffère du modèle viscoélastique du chapitre II par l'absence de l'élément visqueux en série, afin que le fluage tende vers une valeur finie (solide). Ce modèle permettra de simuler la réponse du matériau.

2.1.1 Hypothèses

Dans cette seconde partie du mémoire, nous avons utilisé le modèle viscoélastique. Celui-ci traduit les hypothèses suivantes:

- le fluage tend vers une limite finie.
- le comportement est linéaire.
- l'activation thermique est régie par une loi d'Arrhénius.
- la stabilisation du volume d'activation avec la température est instantanée.
- il existe une réponse instantanée.



La loi de comportement peut s'écrire à tout instant:

$$\begin{cases} F = K^0 f_0 \\ F = K_i f_i + \mu_i \dot{f}_i \end{cases} \quad \text{avec } \tau_i = \frac{\mu_i}{K_i}$$

to: début de la montée en température

To: température initiale

F: force appliquée

f_i : élongation du $i^{\text{ème}}$ élément

K_i : rigidité relaxée du $i^{\text{ème}}$ élément

μ_i : amortissement cinématique du $i^{\text{ème}}$ élément

τ_i : constante de temps de retard du $i^{\text{ème}}$ élément

K^0 : rigidité instantanée de la structure

hypothèse 1: K^0 et K_i indépendants de T

Les évolutions des modules relaxés et non relaxés avec la température ne sont pas connues. Une première approche consiste donc à les supposer constants. Si les énergies d'activation ne correspondent pas à celles obtenues en vibration, une correction des modules sera toujours possible. Seule la viscosité sera affectée par la température

Le modèle utilisé suppose qu'il n'existe pas de couplage thermomécanique qui engendrerait des elongations supplémentaires dues à l'accroissement de température, contrairement au couplage mécanosorptif qui apparaît lors d'une variation du taux d'humidité sous contrainte. Pour éviter ces effets mécanosorptifs, les essais seront menés à taux d'humidité constants. L'évolution des paramètres K_i et τ_i^∞ (μ_i^∞/K_i) seront quantifiés par des expériences à plusieurs taux d'humidité.

Le taux d'humidité devrait être défini pour chaque élément. En effet, l'eau adsorbée ne se fixe pas en proportion égale sur chaque polymère et de plus, le long d'une chaîne polymérique, les molécules d'eau ont des sites préférentiels. Chaque maillon du modèle représente donc un mécanisme, qui peut être sensible à la présence d'eau ou au contraire y être indifférent. Il sera nécessaire de suivre indépendamment l'évolution de chaque paramètre, vis-à-vis du taux d'humidité.

La réponse d'un maillon à une expérience de fluage à température croissante est telle que f_i doit vérifier:

$$\frac{df_i}{dt} = (F - K_i f_i) \frac{1}{\mu_i^\infty e^{\frac{\Delta W_i}{R(At+B)}}}$$

$$\frac{df_i}{dt} + \frac{K_i}{\mu_i^\infty} e^{\frac{-\Delta W_i}{R(At+B)}} f_i = \frac{F}{\mu_i^\infty} e^{\frac{-\Delta W_i}{R(At+B)}}$$

La résolution de l'équation sans second membre nécessite le calcul de

$$I = \int_0^t e^{\frac{\Delta W_i}{R(Au+B)}} du \quad \text{qui n'a pas de forme explicite.}$$

L'hypothèse sera donc faite, que la transformation est une succession d'états d'équilibres, pendant lesquels la vitesse de fluage f_i est constante.

2.1.2 Maximum de vitesse de fluage

La connaissance de $K_i, \mu_i^\infty, f_i(0)$ permet de calculer numériquement la réponse pas à pas par la méthode de Kutta-Runge de degré 4.

Les simulations ci-dessous fournissent les courbes pour une expérience telle que la montée en température soit:

$$T = T_0 + A(t-t_0) \quad H^*(t-t_0) \quad \text{avec} \quad \begin{cases} T^0 = 293 \text{ }^\circ\text{K} \\ A = 1/300 \text{ }^\circ\text{K/s} \\ H^* \text{ fct échelon} \end{cases}$$

Nous noterons vf_i l'accroissement d'élongation pendant cinq minutes. Il nous permet de visualiser l'évolution de la vitesse de fluage moyennée sur cinq minutes. Un maximum de vitesse de fluage peut être observé au temps t_i (ou à la température T_i).

Celui-ci est donné par l'expression:

$$K_i = \mu_i^\infty \frac{\Delta W_i A}{R (At_i + B)^2} e^{\frac{\Delta W_i}{R (At_i + B)}}$$

$$\text{avec } B = (T_o - At_o)$$

$$1 = \tau_i^\infty \frac{\Delta W_i A}{R T_i^2} e^{\frac{\Delta W_i}{R T_i}}$$

$$\text{Si l'on pose } g(T) = \tau_i^\infty \frac{\Delta W_i A}{R T_i^2} e^{\frac{\Delta W_i}{R T_i}}$$

$$\begin{cases} \lim_{T \rightarrow 0^+} g(T) = +\infty \\ \lim_{T \rightarrow \infty} g(T) = 0 \end{cases}$$

La fonction $g(T)$ étant continue, quelque soit le couple $(\tau_i^\infty, \Delta W_i)$, il existe une température T_i telle que la vitesse de fluage soit maximale. Elle appartient ou non à la plage de simulation en température qui sera ultérieurement $[20^\circ, 100^\circ\text{C}]$. T_i n'est pas une caractéristique de l'élément viscoélastique $n^\circ i$, car elle dépend de la vitesse de montée en température (A).

L'influence des paramètres de l'élément viscoélastique est visible sur les figures ci-dessous.

Prenons comme élément de référence:

$$K_i^* = 1e-3 \quad N_{(90)}/\mu m_{(60)}$$

$$\tau_i^{\infty*} = 1e5 \quad s$$

$$\Delta W_i^* = 1e5 \quad J/mol$$

La sollicitation sera:

$$F = 1 \quad N$$

$$T = 293 + 1/300(t-5) \quad H^*(t-5)$$

t en minutes

T en $^\circ K$

Si K_i augmente ($K_i' = 2K_i^*$)

- l'amplitude du fluage est plus faible.

- la température de maximum de vitesse de fluage est très légèrement affecté.

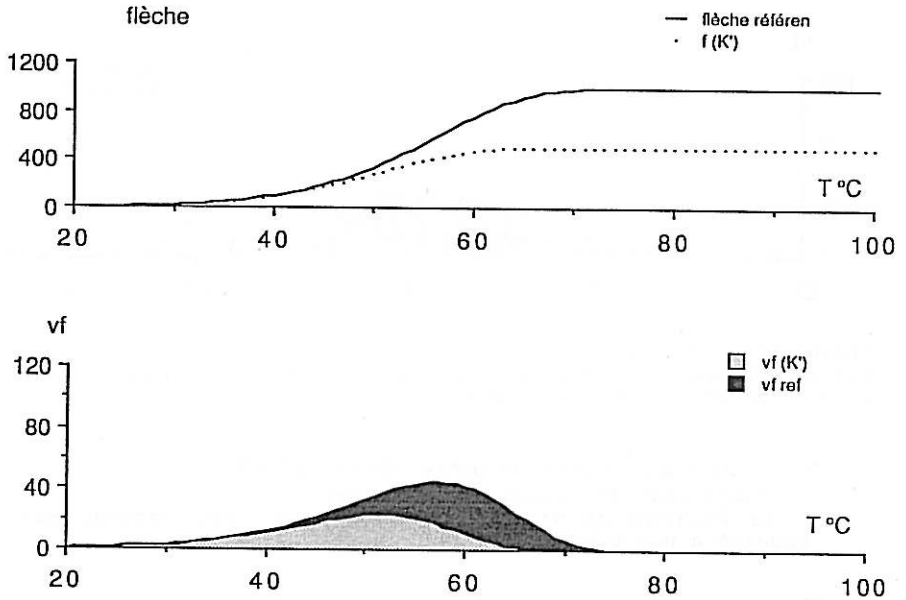
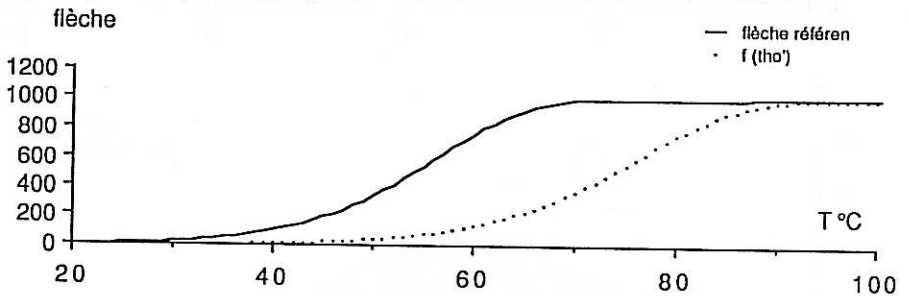


figure III,2,1,2,a:

Influence sur la flèche et la vitesse de fluage d'un accroissement de rigidité

Si τ_i^∞ augmente ($\tau_i' = 10\tau_i^*$)

- l'amplitude de fluage est inchangée
- le maximum de vitesse de fluage est observé à une température supérieure.



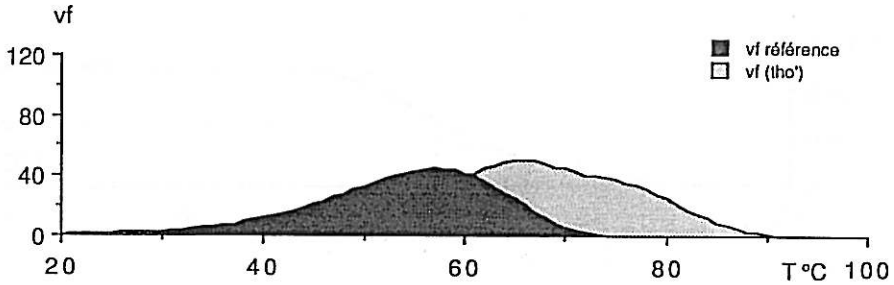


figure III,2,1,2,b:

Influence sur la flèche et la vitesse de fluage d'un accroissement de constante de temps

Si l'énergie d'activation augmente ($\Delta W_i = 2,5 \Delta W_i^*$)

- l'amplitude de fluage est inchangée
- le maximum de vitesse de fluage est plus grand, est observé à une température inférieure.

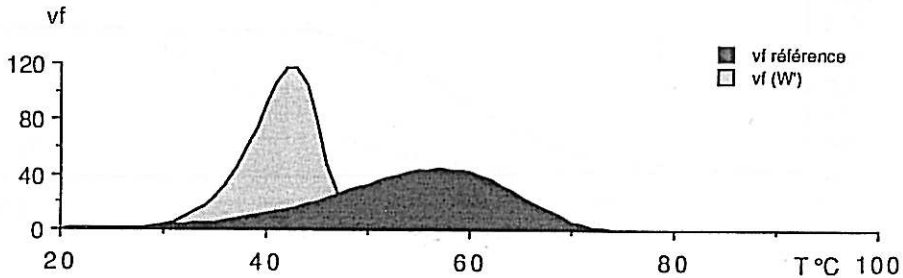
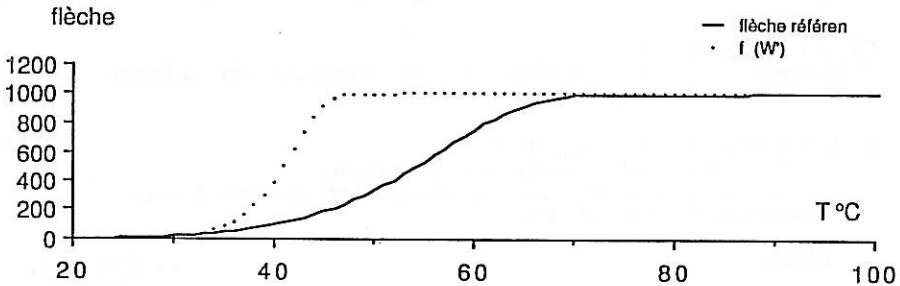


figure III,2,1,2,c

Influence sur la flèche et la vitesse de fluage d'un accroissement d'énergie d'activation

Il est donc possible, lorsqu'un pic de vitesse de fluage expérimental est visible, de modifier les paramètres afin qu'il y ait adéquation entre l'expérience et le modèle.

2.2 Choix des éprouvettes - mode opératoire

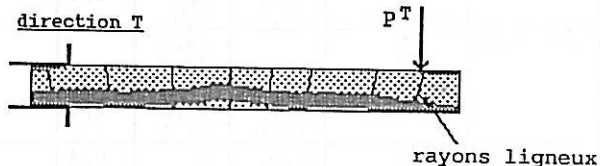
2.2.1 Structure

Dans un souci de simplification, les essais ont été effectués sur des éprouvettes relativement courtes (130mm) afin que l'obtention d'éprouvettes de grand axe parallèle à la direction tangentielle ne nécessite pas la fabrication d'éprouvettes reconstituées. Les dimensions sont telles qu'il est possible de tirer des éprouvettes des plaques des xylothèques.

Le suivi de l'évolution de la flèche avec le temps permet d'accéder à la rigidité de la structure éprouvette (la flèche étant mesurée à 60mm de l'encastrement et la charge exercée à 90mm.).

2.2.2 Procédure expérimentale

Les éprouvettes sont taillées aux dimension requises suivant les trois directions L,R,T. Les éprouvettes tangentielles tirées des planches de dosse, sont taillées afin de positionner la zone de sollicitation tangentielle entre l'encastrement et le point de mesure.



Avant essais, les éprouvettes sont stabilisées au taux d'humidité désiré. Un contrôle des masses est effectué avant le montage de celles-ci dans l'enceinte. Dans le cas où une enveloppe de latex est utilisée, un séchage préalable de celles-ci est nécessaire.

Le système d'acquisition des flèches (toutes les 5 minutes) est mis en marche. Une fois les éprouvettes en place après un quart d'heure de stabilisation thermique et hydrométrique dans l'enceinte, les charges sont mises sur les éprouvettes juste après une mesure des flèches (zéro). La mise en charge est faite à la main dans l'ordre des numéros de voies et nécessite moins d'une minute pour les six.

Après 5 minutes, et la prise de mesure automatique des flèches par le système d'acquisition, la température de consigne est incrémentée de 1°C , ainsi que le taux d'humidité de l'air de 1% si nécessaire.

La température de l'éprouvette témoin marque une nouvelle stabilisation au bout de 4 à 5 minutes.

La mesure des flèches est à nouveau faite et à la température de consigne accrue.

En fin d'expérience, le système d'acquisition de flèche est arrêté. Immédiatement après l'ouverture de la porte, les

éprouvettes témoins sont pesées. Les éprouvettes sollicitées sont alors démontées et pesées, avec, puis sans enveloppe de latex, le cas échéant.

Elles sont ensuite séchées à 105°C pendant un à deux jours pour déterminer leur masse anhydre.

Les différents essais sont décrits ci-dessous:

taux d'humidité:

Les masses des éprouvettes sont contrôlées en début et en fin d'expérience.

n° exp.	H suivi	essence	direction	H déb.	H fin	ΔH	latex
	%		%	%	%		
7	11,5	peuplier	L R T témoin	11,5 11,5	11,8 11,5	0,3 0,0	
8	0	peuplier	L R T	0 0 0	1,6 1,1 1,0	1,6 1,1 1,0	
9	8	peuplier	L R T témoin	10,4 10,2 10,2 10,8	8,9 7,8 8,1 9,8	-1,5 -2,4 -2,1 -1,0	
10	20	peuplier	L R T témoin	23,6 13,0	28,3 35,7 59,7 19,1 21,3	-4,5 7,3	
11	8	peuplier	L R ₁₁ T ₁₁	8,6 7,1 8,6	9 7,5 8,4	0,4 0,4 -0,2	
12	8	douglas	L ₁₂ R ₁₂ T ₁₂	10,2 10,2 9,6	11,2 10,7 9,7	1,0 0,5 0,1	
13	12	douglas	L ₁₃ R ₁₃ T ₁₃ L R T	13,8 14,0 14,1 12,6 12,5 11,7	18,4 15,3 15,9 28,2 27,3 32,3	4,6 1,3 1,8 13,6 14,8 20,6	
14	32	douglas	L R T L R T témoin	30,3 34,1 33,4 36,7 36,4 32,0 26,7	28,0 32,3 32,1 33,1 34,1 31,5 25,2	-2,3 -1,8 -1,3 -3,6 -2,3 -0,5 -1,3	

n° exp.	H suivi	essence	direction	H déb.	H fin	ΔH	latex
	%		%	%	%		
15	12	papier	isotrope	0	7,8	7,8	x
			"	8,5	11,5	3,0	x
			"	37,4	35,8	-1,6	x
		peuplier	R ₁₁	8,5	10,9	2,4	x
			T ₁₁	8,7	10,6	1,9	x
16	14	hêtre	L	15,0	16,6	1,6	x
			R	15,3	16,0	0,7	x
			T	14,8	15,3	0,5	x
		+acéthyl.	L	30,1	29,3	-0,8	x
			R	19,2	17,7	-1,4	x
			T	17,9	16,4	-1,5	x
		témoin				0,3	
17	12	douglas	L ₁₂	11,5	13,7	2,2	x
			R ₁₂	12,1	13,2	1,1	x
			T ₁₂	16,9	13,4	-3,5	x
			L ₁₃	23,8	25,8	2,0	x
			R ₁₃	12,3	14,0	1,8	x
			T ₁₃	12,4	14,1	1,7	x

température dans l'éprouvette:

les températures de consigne minimales et maximales sont présentées ci-dessous.

n° exp.	T _{mini}	T _{maxi}	A	début de la montée en température	trainage	
	°C	°C	°C/mn	mn	début	fin
					°C	
7	20	85	0,2	L:10 R:15 T:5	-1	-1
8	20	85	0,2	L:15 R:10 T:5	-2,5	-6,5
9	20	85	0,2	L:15 R:10 T:5	-2,5	-3,5
10	20	100	0,2	5	-0,7	-1,2
11	20	100	0,2	5	-2	-4
12	20	100	0,2	5	-1,5	-2,5
13	12	100	0,2	5	-1,5	-3
14	20	100	0,2	5	+3	+2
15	20	100	0,2	5	-0,5	-1
16	20	100	0,2	5	-2,5	-2,5
17	20	100	0,2	5	-2,5	-2,5

La température mesurée dans le bois est légèrement inférieure à la température de consigne. L'amplitude de ce trainage est liée au taux d'humidité dans le matériau. Cet écart pourrait être pris en compte, mais il a été négligé lors des dépouillements.

charges appliquées:

Pour que les déflexions restent dans le domaine de linéarité de déplacement des capteurs, les charges dépendent de la direction de sollicitation.

longitudinale ≈ 1700 gr
 radiale ≈ 160 gr
 tangentielle ≈ 100 gr

essence	n° d'exp.	direction	voie	charge
				gr
peuplier	7	L	0	3523
		R	1	307
		T	2	99,9
peuplier	8	L	1	3723
		R	0	307
		T	2	99,9
peuplier	9	L	1	3823
		R	0	307
		T	2	99,9
peuplier	10	L	1	2566
		R	0	307
		T	2	99,9
peuplier	11	L	1	2566
		R	0	207
		T	2	99,9
douglas	12	L	1	2566
		R	0	207
		T	2	99,9
peuplier	13	L	1	2566
		R	2	202
		T	3	99,9
		L	4	2832
		R	5	149
		T	6	0
douglas	14	L	0	2566
		R	1	202
		T	2	99,9
		L	3	2832
		R	4	149
		T	5	85,7
papier	15		0	85,6
			3	85,6
			4	85,6
peuplier		R	1	202
		T	2	99,9
hêtre	16	L	0	1791
		R	1	162
		T	2	99,9
		L	3	1789
		R	4	162
		T	5	85,7
douglas	17	L ₁₂	0	1787
		R ₁₂	1	274
		T ₁₂	2	99,9
		L ₁₃	3	1791
		R ₁₃	4	274
		T ₁₃	5	85,6

2.2.3 Passage de la rigidité d'éprouvette au module d'Young

Pour accéder aux grandeurs intrinsèques du matériau bois, la théorie des poutres est utilisée. Elle permet de passer de la rigidité d'éprouvette au module d'Young (respectivement de la souplesse d'éprouvette à la complaisance). Les vitesses de déformations seront faibles et nous pouvons considérer l'évolution comme quasi statique. A l'évolution de la flèche au cours du temps, sont associées les évolutions des modules (E et G).

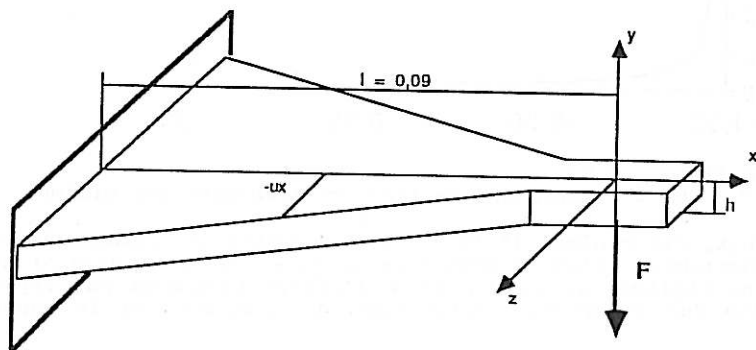


figure III,2,2,3,a:

L'éprouvette isocontrainte peut être considérée comme une poutre.

avec:	x=0	abscisse du point de mise en charge
	x<0	abscisse du point courant
	X<0	abscisse du point de mesure de la flèche
	l=90mm	distance de l'encastrement au point de mise en charge
	h	épaisseur de l'éprouvette
	b = -2ux	largeur de l'éprouvette à l'abscisse x.

L'application de la formule de Bresse, nous fournit une flèche, fonction du moment fléchissant (module de Young E(t)) et de l'effort tranchant (module de cisaillement G(t))

$$f(x,t) = \frac{3}{5} \frac{F}{G(t)hu} \log\left(\frac{X}{-1}\right) - \frac{3F}{E(t)h^3u} (X+1)^2$$

$$= f_{\text{tranchant}} + f_{\text{fléchissant}}$$

Posons R(X) tel que:

$$\frac{f_{\text{tranchant}}}{f_{\text{fléchissant}}} = \frac{E(t)}{G(t)} R(X)$$

$$\text{Soit } R(X) = \frac{\frac{3}{5} \frac{F}{h u} \log\left(\frac{X}{-1}\right)}{-\frac{3F}{E(t)h^3u} (X+1)^2}$$

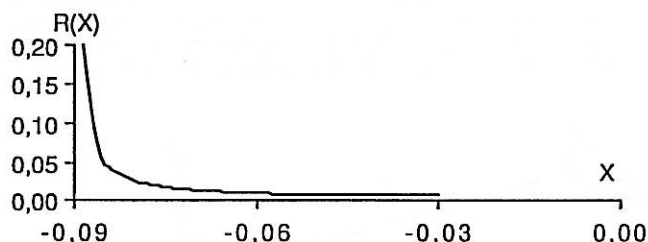


figure III,2,2,3,b:

Pour $X=-0,03$ m l'influence de l'effort tranchant est minimum.

$R(X)$ est minimum ($5 \cdot 10^{-3}$) si l'on mesure la flèche à 60mm de l'encastrement, c'est pourquoi ce choix a été fait. Mais si nous voulons négliger la flèche due à l'effort tranchant par rapport à celle due au moment fléchissant, il faut évaluer le rapport E/G :

E/G	résineux $\rho=0,40$				feuillus $\rho=0,6$			
		GLT	GLR	GRT		GLT	GLR	GRT
	MPa	697	744	72	MPa	829	1110	322
E_R	835		1,12	11,6	1650		1,48	5,11
E_T	540	0,77		7,5	894	1,08		2,78
E_L	10900	17,5	14,7		13100	15,8	9,8	

tableau III,2,2,3,a:

Rapports E/G (valeurs instantanées) d'après [El Amri 1987]

Les modules instantanés, obtenus à l'aide du modèle prévisionnel mis au point par El Amri et Guitard [El Amri 1987] font apparaître une valeur maximum de 8% pour le rapport des flèches (tranchant/fléchissant) et ceci dans la direction longitudinale.

Cariou [Cariou 1987] a montré pour le pin des landes et sur une journée, des taux de fluage des modules de cisaillement de 15% à 30% et des modules de Young de 12 à 50% (20% de taux d'humidité, 20°C) (voir figures II,1,1,b).

Soit $E(1\text{jour})/G(1\text{jour})$

résineux $\rho=0,40$				
E/G		GLT	GLR	GRT
	0->1	-15%	-15%	-30%
ER	-50%		0,66	8,3
ET	-50%	0,45		5,4
EL	-10%	18,5	15,6	

tableau III,2,2,3,b:

Rapports E/G (valeurs au bout 1 journée, $H=12\%$, $T=20^\circ\text{C}$) d'après [El Amri 1987] et [Cariou 1987].

Nous verrons ultérieurement que l'expérience de fluage à température croissante permet d'observer des phénomènes de constante de temps de l'ordre de plusieurs mois. Négliger la flèche due à l'effort tranchant, revient donc à faire l'hypothèse d'une évolution faible du rapport $E(t)/G(t)$ pour la direction longitudinale (dans les autres directions R et T, ce rapport diminue!)

Soit:

$$f(X_{\text{mesure}}, t) \approx - \frac{3F}{E(t)h^3u} (X_{\text{mesure}}+1)^2$$

Le module de Young apparent du matériau est donc lié à la rigidité apparente $K(t)$ de la structure éprouvette par:

$$E(t) = \frac{3 (X_{\text{mesure}}+1)^2}{h^3u} K(t)$$

2.2.4 Incertitudes

2.2.4.1 Géométrie de l'éprouvette

Le passage de la rigidité $K(t)$ à $E(t)$ doit s'effectuer, en mesurant les dimensions de l'éprouvette testée. En effet les grands intervalles de tolérance des cotes induisent une incertitude supplémentaire sur $E(t)$ inacceptable.

$$\frac{\Delta E}{E} = 2 \frac{\Delta(X_{\text{mesure}}+1)}{(X_{\text{mesure}}+1)} + 3 \frac{\Delta h}{h} + \frac{\Delta u}{u} + \frac{\Delta K}{K}$$

$$X_{\text{mesure}} + 1 = 0,0600 \pm 0,0002 \quad \text{en mètre}$$

$$h = 0,01 \begin{matrix} + 0,0003 \\ - 0,00076 \end{matrix} \quad \text{en mètre}$$

$$u = 0,214 \begin{matrix} + 0,29 \\ - 0 \end{matrix} \quad \text{sans unité (tangente du } 1/2 \text{ angle au sommet)}$$

$$\frac{\Delta E}{E} = 1,3\% + 2,4\% + 6,4\% + \frac{\Delta K}{K}$$

2.2.4.2 Dilatations thermiques

Dilatations du système de mesure et de l'éprouvette:

Pour les deux essences étudiées (Douglas et Hêtre), la littérature [Kollman 1968][Forest Product Laboratory 1974] indique des coefficients de dilatation comme suit:

$$\text{Douglas: } 10^6 \bar{\alpha} = \begin{bmatrix} 27 & 0 & 0 \\ 0 & 45 & 0 \\ 0 & 0 & 3.5 \end{bmatrix}$$

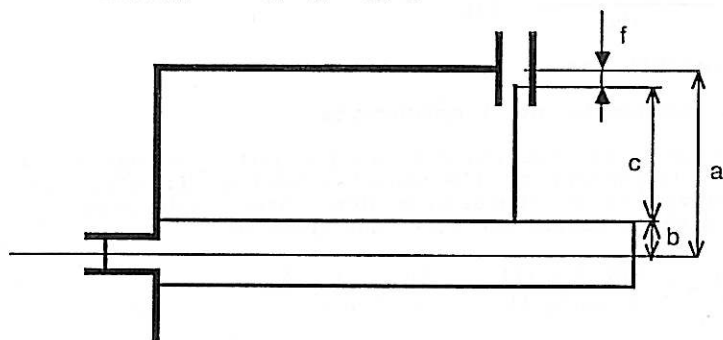
$$\text{Hêtre: } 10^6 \bar{\alpha} = \begin{bmatrix} 28 & 0 & 0 \\ 0 & 38 & 0 \\ 0 & 0 & * \end{bmatrix}$$

En accord avec ces auteurs, si nous faisons l'hypothèse en première approximation, que le coefficient de dilatation est constant entre 20°C et 100°C (ou tout au moins varie faiblement au moment de la transition vitreuse), l'élévation de température induit un accroissement apparent de la flèche $f^{100}-f^{20}$ de par les variations de a, b et c.

$$f^{20} = a - b - c$$

$$f^{100} = (a+\Delta a) - (b+\Delta b) - (c+\Delta c)$$

$$\text{Aluminium: } 10^6 \bar{\alpha} = 23 \text{ } \bar{I}$$

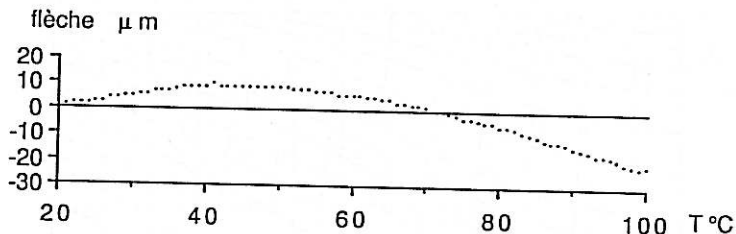


cote	longueur	matériau	$10^6 \alpha$	vf
	mm			μm
a	≈40	aluminium	23	
c	≈35	aluminium	23	
b	5	bois R	27	-1,6
		T	45	-8,8
		L	3,5	7,8

Le sens de la dérive "dilatométrique" dépend de la direction d'orthotropie relative à l'épaisseur de l'éprouvette. Elle reste négligeable devant les flèches qui seront mesurées (>1mm).

Dérive thermique du capteur inductif:

Une autre source indirecte d'erreur peut être la dérive en température de la mesure du capteur inductif. Pour la quantifier lors d'un essai, une éprouvette a été remplacée par une éprouvette d'aluminium non chargée. La dérive dilatométrique est alors nulle, et l'on enregistre la flèche pendant l'essai.



La dérive en température est inférieure à 23 μm . Elle est régulière et ne peut donc pas provoquer de maximum de vitesse de fluage (vf) supérieur à 2 $\mu\text{m}/5\text{mn}$.

L'incertitude sur la flèche due à la variation de température est donc évaluée à $\pm 30 \mu\text{m}$. L'incertitude sur l'accroissement de la flèche pendant cinq minutes (vf), due à la température est de $\pm 2 \mu\text{m}$.

2.2.4.3 Taux d'humidité

Pour éviter le couplage mécanosoptif [25] (variation considérable de la flèche lors d'une modification sous contrainte du taux d'humidité), la modification de la température est accompagnée de la modification du taux d'humidité de l'air. Pour cela, l'expérimentateur suit les courbes d'équilibre hygroscopique du bois, proposée par Kolverth (page suivante).

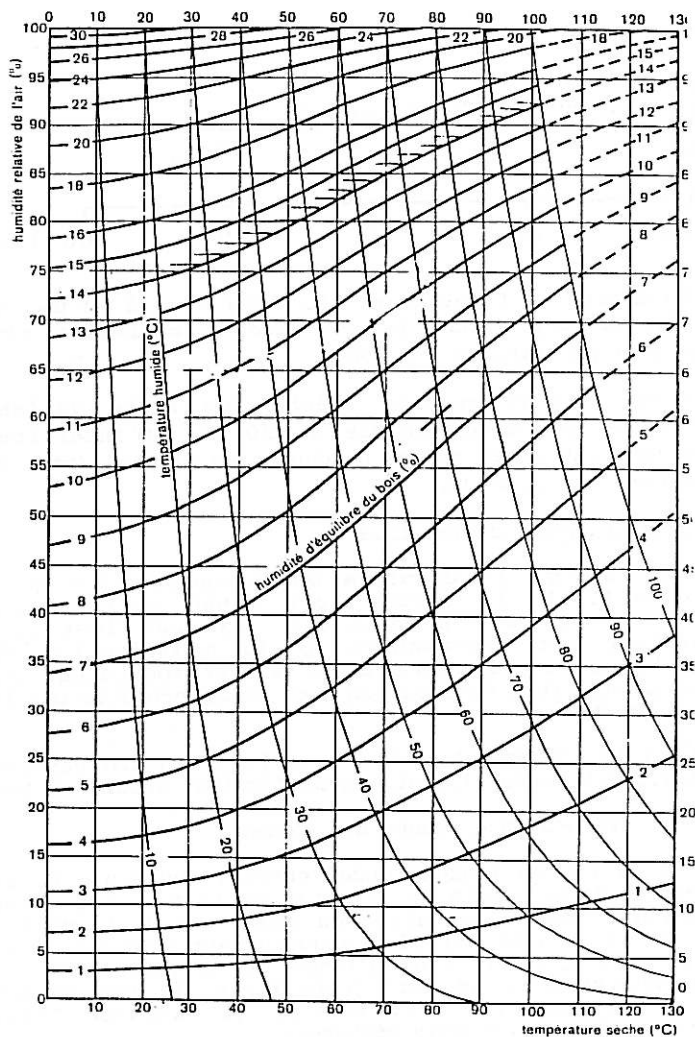
Dans le tableau descriptif de la procédure expérimentale (tab III,2,2,b) apparaissent les difficultés expérimentales:

* mesure non instantanée des masses.

A la fin de l'expérience, entre l'ouverture de la porte de l'étuve et la mesure de la masse de la première éprouvette, deux minutes sont nécessaires au démontage de l'encastrement. L'éprouvette à 100°C est mise soudainement dans une atmosphère voisine de 20°C et au taux d'humidité du jour. Elle se met à sécher brusquement, où même (expérience 10) une condensation forte s'effectue sur l'éprouvette qui absorbe l'eau très rapidement ($H_T = 59,7\%$ puis séchage).

figure III,2,4,3:

Courbes d'équilibre hygroscopiques proposées par Kolverth.



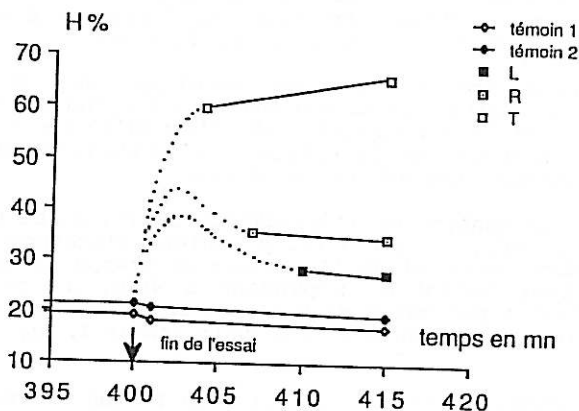


figure III, 2, 2, 4, 3, a:
Evolution des masses à l'ouverture de la porte (expérience 10).
Le taux d'humidité de l'air est à la fin de l'expérience de 99%.

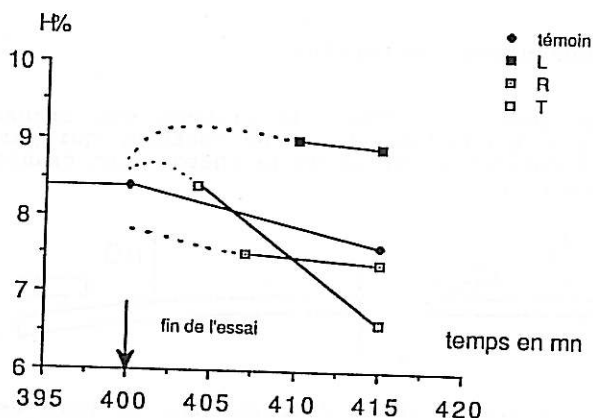


figure III, 2, 2, 4, 3, b:
Evolution des masses à l'ouverture de la porte (expérience 11).
Taux d'humidité de l'air à la fin de l'expérience: 71%

L'amplitude de la variation brutale de masse à la fin de l'expérience, est liée au taux d'humidité de l'air en fin d'expérience (exp.10: 99%, exp.11: 71%).

* pour palier à cet inconvénient, une ou plusieurs éprouvettes témoins, simplement posées à l'intérieur de l'enceinte, sont sorties et pesées dès l'ouverture de la porte. Du fait du séchage rapide dans l'air ambiant la mesure de masse est faite alors que celle-ci décroît de façon significative.

Les deux témoins de l'expérience 10 nous autorisent à penser, que les taux d'humidité dans les éprouvettes étaient voisins de 20% au moment de l'ouverture de la porte.

