

Spontaneous and mechanically-assisted water transport in beech wood: investigation using X-ray tomography and digital volume correlation

Key words: water transport in wood, imbibition, X-ray micro-tomography, digital volume correlation,

Abstract:

Filling liquids in wood is a key stage in some wood transformation processes, such as resin impregnation to produce wood composites or delignification treatments with aqueous solutions to densify wood and enhance mechanical properties. Such a filling can occur spontaneously in contact with water (imbibition) and involves several water transport mechanisms: vapor or capillary liquid transport of free water through the vessels and lumens of the cellular architecture of wood, diffusion of bound water through the polymeric wood cell walls, and interface mass exchanges. The multiscale structures of wood, the effect of water content on its physico-chemical properties, and the substantial swelling of cell walls, lead to complex transport mechanisms that remain unclear. To better understand them, we performed a series of imbibition experiments on beech samples with water, coupled with high resolution X-ray microtomography and 3D image analysis, in particular Digital Volume Correlation (DVC).

Firstly, unidirectional imbibition tests were conducted on centimetric beech samples along the three principal wood directions. In parallel, the 3D images acquired at the cell scale unveiled a complex honeycomb-like architecture. Their main structural descriptors were extracted, and the solid diffusion and permeability tensors were estimated using both homogenization-based cell scale simulations and the high-resolution 3D images. The combination of experimental and numerical results suggests that water diffusion in the cell walls and in the pores is the leading transport mechanisms, regardless of the transport direction, including the longitudinal one.

To verify this scenario, a second series of imbibition experiments was carried out using a laboratory X-ray tomograph to obtain 3D *in situ* observations at the vessel scale. The swelling strain fields were assessed using DVC, thereby quantifying the temporal and spatial distribution of bound water in the samples. Meanwhile, the error between correlated 3D images was used to capture the vessel filling by free liquid water. For the experiments performed along the radial and the tangential directions, the important role of bound water diffusion mechanisms is highlighted. Furthermore, the presence of free liquid water in the pores occurred without clear capillary fronts, suggesting sparse water perspiration mechanisms from the bulk saturated cell walls to their surface and re-condensation of vapor to free liquid water. For longitudinal imbibition experiments, free liquid water transport occurred as discrete, stepwise, and erratic water uptake in vessels with capillary fronts, leading to a wide macroscopic flow front with many discrete channels. However, bound water diffusion can again be regarded as the leading transport mechanism: the kinematics of this front is identical to that of the diffusion one, which is in turn captured by the swelling front.

Lastly, in order to speed up wood imbibition, we investigated an alternate, fast, mechanically-assisted imbibition route. For that purpose, an unsaturated beech sample immersed in water was subjected to cyclic compression at increasing compression strain and small strain rate, while 3D images were acquired *in situ* with the X-ray microtomograph of the ESRF BM5 beamline. During compression, water progressively fills the pores. After a succession of 4 compression cycles up to a 50% compression Hencky strain, 90% pore filling was observed. Meanwhile, cell walls bent/buckled during loading without exhibiting severe damage. These elastoviscoplastic densification mechanisms are simultaneously coupled with cell wall swelling induced by the diffusion of bound water, which confers the sample an apparent superelastic response.

Transport spontané et assisté mécaniquement de l'eau dans le bois de hêtre :

Analyse par tomographie X et corrélation d'images numériques volumiques

Mots clés: transport d'eau dans le bois, imbibition, tomographie à rayon X, corrélation d'images numériques volumiques

Résumé:

