

Université de Montréal

**Étude de la stabilité dimensionnelle d'un revêtement
polymère sur placage de bois pour structures intérieures
d'avions**

par

Nicolas Duport

Département de chimie

Faculté des arts et des sciences

Mémoire présenté à la Faculté des études supérieures et postdoctorales
en vue de l'obtention du grade de maître ès sciences (M.Sc) en chimie

Août 2016

©Nicolas Duport, 2016

Université de Montréal

Faculté des études supérieures et postdoctorales

Ce mémoire intitulé :

**Étude de la stabilité dimensionnelle d'un revêtement
polymère sur placage de bois pour structures intérieures
d'avions**

Présenté par :

Nicolas Duport

est évalué par un jury composé des personnes suivantes :

Julian Zhu, Président-rapporteur

Robert E. Prud'homme, directeur de recherche

C. Géraldine Bazuin, co-directrice

Christian Pellerin, membre du jury

RÉSUMÉ

Actuellement, le système multicouche employé pour revêtir les panneaux composites destinés à meubler la cabinnerie des avions de Bombardier est sujet à ce que l'on appelle « l'instabilité dimensionnelle ». Ce terme est plus communément connu sous le nom de « peau d'orange » et fait référence aux irrégularités topologiques dudit fruit. Ces défauts sont synonymes de délais, voire de retours, et s'accompagnent de pertes économiques majeures.

L'objectif principal de ce projet consiste à étudier les mécanismes sous-jacents à la formation de l'instabilité dimensionnelle dans la cabinnerie en composite des avions d'affaires. Un vaste éventail de techniques analytiques a été sélectionné afin de détecter l'instabilité dimensionnelle, d'en déterminer les origines (une combinaison de facteurs est soupçonnée), et de comprendre les conditions responsables de son apparition.

Une phase d'étude préliminaire fait mention des principales techniques de caractérisation physico-chimique employées par l'Université de Montréal (microscopie optique et à force atomique, spectroscopie et microscopie infra-rouge à transformée de Fourier, et profilométrie à contact) et présente les conclusions associées à ce jour.

On présente ensuite la conception, le développement et le fonctionnement d'un outil destiné à quantifier l'aspect peau d'orange : l'Anatex. Dans l'optique de confirmer le bon fonctionnement de l'Anatex, une corrélation des résultats obtenus avec cet outil a été effectuée avec ceux d'un profilomètre à contact – outil disponible et capable de quantifier l'aspect peau d'orange au sens de la littérature.

Finalement, l'analyse d'échantillons de panneaux composites préparés spécifiquement pour cette étude, et selon les standards de Bombardier, a servi à évaluer l'influence de l'essence de la feuille de bois ornementale du contreplaqué et l'impact du traitement ignifuge – deux matériaux constituant les panneaux composites. Ces échantillons ont subi des traitements thermo-hygrométriques

différents et destinés à provoquer l'apparition du défaut peau d'orange. Les analyses de ces échantillons ainsi traités ont été réalisées avec un profilomètre à contact, l'Anatex et un Wave-Scan DOI – outil actuellement employé dans l'industrie pour détecter et quantifier l'effet peau d'orange. Ces essais ont permis, entre autres, de comparer les résultats de l'outil développé en interne avec ceux de l'outil industriel, et de détecter certaines des limites de l'Anatex.

Mots-clefs : instabilité dimensionnelle ou effet peau d'orange, vernis ultra-brillants, panneaux composites, cabinnerie des avions, essence de bois, traitement ignifuge, traitement thermo-hygrométrique.

ABSTRACT

Presently, Bombardier Aerospace is experiencing challenges associated with dimensional instability in the clear coat finish that is applied to the veneer on aircraft cabinetry. The “dimensional instability” term is also known as the “orange-peel defect” and refers to topological irregularities. The ongoing product failures lead to delays in delivery of the aircraft, return of the aircraft for reworking the veneer finishing, and accompanying economic loss.

The goal of the proposed research is to investigate the underlying mechanisms of defect formation in composite cabinetry in business aircraft. A wide array of analytical techniques has been used to detect the dimensional instability, to determine its origins (a combination of factors is suspected) and to understand the conditions that lead to its development.