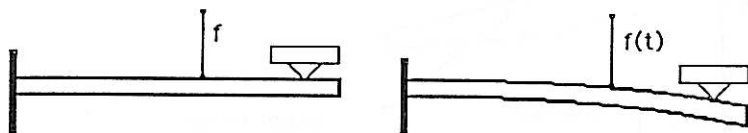
* pour limiter les échanges, des enveloppes de latex sont utilisées dans la suite des expériences. Les éprouvettes sont alors protégées de la condensation de l'humidité de l'air au moment de l'ouverture de la porte. La stabilité du taux d'humidité des éprouvettes est alors accrue.

* la pesée en continu de l'éprouvette témoin a été tentée, mais à partir de 40°C, un jet d'air turbulent s'échappe par le trou pratiqué dans la paroi de l'enceinte et frappe la balance. La mesure devient instable. Cependant à 40°C, la masse de l'éprouvette n'avait pas varié de 0,6%, et un maximum de vitesse de fluage s'était déjà produit à 32°C (voir Annexe 1, exp.17).

Nous considérons donc une évolution de flèche indépendante de tout effet mécanosorptif si la variation du taux d'humidité de l'éprouvette est inférieure à 2% ou dans le cas contraire (condensation ou séchage) si les éprouvettes témoins font preuve de stabilité de leur taux d'humidité.

2.2.4.4 Chargement extérieur

La charge due à la masse du plateau est transmise à l'éprouvette par l'intermédiaire d'un couteau, qui permet la rotation de la section au droit de la charge sans transmission d'un moment parasite.



La marque laissée par le couteau dans le bois est sans influence sur la mesure de la flèche.

* poids propre

La masse des éprouvettes est comprise entre 11 et 20 grammes. Dans le cas de l'éprouvette taillée dans le sens tangentiel la flèche due au poids propre représente 5% de la flèche due à la charge. Dans les autres directions, la flèche due au poids propre est négligée (R: 3%; L: 0,3%).

Pour éviter cette perturbation l'éprouvette tangentielle est placée verticalement, la charge est alors appliquée par l'intermédiaire d'un fil et d'une poulie. Les frottements induits par la poulie n'ont pas été évalués et seront négligés.

La flèche due au cisaillement du poids propre est négligeable.

2.2.4.5 Flèche

La linéarité des réponses des capteurs inductifs est garantie par le constructeur à 0,25% près de la pleine échelle, soit $\pm 12 \mu\text{m}$. Le réglage du gain effectué au laboratoire introduit une erreur systématique sur la rigidité de $\pm 0,5\%$.

2.3 Réponses expérimentales - reproductibilité

Les réponses de flèche et de vitesse de fluage sont présentées dans l'annexe 1.

La vitesse de fluage est quantifiée par l'accroissement de flèche pendant cinq minutes.

$$v_f = f(t) - f(t-5\text{min})$$

La reproductibilité est difficile à quantifier:

- utiliser une seconde fois une même éprouvette suppose qu'elle a été pendant l'essai faiblement déformée, non endommagée, et que la stabilisation l'a faite revenir dans le même état de référence.
- utiliser une autre éprouvette, issue de la même planche, suppose que la variabilité entre éprouvettes d'une même planche est faible.

2.3.1 Sollicitation d'une éprouvette une seconde fois

Les deux éprouvettes radiale et tangentielle de l'expérience 11 ont été à nouveau sollicitées pendant l'expérience 15, mais à un taux d'humidité légèrement supérieur. Pour ce faire, le sens de sollicitation a été inversé (retournement de l'éprouvette). Les charges étant identiques pour les deux sollicitations, la comparaison peut être faite sur les flèches et vitesse de fluage (voir page suivante).

Les amplitudes des réponses instantanées (à cinq minutes) et différées varient ($\sim 35\%$ sur K^0). Cependant les accélérations de flèches sont à nouveau discernables, mais à des températures légèrement plus basses. Les phénomènes d'accélération de la flèche sont donc reproductibles, mais non en amplitude. Un endommagement des éprouvettes en est peut-être la cause.

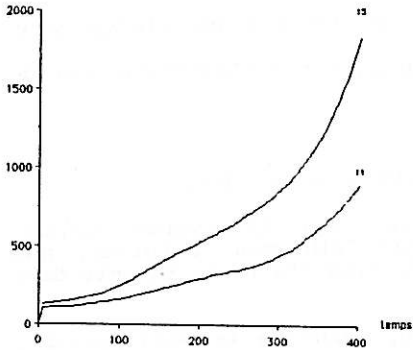
L'enveloppe de latex permet d'obtenir des évolutions de flèche moins irrégulières.

figures III,2,3,1:
 Comparaison des réponses pour deux éprouvettes de peuplier
 resollicitées: (f et vf en μm)

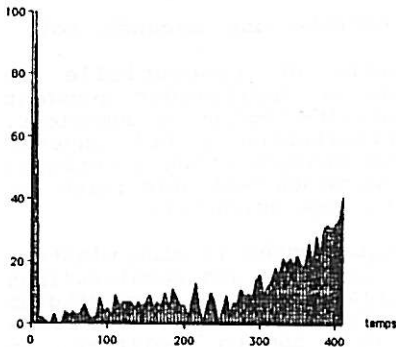
Radiale
 charge 207 gr
 H% 7,1 puis 9,5

Tangentielle
 99,9 gr
 8,6 puis 9,7

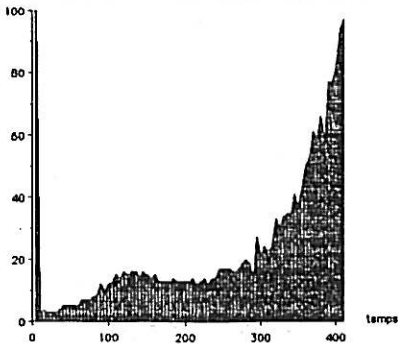
flèche R



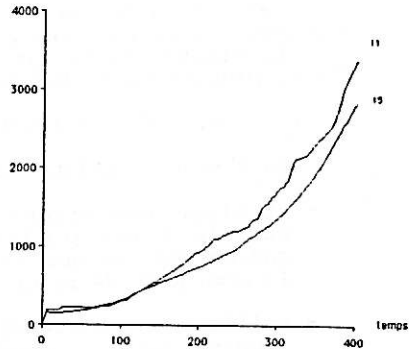
vf 11 0



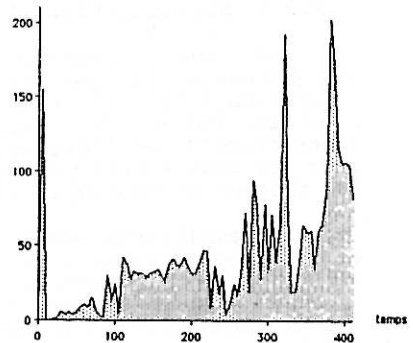
vf 15 1



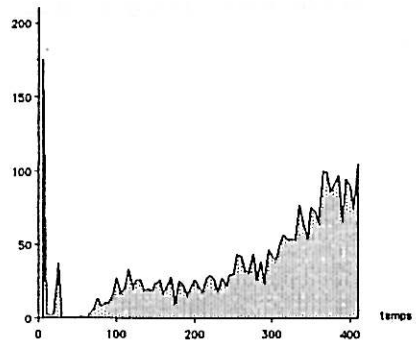
flèche T



vf 11 2



vf 15 2



2.3.2 Variabilité entre les réponses de deux éprouvettes sollicitées en même temps.

La comparaison des réponses des éprouvettes tangentielles sollicitées pendant l'expérience 14, montre une coïncidence des réponses à 10% près. L'effondrement brusque de la deuxième éprouvette longitudinale est due à une faiblesse locale qui n'avait pas été détectée avant la manipulation. Cet effondrement n'est pas représentatif du comportement global du matériau.

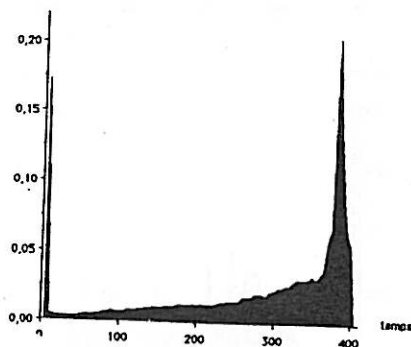
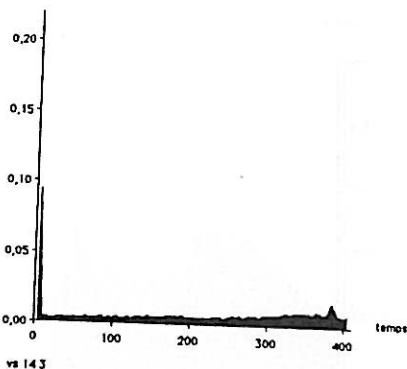
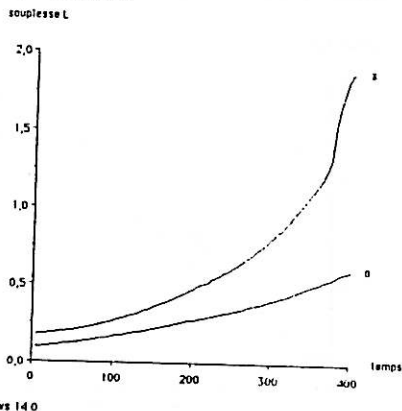
Pour une direction donnée les charges sont légèrement différentes. Il est donc nécessaire d'effectuer les comparaisons non pas en flèche mais en souplesse d'éprouvette:

$$s = \frac{f}{\text{charge}} \quad \text{en } \mu\text{m}(60)/\text{N}(90)$$

$$vs = \frac{vf}{\text{charge}} \quad \text{en } \mu\text{m}(60)/\text{N}(90)$$

Les accroissements de souplesse pendant 5 minutes (vs) font apparaître des accélérations pratiquement simultannées suivant les trois directions R,T et L.

Si l'on désire quantifier le comportement différé pour un bois donné, une étude statistique sur les paramètres du modèle qui lisse au mieux les points est nécessaire. Nous évaluerons au paragraphe (III,3,3,2) les écarts entre les deux résultats, en évaluant une incertitude inter-éprouvette sur les paramètres. L'analyse statistique ne sera pas faite.



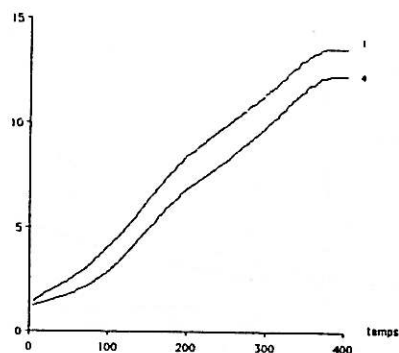
Figures III,2,3,2:
Réponses des éprouvettes
de l'expérience 14.

voies 0 et 3: Longitudinales

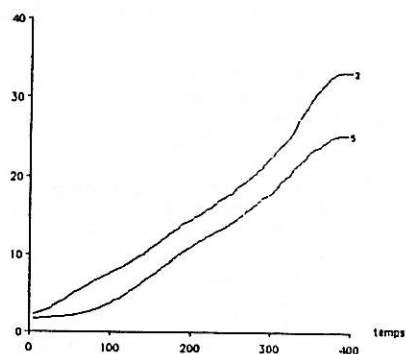
voies 1 et 4: Radiales

voies 2 et 5: Tangentielles

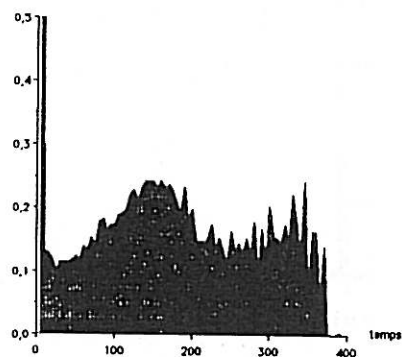
souplesse P



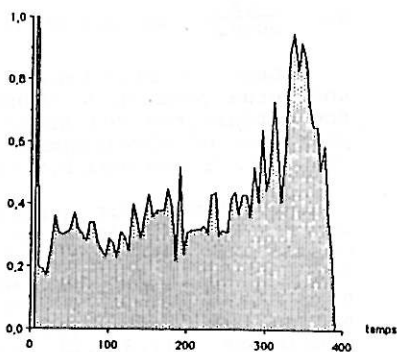
souplesse T



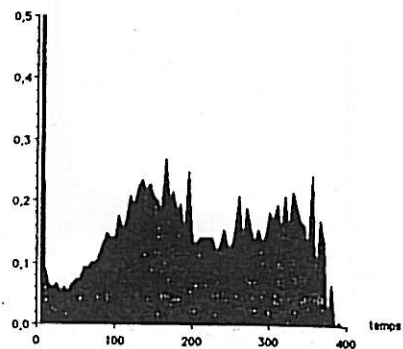
vs I4 1



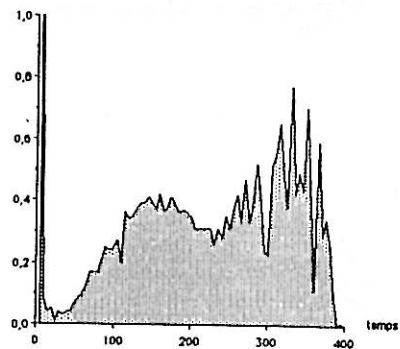
vs I4 2



vs I4 4



vs I4 5



3 Identification des paramètres

3.1 Représentation des paramètres

Un élément viscoélastique est caractérisé par:

- sa rigidité: K_i
- sa constante de temps à 20°C: τ_i^{20}
- son énergie d'activation: ΔW_i

Dans un espace paramétré par τ_i^{20} et ΔW_i , l'élément sera représenté par un cercle de centre $(\tau_i^{20}, \Delta W_i)$, et de rayon s_i (souplesse relaxée de l'élément $i = 1/K_i$).

La température du maximum de vitesse de fluage d'un élément sera notée T_i . Elle est indépendante de sa rigidité (figure III,2,1,2,a). L'ensemble des points présentant la même température de vitesse maxi de fluage (T_i) est donc représenté par une ligne dans l'espace $(\tau_i^{20}, \Delta W_i)$.

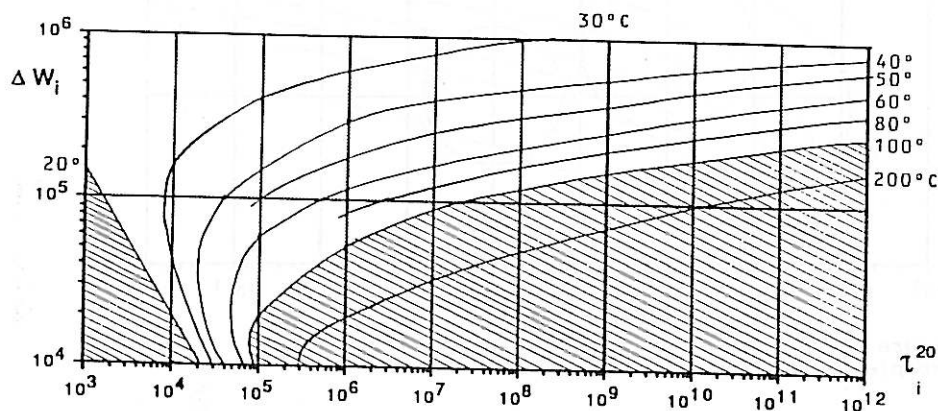


figure III,3,1,a:

L'ensemble des mécanismes présentant la même température de vitesse maxi de fluage, peut être représenté par une ligne. Les mécanismes tels que $T_i > 100^\circ\text{C}$, ou $T_i < 20^\circ\text{C}$, sont susceptibles d'être entachés d'erreur.

Les paramètres d'un élément, dont le centre représentatif est à l'extérieur du domaine $[20^\circ\text{C}, 100^\circ\text{C}]$ ainsi défini, seront considérés comme entachés d'erreur. Cette présentation permettra de comparer les différents mécanismes de relaxations observés sur une même éprouvette.

L'anisotropie du matériau implique que les souplesses des éprouvettes taillées parallèlement à la direction longitudinale, sont plus faibles que celles des éprouvettes taillées dans les autres directions. L'échelle choisie pour les rayons est indiquée au dessus de chaque figure. Si la souplesse est plus

grande que l'échelle choisie, le rayon de cercle est réduit de 10 fois, et le tracé est doublé (respectivement 100 fois et triplé).

exemple:

τ_i^{20}	ΔW_i	s_i
s	kJ/mol	mm/N
1e6	200	400
1e8	100	3200

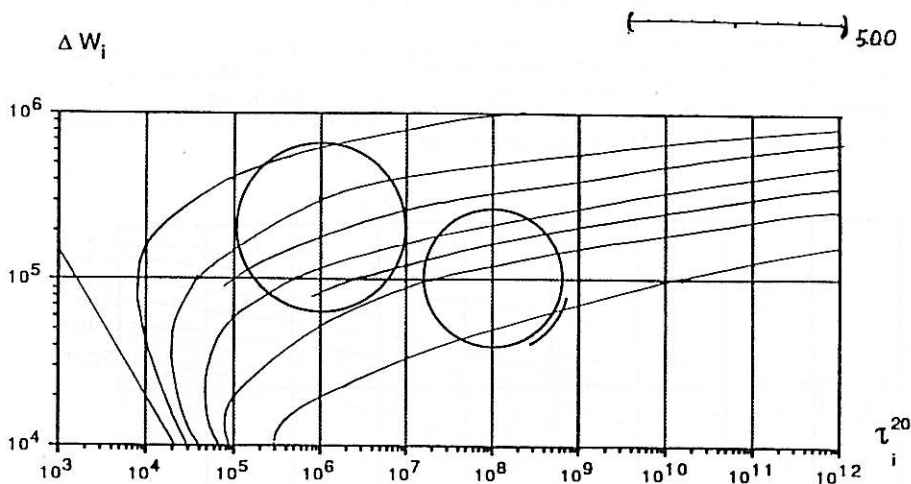


figure III, 3, 1, b:

Exemple de représentation de deux mécanismes.

3.2 Méthode du simplexe

3.2.1 Description

La réponse du modèle viscoélastique à une expérience de fluage à température croissante n'est pas connue de façon explicite (voir III, 2, 1, 1). Une méthode de gradient ou de Newton-Rapson n'est donc pas utilisable.

La méthode du simplexe, elle, ne nécessite que la donnée des bornes de l'espace des paramètres, dans lequel sera cherché un minimum de la fonction coût. La fonction coût sera l'écart quadratique entre la flèche numérique issue du modèle et la flèche expérimentale.

$$\Phi^2 = \frac{\sum_{j=1}^N (f(j) - f_{\text{num}}(t(j)))^2}{\sum_{j=1}^N f(j)^2}$$

Les bornes de l'espace dans lequel seront cherchées les solutions différent pour chaque courbe:

si l'on pose $K^{\circ}_{\text{exp}} = \frac{\text{charge} \times 10}{f(5\text{min})}$ en $\text{N}/\mu\text{m}$

$$K^{\circ}_{\text{mini}} = 0,9 \quad K^{\circ}_{\text{exp}} \\ K^{\circ}_{\text{maxi}} = 1,1 \quad K^{\circ}_{\text{exp}}$$

$$\mu_i = \tau_i K_i \quad (\text{viscosité}) \text{ en } \text{Ns}/\mu\text{m}$$

alors $\begin{cases} K^{\circ}_{\text{mini}} < K^{\circ} < K^{\circ}_{\text{maxi}} \\ 10^{-3} K^{\circ}_{\text{mini}} < K_i < 10 K^{\circ}_{\text{maxi}} \\ 10^3 < \mu_i^{20} < 10^{10} \\ 0.1 \text{ kJ/mol} < \Delta W_i < 1000 \text{ kJ/mol} \end{cases}$

3.2.2 Validation du logiciel

Des points sont générés à partir des paramètres $(\tau_{\text{iref}}, \Delta W_{\text{iref}}, S_{\text{iref}})$, puis la réponse est lissée afin d'évaluer la précision de la méthode de dépouillement.

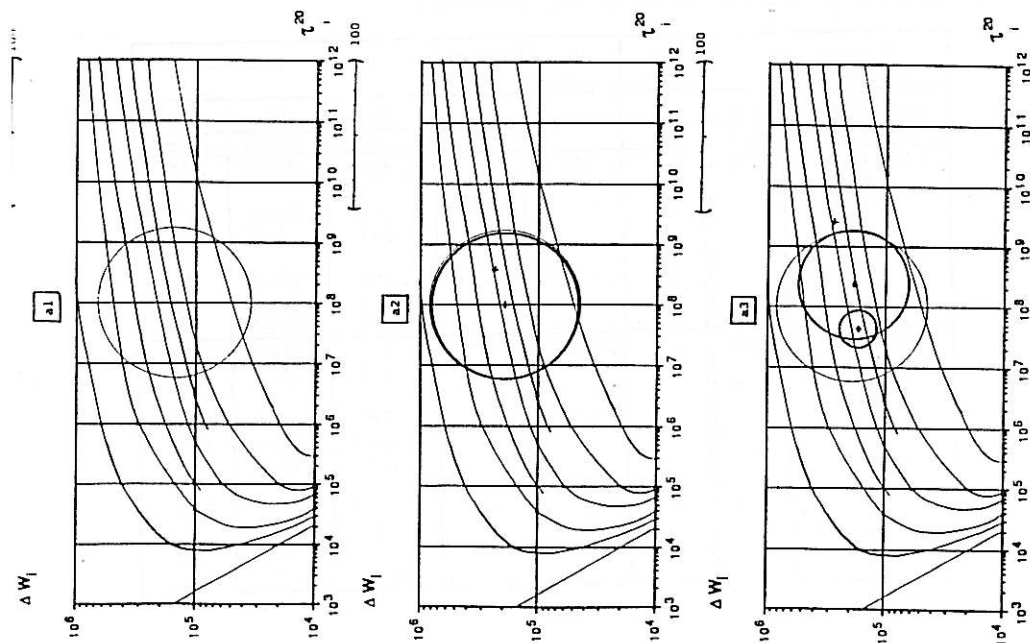
param. de génération			nb élém.	Φ coût	figure	param. optimisés		
τ_{iref}	ΔW_{iref}	S_{iref}				τ_i	ΔW_i	S_i
s	J/mol	$\mu\text{m}/\text{N}$				s	J/mol	$\mu\text{m}/\text{N}$
1e8	,2e6	100	1	,99e-8	a1	9,6e7	,20e6	100
			2	,36e-7	a2	9,4e7 3,8e8	,20e6 ,23e6	97 3
			3	,39e-7	a3	2,0e8 3,5e7 2,0e9	,21e6 ,19e6 ,26e6	72 26 2
			2	,81e-5	b2	1,3e8 9,3e7	,51e6 ,20e6	99 100
			3	,93e-7	b3	9,5e7 9,0e7 1,1e2	,20e6 ,49e6 ,99e6	100 100 1
			4	,65e-6	b4	3,0e11 9,5e7 5,8e9 7,8e7	,37e6 ,20e6 ,64e6 ,51e6	142 100 40 60

param. de génération			nb élem.	Φ coût	figure	param. optimisés		
τ_{iref}	ΔW_{iref}	S_{iref}				τ_i	ΔW_i	S_i
s	J/mol	um/N				s	J/mol	um/N
1e8	,2e6	100	3	,47e-3	c3	6,5e8	,23e6	87
1e8	,5e6	100				4,1e5	,24e6	103
1e9	,14e6	1000				3,7e8	,12e6	1270
			4	,50e-2	c4	2,0e10	,18e6	676
						3,2e10	,31e6	44
						1,4e5	,15e4	1378
						1,7e5	,11e3	2
			5	,44e-3	c5	1,5e6	,14e5	1
						2,1e10	,19e6	516
						2,1e3	,91e4	2
						4,7e11	,88e6	83
						8,8e5	,10e6	139

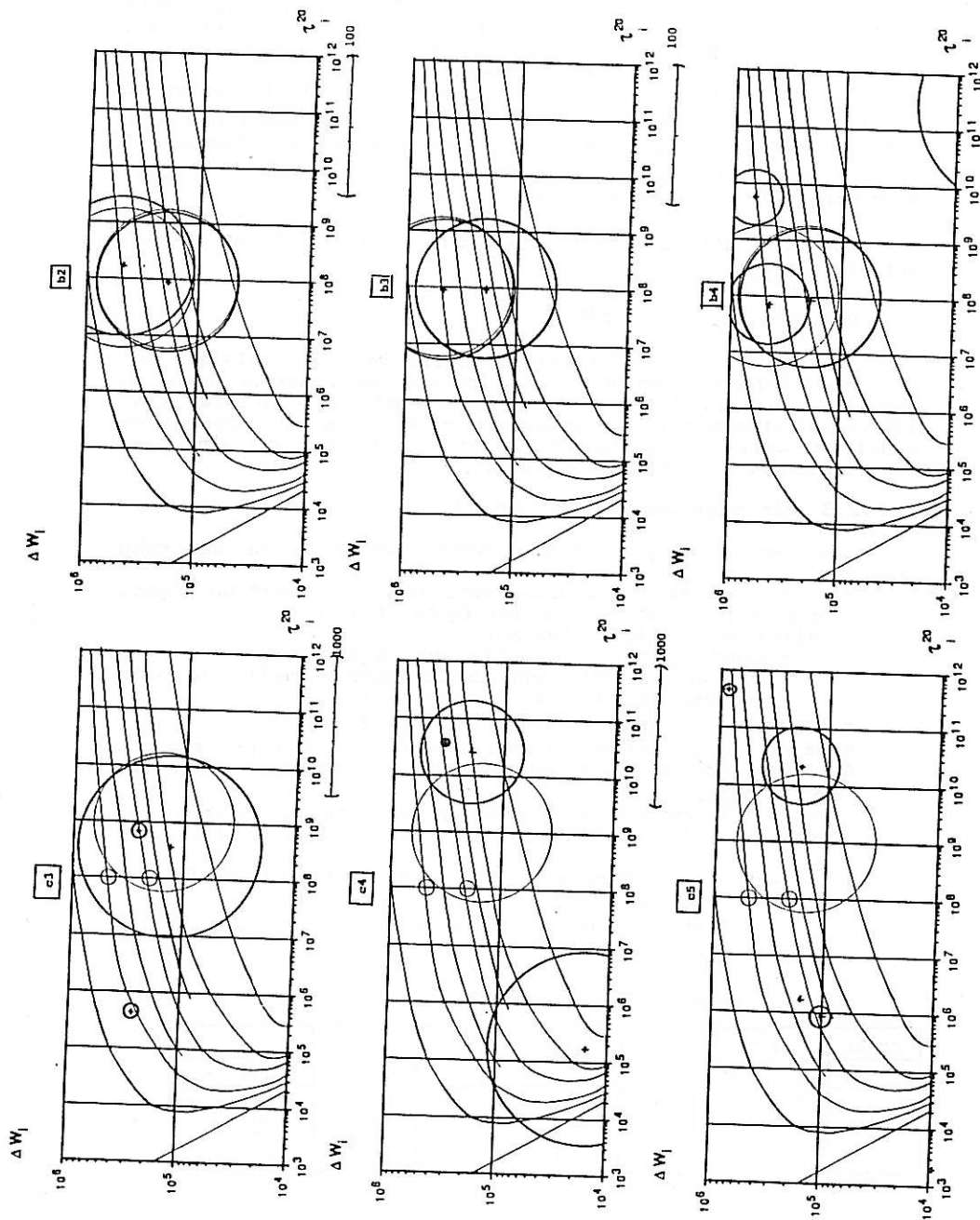
Les essais ci-dessus montrent que le modèle qui présente une fonction coût minimale est celui qui retrouve le mieux les paramètres de génération. Le nombre d'éléments utilisés n'est pas obligatoirement significatif car bien souvent, certaines relaxations sont devenues d'amplitude négligeable.

figures III,3,2,2,a:

Simulations de la recherche d'un mécanisme.



figures III,3,2,2,b:
Simulations de la recherche de deux (b) et de trois (c)
mécanismes.



La précision sur les paramètres K_i est relativement bonne (10%) dans le cas où la température de vitesse maximale de fluage (T) appartient au domaine exploré [$T_{\min}$, $T_{\max}$]. Tout mécanisme de T supérieur à $T_{\max}$ n'est calé que sur l'accélération du fluage, la valeur de son amplitude ne peut qu'être entachée de beaucoup d'erreurs.

La précision sur T est très bonne mais, dans la mesure où il existe tout un ensemble de couples $(\tau_i^{20}, \Delta W_i)$ fournissant la même valeur de température de vitesse maxi de fluage, le "rectangle" d'incertitude sur les valeurs de $(\tau_i^{20}, \Delta W_i)$ doit être parallèle à ces lignes (voir figure c3).

La zone d'incertitude numérique pour $(\tau_i^{20}, \Delta W_i)$ sera définie par:

$$T \pm 5^\circ\text{C}$$

$$0,1 \tau_i^{20} < \tau_i^{20} < 10 \tau_i^{20}$$

Le logiciel de dépouillement montre ici sa faiblesse, due au peu d'informations dont il dispose (la fonction coût en certains points). Il apparaît indispensable de contrôler tous les dépouillements par comparaison visuelle de la réponse du modèle à celle expérimentale. L'annexe 1 présente pour les expériences 11 à 17 ces comparaisons.

3.2.3 Démarche de dépouillement

Les remarques précédentes nous amènent à la démarche suivante.

- dépouillement des courbes expérimentales avec un nombre croissant d'éléments viscoélastiques (1 à 6).
- validation du dépouillement:
 - ayant fourni une fonction coût minimale
 - tel qu'il y ait bonne concordance visuelle entre la réponse numérique et expérimentale.
- tracé des paramètres dans l'espace $(\tau^{20}, \Delta W)$.
- rejet des mécanismes d'amplitude négligeable par rapport à l'amplitude du fluage observée pendant l'expérience entre $T_{\min}$ et $T_{\max}$.
- augmentation des incertitudes sur les paramètres des mécanismes tels que T n'appartient pas à [$T_{\min}$, $T_{\max}$].

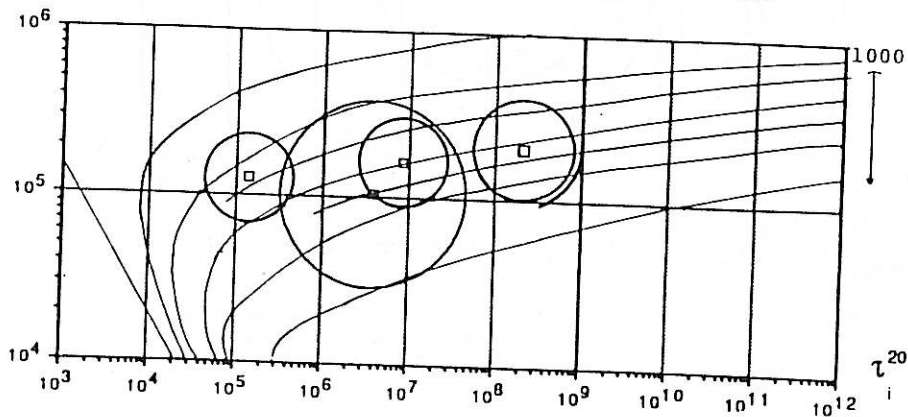
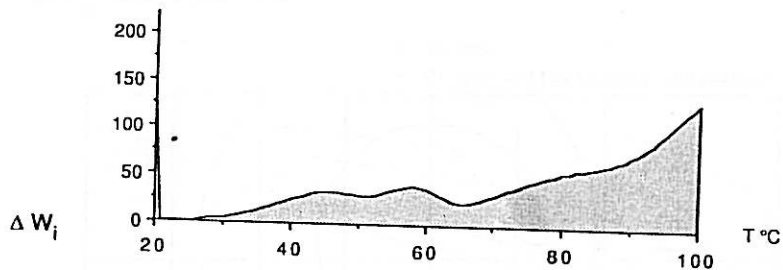
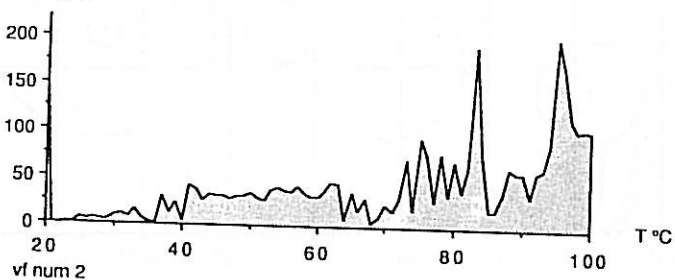
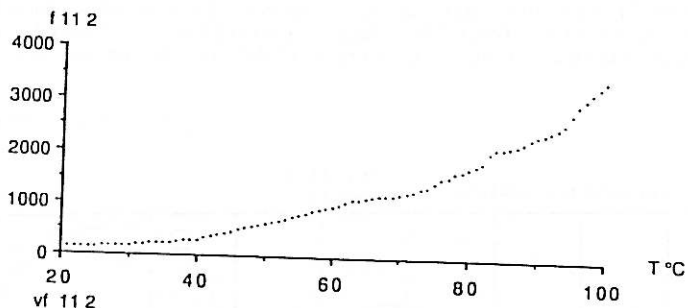
exemple: *réponse expérimentale dans la direction tangentielle (page suivante)

f et v_f en μm (mesuré à 60 mm de l'encastrement)
 T en $^\circ\text{C}$

*le modèle optimisé nous a fourni:

expér.	K°	K_i	τ_i^{20}	ΔW_i	S_i
n° voie	N90/mm60	N90/mm60	s	J mol ⁻¹	mm60/N90
11 2	,75e-2	,24e-2	5,8e6	1,8e5	417
		,12e-2	3,7e6	1,1e5	830
		,25e-2	1,3e5	1,4e5	400
		,26e-3	2,2e8	1,2e5	3800

exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
11	2	peuplier	T	8,5	0,999	



3.3.1 Eprouvettes sollicitées une seconde fois

Les deux éprouvettes radiale et tangentielle de l'expérience 11 ont été testées une seconde fois à une humidité légèrement supérieure (exp.15). Les dépouillements jusqu'à une fonction coût minimale nous ont donné: (tableau en annexe II)

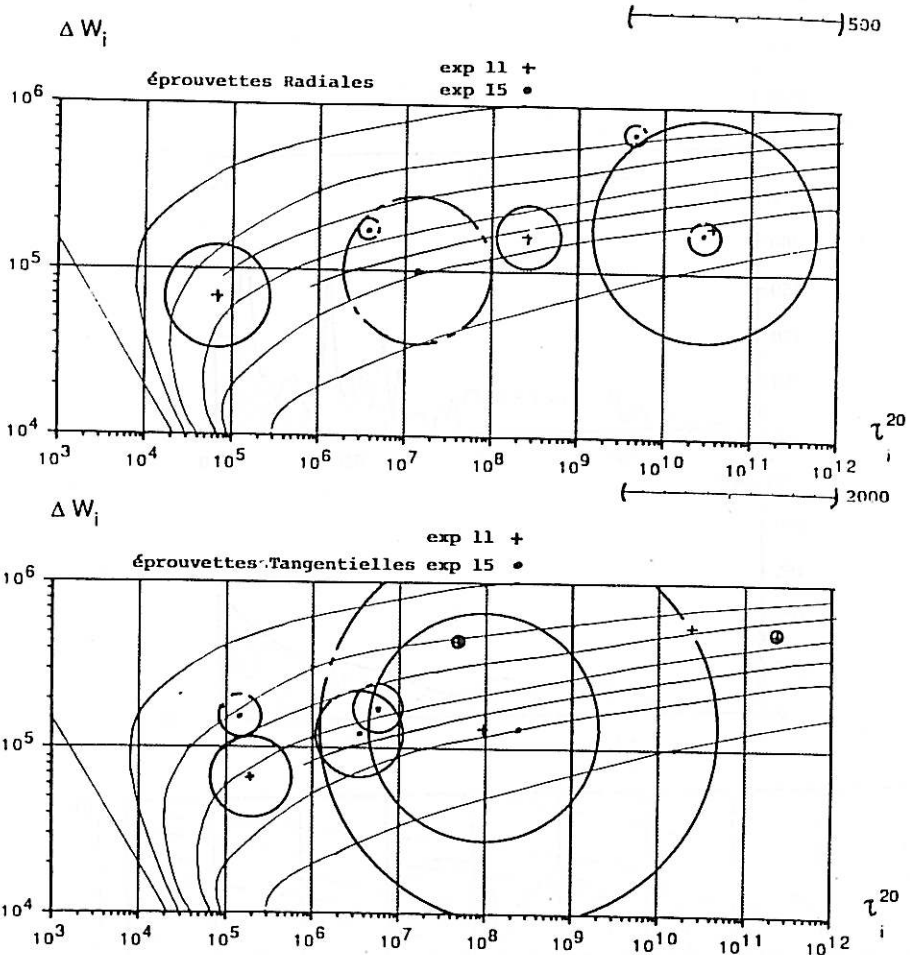


figure III,3,3,3,1,a:

reproductibilité des paramètres pour deux éprouvettes radiale et tangentielle.

