

## Caractérisation nano-mécanique de la paroi cellulaire du bois par Microscopie à Force Atomique

*Olivier Arnould<sup>1</sup>, Karl Bytebier<sup>1</sup> et Richard Arinero<sup>2</sup>*

*1. LMGC – CNRS UMR 5508/Université Montpellier 2,  
cc 048 - Place Eugène Bataillon, 34095 MONTPELLIER*

*2. IES – CNRS UMR 5214/Université Montpellier 2,  
cc 084 - Place Eugène Bataillon, 34095 MONTPELLIER*

Le bois en tant que matériau présente des propriétés effectives exceptionnelles mais son origine biologique entraîne un manque de stabilité physico-mécanique et biochimique ainsi qu'une grande variabilité d'organisation de ses éléments constitutifs à plusieurs échelles (cerne annuel, tissus ligneux, cellule, paroi cellulaire, matière ligno-cellulosique, macromolécules) qui limitent son utilisation. La prédiction et la compréhension fine des comportements du bois à l'échelle macroscopique (*i.e.*, échelle des cernes annuels) est donc difficile et il est particulièrement intéressant d'étudier le bois à l'échelle de la paroi cellulaire. Cette paroi peut être vue comme un composite multi-couches dont les renforts sont des amas de microfibrilles de cellulose semi-cristalline (diamètre de l'ordre de 10 nm) au sein d'une matrice de lignine et d'hémicellulose [Salmén, 2004]. Chacune de ces couches joue un rôle particulier dans le comportement thermo-hygro-mécanique macroscopique du bois. Malheureusement, seule la structure des différentes couches de la paroi est relativement bien connue [Salmén, 2004]. Aujourd'hui, cette description ne suffit plus et il est important de pouvoir accéder à des informations locales sur le comportement physico-mécanique des composants de la matière ligneuse composant les parois cellulaires. Ces informations devraient permettre, en utilisant des approches micro-macro [Hofstetter *et al*, 2007], d'aider à la compréhension de mécanismes complexes et encore insuffisamment expliqués aux échelles macroscopiques comme la mise en place des contraintes de croissance dans l'arbre (biomécanique de l'arbre) ou le fluage mécano-sorptif (bois matériaux).

Des mesures ont déjà été effectuées sur les composants chimiques extraits des parois, sur des fibres isolées chimiquement ou mécaniquement, sur des tissus ou encore estimées par simulations numériques des propriétés des constituants [Salmén et Burgert, 2009]. Malheureusement les données ainsi obtenues sont *ex situ* avec des composants n'étant éventuellement pas dans leur configuration naturelle et sans garantie que les propriétés n'aient pas été altérées au cours des différentes extractions ou préparations. C'est pourquoi des techniques de caractérisation *in situ* sont de plus en plus employées et développées de nos jours à l'échelle de la paroi. Elles reposent principalement sur la nanoindentation, la microscopie acoustique et la microscopie à force atomique (AFM). La microscopie acoustique reste encore difficile à mettre en œuvre à ces échelles sur des cellules de bois. Par contre, les mesures par nanoindentation ont déjà permis d'obtenir des résultats intéressants [Wimmer, 1997 ; Gindl *et al*, 2004 ; Tze *et al*, 2007]. Néanmoins, cette technique est limitée par la largeur des couches de la paroi cellulaire qui doivent être suffisamment épaisses pour éviter des effets de bord lors de la mesure [Jakes *et al*, 2009] alors qu'elles le sont d'au plus quelques micromètres dans le meilleur des cas.