A preliminary study lists the main physico-chemical characterization methods used by Université de Montréal (optical and atomic force microscopies, Fourier transform infra-red spectrometry and microscopy, and contact profilometer) and introduces the present conclusions.

Next, the conception, the development and the functioning of a tool designed to quantify the orange-peel defect, the Anatex, is described. In this context, the results of the Anatex and those of the contact profilometer have been correlated leading to a calibration curve that confirms that the Anatex is operating as expected. According to the literature, the contact profilometer is an appropriate tool to quantify the orange-peel.

Finally, analyses carried out on samples of custom-made composite panels, prepared according to Bombardier’s standards, have been used to evaluate the influence of the wood veneer top layer species and the impact of the fire retardant; those two materials are part of the composite panels. Samples underwent different thermo-hygrometric treatments intended to cause orange-peel defects.

Analyses on treated samples were performed with a contact profilometer, the Anatex and a Wave-Scan DOI – a tool currently employed in the industry to detect and quantify orange-peel defects. Amongst others, the results gave the opportunity to compare both devices, and some of the Anatex's limits were detected.

Keywords: dimensional instability or orange-peel defect, high-gloss varnishes, composites panels, aircraft cabinetry, wood species, fire retardant treatment, thermo-hygrometric treatments.

REMERCIEMENTS

Je tiens premièrement à remercier mon directeur de recherche, le professeur Prud'homme, ma co-directrice de recherche, le professeur Bazuin, et le professeur Pellerin pour m'avoir supervisé dans cette Maîtrise de recherche à l'Université de Montréal et pour avoir dirigé mes travaux. J'ai acquis nombre de connaissances et compétences durant ces deux années de recherches qui me seront bien utiles dans un avenir proche. Je tiens aussi à remercier les membres de l'équipe projet de Bombardier : Nikhil Nair, Sandhya Vaidya et plus particulièrement Gelareh Momen.

Je tiens particulièrement à remercier Samantha Noël, Charles Fortier, Frédéric Murschel (aujourd'hui docteurs, oui, oui) et le Pr. Grégory De Crescenzo sans qui cette Maîtrise se serait déroulée d'une toute autre façon. Merci d'avoir partagé vos moult connaissances en analyses de signaux et autres, et pour ces super moments que l'on a pu passer ensemble. Bon courage pour la suite.

Je remercie également tous les autres membres et stagiaires des groupes Pellerin, Bazuin et Prud'homme que j'ai pu croiser durant ces deux années et avec qui j'ai passé de bons moments. Je pense notamment à Josué Grosrenaud, Xiaoxiao Wang, Liliana Jimenez, Joseph Zhu, Tri Phuong Nguyen, Tien Nguyen Dang, ...

Je remercie aussi Jean-François Myre pour sa capacité à concevoir des outils improbables (un technicien génial soit dit en passant, aussi bien techniquement que socialement) et Pierre Ménard-Tremblay qui m'a formé sur quelques-uns des nombreux instruments dont il est responsable.

J'en profite pour adresser un grand merci aux super amis (un clin d'œil à Dianou, la miss Jo', Vince et Samy), au Piment, à mes colocs Keegan et Phil', aux corses et aux pinzuti, aux polonais d'Angleterre, aux québécois(es), au gitan, au suédois, aux danois, aux français, aux véritables anglais, aux algériens, et à mes parents bien entendu.

Je remercie finalement les membres du jury qui auront pris le temps de soigneusement corriger et évaluer mon mémoire.

TABLE DES MATIÈRES

Résumé	i
Abstract	iii
Remerciements	v
Table des matières	vi
Liste des figures	x
Liste des tableaux	xvi
Liste des symboles et abréviations	xvii
Chapitre 1 : Introduction	1
1.1 Présentation globale du projet	1
1.2 Descriptif des échantillons	3
1.2.1 Structure et agencement des panneaux composites	3
1.2.2 Composants et matériaux	5
1.2.2.1 La feuille de bois ornemental	5
1.2.2.2 L'ignifuge	7
1.2.2.3 Le scellant	7
1.2.2.4 Le vernis	8
1.2.2.5 Les dégraissants	8
1.3 L'effet peau d'orange	9
1.3.1 Définition de l'aspect peau d'orange	9
1.3.2 Les outils disponibles pour quantifier l'aspect peau d'orange	13
1.3.2.1 Le profilomètre	14