Les mécanismes de faible amplitude (diamètres des cercles petits), présentent une reproductibilité mauvaise: les mécanismes de plus grande amplitude les masquent. Pour définir

un couple $(\tau_i^{20}, \Delta W_i)$ représentatif d'un mécanisme, il faut définir une zone de reproductibilité sur les valeurs de ce couple. La précision sur T_i étant bonne, cette zone sera parallèle aux courbes d'iso-maximum de vitesse de fluage.

ΔW_i

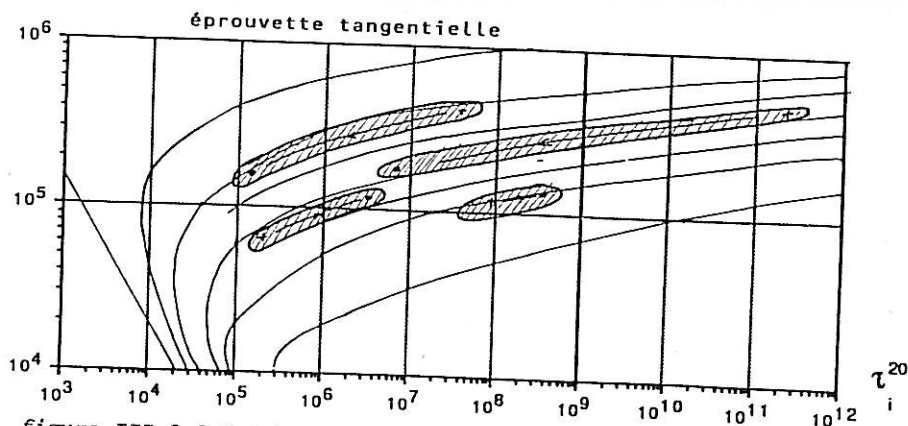
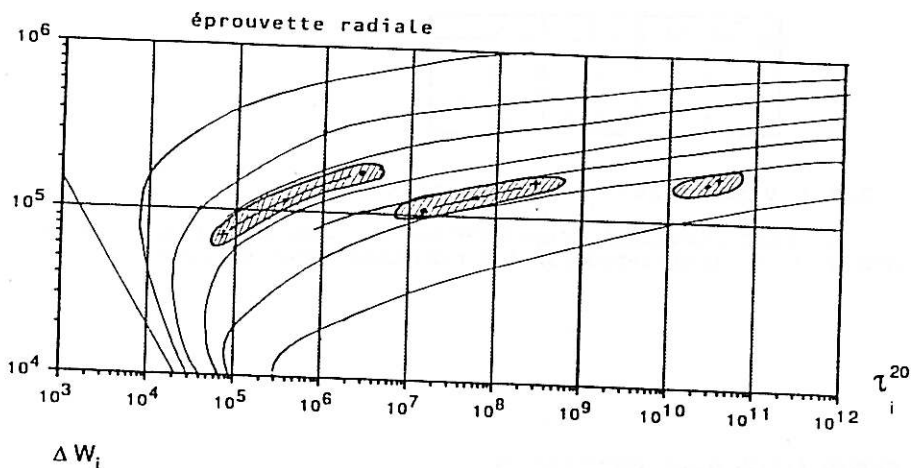


figure III, 3, 3, 1, b:

Zones de reproductibilité du couple $(\tau_i^{20}, \Delta W_i)$ pour une éprouvette radiale et une éprouvette tangentielle.

Si l'on reporte l'incertitude numérique sur les résultats, nous observons le redéclanchement des mécanismes de T égaux à 70°C et à 100°C dans la direction tangentielle. Par contre une diminution drastique des constantes de temps (et énergie d'activation) est peut être imputable à l'histoire de l'éprouvette.

Cette tendance se retrouve sur l'éprouvette radiale.

La reproductibilité sur les amplitudes des mécanismes est mauvaise:

S_{i15} / S_{i11}

n° mécan.	T	R
1	0,4	
2	4	5
3	1	0,5
4	0,6	???

3.3.2 Variabilité des paramètres

Le test simultané d'éprouvettes de même direction nous a fourni pour l'expérience 13, les résultats pages suivantes.

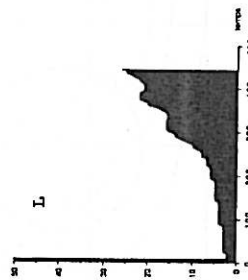
figure III,3,3,2,a (ci-contre):

Réponses expérimentales des six éprouvettes de l'expérience 13.

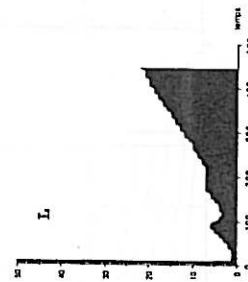
Réponses du modèle

Réponses expérimentales

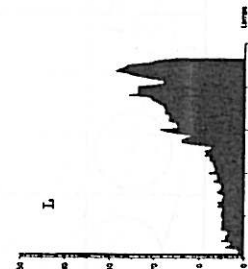
cf. Figure 1



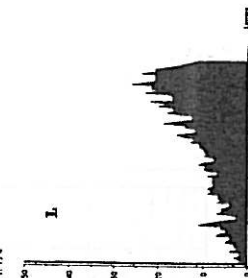
cf. Figure 2



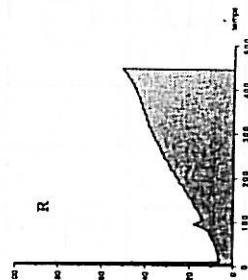
cf. 11.1



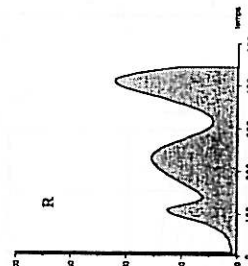
cf. 11.4



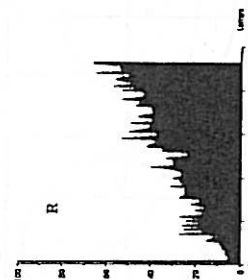
cf. Figure 2



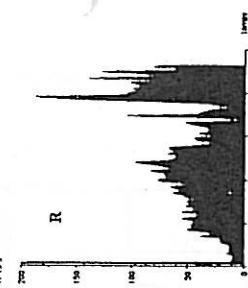
cf. Figure 3



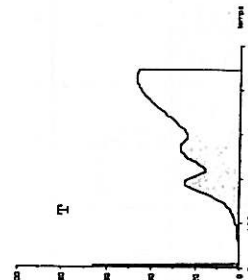
cf. 11.2



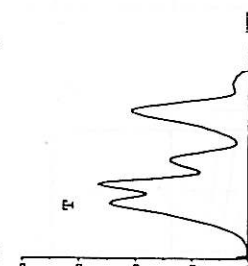
cf. 11.5



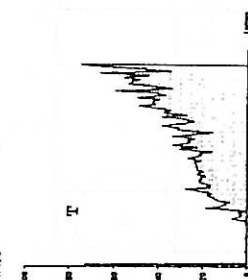
cf. Figure 3



cf. Figure 4



cf. 11.3



cf. 11.6

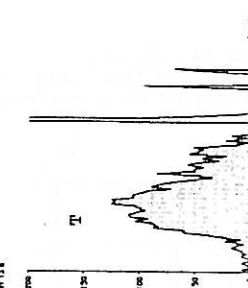
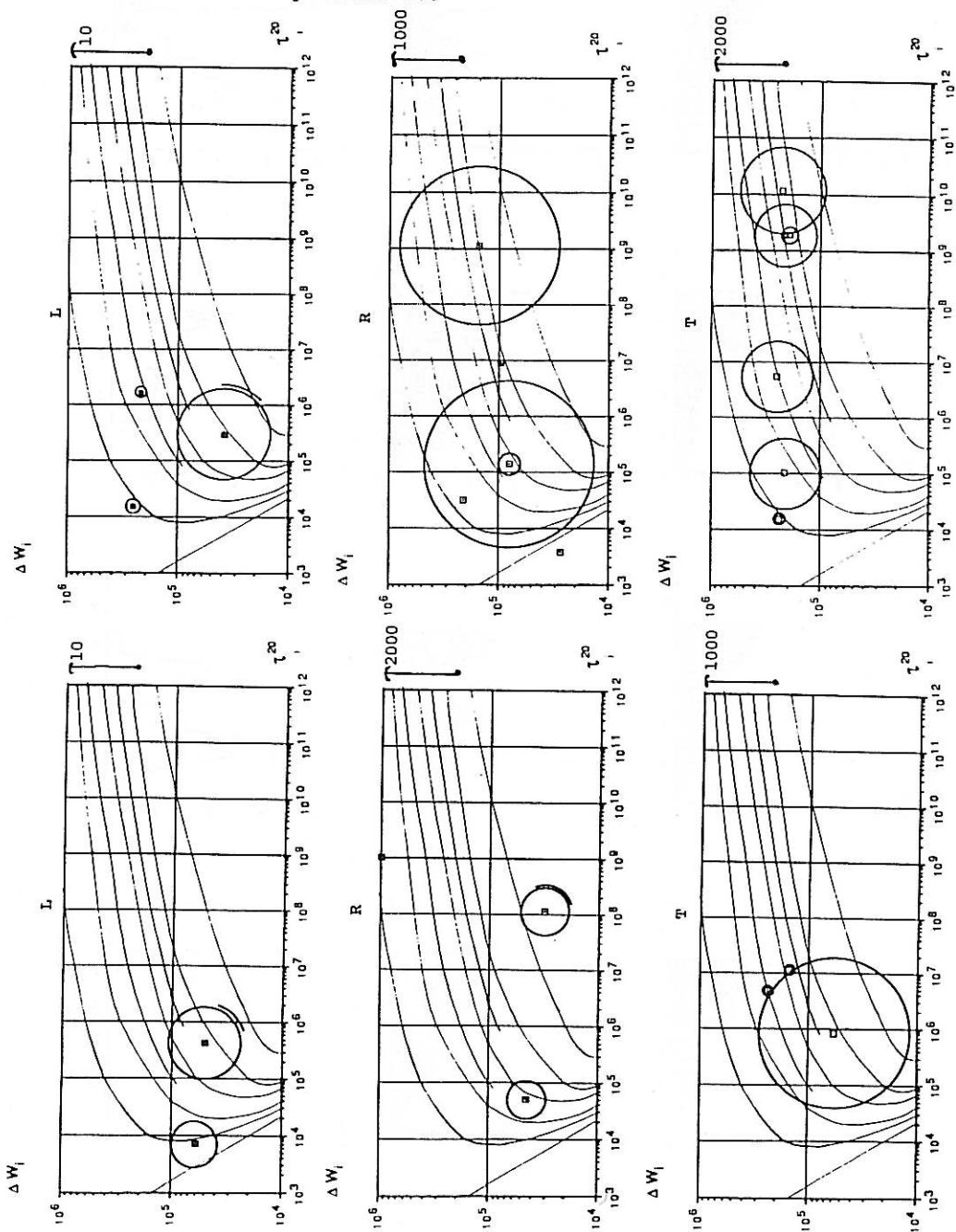


figure III,3,3,2,c:
Représentation des paramètres du modèle, pour les six
éprouvettes de l'expérience 13.



Les différences entre les valeurs de couples ($\Delta W_i, \tau_i$) pour deux éprouvettes soit-disant jumelles, nous oblige à définir un domaine d'existence d'un mécanisme comme un "rectangle" d'incertitude contenant les valeurs des couples ($\Delta W_i, \tau_i$) représentatifs d'un même mécanisme.

Chaque direction est repérée par:

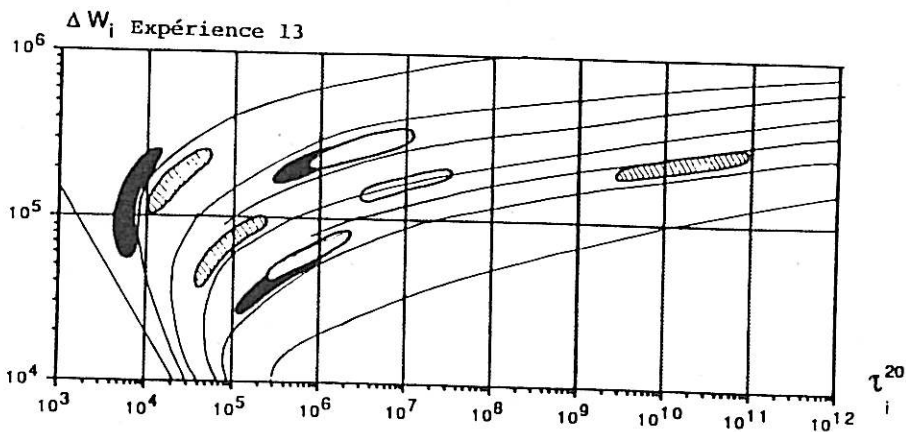
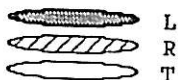


Figure III,3,3,2,d:

Domaine d'existence de mécanisme, une fois la variabilité entre deux éprouvettes prise en compte.

3.4 Conclusion

Les études précédentes nous ont permis d'avoir un ordre de grandeur des incertitudes de dépouillement, de la variabilité entre éprouvettes, des problèmes d'endommagement qui semblent conditionner la réponse d'une éprouvette sollicitée une seconde fois. La technique de dépouillement n'utilise que peu d'informations, aussi une vérification systématique des modèles optimisés a été effectuée.

Grâce à la connaissance du domaine d'incertitude sur chaque paramètre du modèle, nous pouvons maintenant évaluer l'anisotropie du comportement différé, ainsi que l'influence du taux d'humidité sur les mécanismes.

Chapitre IV

Analyse de l'anisotropie du fluage
et
influence du taux d'humidité.

1 L'anisotropie de chaque mécanisme est différente.

Le comportement différé est caractérisé pour chaque mécanisme par trois paramètres ($K_i, \tau_i^{20}, \Delta W_i$). L'anisotropie du comportement différé sera donc de trois types:

- anisotropie d'amplitude.
- anisotropie de constante de temps.
- anisotropie d'énergie d'activation.

A priori, si un mécanisme est sollicité dans les trois directions, il devrait être détecté avec la même constante de temps et la même énergie d'activation. Or, si un niveau d'énergie est nécessaire pour qu'un mécanisme transite, une partie de cette énergie lui a déjà été fournie de façon mécanique (énergie de déformation). L'énergie d'activation issue des dépouillements, ne représente en fait que la part apparente d'énergie qui faut encore lui fournir (thermiquement) pour que le mécanisme soit observé. On peut donc définir une énergie libre (ΔH) nécessaire à la transition d'un mécanisme.

$$\Delta H = \Delta W + P * L$$

P * niveau de charge, travaillant

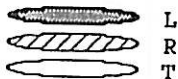
L longueur caractéristique du mécanisme (indépendante de la direction).

1.1 Anisotropie de constante de temps et d'énergie d'activation

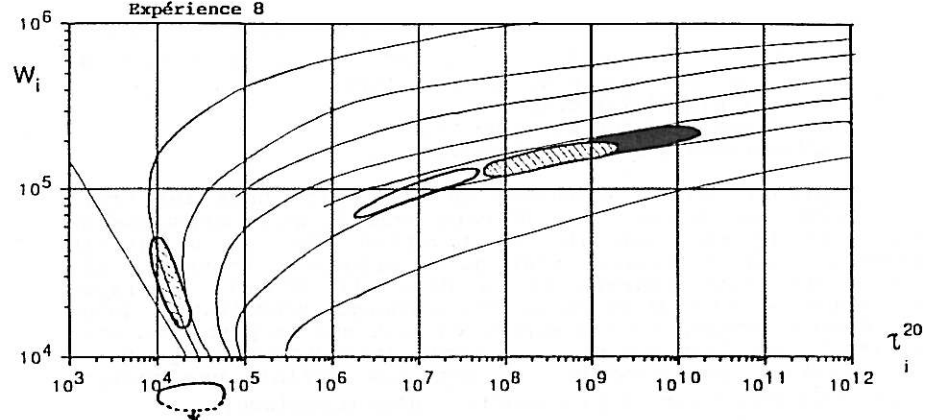
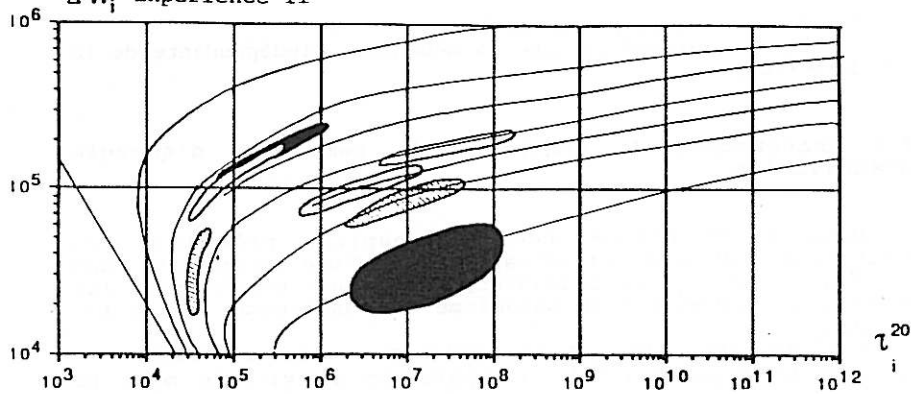
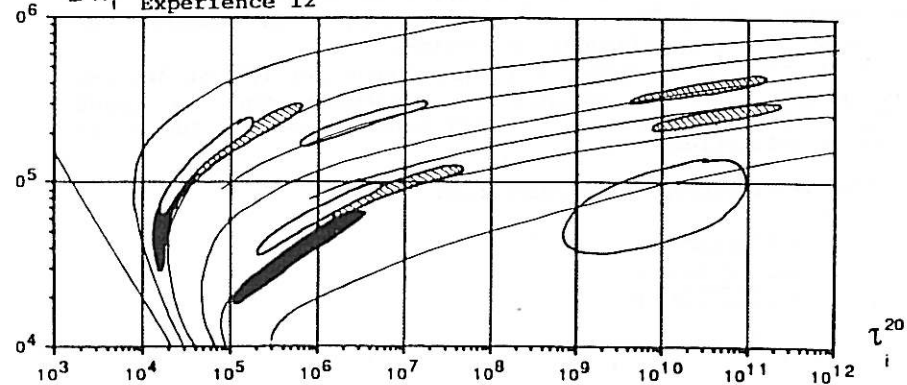
Nous avons estimé dans le chapitre précédent les incertitudes numériques et de variabilité d'une expérience. Dans les graphes des pages suivantes, sont donc représentés les domaines d'existence d'un mécanisme en respectant les règles suivantes:

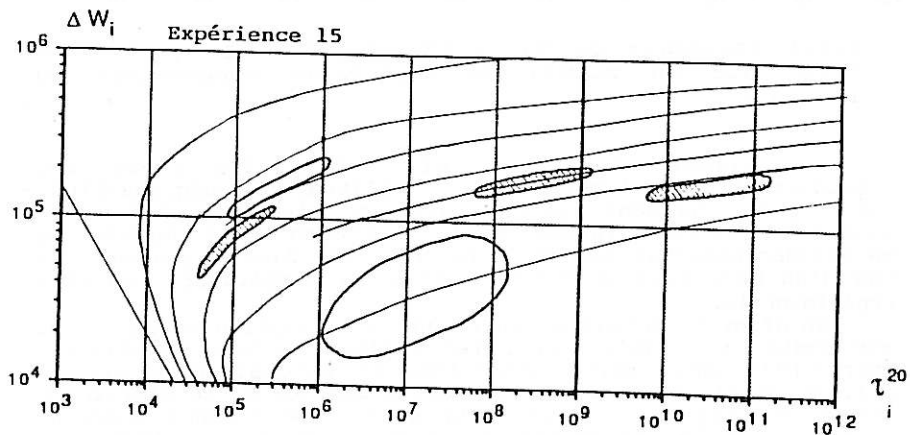
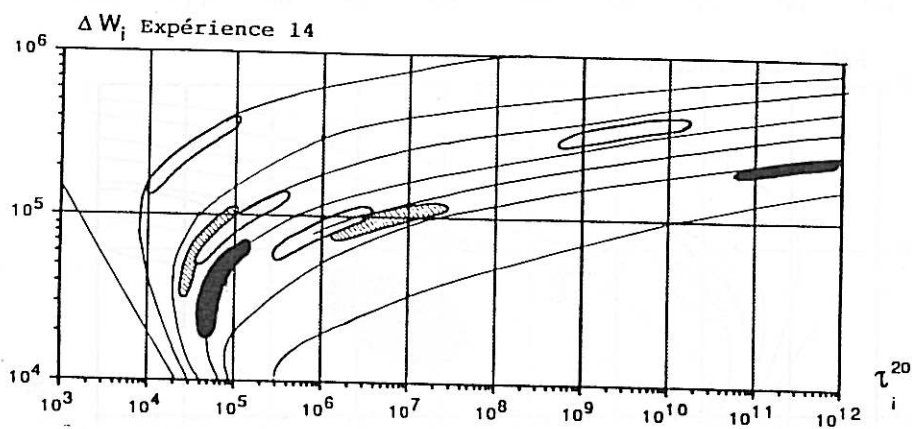
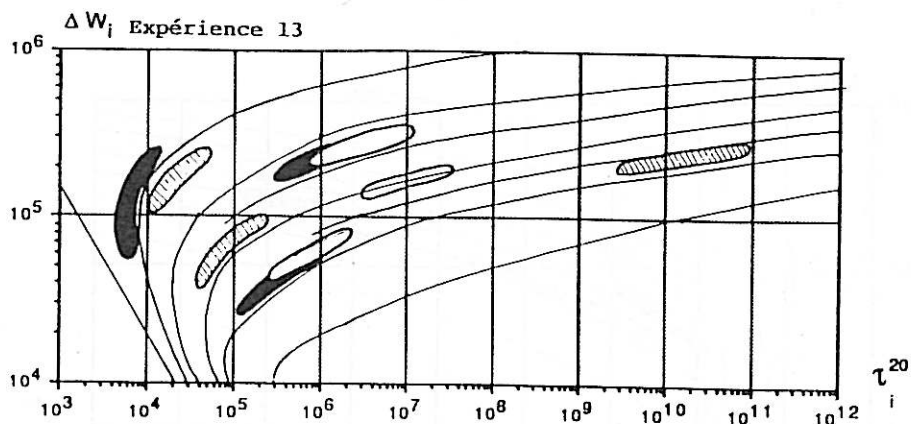
- si dans une direction une seule éprouvette est testée.
 $T = T_{\text{numérique}} \pm 5^\circ\text{C}$ (température de vitesse maxi de fluage)
 $\tau^{20} / \tau^{20}_{\text{numérique}} \in [0,1;10]$
- si dans une direction deux éprouvettes sont testées, les deux couples $(\tau_i^{20}, \Delta W_{i1})$, $(\tau_i^{20}, \Delta W_{i2})$ jugés représentatifs du même mécanisme, appartiennent au domaine.
- si $T > 100^\circ\text{C}$ ou $T > 20^\circ\text{C}$, l'incertitude sur τ_i^{20} et ΔW_i est très grande, car la réponse de l'élément dans la gamme $[20^\circ\text{C}, 100^\circ\text{C}]$ est peu sensible à ces deux paramètres (début ou fin de la relaxation)

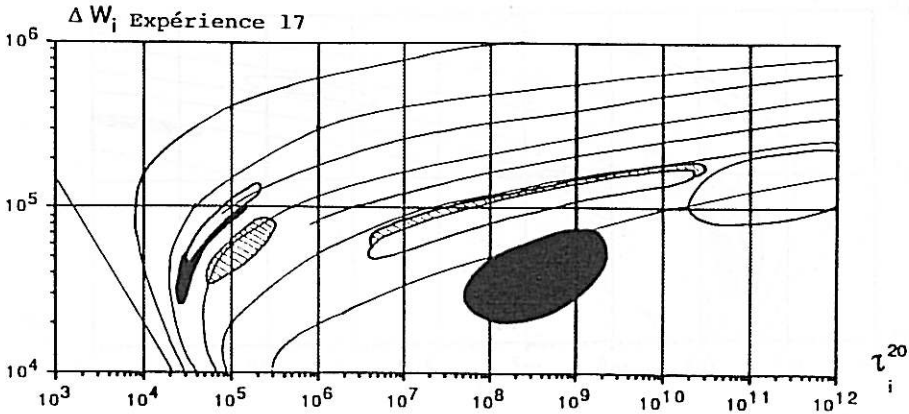
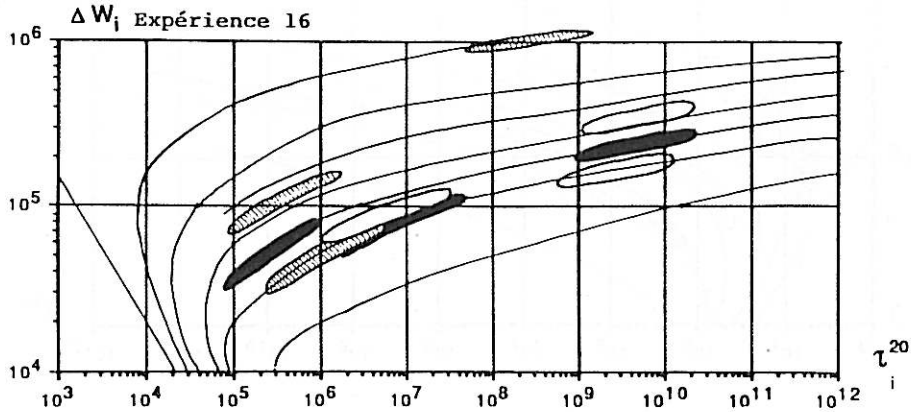
Chaque direction est repérée par:



Expérience 8

 ΔW_i Expérience 11 ΔW_i Expérience 12





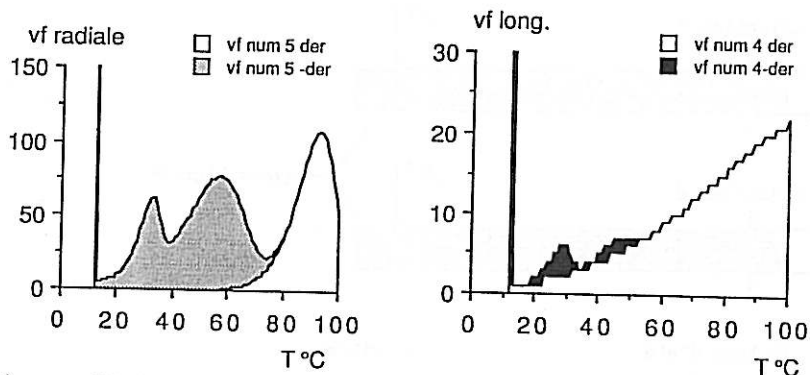
1.1.1 Incidence de la découverte d'un T supérieur à T_{maxi} , sur le nombre de mécanismes nécessaires au lissage.

Les directions radiale et tangentielle présentent généralement 3 ou 4 mécanismes d'amplitude non négligeables, alors qu'ils ne sont pas tous aisément discernables dans la direction longitudinale. Cette différence de nombre de mécanismes observés est due à la détection dans la plupart des cas d'un mécanisme de T supérieur à la température maximale expérimentale.

En effet ce mécanisme induit une accélération de la flèche sur toute la plage d'étude. Les maximums locaux observables avant 100°C dans cette direction, ne nécessitent alors la définition que de mécanisme de faible amplitude. La vitesse de fluage qui lui est associée peut alors être du même ordre de grandeur que les irrégularités d'évolution de la flèche. Le

mécanisme devient alors indiscernable par le logiciel de dépouillement (voir ci-dessous)

Dans les directions radiale et tangentielle, le maximum de vitesse de fluage de la dernière relaxation appartient le plus souvent au domaine de température observées. La largeur du pic est alors mieux définie et l'énergie d'activation est alors calculable avec précision. Cette énergie d'activation est généralement plus grande que dans le cas précédent, aussi ce mécanisme n'influe que sur la réponse en fin d'essai. Des mécanismes d'amplitude non négligeables sont alors nécessaires pour expliquer les maximums locaux entre 40 et 70°C. D'où l'obtention d'un meilleur lissage à l'aide de 3 ou 4 éléments d'amplitude significative.



figures IV,1,1,1,a et b:

Le dernier mécanisme influe sur toute la plage d'observation, si son T est supérieur à T_{maxi} .

1.1.2 De l'énergie d'activation apparente à la localisation des sources de transition

* directions radiale et tangentielle.

Si l'on note

T_i^R : la température de vitesse maxi de fluage du $i^{\text{ème}}$ mécanisme dans la direction radiale.

T_i^T : la température de vitesse maxi de fluage du $i^{\text{ème}}$ mécanisme dans la direction tangentielle.

Nous observons:

$$T_i^R < T_i^T$$

Vu l'orientation des lignes d'iso- T (figure III,3,1,a), la tendance est donc de découvrir $\Delta w^R > \Delta w^T$. Si les mécanismes observés ont les mêmes sources, l'énergie libre (ΔH) nécessaire à la transition d'un mécanisme doit être la même:

$$\left. \begin{array}{l} \Delta W^R > \Delta W^T \\ \Delta H^R = \Delta H^T \end{array} \right\} \quad \text{--->} \quad p^*R < p^*T \quad (\text{for 4.1})$$

Les charges appliquées suivant R sont environ deux fois plus grande que celle suivant T, mais elle se décompose dans la direction R en deux parties:

- l'une supportée par les rayons ligneux (p_{rl}^R)
 - l'autre supportée par la matrice interfibrillaire (p_m^R)
- $$p^R = p_{rl}^R + p_m^R$$

Dans la direction tangentielle le renfort (fibre ou rayon ligneux) n'est pas présent $p_m^T = p^T$

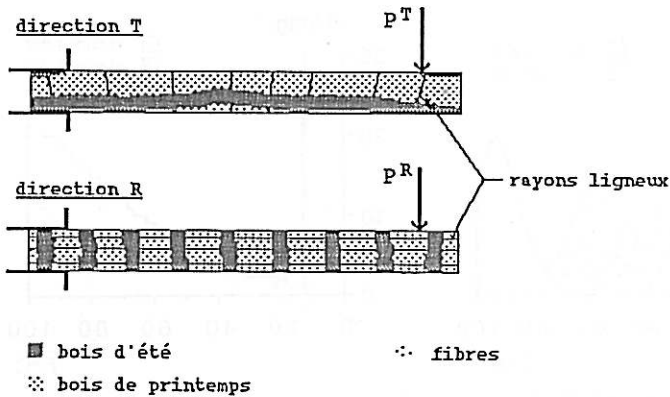


figure IV,1,1,2:

Les rayons ligneux renforcent la direction radiale: la matrice est dans cette direction beaucoup moins sollicitée que dans la direction tangentielle.

Le chapitre I nous a montré que les rigidités élastiques suivant les fibres ou rayons ligneux sont très supérieures à la rigidité de la matrice. L'égalité des déformations implique que:

$$p_m^R \ll p_{rl}^R < p^R = 2p^T = 2p_m^T$$

Si $\left\{ \begin{array}{l} p_m^R = p^R \\ p_m^T = p^T \end{array} \right.$ alors l'inégalité (for 4.1) est vérifiée.

Les mécanismes tels que $\Delta W^R > \Delta W^T$ sont donc susceptibles de prendre leur source dans la matrice plutôt que dans les renforts. L'inégalité nous laisse supposer que les premiers mécanismes observés à partir de $\approx 40^\circ\text{C}$ ($H=12\%$) prennent leur source dans la matrice interfibrillaire plutôt que dans les renforts (fibre ou rayon ligneux).

* direction longitudinale et tangentielle.

La comparaison des directions tangentielles et radiales confirme cette hypothèse. Le premier mécanisme présente des énergies d'activation apparentes équivalentes dans les deux directions. L'amplitude très faible dans la direction

longitudinale (3% du mécanisme qui apparaît à 100°C), nous amène à envisager dans cette réponse, la signature de la flèche due au cisaillement. Cette sollicitation fait bien intervenir principalement la matrice, d'où la quasi-égalité des énergies d'activations.

Par contre la relaxation de grande amplitude qui apparaît vers 100°C, vérifie généralement:

$$\Delta W_1^R > \Delta W_1^T \gg \Delta W_1^L$$

La charge supportée par les fibres est bien plus grande dans la direction longitudinale que dans les autres directions. L'hypothèse selon laquelle ce mécanisme se situe dans la couche S_2 des fibres ou rayons ligneux est en accord avec l'inégalité ci-dessus.

Il semblerait donc que le mécanisme de plus grande amplitude, qui apparaît vers 100°C, serait lié au comportement des renforts; et ceux observables entre 35°C et 70°C, dus au comportement de la matrice.

1.2 Anisotropie de rigidités relaxées

Le paragraphe précédent nous a permis d'expliquer pour un même mécanisme, des décalages du couple (ΔW_1 , τ_1) en fonction de la direction de sollicitation. Il nous est alors possible de comparer les rigidités relaxées d'un même mécanisme suivant la direction de sollicitation.

* Les anisotropies sont supérieures à l'anisotropie "élastique"

Les figures ci-dessous représentent les évolutions de flèche et de vitesse de fluage, normées par les flèches cinq minutes après la mise en charge. Si l'anisotropie du fluage était identique à l'anisotropie "élastique" les courbes de réponse devraient se superposer, ce qui n'est pas le cas (voir page suivante).

Il apparaît sur cet exemple que l'anisotropie de rigidité relaxée du comportement différé est supérieur à l'anisotropie instantanée.

* La quantification de l'anisotropie doit être faite pour chaque mécanisme

Si l'on ne considère que les deux mécanismes principaux qui régissent la réponse pendant l'expérience 12. Le premier apparaît vers 40°C, le second vers 100°C.

L'amplitude du premier mécanisme détecté est trois fois plus grande dans la direction tangentielle que dans la direction radiale. Par contre le parallélisme des deux évolutions des flèches normées en fin d'essai, montre que la contribution du

second mécanisme est la même dans les deux directions. La cellulose des rayons ligneux ne joue plus autant son rôle de renfort.

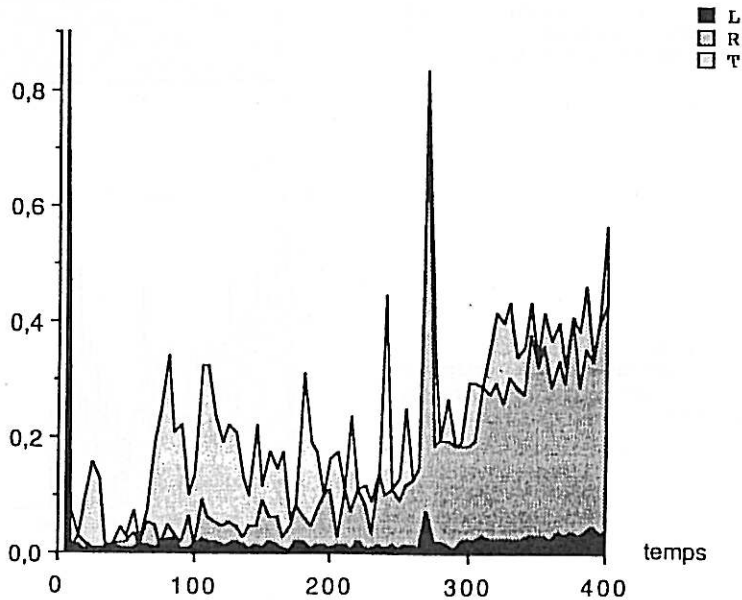
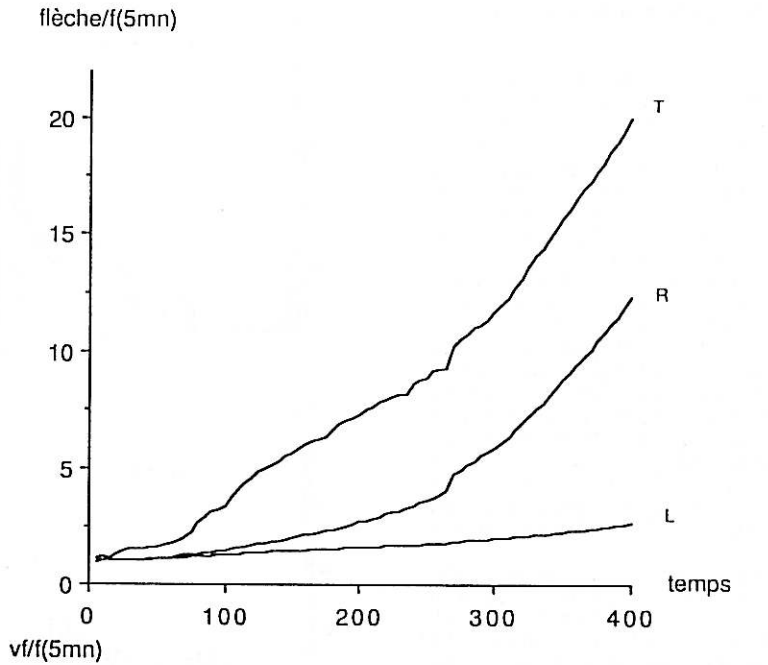
- soit la partie amorphe de la cellulose à transité, ce qui est peu probable à cette température (90°C) et cette humidité (H=10%),

- soit des glissements deviennent possible dans la couche S₂ entre les microfibrilles (la lignine aurait transité)

Il apparait sur cet exemple que les rigidités peuvent servir de guide à l'interprétation des sources d'un mécanisme, ou tout au moins restreindre le champ d'interprétations possibles.

figure IV,1,2,a:

Réponses de vitesse de fluage et de flèche lors de l'expérience 12, normées par les réponses "instantanées" (à 5mn). Les courbes ne se superposent pas.