Ainsi, l'outil le plus prometteur est l'AFM du fait de sa résolution spatiale. Nous utilisons un mode spécifique récemment développé et basé sur la mesure de la réponse vibratoire du levier de l'AFM en contact avec le matériau à tester [Arinero *et al*, 2007]. Dans ce mode, parfois appelé contact résonnant, le levier de l'AFM est mis en vibration par l'intermédiaire d'une

excitation électrostatique sinusoïdale entre le support de l'échantillon et le levier de l'AFM. Un balayage en fréquence est ensuite effectué et permet de déterminer la fréquence de résonance et le facteur de qualité du levier en contact avec le matériau par l'intermédiaire de la pointe. La fréquence de résonance (de l'ordre de quelques centaines de kHz dans notre cas) peut être reliée à la rigidité du contact entre la pointe et le matériau alors que le facteur de qualité dépend de la dissipation principalement au niveau de ce contact [Rabe, 2006]. L'avantage de cette technique est qu'elle utilise des efforts d'appui de la pointe sur le matériau faible permettant ainsi d'atteindre des résolutions spatiales importantes (inférieures à environ 50 nm) tout en s'affranchissant de certains artefacts de l'AFM. Néanmoins, afin d'obtenir des informations quantitatives sur le matériau testé, il est nécessaire de calibrer le levier de l'AFM (raideur du levier et géométrie de la pointe) et d'avoir un modèle fiable de réponse en fréquence du levier en fonction de la raideur du contact. Finalement, cette technique permet actuellement de réaliser des cartographies semi-quantitativement (*i.e.*, à l'aide de matériaux de référence) de certaines propriétés (visco)élastiques (module de contact et angle de perte), à la fréquence de résonance du levier, de la paroi cellulaire du bois et de réaliser des cartographies assez rapides de ces propriétés [Bytebier *et al.*, 2009]. L'interprétation finale de ces résultats est néanmoins sujette aux mêmes difficultés que lors des essais de nanoindentation comme, par exemple, l'effet de l'anisotropie des propriétés mécaniques de la paroi sur le module de contact mesuré [Vlassak *et al.*, 2003] ou encore des effets de variation locale de l'orientation des microfibrilles [Konnerth *et al.*, 2009]. Des développements en cours, aussi bien au niveau de la préparation des échantillons que sur la calibration par exemple, devraient permettre d'accéder dans le futur aux propriétés mécaniques de la matière ligneuse à l'échelle des microfibrilles.

## Bibliographie

- Arinero R., Lévêque G., Girard P. et Ferrandis J.Y. *Review of Scientific Instruments*, 78, 6p., 2007.
- Bytebier K., Arnould O., Arinero R., Clair B. et Alméras T. Dans : *Proceedings of the 6<sup>th</sup> Plant Biomechanics Conference*, Thibaut B. (Ed), Cayenne, pp. 228–235, 16–21 novembre 2009.
- Gindl W., Schöberlb T. *Composites: Part A*, 35, pp. 1345–1349, 2004.
- Hofstetter K., Hellmich C. et Eberhardsteiner J. *Holzforschung*, 61, pp. 343–351, 2007.
- Jakes J.E., Frihart C.R., Beecher J.F., Moon R.J., Resto P.J., Melgarejo Z.H., Suarez O.M., Baumgart H., Elmustafa A.A et Stone D.S. *Journal of Materials Research*, 24(3), pp. 1016–1031, 2009.
- Konnerth J., Gierlinger N., Keckes J. et Gindl W. *Journal of Material Science*, 44, pp. 4399–4406, 2009.
- Rabe U. Dans : *Applied Scanning Probe Methods II: Scanning Probe Microscopy Techniques*, Bhushan B. et Fuchs H. (Eds), Springer-Verlag, Berlin, pp. 36–90, 2006.
- Salmén L. *C.R. Biologies*, 327, pp. 873–880, 2004.
- Salmén L. et Burgert I. *Holzforschung*, 63, pp. 121–129, 2009.
- Tze W.T.Y., Wang S., Rials T.G., Pharr G.M. et Kelley S.S. *Composites: Part A*, 38, pp. 945–953, 2007.
- Wimmer R., Lucas B.N., Tsui T.Y et Oliver W.C. *Wood Science and Technology*, 31, pp. 131–141, 1997.