1.3.2.2	Le Wave-Scan DOI	16
1.3.2.3	L'Optimap PSD	19
1.3.3	Les origines de l'effet peau d'orange dans l'industrie des revêtements	20
1.4	Description de l'étude	23
1.4.1	Stratégie du groupe-projet	23
1.4.2	Pistes explorées à l'UdeM	24
1.4.3	Plan de la présente étude	24
Chapitre 2 : Partie expérimentale		26
2.1	Fabrication des panneaux composites	26
2.1.1	Formulation des revêtements	27
2.1.2	Préparation du substrat et application du système multicouche	28
2.1.3	Tests de contrôle qualité	31
2.1.4	Caractéristiques des panneaux préparés pour cette étude	33
2.1.5	Échantillons supplémentaires fournis par Bombardier	34
2.2	Modes opératoires	39
2.2.1	Découpe des échantillons	39
2.2.2	Microscopie optique avec et sans polarisation croisée	39
2.2.3	Microscopie à force atomique (AFM)	39
2.2.4	Profilométrie	40
2.2.5	Spectroscopie IR-TF en ATR	40
2.2.6	Cartographie IR	41
2.2.7	Wave-Scan DOI	42

2.2.8	Traitements thermo-hygrométriques des échantillons et suivi de la relaxation	42
Chapitre 3 : Résultats et discussions		44
3.1	Étude préliminaire	44
3.1.1	Microscopie optique	44
3.1.2	Microscopie AFM	47
3.1.3	Profilométrie : mesure de l'ondulation	49
3.1.4	Spectroscopie IR-TF en ATR	51
3.1.5	Cartographie IR	56
3.1.6	Conclusion sur l'étude préliminaire	60
3.2	Développement d'un outil capable de quantifier l'aspect peau d'orange : l'Anatex	61
3.2.1	La grille : première composante de l'Anatex	62
3.2.2	La conception de l'Anatex	63
3.2.3	Le traitement de l'image	67
3.2.4	L'analyse du signal	71
3.2.5	Les mesures à l'Anatex	73
3.2.6	Développement d'une méthode de quantification	74
3.3	Analyse des panneaux sur-mesure	78
3.3.1	Analyse à l'Anatex et avec un profilomètre à contact des échantillons ayant subi un traitement thermo-hygrométrique	79
3.3.2	Suivi de la relaxation à l'Anatex (à J+7 et J+21) des séries contrôle, 1, 2, 3, 4 et 5	86

3.3.3	Suivi de la relaxation via l'Anatex et le profilomètre à contact (à J+0, J+3, J+7 et J+21) des séries 2 et 5	90
3.3.4	Comparaison des essences de bois	95
3.3.5	Essais complémentaires avec le Wave-Scan DOI (BYK Gardner)	98
Chapitre 4 : Conclusion et améliorations possibles à l'Anatex		109
4.1	Conclusion	109
4.2	Améliorations possibles de l'Anatex	114
4.2.1	Les longueurs d'onde quantifiables	114
4.2.2	Les limites haute et basse des valeurs enregistrées	115
4.2.3	L'incertitude relative et la répétabilité et des mesures	115
4.2.4	Les défauts de planéité	116
Bibliographie		121
Annexe		i-2

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	Vue éclatée des feuilles de plaquage lors de la fabrication du contreplaqué.	3
Figure 1.2	Vue semi-éclatée d'un échantillon type de panneau de bois.	4
Figure 1.3	Coupe transversale d'un tronc d'arbre et identification des différentes couches.	5
Figure 1.4	Image d'une coupe transversale d'un feuillu prise avec un microscope électronique à balayage.	6
Figure 1.5	Réflexion de la lumière sur une surface plane et sur une surface ondulée.	10
Figure 1.6	Images de franges de lumière exposées sur des panneaux standards peints en noir et présentant des ondulations de surface différentes.	11
Figure 1.7	Sensibilité au contraste de l'œil humain en fonction de la fréquence angulaire exprimée en cycles par degré.	12
Figure 1.8	Sensibilité au contraste de l'œil en fonction de la longueur d'onde des structures.	13
Figure 1.9	Représentation schématique des profils d'ondulation et de rugosité après filtration du signal.	14
Figure 1.10	Transmission en fonction de la longueur d'onde.	15
Figure 1.11	Écart moyen arithmétique du profil d'ondulation.	16
Figure 1.12	Mesure au Wave-Scan DOI de la variance de l'intensité d'un faisceau réfléchi à 60°.	17
Figure 1.13	Courbes obtenues via l'utilisation d'un Wave-Scan DOI.	18