2 Influence du taux d'humidité

2.1 Epreuves de papier

De la pâte à papier obtenue par un procédé chimique à partir de fibres de feuillus a été recompressée et séchée afin d'obtenir une galette d'épaisseur 10mm. Celle-ci est composée uniquement de cellulose et d'hémicellulose, la lignine ayant été extraite. Trois éprouvettes isocontraintes en ont été tirées puis stabilisées à des taux d'humidité voisins de 36%, 10% et 0% (séchage à 105°C pendant deux jours). Des enveloppes de latex ont limité les échanges avec l'air de l'enceinte. Seule l'éprouvette à 0% a repris de l'humidité de façon non négligeable (voir tableau III, 2, 2, 2). Ceci est imputable au non séchage de l'intérieur de l'enveloppe avant essai.

La même charge ayant été appliquée à chaque éprouvette, les réponses sont directement comparables en flèche. Avec la croissance du taux d'humidité, on observe la décroissance des températures auxquelles se manifestent les transitions.

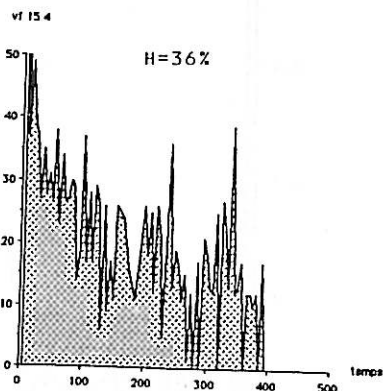
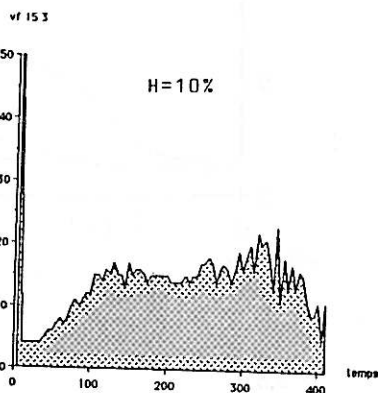
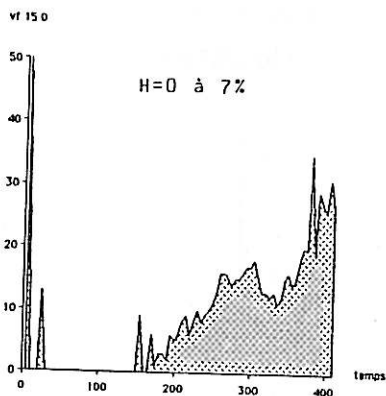


figure IV, 2, 1, a:
Réponses des éprouvettes de papier
à une expérience de fluage à
température croissante.
(expérience 15).

Les T des mécanismes de l'éprouvette de plus fort taux d'humidité, n'appartiennent pas à la plage de température expérimentale [20°C, 100°C]. Les valeurs des paramètres sont susceptibles d'être entachées d'erreur. Cependant nous constatons qu'un accroissement du taux d'humidité H entraîne (figure ci-dessous):

- une chute des constantes de temps à 20°C (τ_{i20})
- une chute des énergies d'activation
- une chute des rigidités relaxées des mécanismes

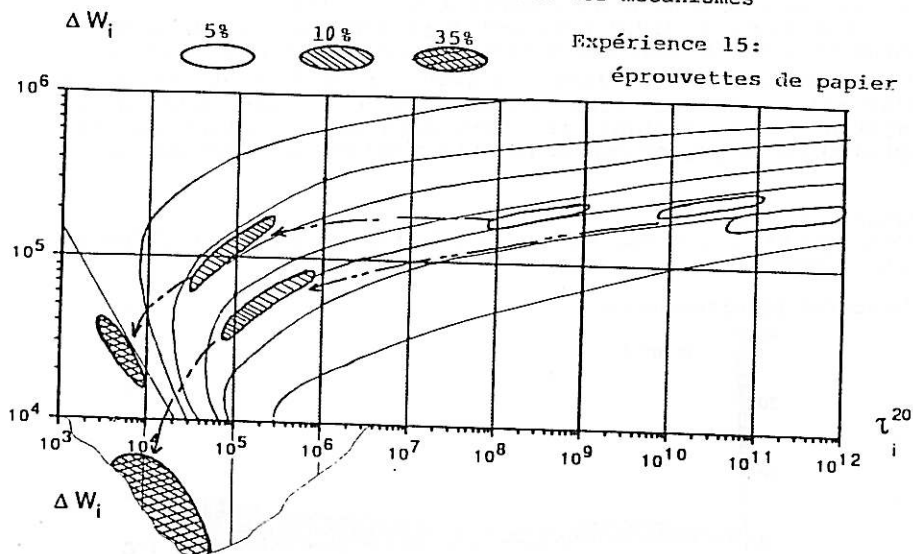


figure IV, 2, 1, b:

Evolutions des paramètres du modèle avec le taux d'humidité pour des éprouvettes en papier.

Deux mécanismes apparaissent au sein de la cellulose et des hémicelluloses, mais nous nous garderons bien d'extrapoler ces résultats aux polymères "in situ", car le traitement chimique d'extraction de la lignine a sans doute modifié leurs caractéristiques mécaniques, et pour un même taux d'humidité global, la quantité de molécules d'eau interagissant avec le polymère considéré, est moindre dans le bois que dans l'éprouvette de papier.

Cet effet de l'eau est dit plastifiant, appellation abusive dans la mesure où le modèle ne présente pas de déformations plastiques irrecevables après la décharge. Il s'agirait plutôt dans effet "fluidifiant".

2.2 Eprouvettes en bois

Les figures page suivantes, montrent les évolutions estimées des transitions avec le taux d'humidité (10%, 14%, 32%), suivant les trois directions d'orthotropie.

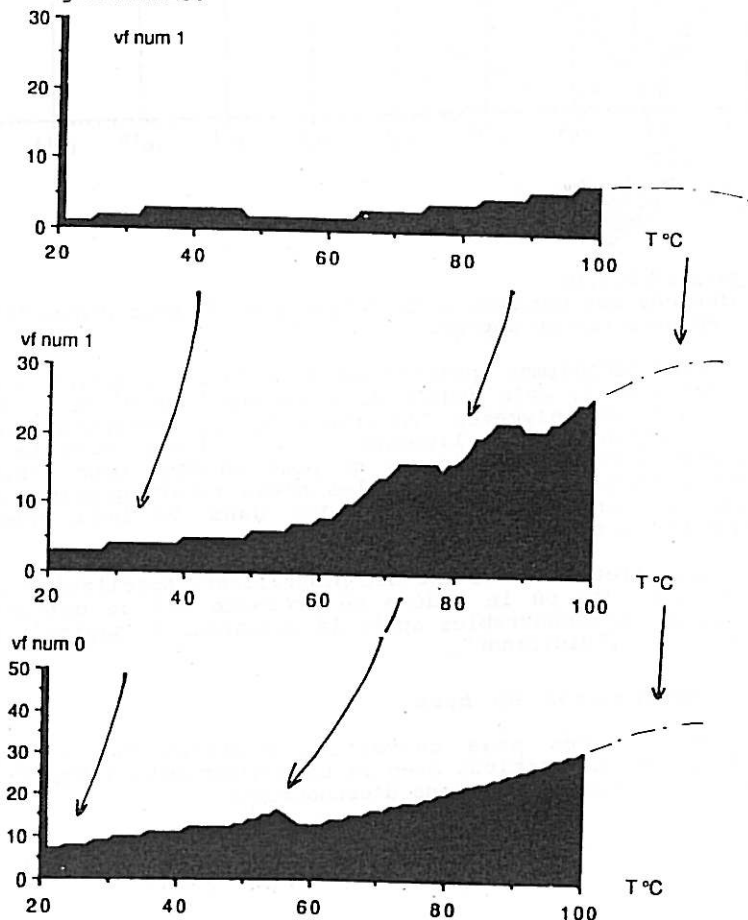
Dans le cas du bois les maximums de vitesse de fluage des transitions sont visibles, alors que pour les éprouvettes de papiers à H=35%, ces maximums étaient déjà inférieurs à 20°C. Cette plus faible sensibilité peut être expliquée par une pénétration moindre des molécules d'eau adsorbées entre les chaînes polymériques, que dans le cas du papier. Il apparaît ici, que si l'on désire modéliser et quantifier l'incidence de l'eau sur le comportement de chaque polymère, il serait nécessaire de définir le taux d'humidité relatif à chacun d'eux.

Les figures (IV,2,2,b) qui représentent l'évolution des paramètres des mécanismes détectés dans le bois, ne permettent pas d'affirmer les décroissances de τ_i^{20} et de ΔW_i avec l'accroissement de taux d'humidité. Ceci est sans doute imputable à la variabilité entre éprouvettes, alors que les éprouvettes de papier pouvaient être considérées comme jumelles.

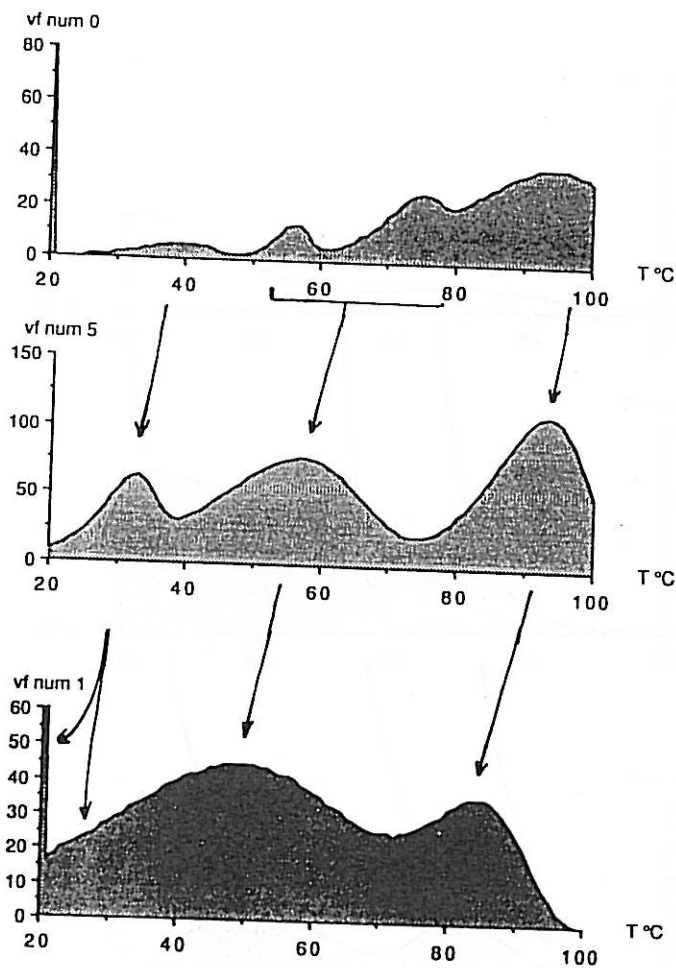
figures IV,2,2,a:

Dans toutes les directions, les mécanismes sont sensibles au taux d'humidité.

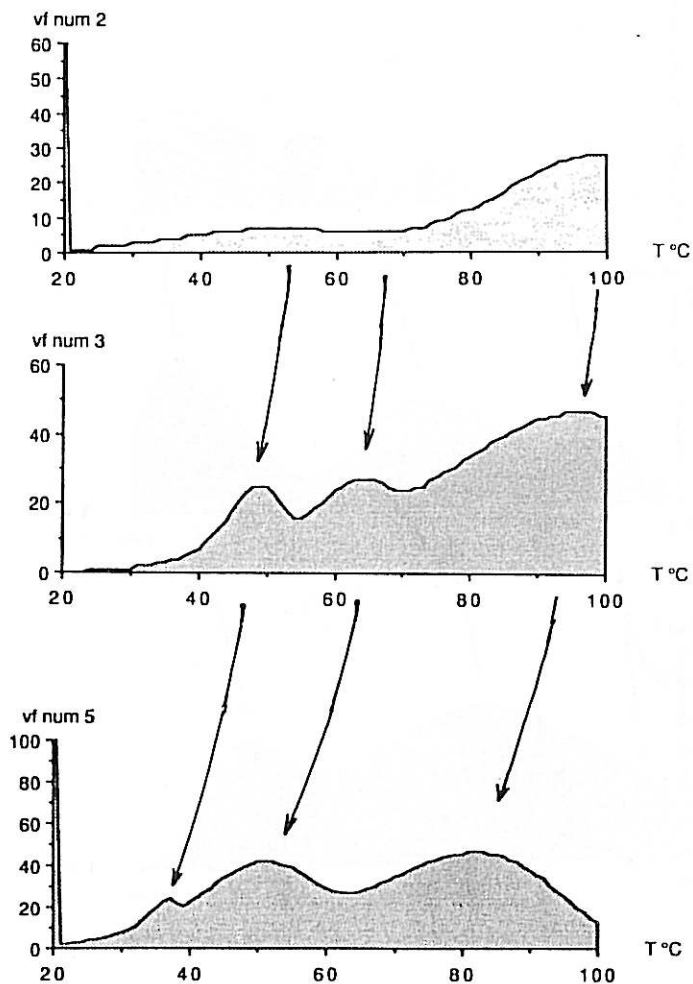
Direction Longitudinale:



Direction Radiale:

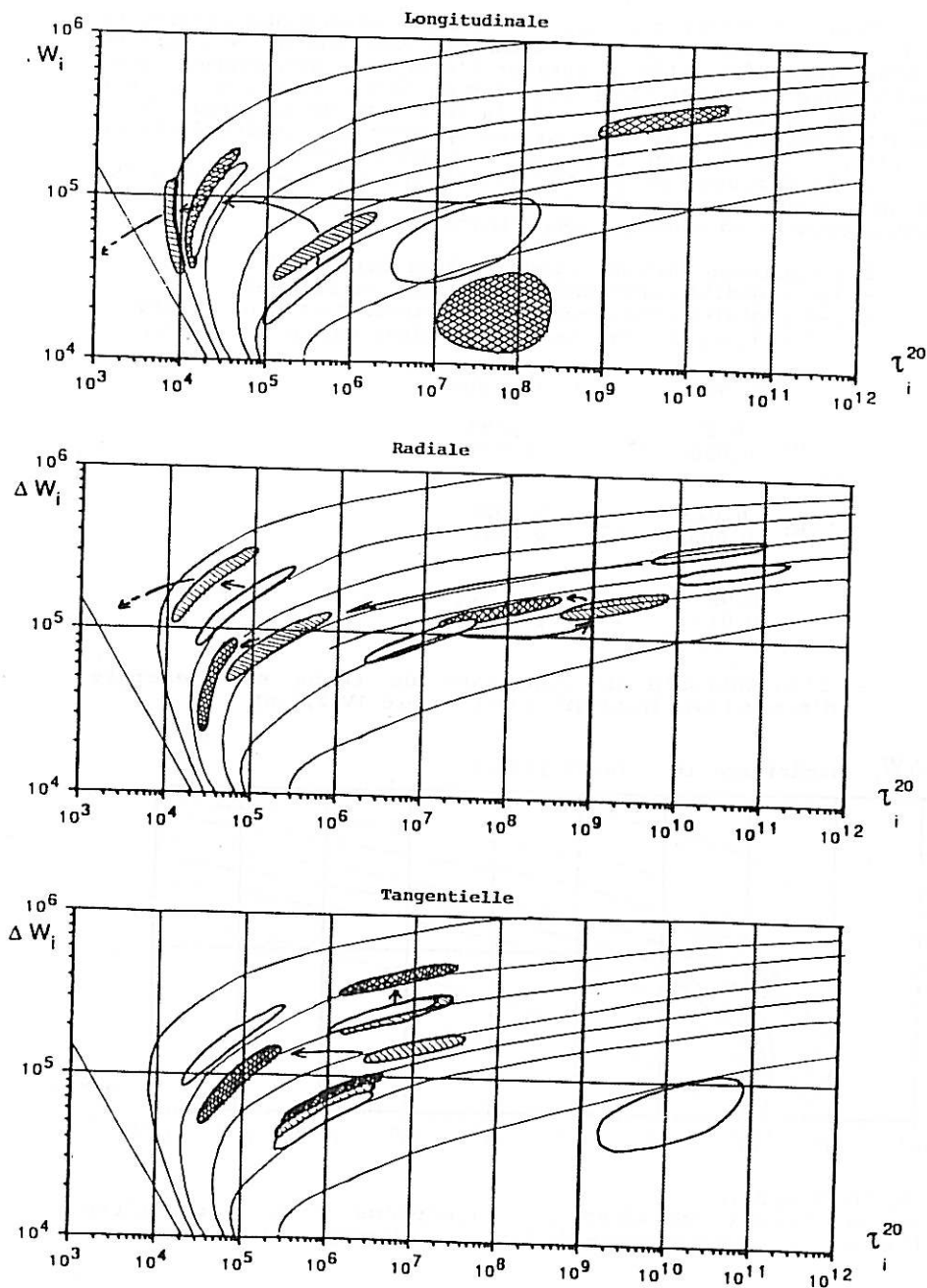


Direction Tangentielle:



figures IV,2,2,b:

La variabilité entre éprouvettes de bois, masque une évolution claire des couples $(\tau_i^{20}, \Delta W_i)$.



2.3 Eprouvettes traitées à l'acétylène

Trois éprouvettes de hêtre ont été traitées une dizaine de jours à 20°C dans un mélange d'anhydride acétique et de pyridine anhydre (2/3+1/3). Afin de retirer l'acétylène surabondant après traitement, elles ont été posées sur du papier filtre et séchées sous vide jusqu'à l'obtention de la stabilité de la masse. Cette dernière fut accrue de 30% pour les éprouvettes longitudinale et radiale, et de 20% pour l'éprouvette tangentielle.

Trois éprouvettes témoins (voies:0,1,2), stabilisée à 15% de taux d'humidité ont été testées en même temps. Les réponses sont présentée en annexe 1 (expérience 16).

Les remarques suivantes peuvent être faites:

- les rigidités instantanées restent inchangées.
- les rigidités relaxées des mécanismes sont plus faibles:
(* indique des valeurs peu précises car de $T > 100^{\circ}\text{C}$)

	K_i hêtre		K_i +acétylène
L:	0.25	-->	0.099
	0.020*		0.035
R:	0.013	-->	0.0022
	0.00057*		0.0046
	0.023	-->	0.00083
T: 0.013			0.0019
	0.00073*		

- l'anisotropie de constante de temps et d'énergie d'activation disparaît (voir figure IV,2,3,a)

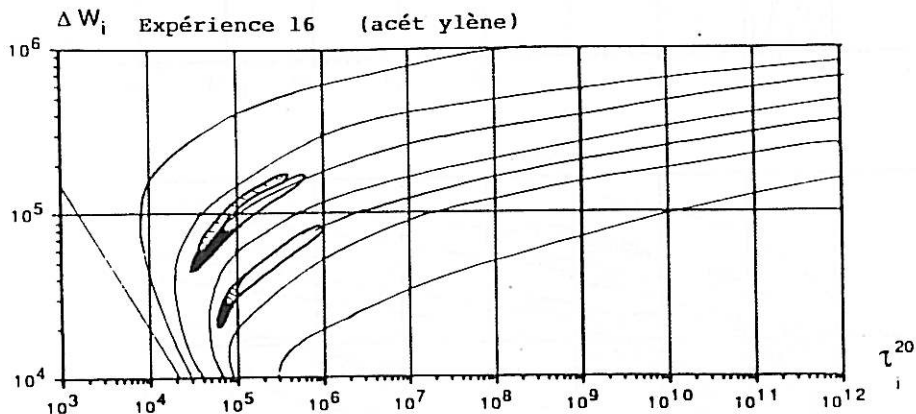


figure IV,2,3,a:

Le traitement chimique à l'acétylène fait disparaître l'anisotropie de constante de temps et d'énergie d'activation.

La question se pose alors, de savoir si l'on observe sur les éprouvettes traitées les mêmes mécanismes, mais dont les propriétés ont été modifiées (fluidification des mécanismes), ou la signature de deux nouveaux mécanismes dus la présence d'acétylène.

La disparition de l'anisotropie semble confirmer la seconde hypothèse. Ces nouveaux mécanismes devraient prendre leur source dans une zone (matrice ou renfort) également sollicitée suivant les trois directions. Les mécanismes qui apparaissent dans les éprouvettes témoins semblent avoir disparus, et pas seulement être dissimulé par les grandes déformations engendrées par les mécanismes dus à l'acétylène.

Nous ne pouvons que formuler des hypothèses: il est de la compétence des chimistes de localiser les molécules d'acétylène sur les chaînes carbonnées, de décrire les influences possibles de ces molécules, et donc de confirmer ou d'infirmer les hypothèses faites ci-dessus.

3 Comparaison avec la littérature

3.1 Maximum de frottement intérieur associé à un mécanisme

L'étude bibliographique du chapitre III nous a montré que la plupart des expériences qui mettent en évidence des transitions, sont faites en vibration. Pour comparer nos résultats, il nous faut donc connaître à quelle(s) fréquence(s) un mécanisme issu d'un dépouillement de fluage à température croissante, induit un maximum de frottement intérieur.

Le frottement intérieur est donné par le rapport de l'énergie dissipée sur l'énergie restituée pendant un cycle.

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{1}{\pi} \frac{\Delta E}{E_e} = \frac{1}{\pi} \frac{\omega \pi \sum_{i=1}^N \mu_i Y_i^2}{K^0 \gamma^2 + \sum_{i=1}^N K_i Y_i^2}$$

avec:

ω	pulsation d'excitation
K_i, μ_i	rigidité et viscosité du $i^{\text{ème}}$ mécanisme à la température T
Y_i	réponse du $i^{\text{ème}}$ mécanisme

La recherche de la fréquence ω_j^M à laquelle apparaît le maximum de frottement intérieur du au $j^{\text{ème}}$ mécanisme, nécessite la résolution d'une équation de degré N.

$$\frac{d(\operatorname{tg} \delta_j)}{d\omega} = 0 \quad \text{est équivalent à:}$$

$$1 + K_j (1 + \tau_j^2 \omega^2) \left(\frac{1}{K^0} + \sum_{i=1}^N \frac{1}{K_i} \frac{1}{1 + \tau_i^2 \omega^2} \right) \dots$$

$$- \omega^2 \left(2 \frac{K_j}{K^0} \tau_j^2 + \sum_{i=1}^N 2 \frac{\tau_j^2 (1 + \tau_i^2 \omega^2) - \tau_i^2 (1 + \tau_j^2 \omega^2)}{(1 + \tau_i^2 \omega^2)^2} \right) = 0$$

Nous ne présenterons dans ce mémoire que les résultats relatifs au maximum de frottement intérieur dans le cas où chaque élément est considéré seul. La présence des autres mécanismes pouvant déplacer légèrement la pulsation de ce maximum, tout comme la température de maximum de vitesse de fluage T apparaissait décalé lors de la sommation avec les réponses des autres éléments.

Dans le cas d'un mécanisme isolé:

$$\operatorname{tg} \delta_j = \frac{\tau_j \omega}{1 + \frac{K_i}{K_o} (1 + \tau_j^2 \omega^2)}$$

Le maximum est détecté pour:

$$(\omega_j^M)^2 = \frac{1 + \frac{K_o}{K_i}}{\tau_j^2}$$

L'expérience de fluage à température croissante permet en plus de quantifier l'énergie d'activation, donc de connaître l'évolution de τ_j avec la température:

$$\tau_j^T = \tau_j^\infty e^{\frac{\Delta W_j}{RT}}$$

L'ensemble des points (ω_j^M, T) représentatif d'une transition est une droite de pente $-\frac{\Delta W_j}{R}$ dans un graphique $\log(\omega_j^M)$ fonction de $\frac{1}{T}$. Le chapitre III a montré que la loi d'Arrhénius ne pouvait être qu'une approximation (transition β), aussi cette droite sera limitée à un segment, mesure locale de l'évolution avec la température de la transition.

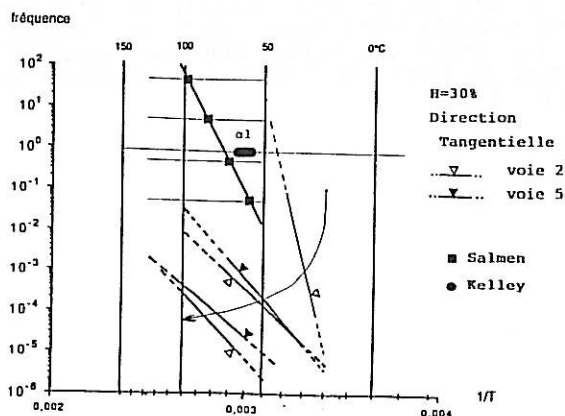
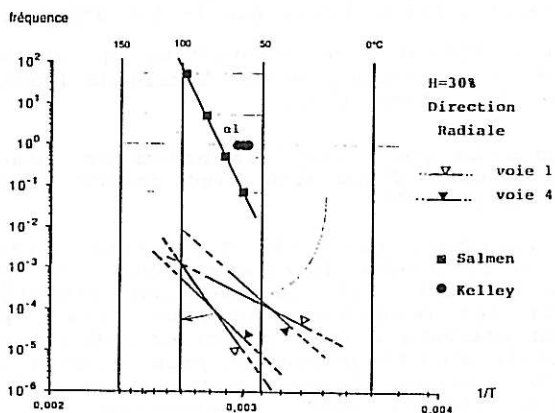
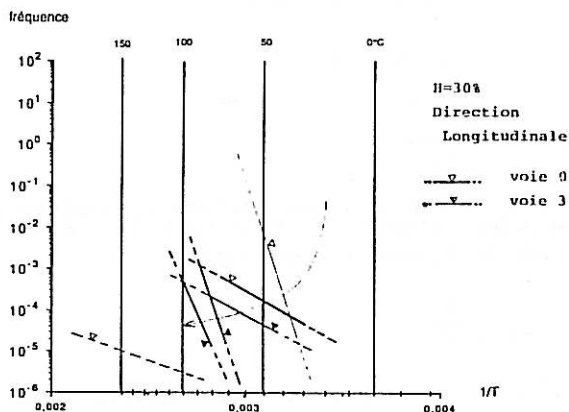
3.2 Comparaison des transitions découvertes à différents taux d'humidité avec celles mise en évidence par Salmen et Kelley

Les résultats présentés ci-dessous correspondent aux maximums de frottement intérieur déduits des expériences de fluage à 1%, 10%, 15%, 35% de taux d'humidité. Afin de distinguer les mécanismes de plus grande amplitude, la convention suivante a été respectée: l'épaisseur du segment représentatif d'un mécanisme est proportionnel à la souplesse relaxée de celui-ci. Lorsque pour une direction et un taux d'humidité donnés, deux éprouvettes ont été testées simultanément, les positions respectives des segments nous fournissent une estimation visuelle de l'incertitude sur la transition détectée (voir figure IV,3,2,a, direction radiale).

Sur les mêmes graphiques ont été reportés les résultats trouvés dans la littérature pour les fréquences basses [Salmen 1984] [Kelley 1987].

figure IV,3,2,a:

Lieux des maximums de frottement intérieur des mécanismes détectés à $H=35\%$.



A la transition α_1 mise en évidence par Salmen, correspond le mécanisme de T_i voisin de 50°C (pour $H=30\%$). L'alignement de nos résultats avec la littérature n'est pas parfait: notre maximum de frottement intérieur apparaît à une température légèrement trop haute. Ceci peut être imputé à l'approximation par la loi d'Arrhénius (une droite) de l'évolution réelle de la transition avec la fréquence.

La seconde transition de plus grande amplitude n'a pas été détectée par Salmen et Kelley car à leur fréquence elle serait apparut à une température supérieure à leur températures expérimentales.

Cette concordance des résultats se retrouve pour les autres taux d'humidité (pages suivantes):

- $H=12\%$ directions tangentielle et radiale
- $H=2\%$ direction radiale

Nous pouvons affirmer que les mécanismes découverts dans notre étude correspondent:

- à la température α_1
- à une autre transition apparaissant à des températures trop élevée pour les essais à des fréquences plus grandes. Nous la repèrerons par ϵ .

Il est à remarquer que la technique expérimentale de fluage à température croissante semble indiquer une possible multiplicité des mécanismes, globalement représentés dans la littérature par la transition α_1 . La pente des segments représentatifs d'un mécanisme sont proportionnels à l'énergie d'activation. La tendance générale de nos résultats est de trouver une énergie d'activation plus faible que dans la littérature (86 kJ/mol à 100 kJ/mol pour α_1 alors que Salmen indique 395 kJ/mol). Ceci est explicable par le niveau de contrainte supérieur développé dans nos essais, que dans les essais de vibration. Pour corriger cet effet, une expérience à plus faible vitesse de montée en température (2 fois plus petite par exemple) permettrait d'explorer l'espace transitionnel suivant une courbe parallèle à l'expérience ici représentée. A l'aide de la nouvelle position du maximum de frottement intérieur l'énergie d'activation pourrait être quantifiée de façon sans doute plus précise.

figure IV,3,2,b:
Lieux des maximums de frottement intérieur des mécanismes
détectés à $H=15\%$.

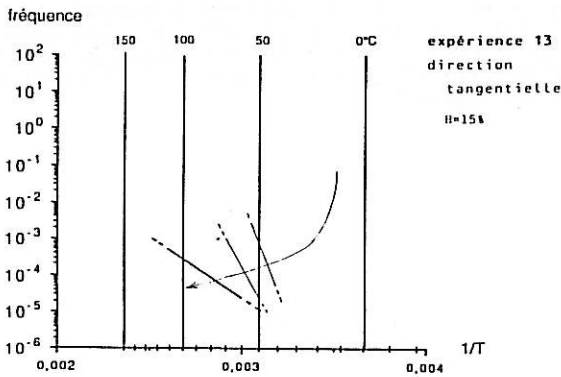
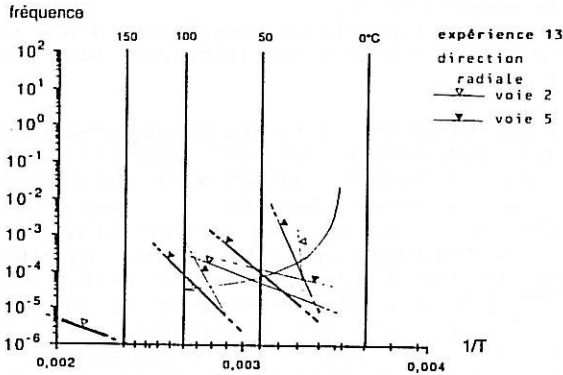
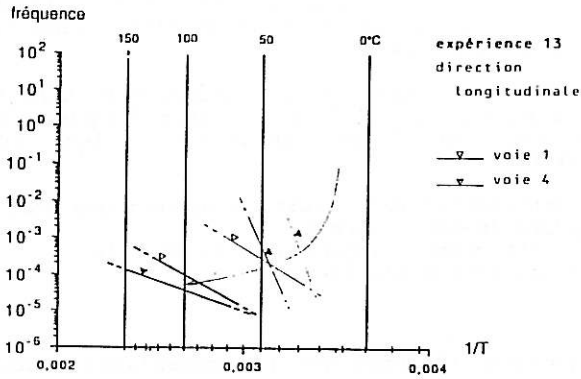


figure IV,3,2,c:
Lieux des maximums de frottement intérieur des mécanismes
détectés à $H=10\%$.

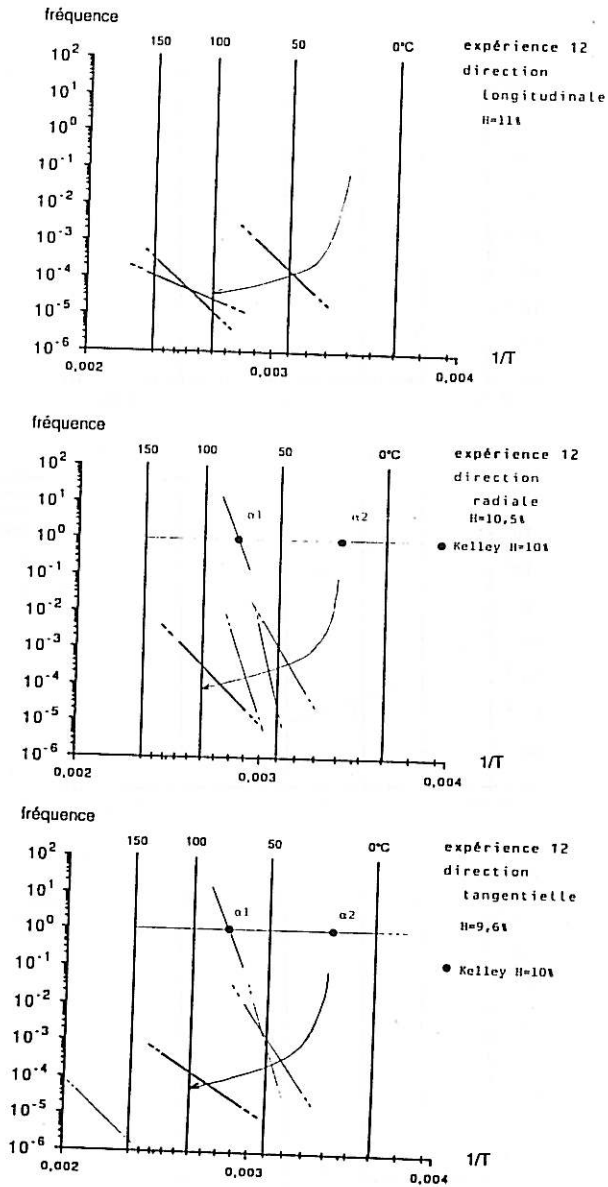
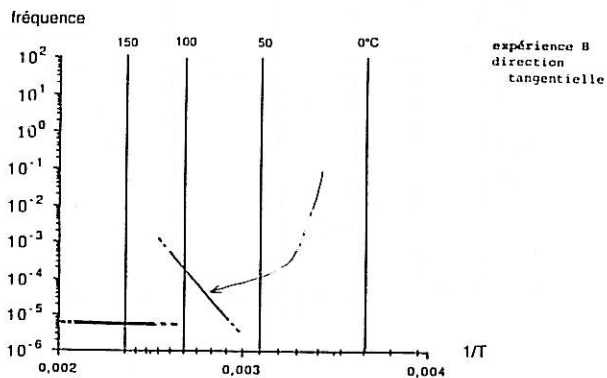
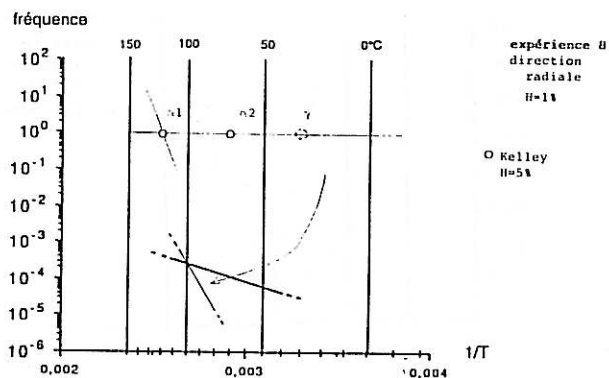
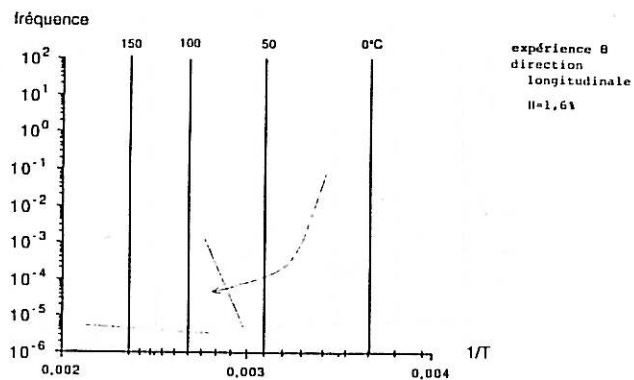


figure IV,3,2,d:
Lieux des maximums de frottement intérieur des mécanismes
détectés à $H \approx 2\%$.