Le remplissage de liquides dans le bois est une étape importante de certains procédés de transformation du bois, tels que l'imprégnation du bois par une résine pour produire des composites ou les traitements de délignification avec des solutions aqueuses pour la densification du bois améliorant ses propriétés mécaniques. Un tel remplissage peut se produire spontanément au contact de l'eau (imbibition) et met en jeu plusieurs mécanismes de transport de l'eau : transport sous forme de vapeur ou transport capillaire de l'eau libre à travers les vaisseaux et les lumens de l'architecture cellulaire du bois, diffusion de l'eau liée au sein des parois cellulaires polymériques du bois, et échanges de masse aux interfaces. Les structures multi-échelles du bois, l'effet de la teneur en eau sur ses propriétés physico-chimiques et le gonflement important des parois cellulaires conduisent à des mécanismes de transport complexes qui restent encore mal compris. Afin de mieux les comprendre, nous avons réalisé une série d'expériences d'imbibition sur des échantillons de hêtre avec de l'eau, couplées à la microtomographie X à haute résolution et à l'analyse d'images 3D, en particulier par corrélation d'images numériques volumiques (DVC).

Dans un premier temps, des essais d'imbibition unidirectionnelle ont été effectués sur des échantillons centimétriques de hêtre selon les trois directions principales du bois. Parallèlement, les images 3D acquises à l'échelle cellulaire ont révélé une architecture complexe en forme de nid d'abeilles. Leurs principaux descripteurs structuraux ont été extraits, et les tenseurs de diffusion solide et de perméabilité ont été estimés à l'aide de simulations à l'échelle cellulaire basées sur l'homogénéisation, et des images 3D haute résolution. La combinaison des résultats expérimentaux et numériques suggère que la diffusion de l'eau dans les parois cellulaires et dans les pores constitue le mécanisme de transport dominant, quelle que soit la direction de transport, y compris la direction longitudinale.

Pour vérifier ce scénario, une seconde série d'expériences d'imbibition a été menée à l'aide d'un tomographe à rayons X de laboratoire, afin d'obtenir des observations 3D *in situ* à l'échelle des vaisseaux. Les champs de déformation de gonflement ont été évalués à l'aide de la DVC, permettant ainsi de quantifier la distribution temporelle et spatiale de l'eau liée dans les échantillons. Par ailleurs, l'erreur entre les images 3D corrélées a été utilisée pour détecter le remplissage des vaisseaux par l'eau libre liquide. Pour les expériences réalisées selon les directions radiale et tangentielle, le rôle important des mécanismes de diffusion de l'eau liée est mis en évidence. De plus, la présence d'eau libre liquide dans les pores est observée sans front capillaire net, suggérant des mécanismes de transpiration d'eau dispersés depuis l'intérieur des parois cellulaires saturées vers leur surface, suivis de recondensation de vapeur en eau libre liquide. Pour les expériences d'imbibition longitudinale, le transport de l'eau libre liquide se produit sous forme de montées capillaires discrètes, successives et irrégulières dans les vaisseaux, conduisant à un front d'écoulement macroscopique large comportant de nombreux canaux discrets. Cependant, la diffusion de l'eau liée peut à nouveau être considérée comme le mécanisme de transport dominant : la cinématique de ce front est identique à celle du front diffusif, lequel est à son tour mis en évidence par le front de gonflement du bois.

Enfin, afin d'accélérer l'imbibition du bois, nous avons étudié une voie alternative d'imbibition rapide assistée mécaniquement. À cette fin, un échantillon de hêtre non saturé immergé dans l'eau a été soumis à une compression cyclique avec une déformation croissante et une faible vitesse de déformation, tandis que des images 3D ont été acquises *in situ* par le microtomographe à rayons X de

la ligne de lumière BM5 de l'ESRF. Lors de la compression, l'eau remplit progressivement les pores. Après une succession de quatre cycles de compression atteignant une déformation de Hencky de 50 %, un remplissage des pores à 90 % est observé. Parallèlement, les parois cellulaires sont incurvées/déformées pendant le chargement sans présenter de dommages sévères. Ces mécanismes de densification élasto-viscoplastiques sont simultanément couplés au gonflement des parois cellulaires induit par la diffusion de l'eau liée, ce qui confère à l'échantillon une apparente réponse superélastique.