Figure 1.14	Représentation schématique du fonctionnement de l'Optimap PSD.	20
Figure 1.15	Réaction entre une fonction isocyanate et l'eau.	22
Figure 2.1	Constitution et agencement des « couches principales » du système multicouche appliquées à la surface du contreplaqué ignifugé.	27
Figure 2.2	Photographies en plongée des panneaux préparés.	34
Figure 2.3	Vue en plongée des échantillons T40, E2 et E1.	35
Figure 2.4	Vue en plongée et classement qualitatif des échantillons Tension 40 (A), X0755 (B), S143 (C), S195 (D), S210 (E), X1164 (F), X1161 (G), X1093-001 (H), X1093-005 (I), X1141 (J), Durolak 2 (K) et 1S (L).	36
Figure 2.5	Vue en plongée et classement qualitatif des échantillons Tension 40 (A'), X0755 (B'), S143 (C'), X1161 (D'), S210 (E'), X1164 (F'), S195 (G'), X1093-005 (H'), X1093-001 (I'), X1141 (J'), Durolak 2 (K') et 1S (L').	38
Figure 3.1	Images des échantillons E1, E2 et T40 prises au microscope optique avec un grossissement x100.	46
Figure 3.2	Images des échantillons E1, E2 et T40 prises en microscopie AFM.	48
Figure 3.3	(A) Profil d'ondulation W de T40 et de E1, et (B) Ondulation Wa (nm) mesurée par profilométrie, en fonction de l'échantillon et de l'orientation du grain du bois.	50
Figure 3.4	Spectres ATR-IR de T40 (en vert), de E2 (en bleu) et de E1 (en rouge), entre 400 et 4000 cm ⁻¹ .	52

Figure 3.5	Zooms sur les spectres ATR-IR du T40 (en vert), de E2 (en bleu) et de E1 (en rouge).	54
Figure 3.6	Spectres de cartographie IR de E1 (en rouge) et de T40 (en bleu).	57
Figure 3.7	Spectres de cartographie IR de E2 (en jaune) et de T40 (en bleu)	58
Figure 3.8	Spectres de cartographie IR d'un échantillon de bois pourvu (en rouge) et dépourvu (en bleu) du traitement ignifuge utilisé par Bombardier Aéronautique.	59
Figure 3.9	Grille de l'Anatex.	62
Figure 3.10	Images de la réflexion de la lumière passée au travers de la grille sur deux échantillons.	63
Figure 3.11	Représentation schématique de l'Anatex.	64
Figure 3.12	Schéma simplifié de l'Anatex indiquant le positionnement des éléments clefs du montage.	65
Figure 3.13	Vue éclatée du compartiment à échantillon	66
Figure 3.14	Photographies de la réflexion du motif de lumière sur des échantillons de différentes qualités en termes de peau d'orange.	67
Figure 3.15	Lignes de code de la macro employée pour traiter les images dans le logiciel ImageJ.	68
Figure 3.16	Traitement de l'image via ImageJ (partie 1).	69
Figure 3.17	Traitement de l'image via ImageJ (partie 2).	69
Figure 3.18	Traitement de l'image via ImageJ (partie 3).	71

Figure 3.19	(a) et (c) tracé d'un rectangle de sélection en jaune sur la zone d'intérêt de la 2D FFT, et (b) et (d) obtention d'un graphique de cette même zone où l'échelle de gris est projetée en fonction de la distance entre les pixels.	72
Figure 3.20	Orientation des franges de lumières par rapport au grain du bois.	73
Figure 3.21	Histogramme de l'ondulation W_a des échantillons A-L.	75
Figure 3.22	Histogramme de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT des échantillons A-L	76
Figure 3.23	Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour les échantillons A-L (points bleus).	77
Figure 3.24	Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour la série contrôle à J+7.	81
Figure 3.25	Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour les séries 1 (A), 2 (B), 3 (C), 4 (D) et 5 (E), à J+7.	84
Figure 3.26	Histogrammes de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour deux échantillons de chaque essence de bois (l'un traité et l'autre non) pour les séries contrôle (A), 1 (B), 2 (C), 3 (D), 4 (E) et 5 (F), à J+7 (remplissage uni) et J+21 (motif de remplissage hachuré).	89
Figure 3.27	Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour la série 2 (25 °C, 90% HR) à J+0 (en rouge), J+3 (en vert), J+7 (en jaune) et J+21 (en bleu).	92