Conclusion

L'expérience de fluage à température linéairement croissante avec le temps, est proposée pour caractériser les matériaux dont le comportement différé est régi par des mécanismes activés thermiquement. Cet essai permet de distinguer à la fois les phénomènes de constante de temps à 20°C de l'ordre de la minute, comme ceux de constante de temps très longue du fait de l'équivalence temps-température. Lors de cet essai les déclenchements des mécanismes apparaissent à des températures différentes.

Un modèle viscoélastique thermoactivé à plusieurs éléments, permet de simuler la réponse du matériau. La constante de temps de retard de chaque élément est choisie dépendante de la température selon une loi d'Arrhénius. Le lissage des points expérimentaux par le modèle donne accès à l'énergie d'activation de chaque mécanisme et ceci à partir d'une seule expérience.

Les incertitudes sur les paramètres du modèle issus de la méthode de dépouillement, de la reproductibilité et de la variabilité entre éprouvettes, ont été évaluées. Si la température de vitesse maxi de fluage d'un élément n'appartient pas à la plage de température expérimentale, la précision sur les résultats est mauvaise. Dans le cas contraire, la précision sur les constantes de temps est comprise entre 0,2 τ et 5 τ , sur les rigidités de $\pm 30\%$. L'incertitude sur l'énergie d'activation, liée à la valeur de τ , est de l'ordre de $\pm 50\%$.

Une transition de grande amplitude que nous notons ϵ , est détectable dans le bois entre 20°C et 100°C, ainsi que plusieurs transitions secondaires. Ces dernières apparaissent plus clairement dans les directions radiale et tangentielle, que dans la direction longitudinale. Elles correspondent à la transition repérée α_1 dans la littérature. La transition de plus grande amplitude (ϵ) détectée à une température supérieure, n'a pas pu être vue dans la littérature.

L'anisotropie du comportement différé doit être quantifiée pour chaque mécanisme. L'anisotropie d'amplitude d'un mécanisme de comportement différé est généralement supérieure à l'anisotropie "élastique". L'énergie mécanique apportée par la sollicitation est différente suivant les trois directions d'essai, et explique donc une anisotropie apparente de l'énergie d'activation d'un mécanisme.

L'analyse de cette anisotropie d'activation apparente permet de formuler des hypothèses quant à la localisation des mécanismes, dans la matrice, les renforts ou les interfaces. La transition principale (ϵ) semble apparaître dans les renforts (fibres et rayons ligneux), alors que les transitions secondaires observées (α_1) seraient sans doute liées au comportement de la matrice (lignines et hémicelluloses).

Le taux d'humidité a une influence sur les paramètres du modèle. Dans le cas du papier un effondrement de la constante de

temps à 20°C et de l'énergie d'activation des mécanismes est visible. Dans le cas du bois anhydre, les transitions des mécanismes n'apparaissent pas dans la plage de température observé [20°C, 100°C]. Une augmentation du taux d'humidité fait décroître les températures de maximum de vitesse de fluage. L'incidence sur chaque paramètre du modèle n'a put toutefois être quantifié due à une hydrophilie plus faible que pour les polymères du papier. De l'évolution des paramètres ne se dégage pas de tendance claire.

L'imprégnation de bois anhydre par de l'acétylène fait apparaître deux nouvelles transitions. Ceci montre clairement que les mécanismes de relaxation du matériau bois observables macroscopiquement, sont dues aux polymères constitutifs, à leurs interactions. Le mécanicien se doit de décrire les signatures macroscopiques de ces transitions, mais il est de la compétence des chimistes d'en fournir les interprétations.

L'essai de fluage à température linéairement croissante est prometteur. Cependant la trop forte incertitude sur les paramètres d'un mécanisme, dont le maximum de vitesse de fluage n'est pas visible entre les deux températures d'essais, nécessiterait l'augmentation de cette plage de température (refroidissement par exemple). Des essais sur un matériau moins complexe que le bois (polymère isotrope du type PMMA) et dont les transitions sont bien connues, fournira une confirmation de la technique expérimentale que l'hydrophilie du bois et la variabilité entre éprouvettes, nous a rendu difficile.

Bibliographie

- G.A. BERNIER - D.E. KLIDE 1967
 "Dynamic mechanical behavior of birch compared with methyl methacrylate impregnated birch from 90° to 475°K"
 Forest product journal vol 18 n°4 pp 79-82
- BECKER - NOACK 1968
 "Studies on the dynamic torsional viscoelasticity of wood"
 Wood science and technology vol 2 pp 213-230
- J. BODIG - B.A. JAYNE 1982
 "Mechanics of wood and wood composites"
 éd. Van Nostran Reinhold Company N-York
- J.L. CARIOU 1987
 "Caractérisation d'un matériau viscoélastique anisotrope: le bois"
 Thèse de l'Université de Bordeaux I janvier 85
- M^c CRUM - E.L. MORRIS 1962
 "On the mesurement of activation energies for creep and stress relaxation"
 Phil. Mag. vol 7 pp 2115-2118
- M^c CRUM - D.L. PEARCE 1973
 "Determination of activation energy for creep by T-jump in absence of k-effect"
 Nature physical science vol 243 n°125 pp 52-54
- J.I. DUNLOP 1978
 "Damping loss in wood at mid kilohetz frequencies"
 Wood science and technology vol 12 pp 49-62
- F. EL AMRI 1988
 "Contribution à la modélisation élastique anisotrope du matériau bois - feuillus et résineux"
 thèse de l'INPL NANCY Juillet 1988
- A. FOUDJET 1986
 "Contribution à l'étude rhéologique du matériau bois"
 Thèse d'état Université de Lyon I
- W. GALL - M^c CRUM 1961
 "Internal friction in stereoregular polymethym methacrylate"
 Journal of polymer science vol 1 pp 489-495
- J.M. GENEVAUX - D. GUITARD 1987
 "Comportemnt différé du matériau bois: choix et identification d'un modèle"
 Actes du colloque 'Science et industrie du bois' Nancy Avril 1987
- D.A.I. GORING 1963
 "Thermal softening of lignin, hemicellulose and cellulose"
 Pulp and paper magazine of Canada vol 64 n°12 pp 517-527

- G.M. GUERRIN 1986
 "Frottement intérieur tridimensionnel dans la matière ligneuse. Influence des paramètres température et humidité."
 Séminaire du Groupement Scientifique 'Rhéologie du bois'
 Nogent/Vernisson Septembre 1986
- D. GUITARD 1969
 "Etude du comportement réel des solides dans le domaine de l'élasticité conventionnelle"
 Thèse d'état Faculté des sciences de l'université de Nancy
 octobre 69
- D. GUITARD 1987
 "Mécanique du matériau bois et composites"
 éd. Cepadues Toulouse
- D. GUITARD - J.M. GENEVAUX 1987
 "Vers un matériau technologique: le bois"
 Symposium Franco-Polonais Villard-de-Lens Octobre 1987
 Archives of Méchanics
- W.E. HILLIS 1975
 "The role of wood characteristics in high temperature drying"
 Journal of the institute of wood science vol 7 n°2
- C. HUET 1988
 "Some aspects of the thermo-hygro-viscoelastic behavior of wood"
 Actes du colloque scientifique européen 'Comportement mécanique du bois' Bordeaux juin 88
- Y. JOUVE - C. SALES 1986
 "Influence de traitements physico-chimiques sur le fluage du matériau bois et la relaxation des contraintes"
 Séminaire du Groupement Scientifique 'Rhéologie du bois'
 Nogent/Vernisson Septembre 1986
- S.S. KELLEY - T.G. RIALS - W.G. GLASSER 1987
 "Relaxation behavior of the amorphous components of wood"
 Journal of material science vol 27 pp 617-624
- F.P. KOLLMAN - W.A. COTE 1968
 "Principles of wood science and technology - vol I: Solid wood"
 Springer-Verlag Berlin Heidelberg N-York Tokyo
- C. LE GOVIC - B.FELIX - A.HADJ HAMOU - F.ROUGET - C.HUET 1986
 "Mise en évidence d'une équivalence temps-température et modélisation du fluage du bois"
 Séminaire du Groupement Scientifique 'Rhéologie du bois'
 Nogent/Vernisson Septembre 1986

- B. MAXWELL 1956
 "An investigation of the dynamic mechanical properties of polymethyl methacrylate"
 Journal of polymer science vol 20 pp 551-556
- J. GRIL 1987
 "Une modélisation du comportement hygro-rhéologique du bois à partir de sa microstructure"
 Thèse de l'Université Paris VI juin 87
- J. LEMAITRE - J.L. CHABOCHE 1985
 "Mécanique des matériaux solides"
 éd. Dunod Paris
- P. NAVI 1988
 "Three dimensional modeling of the wood microstructure for the prediction of the fiber elastic properties"
 Actes du colloque scientifique européen 'comportement mécanique du bois' Bordeaux juin 88
- M. NORIMOTO - T. YAMADA 1969
 "The dielectric properties of wood I: effect of the moisture content on dielectric properties of wood at wave length 3,2cm"
 Journal of japan wood research society vol 15 n°2 pp 56-61
- M. NORIMOTO - T. YAMADA 1969
 "The dielectric properties of wood II: temperature dependences of dielectric properties of wood in absolutely dried condition"
 Wood research japan n°46 pp 1-9
- M. NORIMOTO - T. YAMADA 1969
 "The dielectric properties of wood III: The relationship between dielectric loss factor and specific gravity of wood"
 Journal of japan wood research society vol 16 n°8
- M. NORIMOTO - T. YAMADA 1970
 "The dielectric properties of wood IV: on dielectric dispersions of oven-dried wood"
 Wood research japan n°50 pp 36-49
- M. NORIMOTO - T. YAMADA 1971
 "The dielectric properties of wood V: on the dielectric anisotropy of wood"
 Wood research japan n°51 pp 12-32
- M. NORIMOTO - T. YAMADA 1972
 "The dielectric properties of wood VI: on the dielectric properties of the chemical constituent of wood and the dielectric anisotropy of wood"
 Wood research japan n°52 pp 31-43

- B. MAXWELL 1956
 "An investigation of the dynamic mechanical properties of Polymethyl Méthacrylate"
 Journal of Polymer Science vol20 pp 551-556
- H. POLGE 1966
 "Utilisation des spectres de diffraction des rayons X pour les études de qualité des bois"
 Deuxième thèse Station qualité des bois CRF
 Champenoux
- A. RANTA-MAUNUS 1975
 "The viscoelasticity of wood at varying moisture content"
 Wood science and technology vol 9 pp 189-205
- L. SALMEN 1984
 "Viscoelastic properties of *in situ* lignin under water-saturated conditions"
 Journal of material sciences vol 19 pp 3090-3096
- L. SALMEN - E.L. BACK 1977
 "The influence of water on the glass transition temperature of cellulose"
 Tappi Décembre 1977 vol 60 n°12 pp 137-140
- E.R. SCHAEFFER 1978
 "Time-temperature dependency of longitudinal mechanical behavior of dry douglas-fir"
 NSF workshop on 'General constitutive relationships for wood and wood based materials.' 16-19 juillet 1978
 pp 234-278 Minnowbrook N-York.
- SCHNIEWIND - BARRETT 1972
 "Wood as a linear orthotropic viscoelastic material"
 Wood science and technology vol 6 pp 43-57
- F.R. SCHWARZL 1984
 "On the glass transition of amorphous polymers"
 Proc. IX International congress on rheology Mexico
- N. TAHANI 1988
 "Modélisation des contraintes internes dans les matériaux orthotropes cylindriques: séchage d'un billon soumis à un gradient radial d'humidité"
 Thèse de l'Institut Polytechnique de Lorraine juillet 88
- E.V. THOMPSON 1968
 "Secondary processes of polymethyl methacrylate and their activation energies as determined by shear and tensile compliance measurement"
 Journal of polymer science part A-2 vol 6 pp 443-449
- E. VITTECOQ 1988
 "Composite 2D à fibre haute résistance: caractérisation du comportement de compression"
 Compte rendus des JNC6 Paris

M.W. WOLKENSTEIN - O.B. PTITSYN 1957
"The transition into the vitreous state and the hydrogen
bonds"
Symposium on hydrogen bonding Ljubljana 29july-3august 57
Pergmon Press London N-York Paris

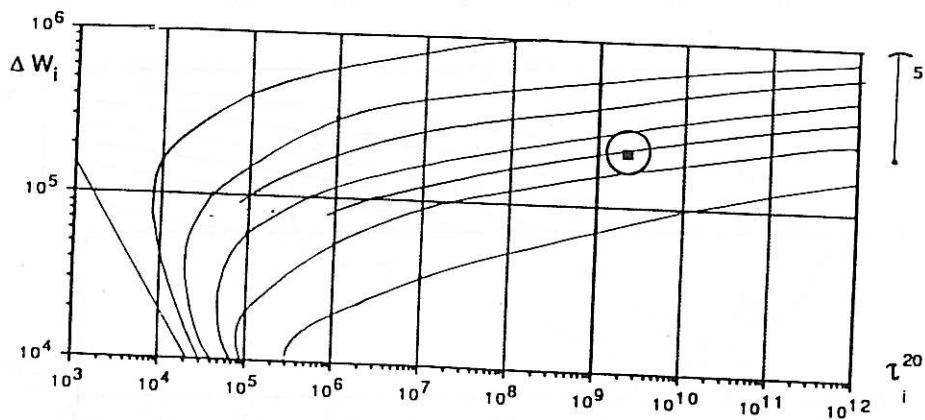
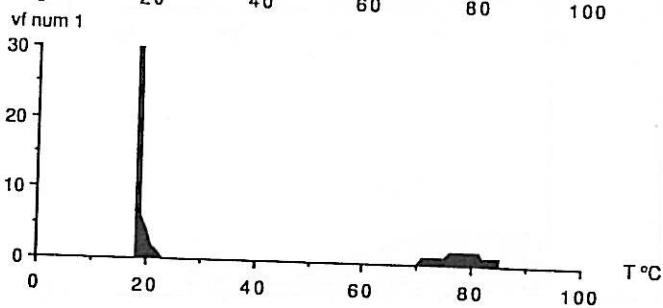
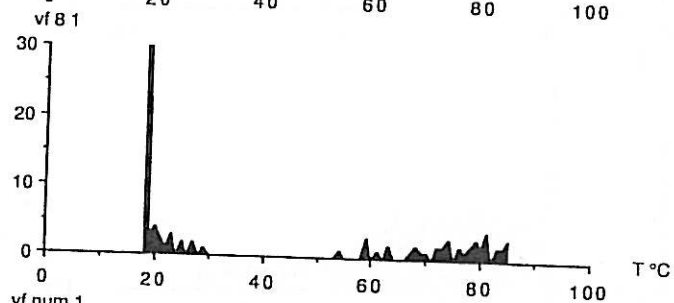
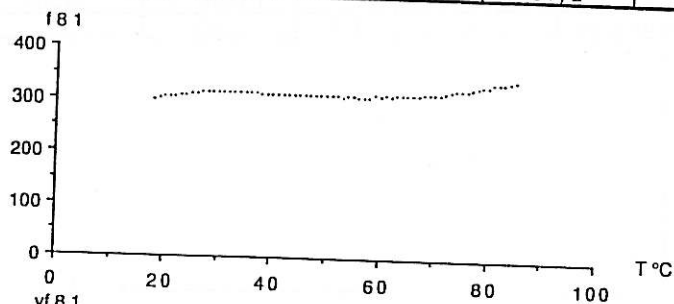
Annexe I

Les flèches (f) et les vitesses de fluage (v_f) sont mesurées à 60mm de l'encastrement et sont exprimées en μm .

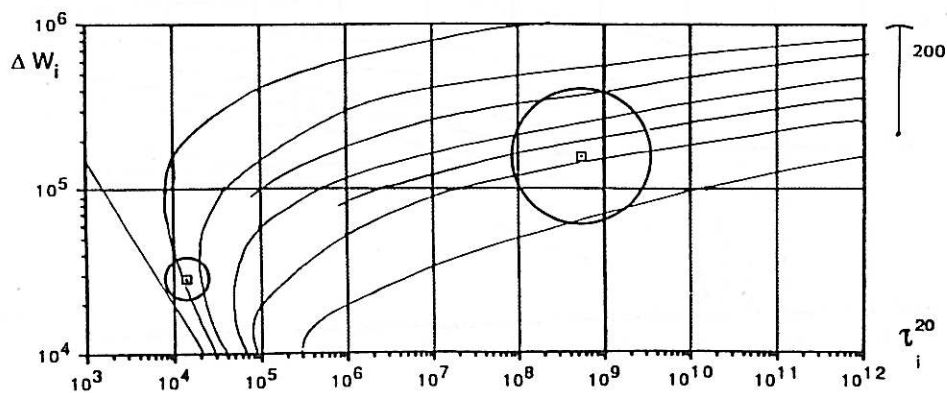
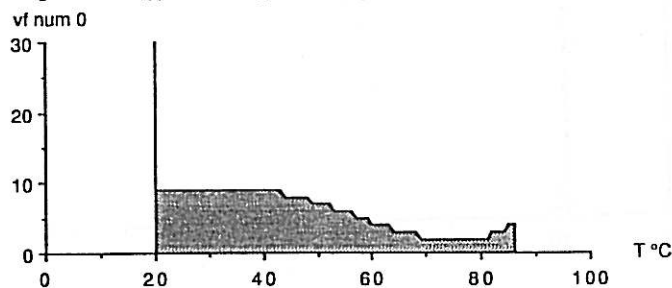
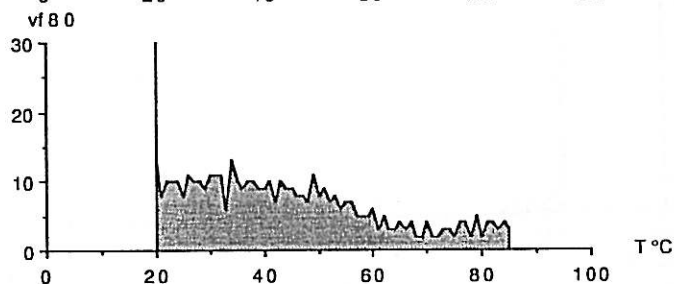
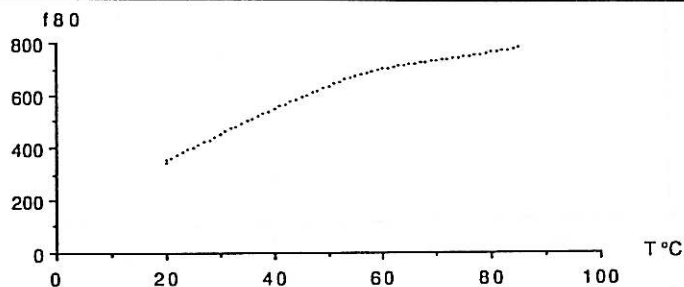
Les charges sont appliquées à 90mm de l'encastrement.

Les constantes de temps (τ) sont exprimées en secondes, les énergies d'activation (ΔW) en J/mol, les souplesses d'éprouvettes en $\mu\text{m}/\text{N}$.

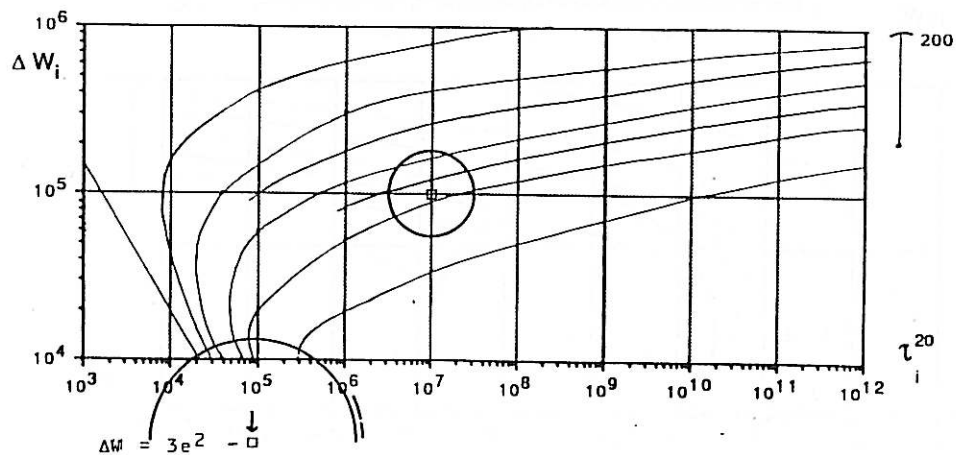
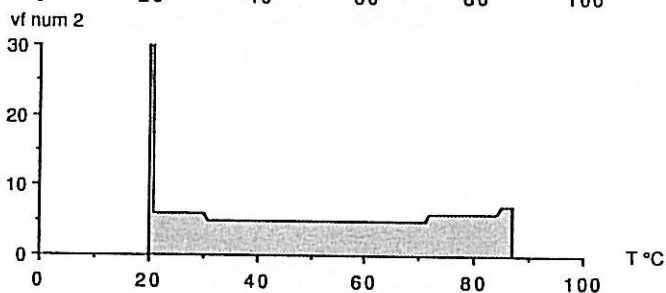
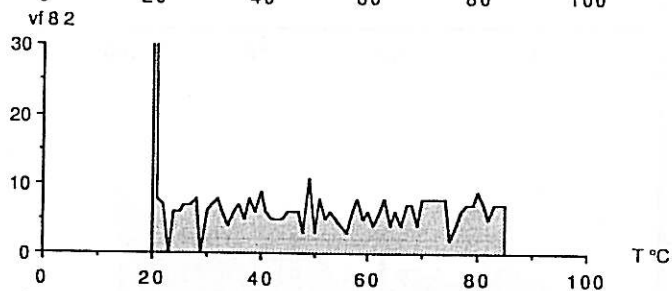
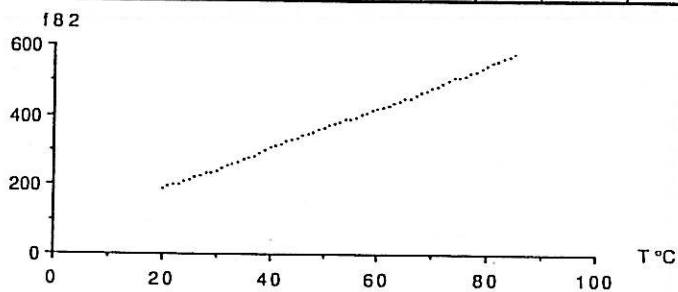
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
8	1	peuplier	L	1,6	37,2	



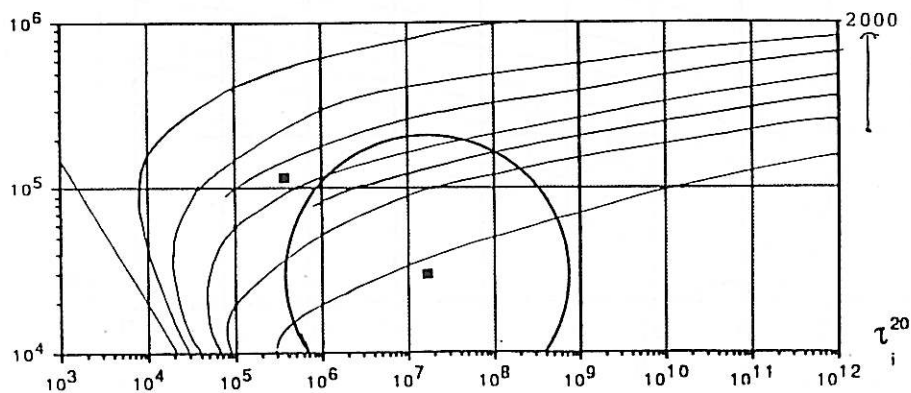
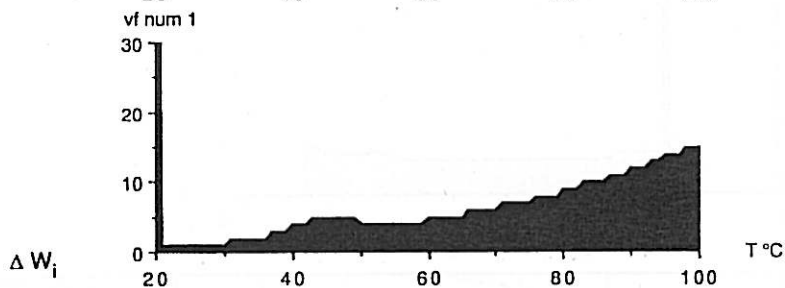
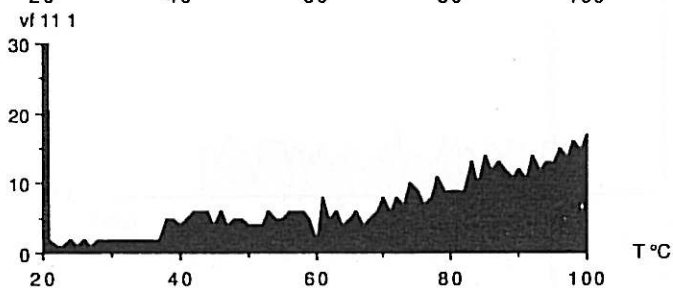
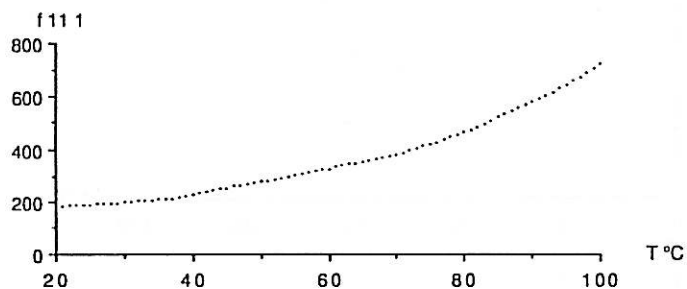
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
8	0	peuplier	R	1,1	3,07	



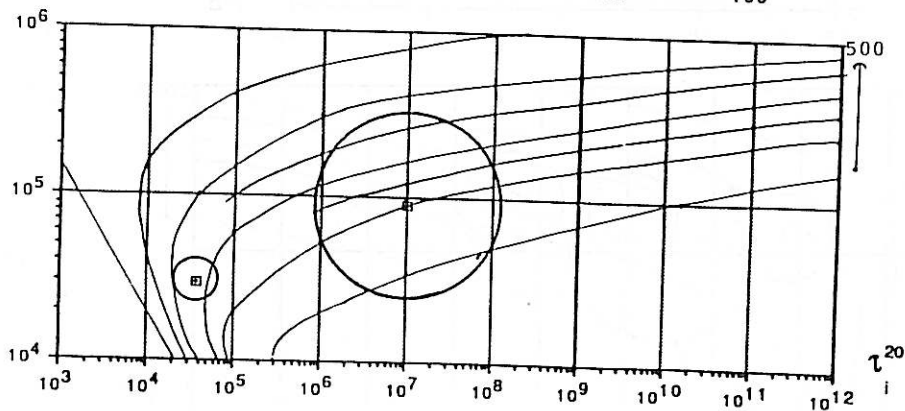
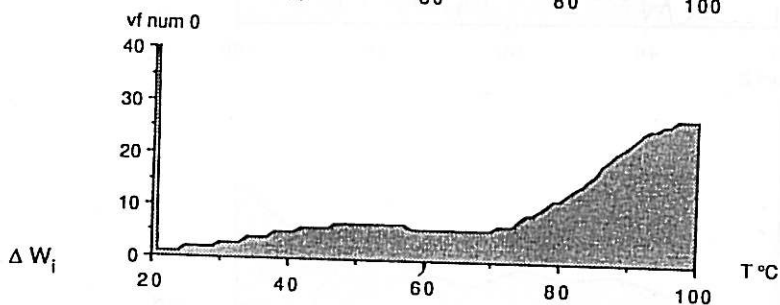
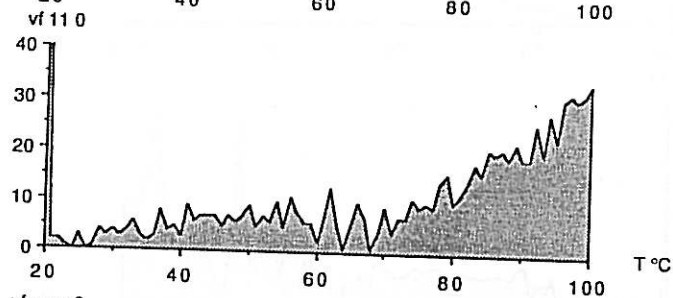
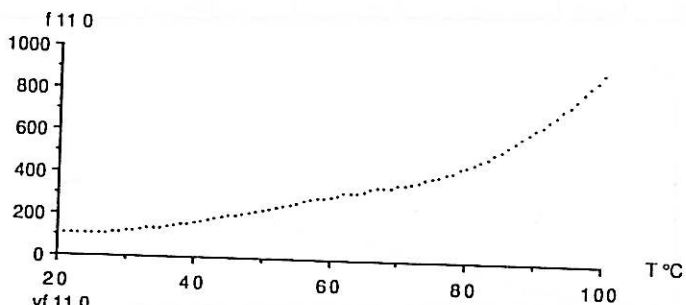
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
8	2	peuplier	T	1,0	0,999	



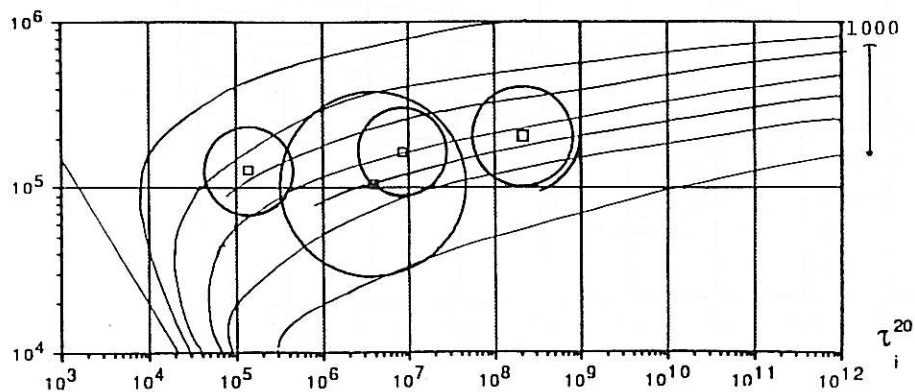
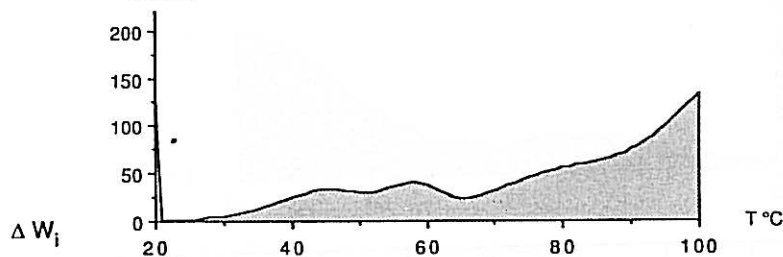
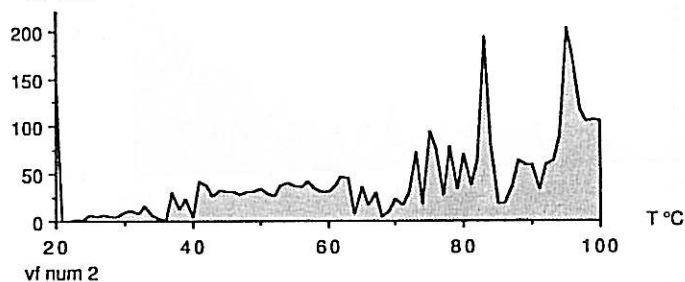
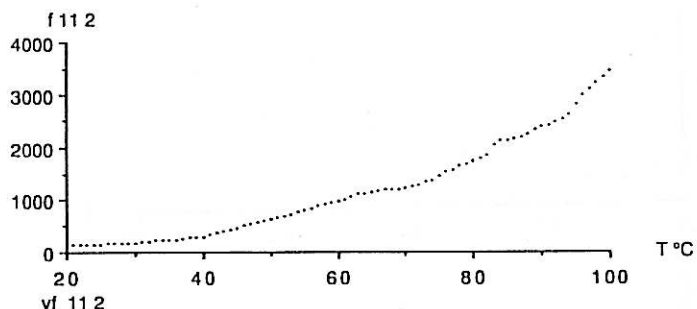
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
11	1	peuplier	L	8,8	25,66	



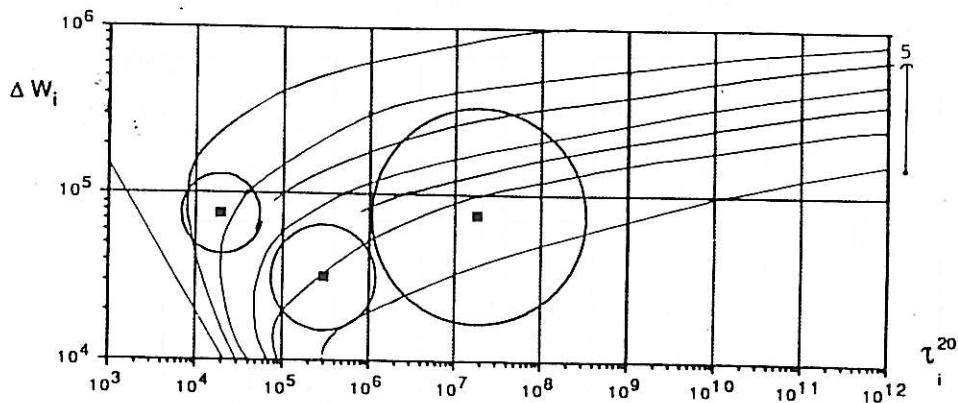
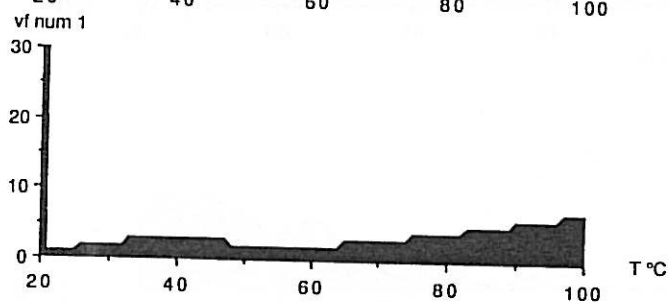
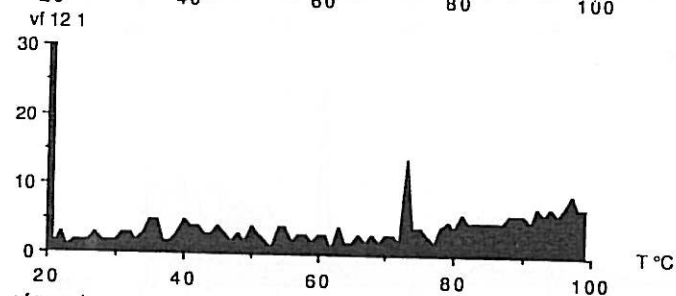
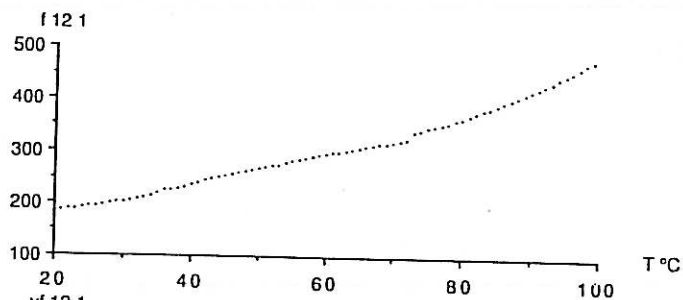
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
11	0	peuplier	R	7,3	2,07	



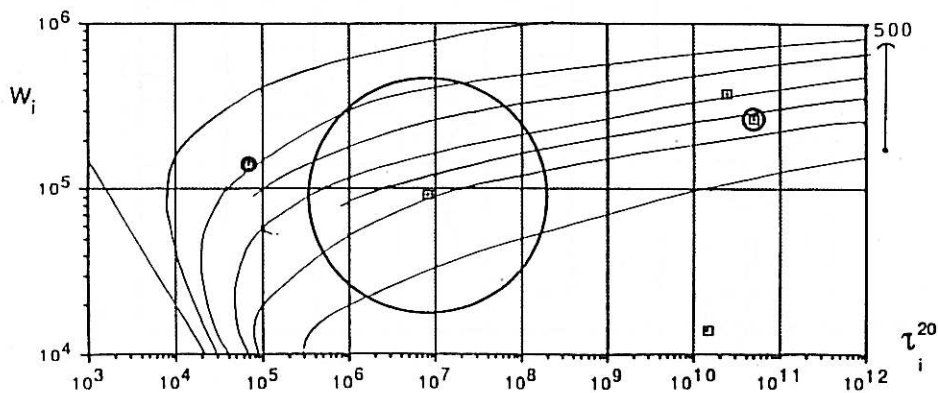
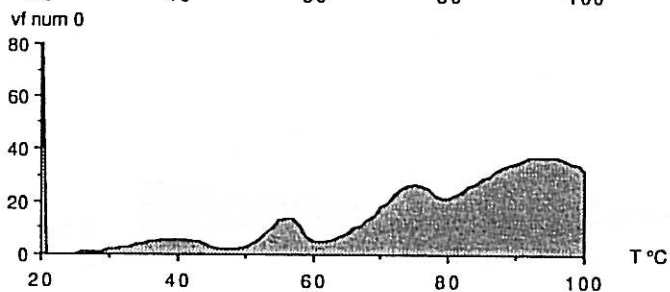
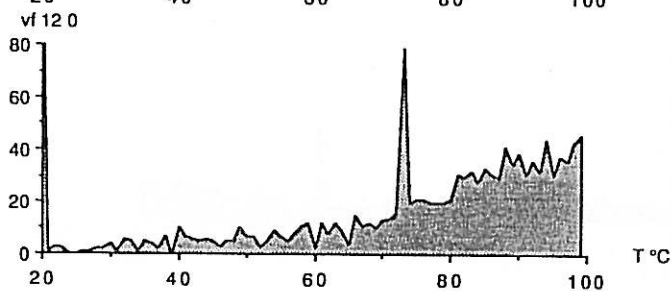
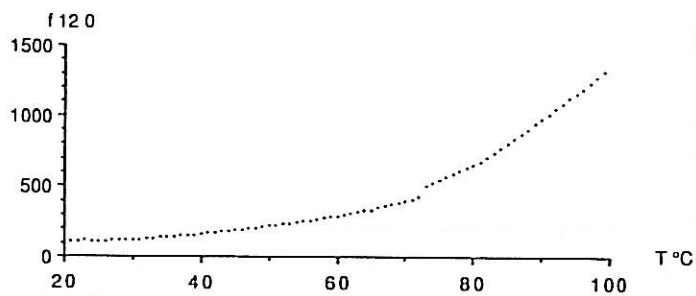
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
11	2	peuplier	T	8,5	0,999	



exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
12	1	douglas	L	10,7	25,66	

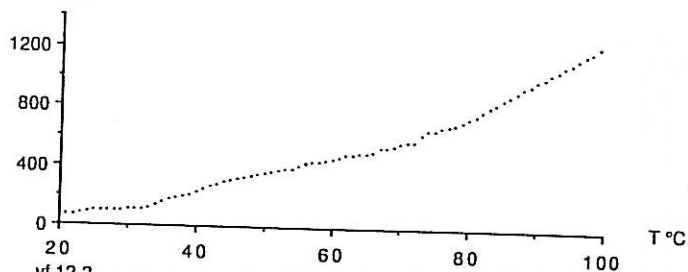


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
12	0	douglas	R	10,5	2,07	

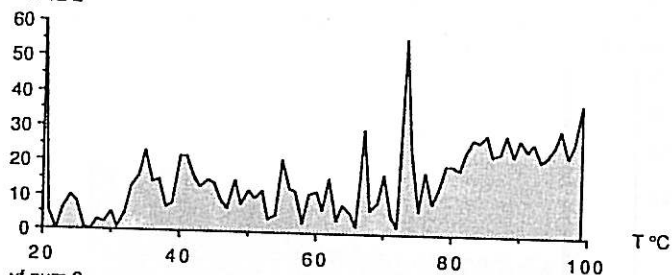


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
12	2	douglas	T	9,7	0,999	

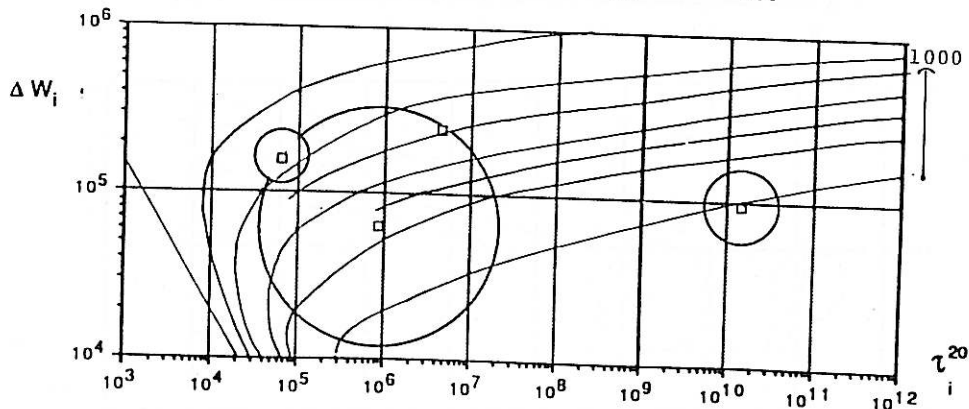
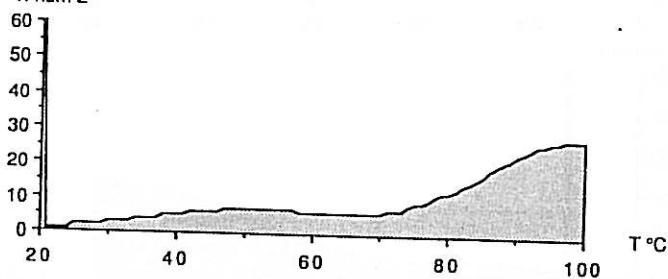
f 12 2



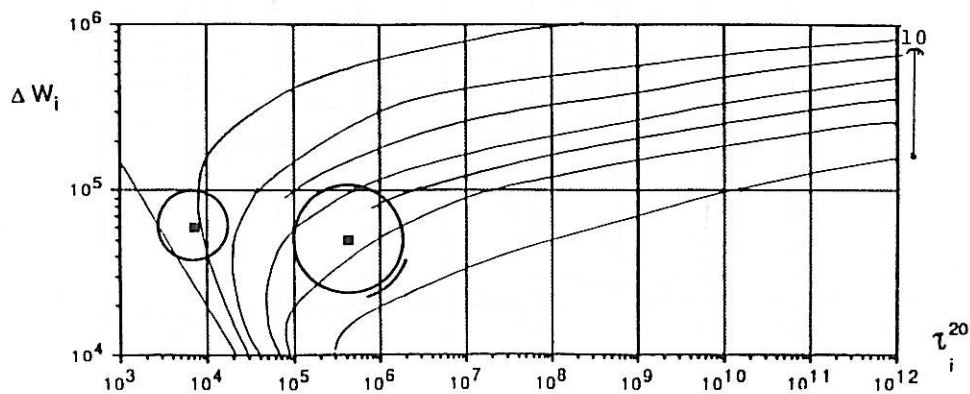
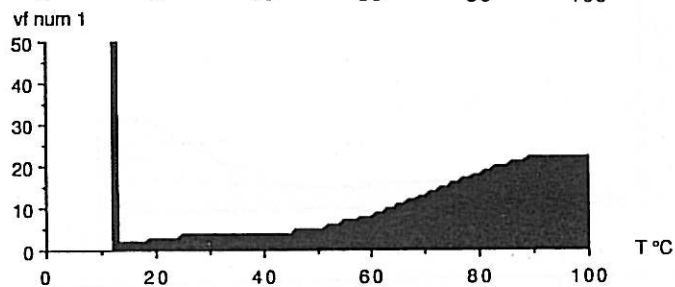
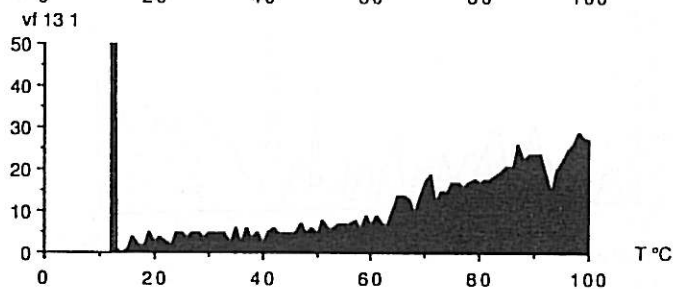
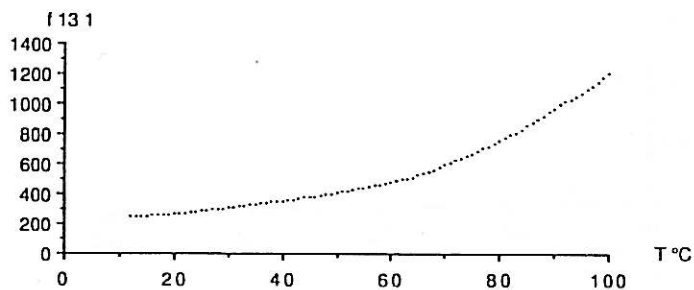
vf 12 2



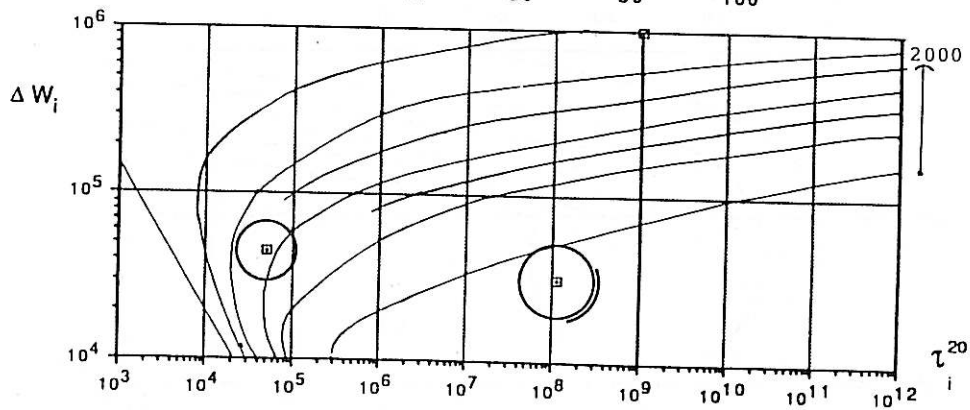
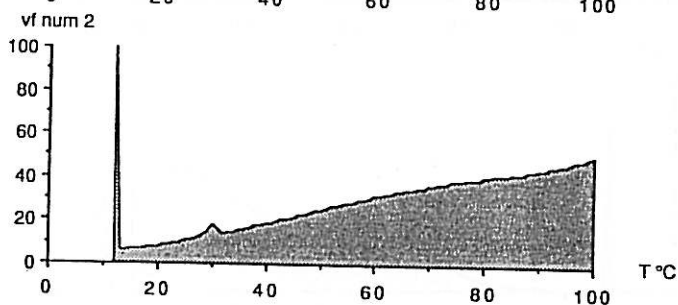
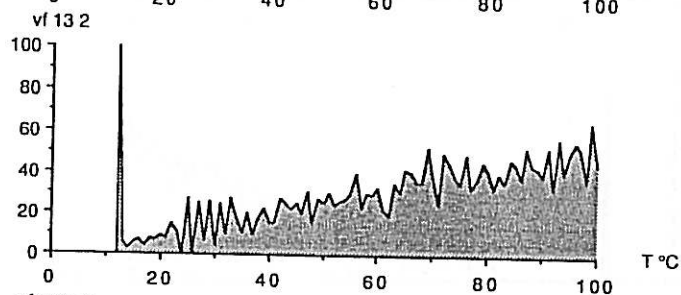
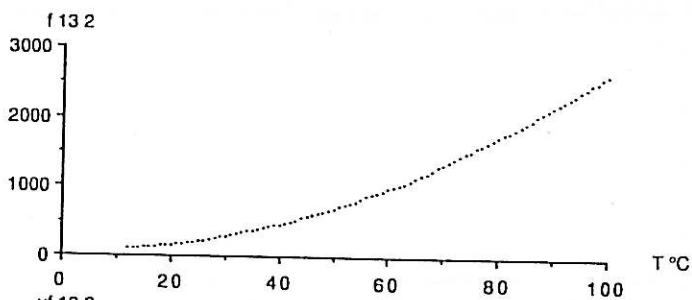
vf num 2



exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
13	1	douglas	L	16,1	25,66	

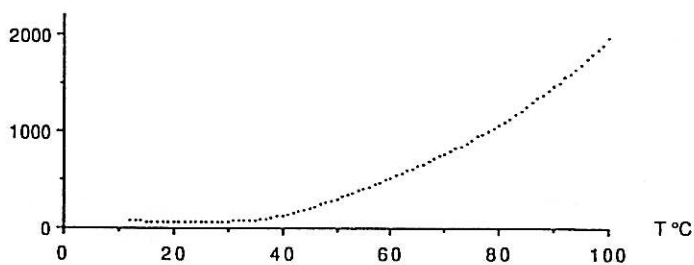


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
13	2	douglas	R	14,7	2,02	

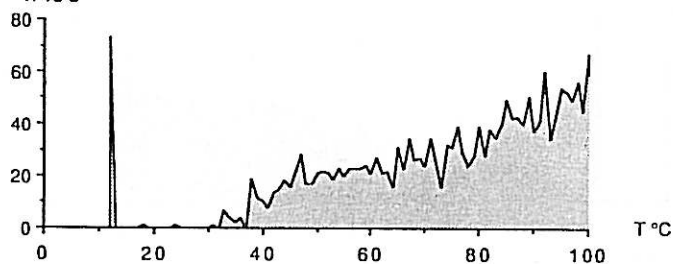


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
13	3	douglas	T	15	0,999	

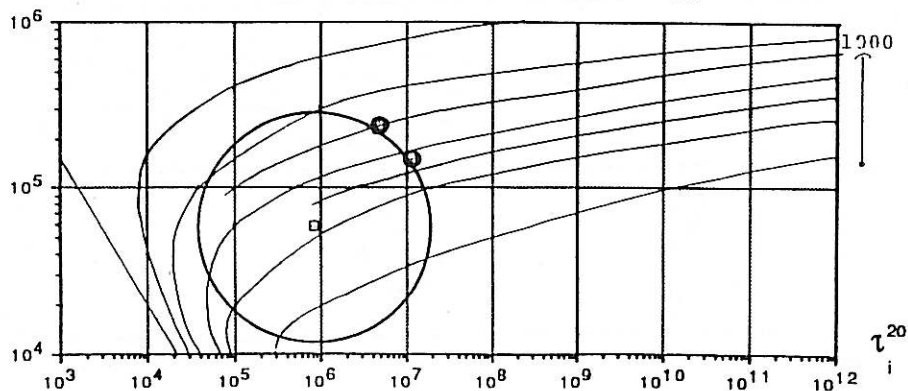
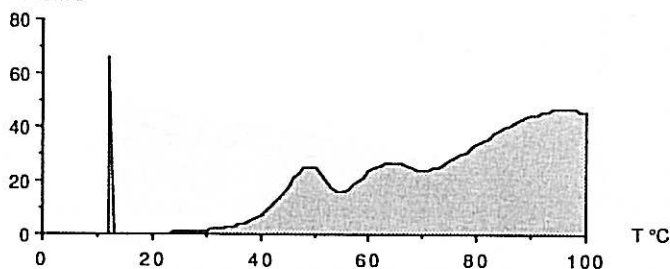
f 133



vf 133

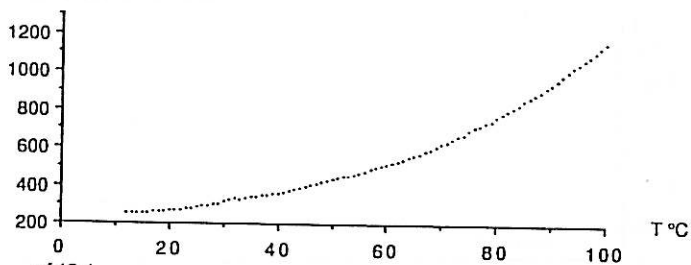


vf num 3

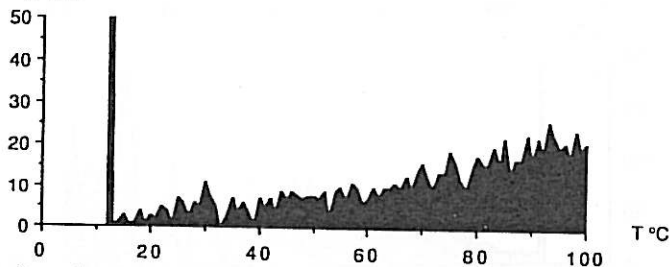


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
13	4	douglas	L	12,6	28,32	

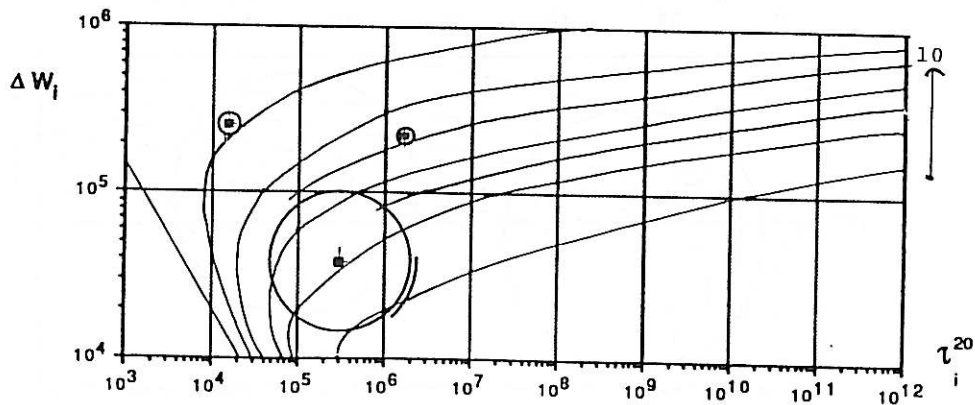
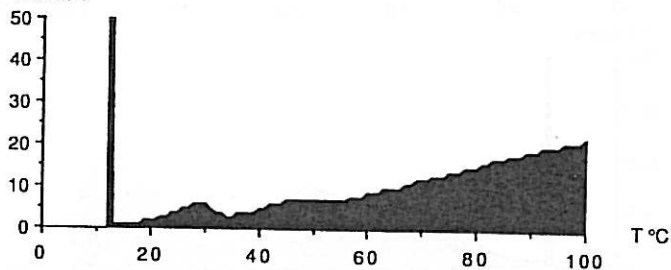
f 13 4



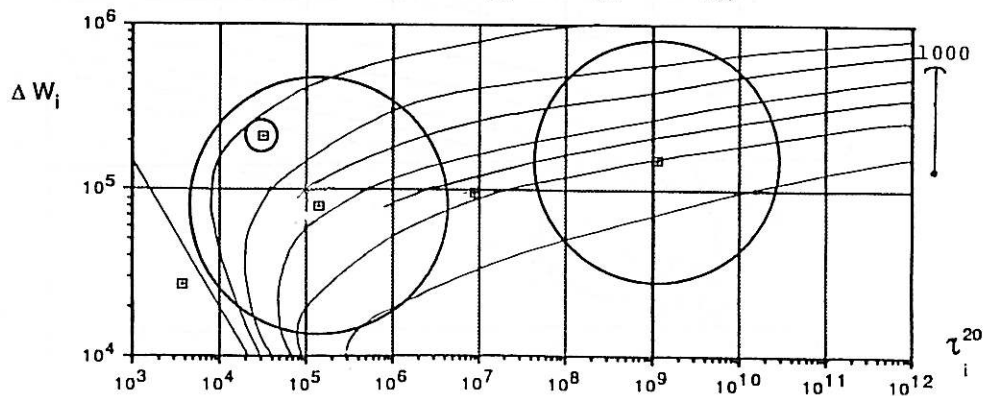
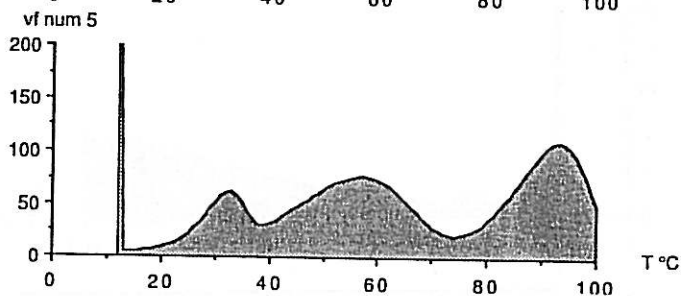
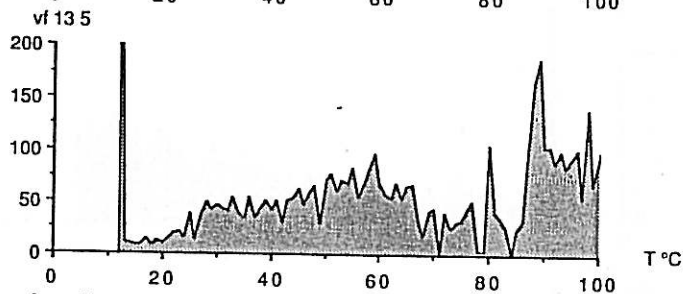
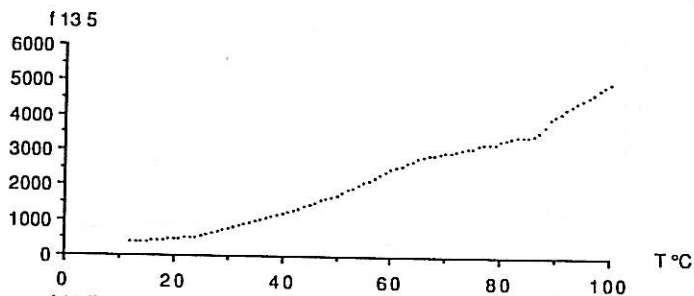
vf 13 4



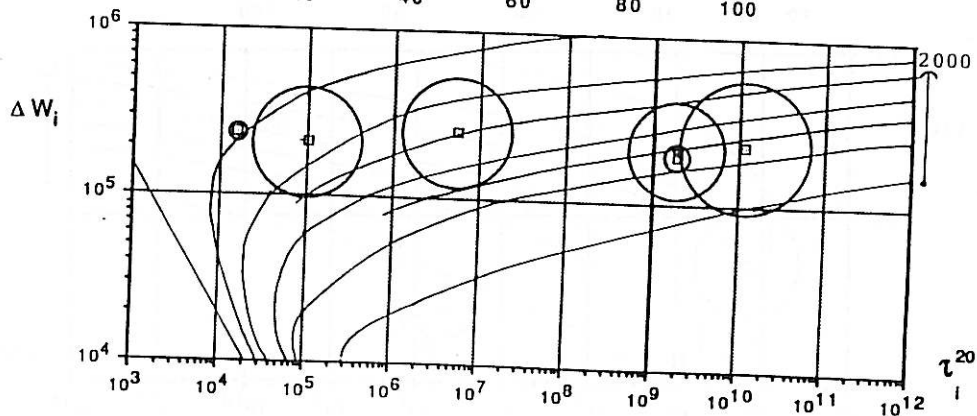
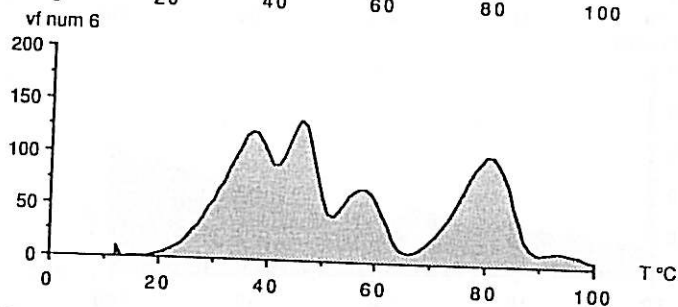
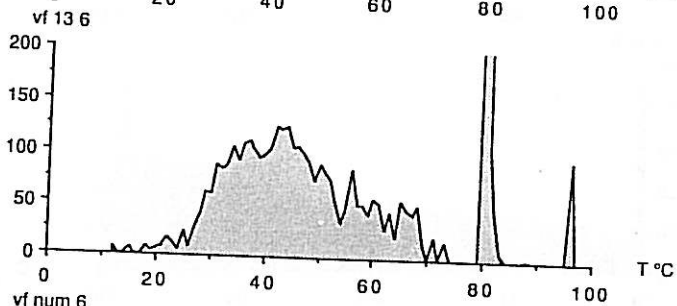
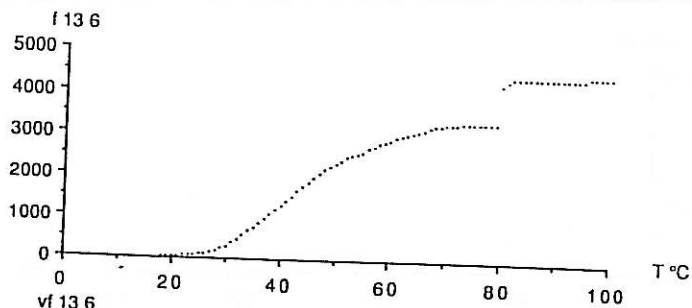
vf num 4



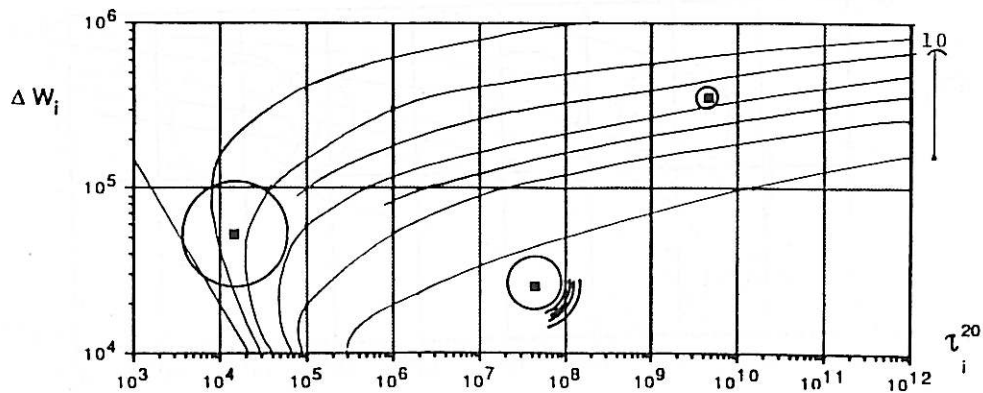
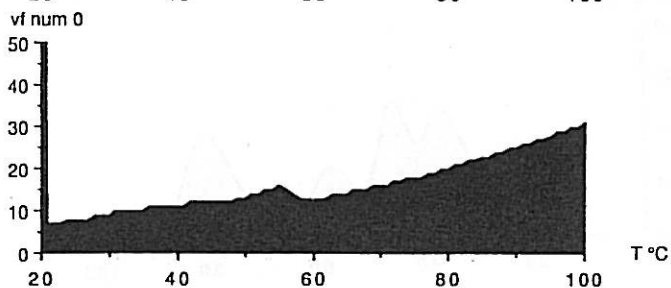
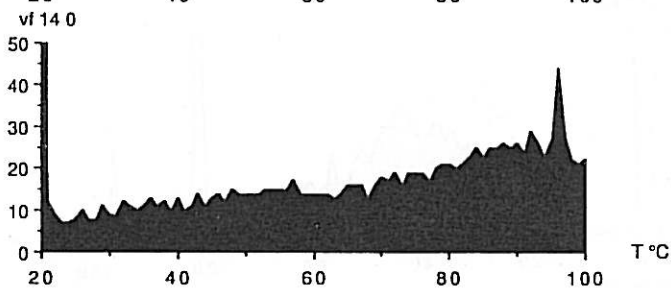
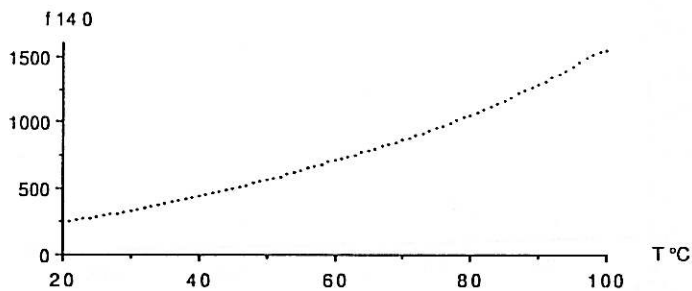
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
13	5	douglas	R	12,5	1,49	



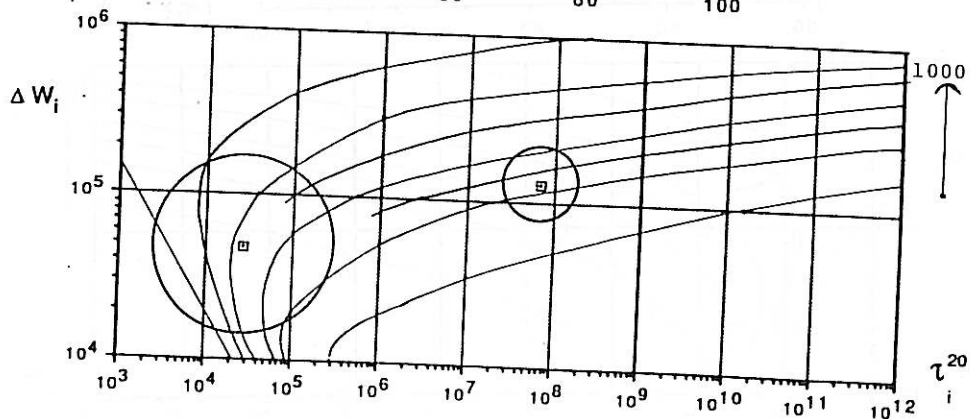
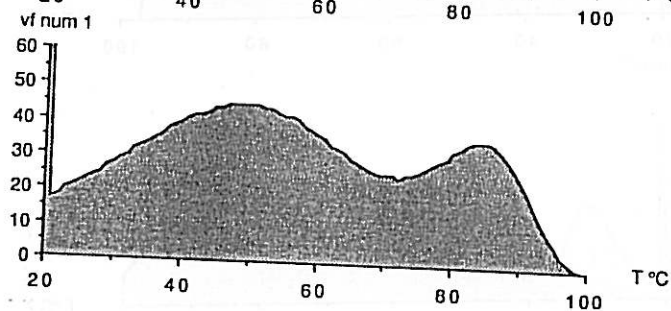
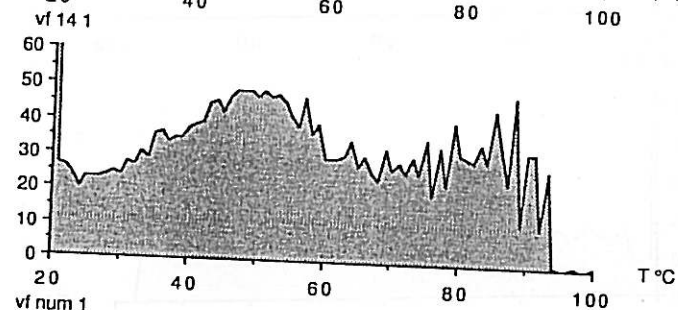
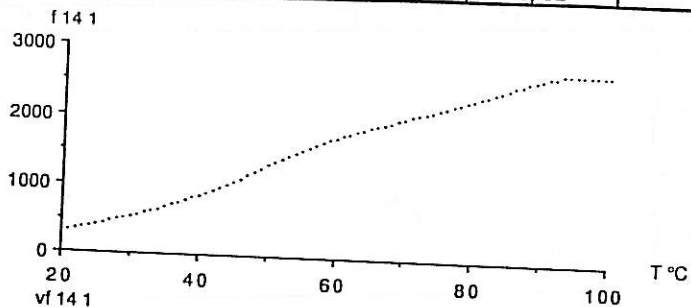
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
13	6	peuplier	T	32	0	



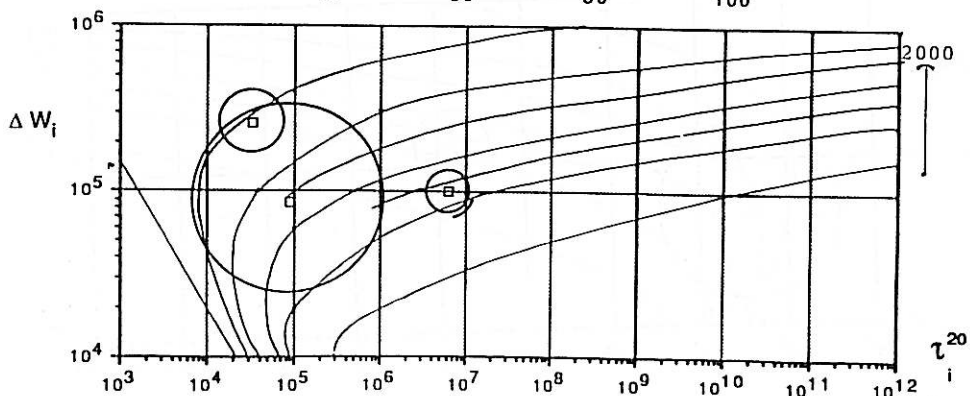
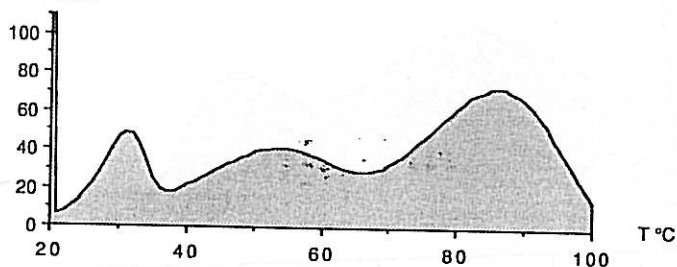
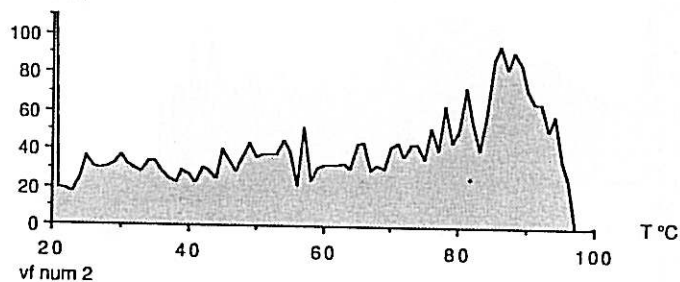
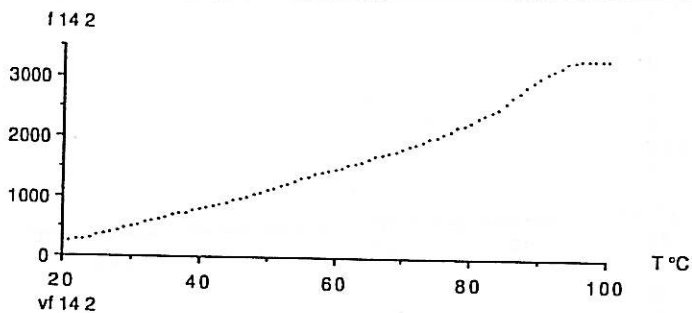
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
14	0	douglas	L	29	25,66	