Figure 3.28	Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour la série 5 (50 °C, 90% HR) à J+0 (en rouge), J+3 (en vert), J+7 (en jaune) et J+21 (en bleu).	94
Figure 3.29	Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour le sapele (A), l'érable (B), le noyer (C) et le bubinga (D), à J+7.	97
Figure 3.30	Histogramme des valeurs de W_c du Wave-Scan DOI (en unités arbitraires) pour les échantillons A'-L'	99
Figure 3.31	Histogramme de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT pour les échantillons A'-L'.	100
Figure 3.32	Valeurs de W_c du Wave-Scan DOI (U.A.) en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour les échantillons A'-L'	101
Figure 3.33	Valeurs de W_c du Wave-Scan DOI (U.A.) en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour les séries contrôle (A), 2 (B) et 5 (C).	104
Figure 3.34	Valeurs de W_c du Wave-Scan DOI en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour le sapele (A), l'érable (B), le noyer (C) et le bubinga (D).	106
Figure 4.1	Photographies des échantillons de Noyer traité de la série 4 (50 °C, 65% HR) prises selon des vues de côté.	117
Figure 4.2	(A) Photographie de la réflexion du motif de lumière sur un échantillon d'érable traité de la série 4 présentant un défaut de planéité et rectangle de sélection (en noir) paramétré dans la macro de ImageJ. (B)	118

Figure 4.3	Photographies de la réflexion du motif de lumière (A) sur un échantillon plan de sapele non traité et (B) sur un échantillon de sapele traité présentant un défaut de planéité.	119
Figure A.1	FS du ZMP 693A (scellant).	i-2
Figure A.2	FS du ZMP 666B (scellant).	ii-2
Figure A.3	FS du ZMP 7773 (vernis).	iii-2
Figure A.4	FS du DUR 3498A (vernis).	iv-2
Figure A.5	FS du DUR 3499B (vernis).	v-2
Figure A.6	FS du DS 61 (vernis).	vi-2
Figure A.7	FS du MP 828 (ignifuge).	vii-2

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1	Formulation des revêtements constitutifs du système multicouche chez Bombardier Aéronautique.	28
Tableau 2.2	Valeurs de retrait maximum et schémas de mesures selon le type de plaquage.	32

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS

AFM	Microscope à force atomique
ASTM	<i>American Society for Testing Material</i>
DOI	Distinction d'image (<i>Distinction-of-image</i> en anglais)
FS	Fiche signalétique
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
IR-TF	Infrarouge à transformée de Fourier
Panneau V/R	Panneau renforcé avec de la fibre de verre ou du Kevlar®
Wa	Écart moyen arithmétique de l'ondulation (nm)
y ₁	Ondulation Wa (nm) pour la courbe de tendance initiale liant les valeurs du profilomètre à contact à celles de l'Anatex
y' ₁	Ondulation Wa (nm) pour la courbe de tendance « révisée » liant les valeurs du profilomètre à contact à celles de l'Anatex

y ₂	Valeur de Wc du Wave-Scan DOI pour la courbe de tendance » liant les valeurs du Wave-Scan DOI à celles de l'Anatex
x	Intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT pour la courbe de tendance initiale et « révisée » liant les valeurs du profilomètre à contact à celles de l'Anatex, et pour la courbe de tendance liant les valeurs du Wave-Scan DOI à celles de l'Anatex

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

1.1 Présentation globale du projet

Bombardier Aéronautique, filiale du groupe Bombardier Inc., anciennement connue sous le nom de Canadair, est le troisième employeur et producteur mondial dans le secteur de l'aéronautique après Boeing et Airbus. Sa position de leader sur le marché est maintenue, entre autres, grâce à sa capacité à investir dans des matériaux de pointe, et cette implication lui permet aujourd'hui de proposer à ses clients des avions d'affaires de la gamme Global ou Challenger.