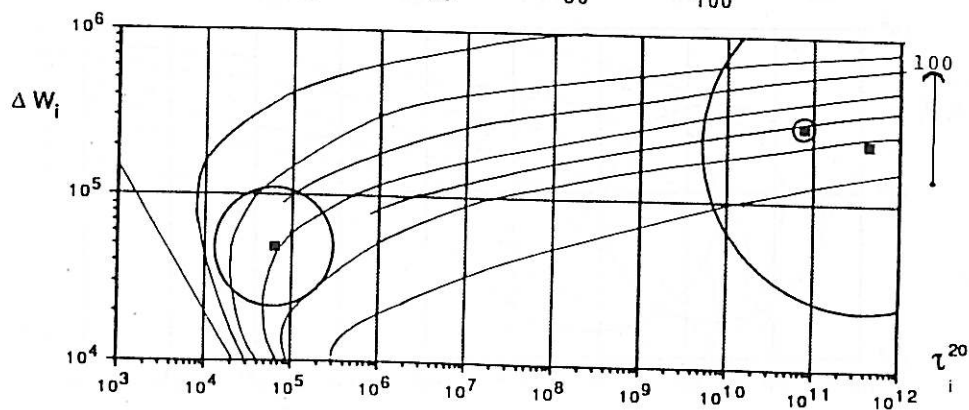
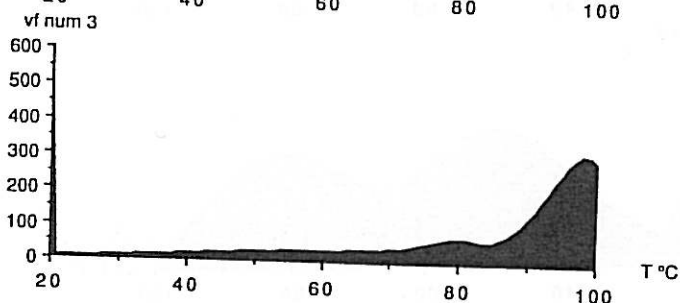
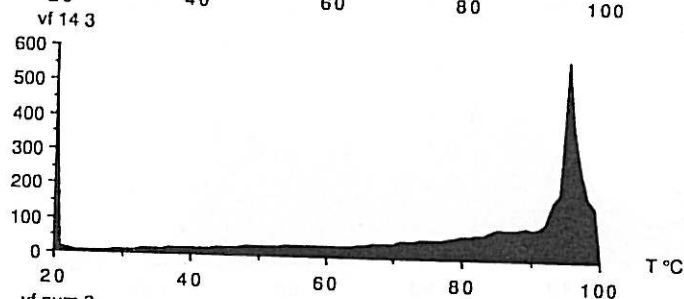
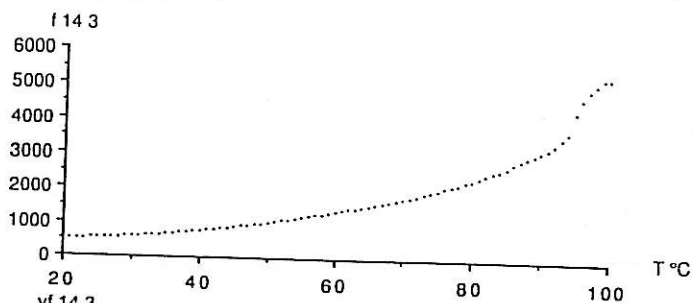
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
14	1	douglas	R	33	2,02	



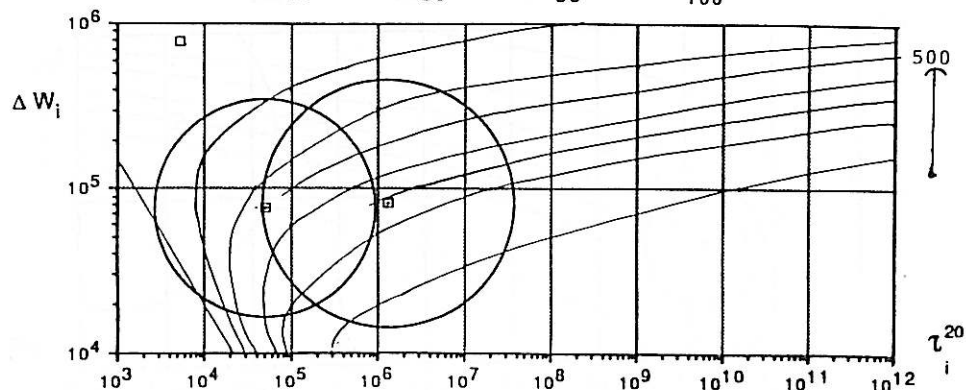
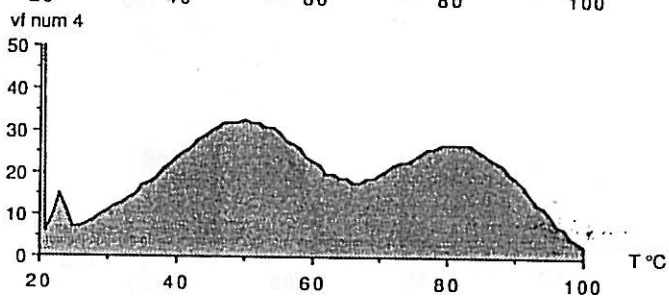
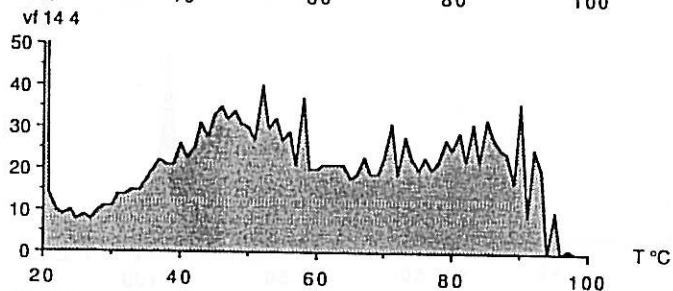
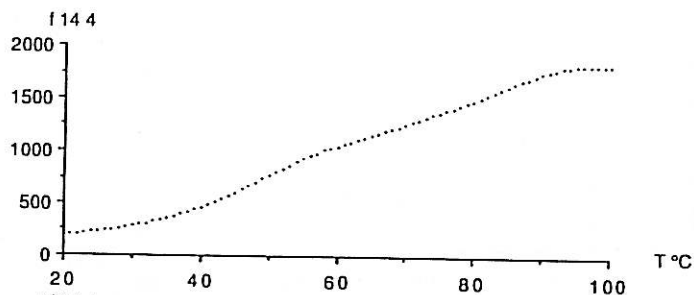
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
14	2	douglas	T	33	0,999	



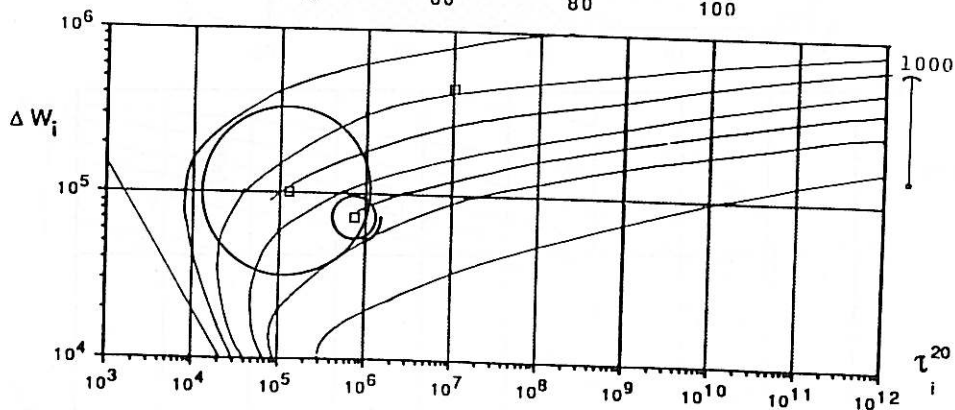
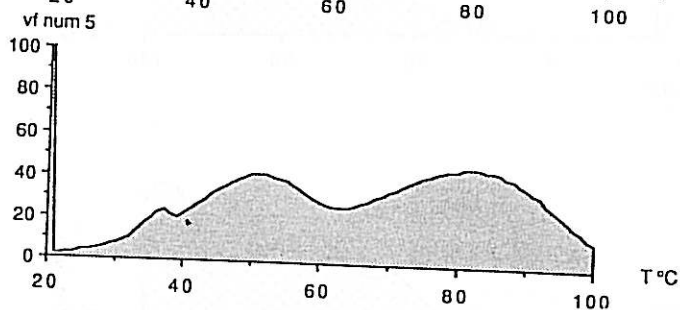
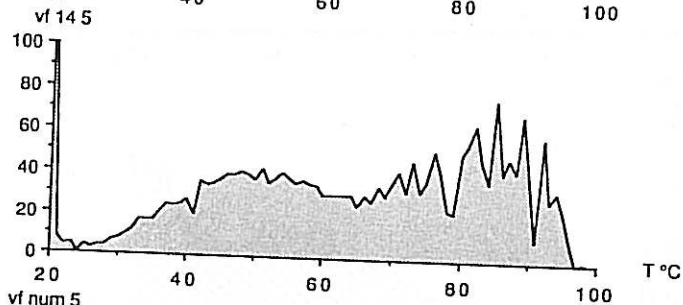
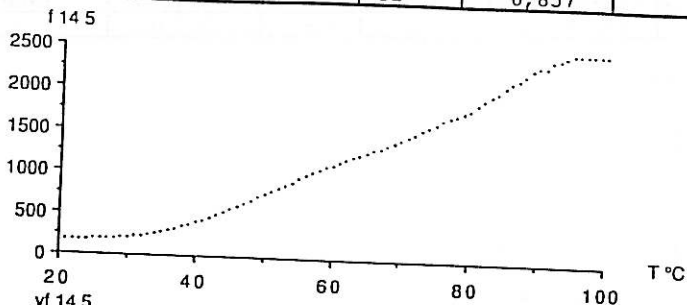
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
14	3	douglas	L	35	28,32	



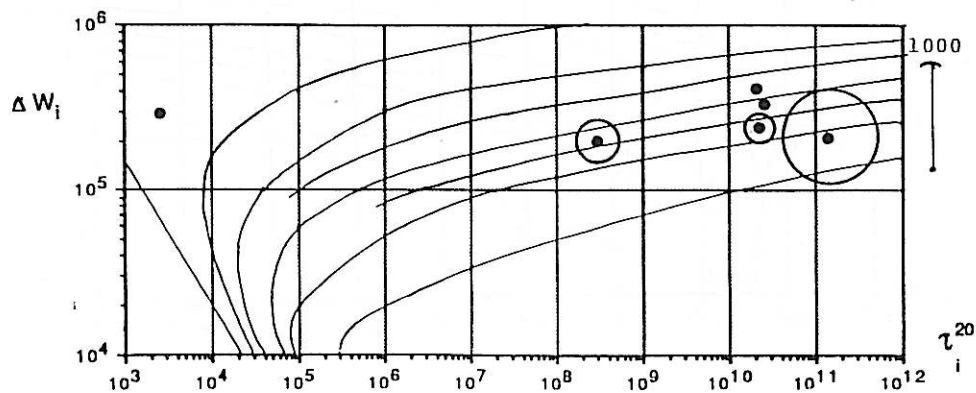
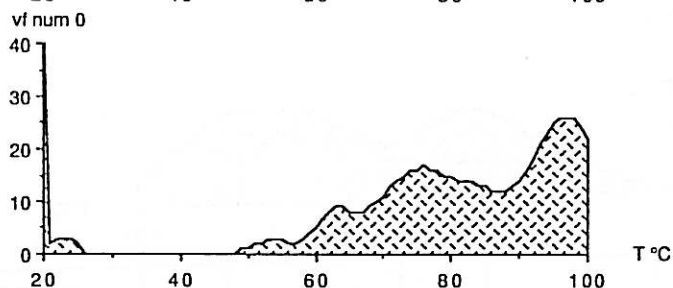
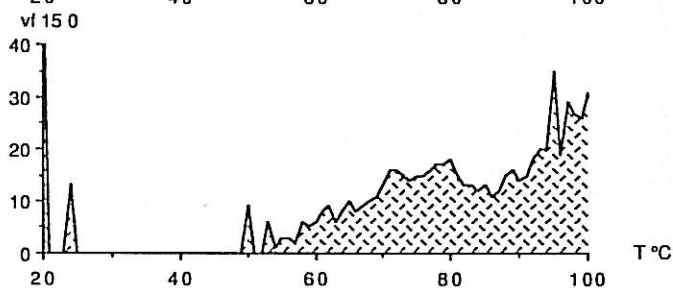
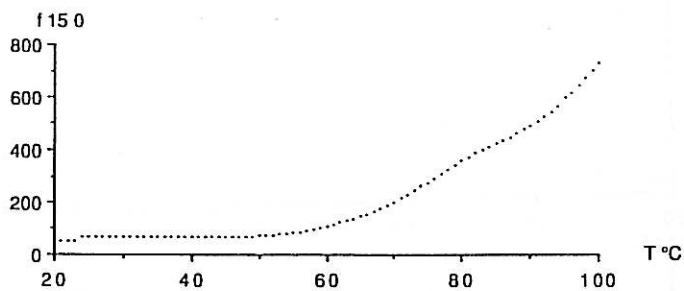
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
14	4	douglas	R	35	1,49	



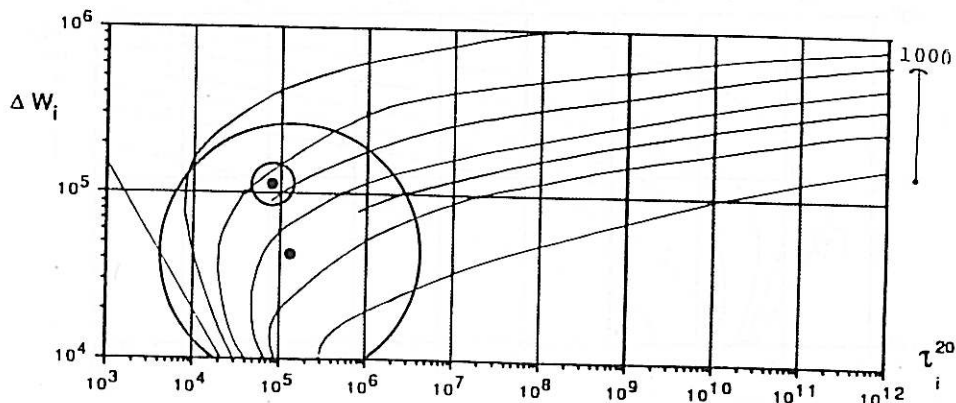
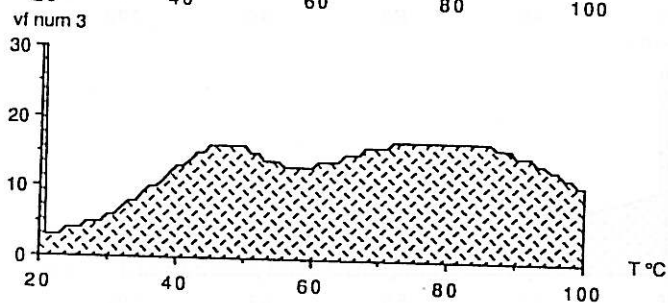
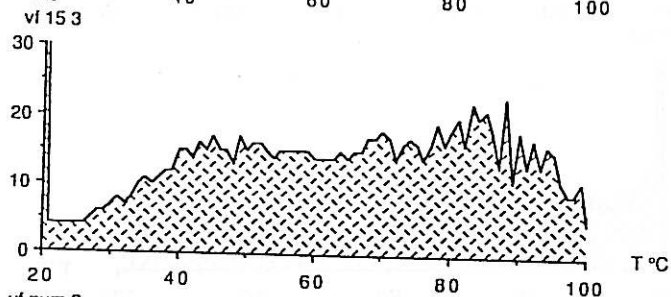
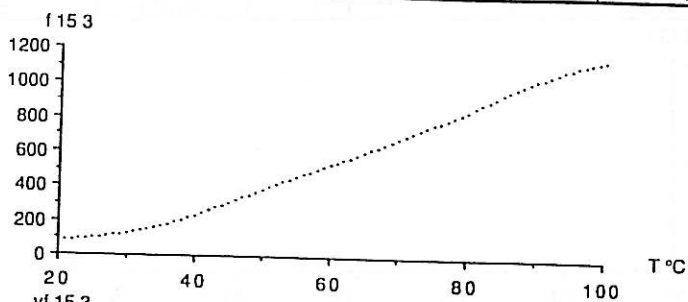
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
14	5	douglas	T	32	0,857	



exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
15	0	papier		0-8	0,856	x

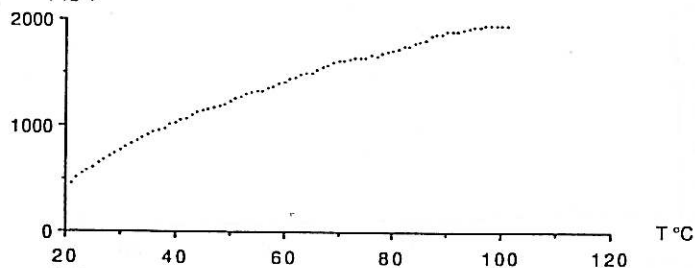


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
15	3	papier		10	0,856	x

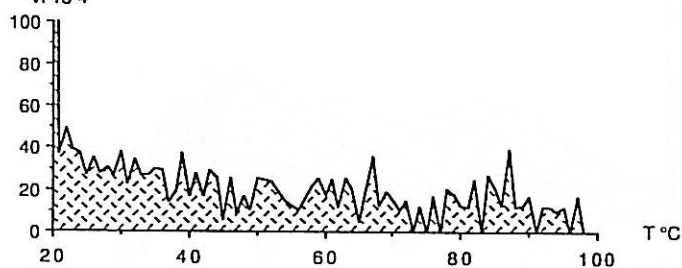


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
15	4	papier		37	0,856	x

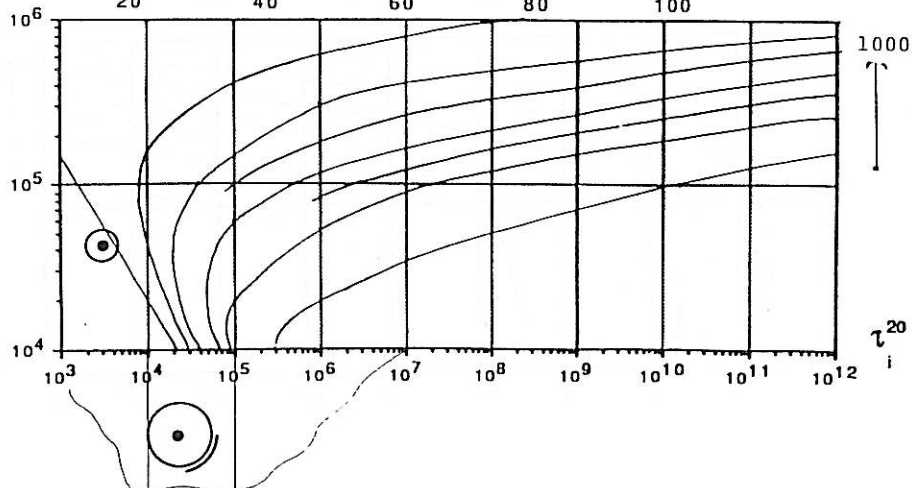
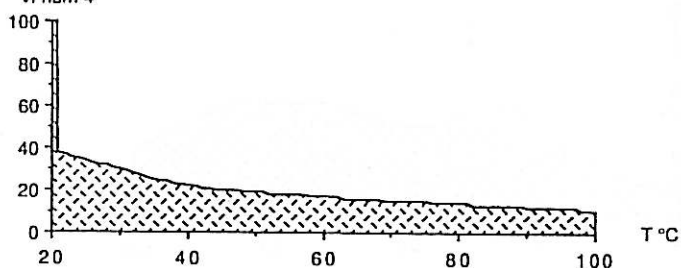
f 15 4



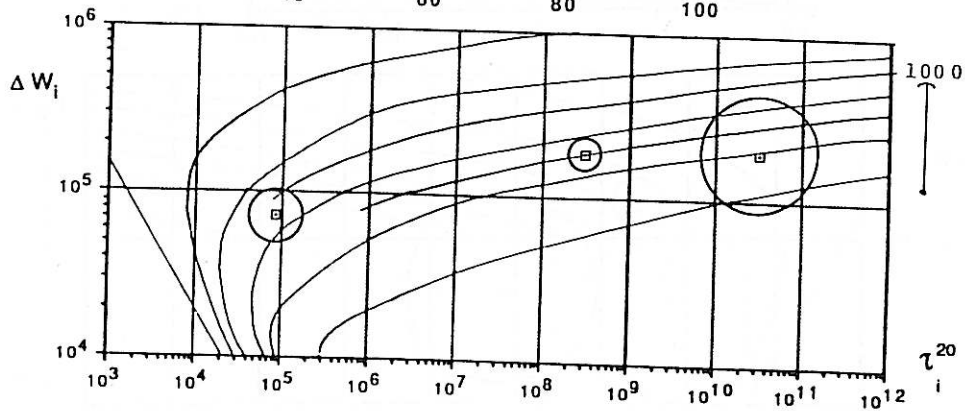
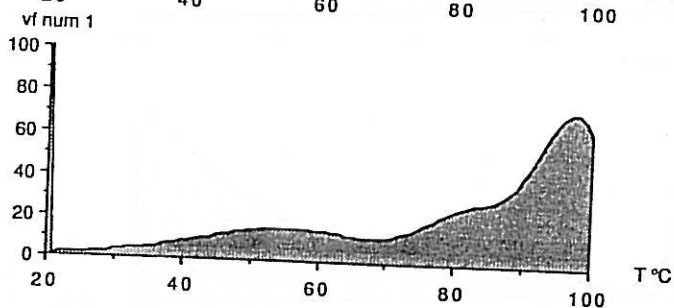
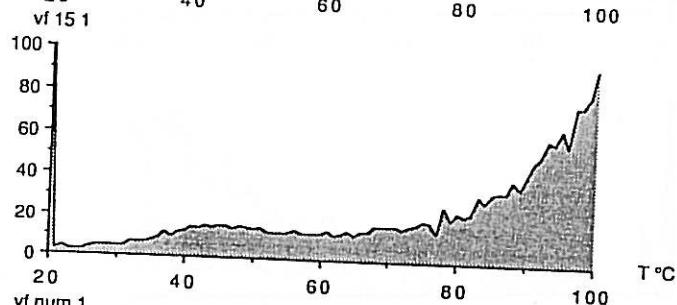
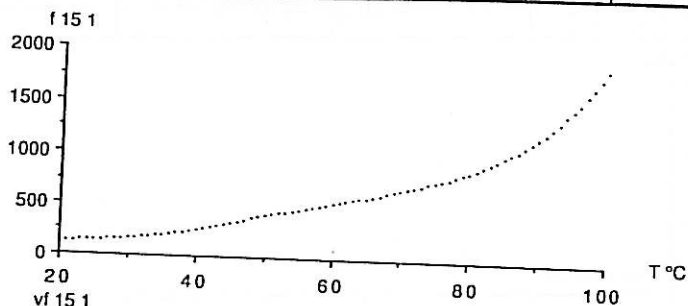
vf 15 4



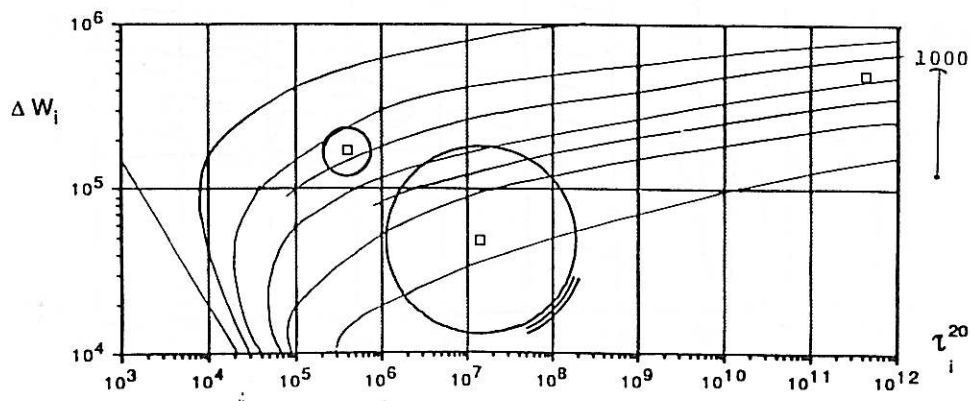
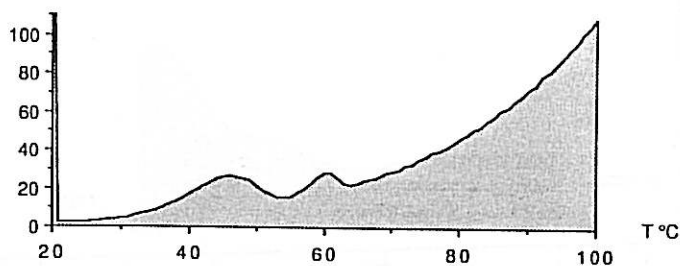
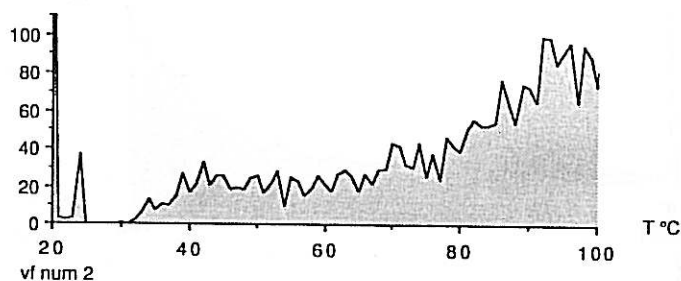
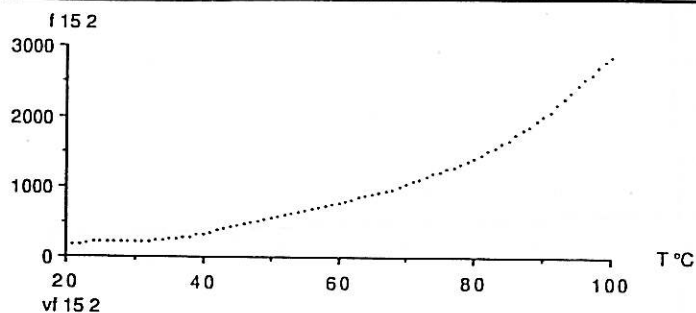
vf num 4



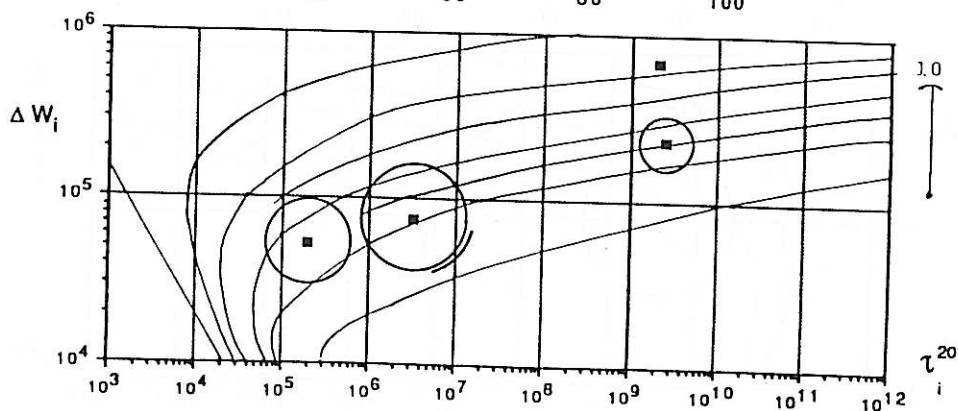
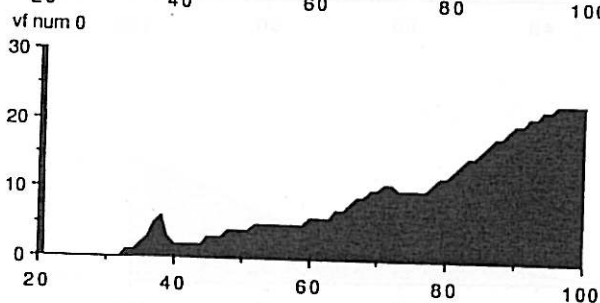
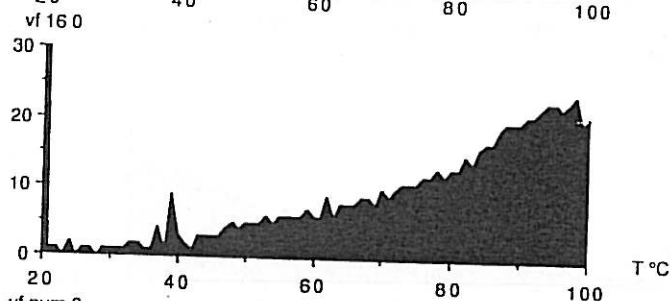
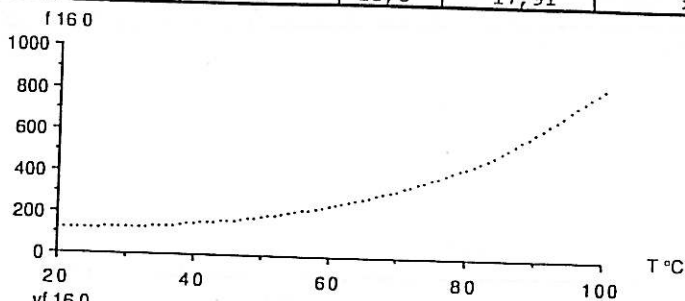
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
15	1	peuplier	R	9,7	2,02	x



exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
15	2	peuplier	T	9,7	0,999	x

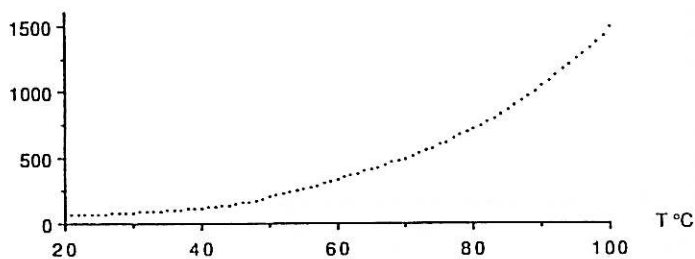


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
16	0	hêtre	L	15,8	17,91	x

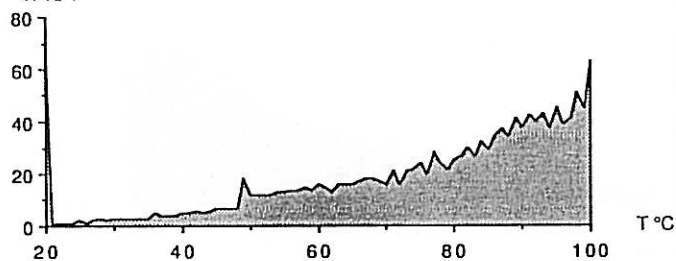


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
16	1	hêtre	R	15,7	1,62	x

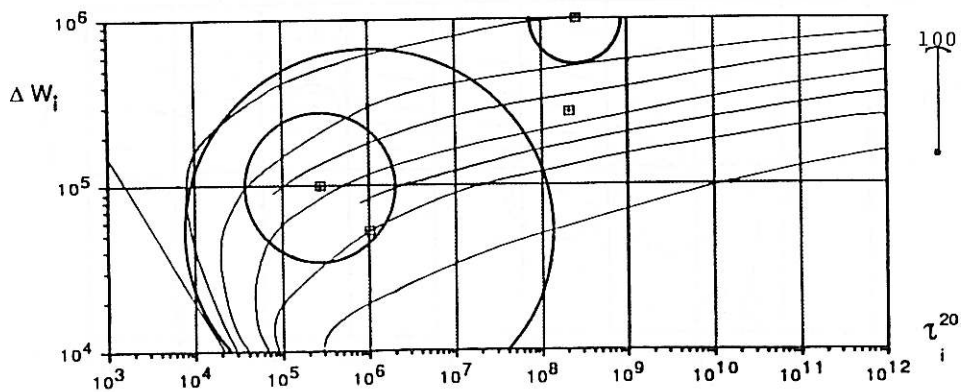
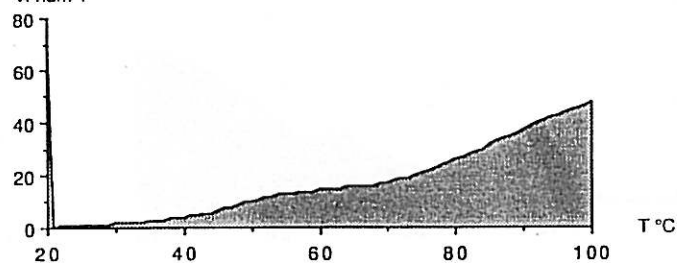
f 16 1



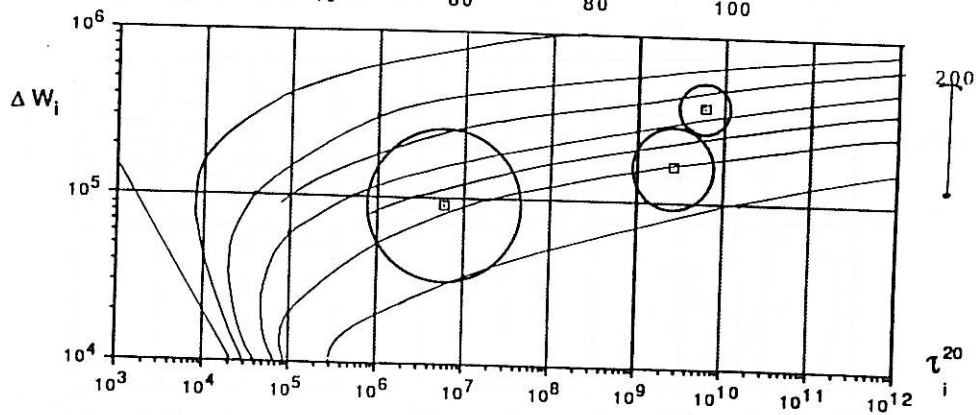
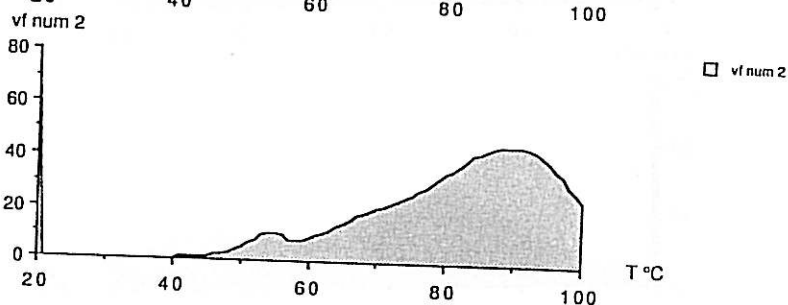
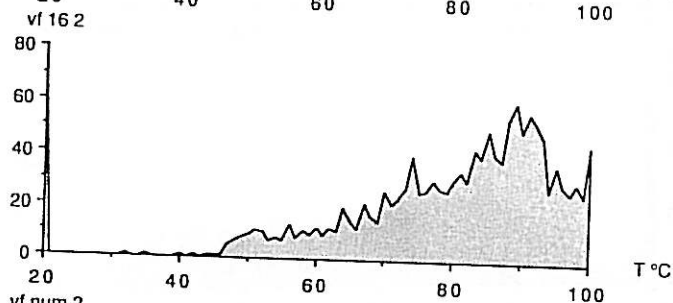
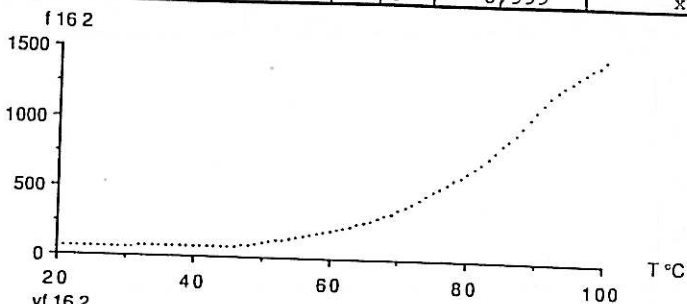
vf 16 1



vf num 1

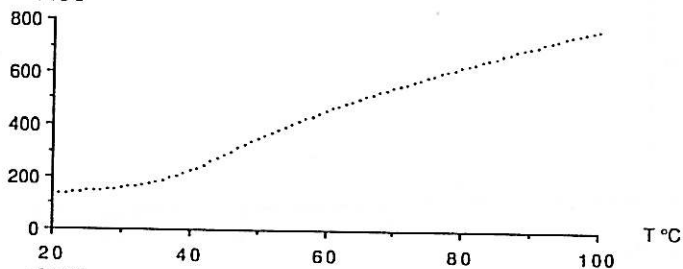


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
16	2	hêtre	T	15,0	0,999	x

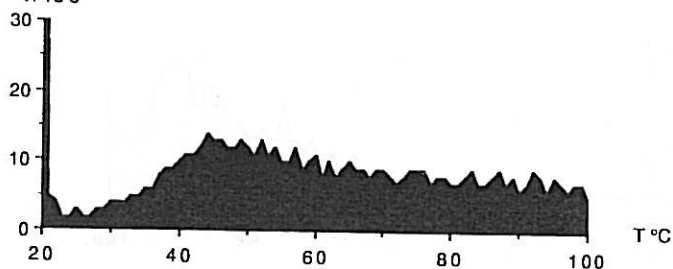


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
16	3	hêtre+Ac.	L	30	17,89	x

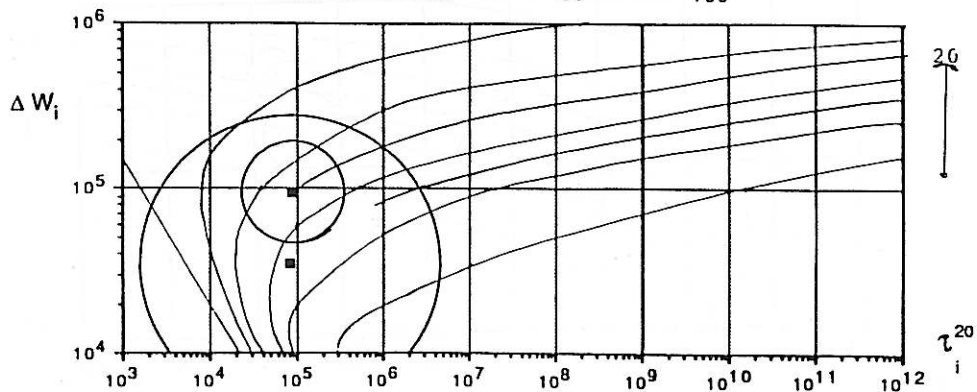
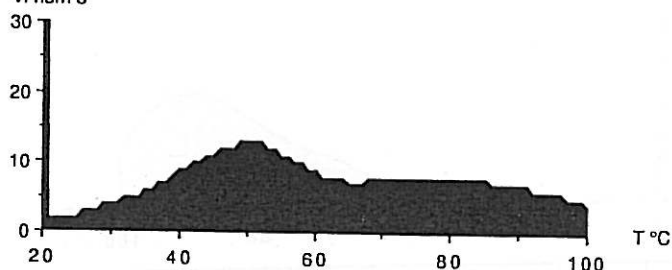
f 163



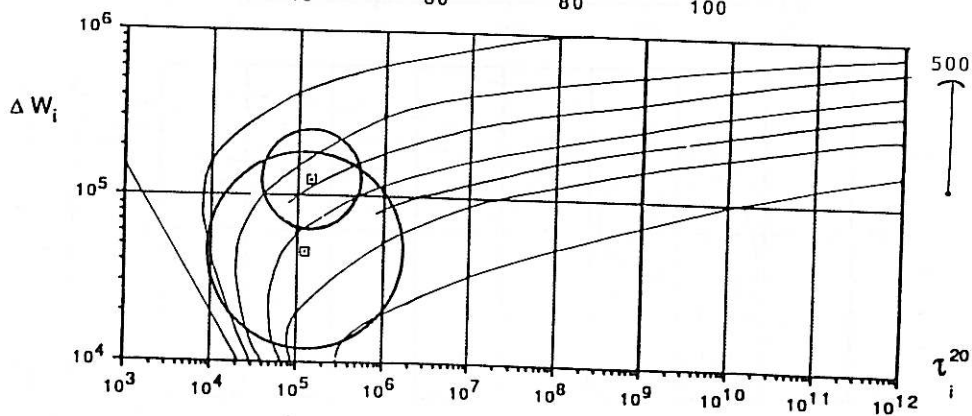
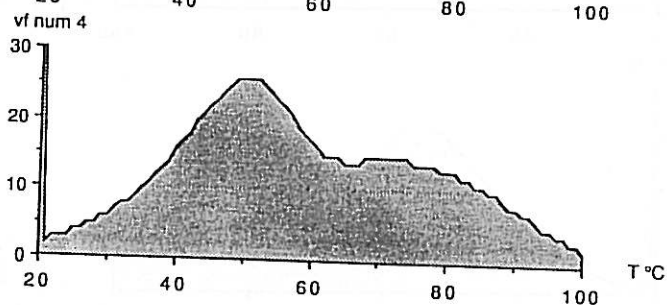
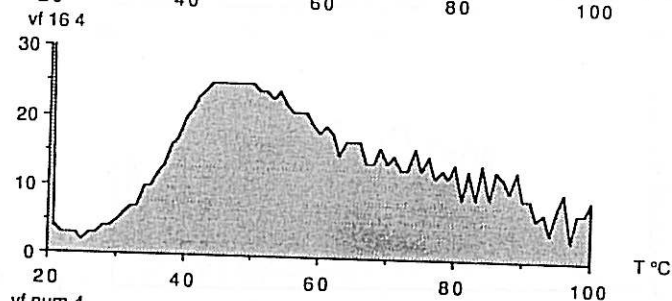
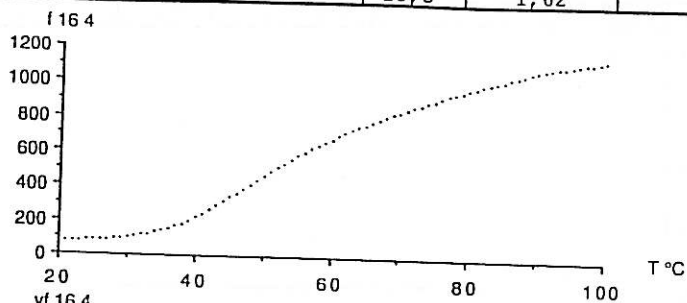
vf 163



vf num 3

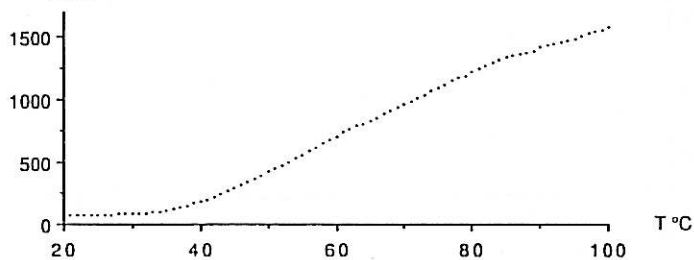


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
16	4	hêtre+Ac.	R	18,5	1,62	x

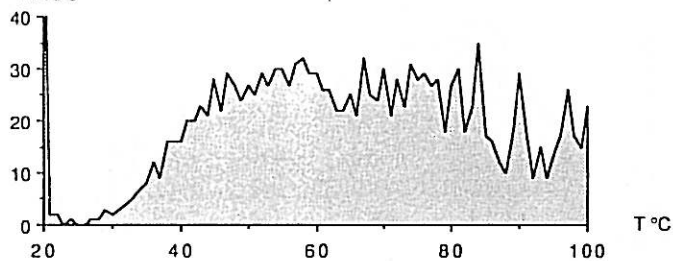


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
16	5	hêtre+Ac.	T	17,2	0,857	x

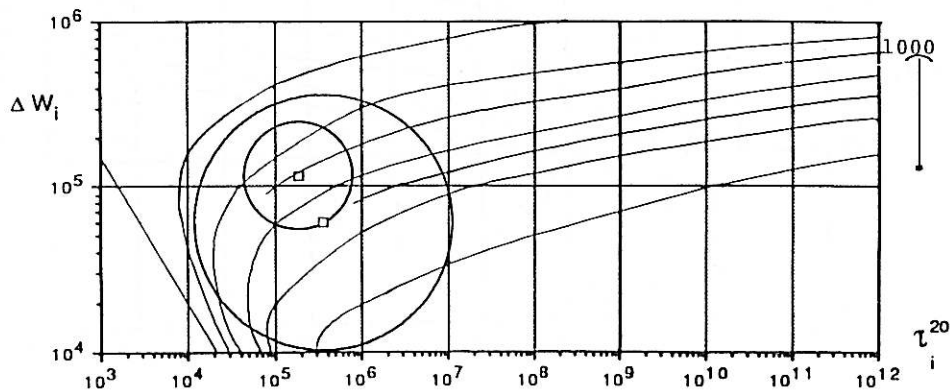
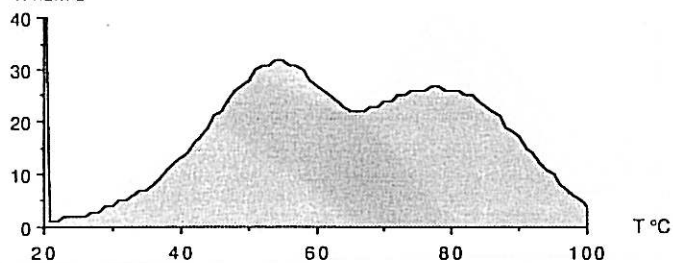
f 165



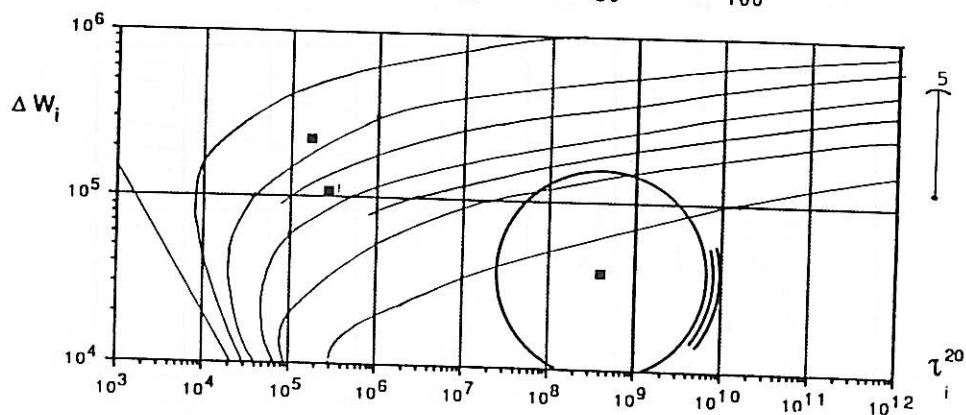
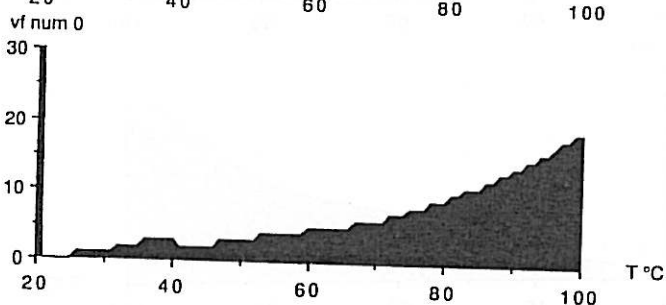
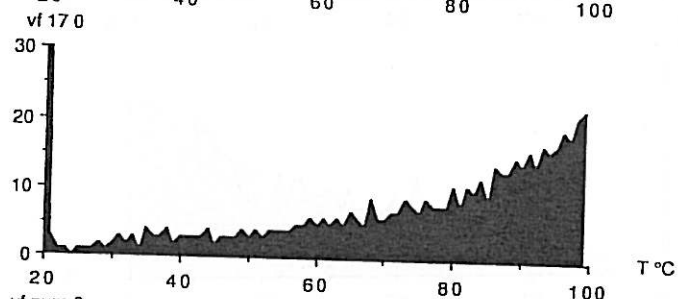
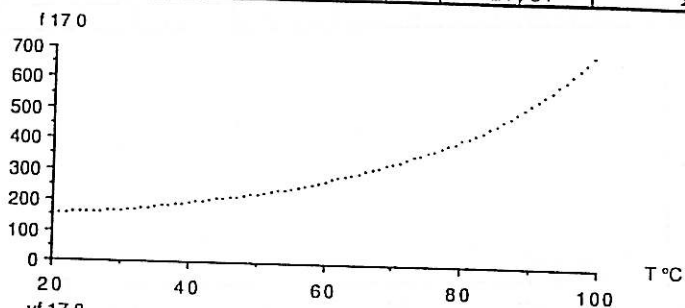
vf 165



vf num 5

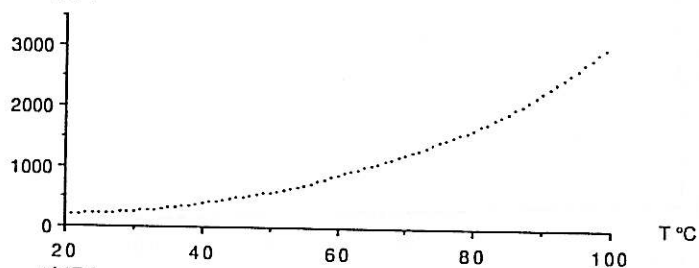


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
17	0	douglas	L	12,6	17,87	x

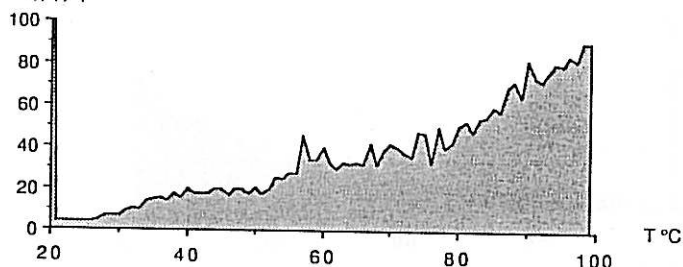


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
17	1	douglas	R	12,7	2,74	x

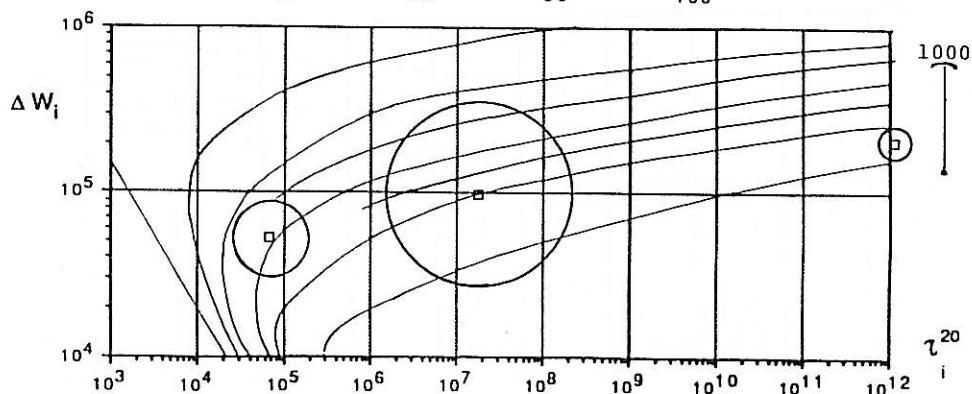
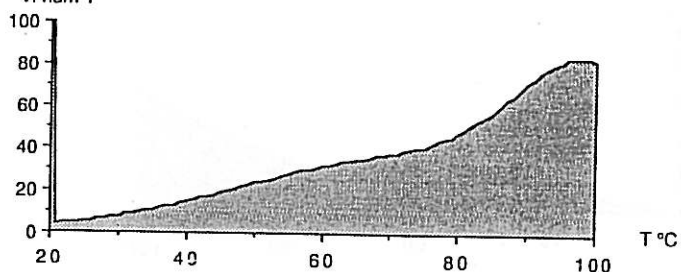
f171



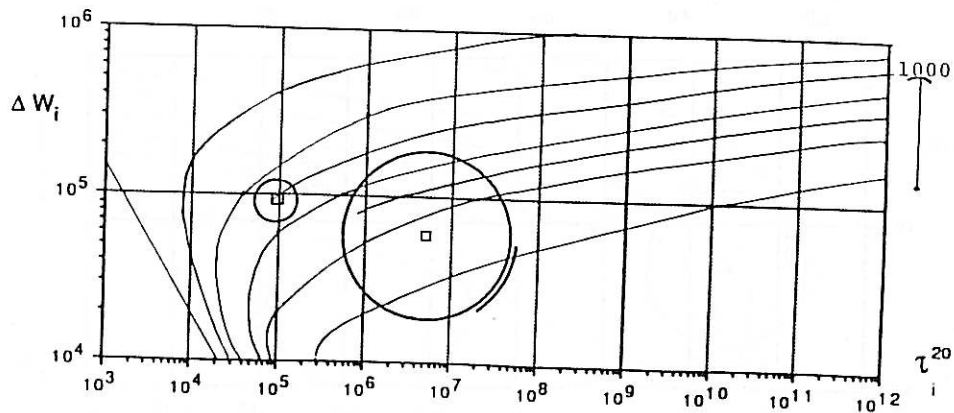
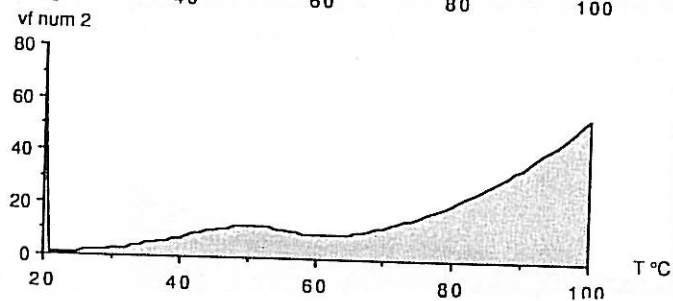
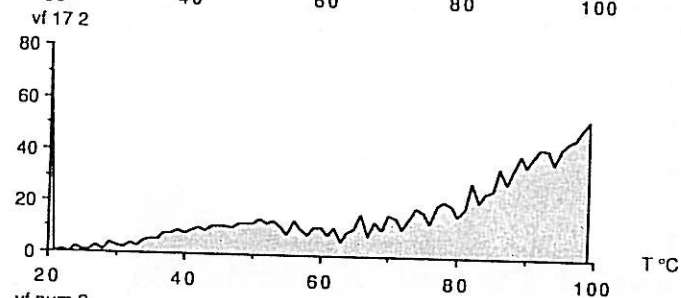
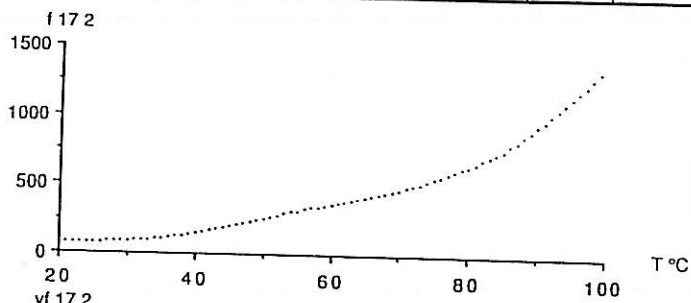
vf 171



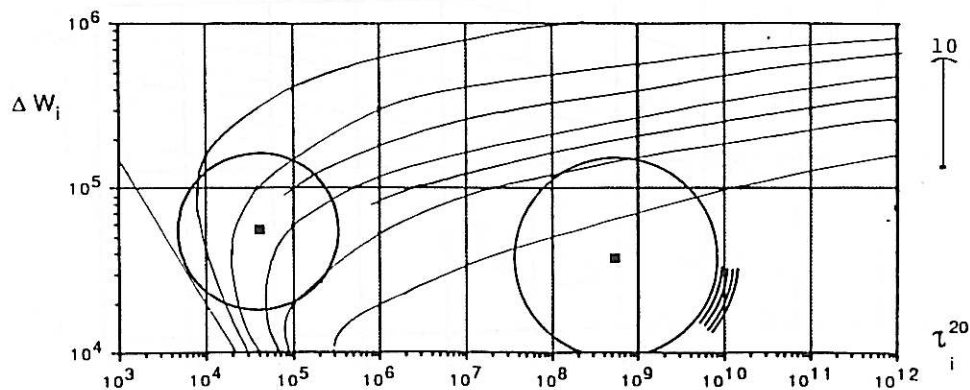
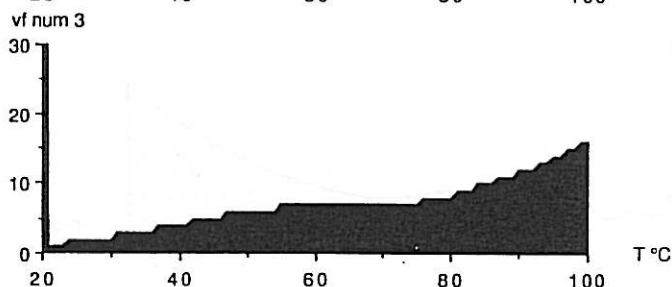
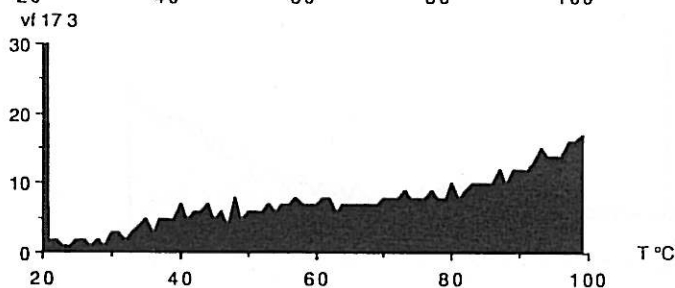
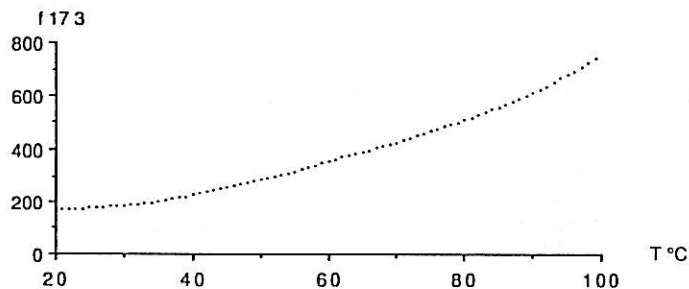
vf num 1



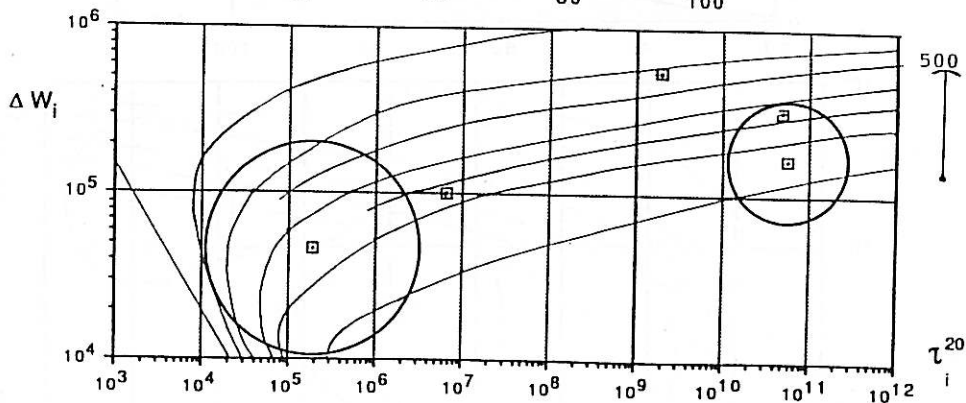
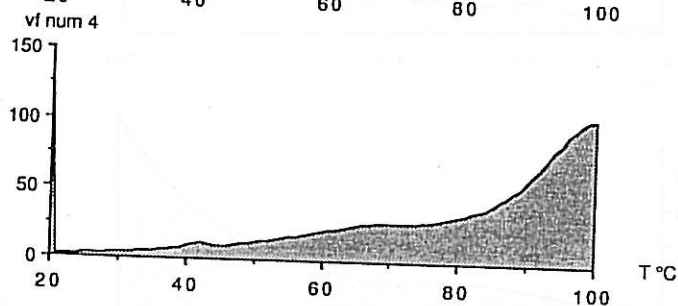
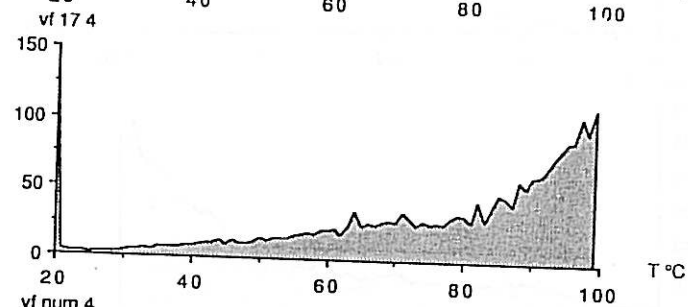
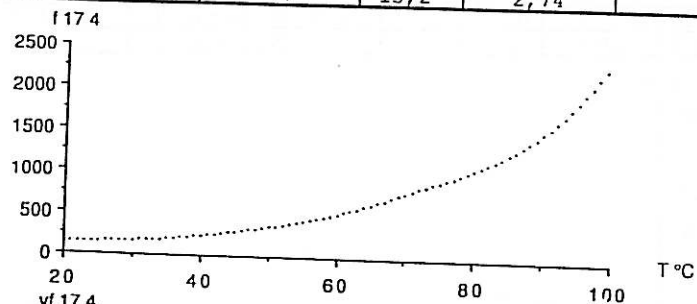
exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
17	2	douglas	T	15,2	0,999	x



exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
17	3	douglas	L	25	17,91	x

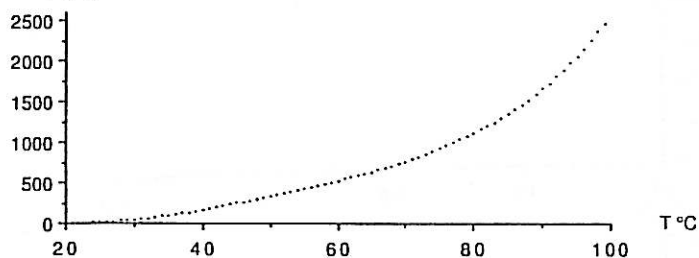


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
17	4	douglas	R	13,2	2,74	x

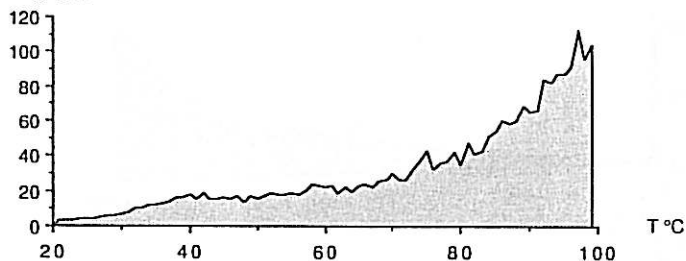


exp.	voie	essence	direction	H %	charge N	latex
17	5	douglas	T	13,3	0,856	x

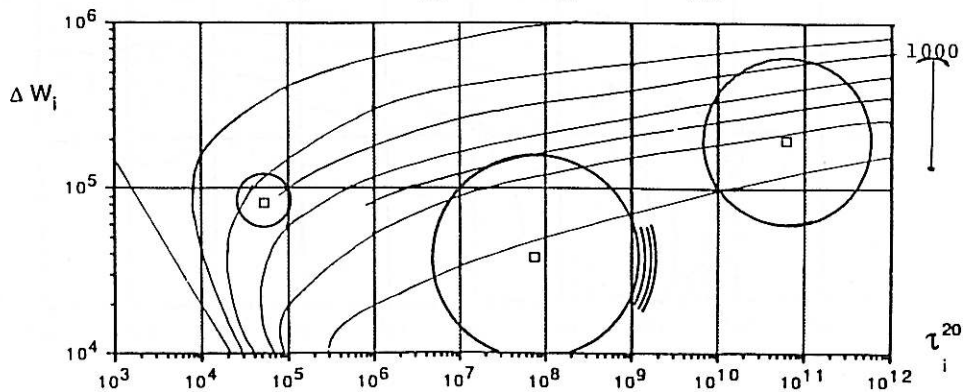
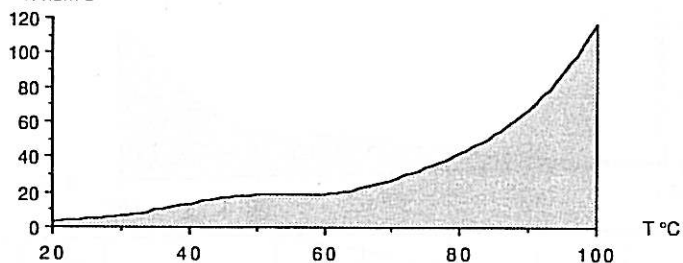
f175



vf 175



vf num 5



Annexe II

expér.	K°	K _i	T _i ²⁰	Δw _i	S _i	T _i
n° voie	N ₉₀ /μm ₆₀	N ₉₀ /μm ₆₀	s	J mol ⁻¹	μm ₆₀ /N ₉₀	°C

8 0	,91e-2	,25e-1 ,75e-2	4,90e8 1,30e4	,15e6 ,29e5	41 134	
8 1	,13	1,2 1,4	2,10e9 9,40e4	,21e6 1e3	0,8 0,7	
8 2	,56e-2	,53e-3 ,13e-1	9,20e4 1,02e7	,31e3 ,99e5	1900 76	

11 0	,21e-1	,23e-2 ,98e-2	1,02e7 4,20e4	,92e5 ,63e5	429 102	97 48
11 1	,14	,77 ,38e-3	3,42e5 1,74e7	,17e6 ,30e5	1,3 2600	44 330
11 2	,75e-2	,24e-2 ,12e-2 ,25e-2 ,26e-3	5,8e6 3,7e6 1,3e5 2,2e8	1,8e5 1,1e5 1,4e5 1,2e5	417 830 400 3800	56 75 43 106

12 0	,2e-1	,5e-1 ,16e-1 ,25e-1 ,18e-2 ,27e-1	1,5e10 4,7e10 7,2e4 8,8e6 2,3e10	,14e5 ,28e6 ,15e6 ,95e5 ,39e6	20 63 40 560 37	72 39 93 55
12 1	,14	,40e-1 ,20 ,50	2,97e5 2,04e7 1,93e4	,30e5 ,80e5 ,80e5	2,5 5,1 2,0	120 119 37
12 2	,14e-1	,87e-3 ,45e-2 ,17e-1 ,27e-2	8,58e5 5,98e4 4,48e6 1,57e10	,63e5 ,14e6 ,25e6 ,95e5	1170 220 57 370	91 39 46 200

13 1	,105	,33 ,20e-1	7,4e3 4,1e5	,60e5 ,49e5	3,0 50	28 95
13 2	,20e-1	,2 ,14e-3 ,21e-2	1,0e9 1,2e8 5,0e4	,10e7 ,31e5 ,35e5	5 7100 480	490 62
13 3	,15e-1	,57e-2 ,59e-2 ,45e-3	1,1e7 4,9e6 8,8e5	,17e6 ,24e6 ,60e5	175 170 2200	62 47 95
13 4	,11	,12e1 ,15e-1 ,88	1,3e6 3,0e5 1,3e4	,21e6 ,35e5 ,24e6	0,8 66 1,1	45 110 28
13 5	,39e-2	,30e-1 ,76e-3 ,71e-3 ,33e-2 ,20e-1	3,4e3 1,1e9 1,4e5 3,0e4 9,0e6	,17e5 ,16e6 ,84e5 ,21e6 ,98e5	33 1300 1400 300 50	-18 93 55 31 91
13 6	,10	*,47e-1 *,96e-3 *,12e-2 *,82e-3 *,96e-3 *,73e-2	1,9e9 5,5e6 1,9e7 1,2e10 1,0e5 1,4e4	,20e6 ,26e6 ,21e6 ,23e6 ,22e6 ,23e6	* 210 *1000 * 830 *1200 *1000 * 140	80 46 56 79 35 28

expér.	K°	K _i	τ_i^{20}	ΔW_i	S _i	T _i
n° voie	N ₉₀ /μm ₆₀	N ₉₀ /μm ₆₀	s	J mol ⁻¹	μm ₆₀ /N ₉₀	°C

14 0	,11	,11e1	,42e10	,36e6	0,9	54
		,42e-4	4,2e7	,23e5	2,4e4	600
		,20	1,3e4	,52e5	53	35
14 1	,72e-2	,29e-2	6,83e7	,14e6	350	84
		,11e-2	2,98e4	,48e5	870	47
14 2	,40e-2	,52e-3	7,63e6	,10e6	1900	88
		,31e-2	3,23e4	,25e6	323	30
		,11e-2	9,27e4	,86e5	930	51
14 3	,57e-1	,67e-2	4,60e11	,22e6	149	100
		,18e-1	6,36e4	,50e5	54	59
		,65e-1	7,89e10	,26e6	15	79
14 4	,84e-2	,65e-1	,50e4	,83e6	15	22
		,19e-2	5,3e4	,77e5	530	48
		,17e-2	1,3e6	,84e5	590	79
14 5	,51e-2	,49e-3	7,72e5	,727e5	2000	81
		,23e-1	1,01e7	,44e6	44	36
		,12e-2	1,19e5	,10e6	800	50

15 0	,18e-1	,53e-2	3,04e8	,20e6	190	71
		,21e-1	2,6e10	,33e6	48	62
		,46e-1	2,7e3	0,4e6	22	22
		,71e-2	2,5e10	,24e6	140	80
		,23e-2	1,4e11	,21e6	430	98
		,56e-1	1,9e10	,42e6	18	52
15 1	,12e-1	,41e-2	8,12e4	,73e5	240	53
		,18e-2	3,46e10	,20e6	560	95
		,70e-2	2,57e8	,17e6	140	79
15 2	,53e-2	,11e-4	1,55e7	,47e5	9,4e4	194
		,41e-2	3,55e5	,17e6	240	44
		,16e-1	3,86e11	,41e6	63	59
15 3	,10e-1	,55e2	7,49e4	,11e6	183	44
		,82e-3	1,22e5	,41e5	1220	78
15 4	,22e-2	,33e-3	2,94e4	,27e3	3000	
		,60e-2	3,13e3	,44e5	167	13

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

Monsieur MORLIER, Professeur, IUT Bordeaux,
Monsieur PELLE, Professeur, LMT Cachan,
Monsieur NIVOIT, Maître de Conférence, ENSEM/Nancy.

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine,
autorise :

Monsieur GENEVAUX Jean-Michel

à soutenir devant l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE
LORRAINE, une thèse intitulée :

"Le fluage à température linéairement croissante : caractérisation
des sources de viscoélasticité anisotrope du bois"

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : "Mécanique & Energétique"

Fait à Vandœuvre le, 23 Janvier 1989

Le Président de l'I.N.P.L.

M. GANTOIS



2, avenue de la Forêt de Haye - B.P. 3 - 54501 VANDŒUVRE CEDEX

Téléphone : 83. 57. 48. 48 - Télex : 961 715 F - Télécopie : 83. 57. 49. 55

à Catherine,

Ce travail a été réalisé au Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliqué (LEMTA, UA-875) sous la direction scientifique de Monsieur le Professeur D.GUITARD.

Je tiens à remercier Monsieur J.P.PELLE, Professeur à l'Université Paris VI, qui a accepté la charge de rapporteur, bien que n'ayant pas travaillé spécifiquement sur le matériau bois.

Que Monsieur P.MORLIER, Professeur à l'Université de Bordeaux I, reçoive ici l'expression de ma reconnaissance pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail et en acceptant d'être rapporteur.

Je remercie aussi Monsieur M.NIVOIT, Maître de Conférence à l'ENSEM, pour les remarques faites sur ce travail et pour la charge de rapporteur qu'il a bien voulu accepter.

En me faisant le plaisir de participer à ce jury, que Monsieur A.DEGIOVANNI, Professeur à l'Institut Polytechnique de Lorraine, reçoive l'expression de ma gratitude.

Pour la confiance qu'il m'a accordé, et les orientations judicieuses qu'il m'a proposé tout au long de ce travail de trois années, que Monsieur D.GUITARD accepte mes plus sincères remerciements.

Que les membres de l'équipe MSS ainsi que Madame C.Ducarne soient aussi remerciés pour l'aide qu'ils m'ont apporté.

Je remercie aussi mes deux secrétaires en herbes, grâce auxquelles ce document a pu être fini dans les délais, et qui m'ont supporté pendant ces derniers mois.

Résumé:

Lorsque le comportement différé est régi par des mécanismes thermiquement activés, une expérience de fluage à température linéairement croissante est proposée. Le principe d'équivalence temps température induit le déclenchement successif de chaque mécanisme. Une modélisation permet d'identifier l'énergie d'activation, la constante de temps et l'amplitude de chacun d'eux, à partir d'une seule expérience de durée limitée.

Appliquée à trois essences de bois (peuplier, douglas et hêtre), de la pâte à papier et du hêtre acétylés, l'expérience met en évidence des anisotropies différées du bois supérieures à l'anisotropie élastique. Un accroissement d'humidité modifie la cinétique des mécanismes. Les anisotropies et les influences du taux d'humidité, induisent des hypothèses quant à la localisation des sources de fluage dans la matrice, les renforts ou les interfaces de ce composite.

Mots clés:

Rhéologie des matériaux
Fluage
Modélisation
Activation thermique
Viscoélasticité
Bois
Anisotropie
Taux d'humidité