Concrètement, la cabinnerie des avions Global et Challenger doit disposer d'un esthétisme irréprochable et leur ébénisterie intérieure est généralement revêtue d'une finition ultra-brillante car 70% des clients font ce choix. Ce rendu est obtenu en appliquant des revêtements transparents sur un plaquage de bois. L'ensemble doit résister à un large éventail de conditions d'utilisation (conditions atmosphériques et environnementales, et opérations de maintenances).

Actuellement, le système multicouche employé pour revêtir les boiseries destinées à meubler la cabinnerie des avions est sujet à ce que l'on appelle « l'instabilité dimensionnelle ». Ce terme est plus communément connu sous le nom de « peau d'orange »¹ et fait référence aux irrégularités topologiques dudit fruit. Or l'esthétisme joue un rôle prépondérant et ne peut être considéré comme un paramètre mineur. Tout défaut est synonyme de délais, voire de retours, et s'accompagne de pertes économiques majeures.

À ce jour, il existe un bon nombre d'études portant sur des revêtements technologiquement avancés et répondant à des applications exigeantes^{2,3,4,5,6,7} mais aucune n'est en mesure de répondre à l'ensemble des conditions imposées par Bombardier Aéronautique. Un cahier des charges a donc été établi par Bombardier Aéronautique en vue d'un éventuel système multicouche répondant à ses exigences.

Il comporte les éléments suivants : le système multicouche doit former un film non déformable et non jaunissant, respecter les normes anti-feu et résister aux conditions environnementales imposées par le milieu d'utilisation (larges variations de températures et d'humidités, vibrations, traces, rayures et solvants). En termes d'hygiène-sécurité-environnement, il ne doit pas contenir de substances cancérigènes ou toxiques et les émissions de composés organiques volatils ne doivent pas dépasser celles émises par le système multicouche actuel. En outre, le système ne doit pas être coûteux, les outils de production et d'application doivent rester inchangés et la cadence de production ne doit pas être diminuée.

Aujourd'hui, aucun des compétiteurs de Bombardier Aéronautique ne dispose d'une telle technologie. Aussi, l'entreprise a-t-elle décidé de relever ce défi, et c'est à travers ce projet que différents protagonistes interviennent. Ainsi, le développement d'une finition ultrabrillante sur-mesure a été confié à la compagnie 3M, entreprise reconnue, entre autres, pour ses compétences dans le traitement de surface, l'assemblage des structures et les revêtements de pointe. L'Université Laval (UL) et l'Université de Montréal (UdeM) ont été associées au projet dans l'optique d'apporter leurs expertises respectives en science du bois et en caractérisation des revêtements polymères. L'objectif confié à ces deux institutions consiste à examiner les mécanismes physico-chimiques à l'origine de l'instabilité dimensionnelle afin de mieux comprendre les conditions de son apparition. Enfin, ce projet et cette collaboration ont été rendus possibles grâce à l'appui financier fourni par le Consortium de Recherche et d'Innovation en Aérospatiale au Québec (CRIAQ).

Plus spécifiquement, l'Université de Montréal s'est concentrée, entre autres, sur des techniques d'analyse de surface (microscopie optique et AFM, et profilométrie à contact) et de caractérisation physico-chimique (spectroscopie IR-TF et cartographie IR). Dans ce contexte, un outil de quantification de l'aspect peau d'orange (l'Anatex) a été développé en interne. L'emploi de ces différents outils a pour but d'effectuer des corrélations entre les changements physiques et chimiques observés, et, idéalement, de remonter jusqu'aux origines de l'effet peau d'orange.

1.2 Descriptif des échantillons

1.2.1 Structure et agencement des panneaux composites

Les boiseries utilisées dans la cabinetterie sont fabriquées en contreplaqué. Ce contreplaqué est constitué de trois feuilles de bois : la feuille ornementale est faite de bois exotique (le sapele, l'érable, le noyer et le bubinga sont les quatre espèces de feuillus employées dans cette étude) et les deux couches de plaquage inférieures sont en peuplier ou en bouleau. Au préalable, chacune de ces feuilles de bois a subi un traitement ignifuge par trempage (on décrira la composition de l'ignifuge à la section 1.2.2.2). Ces trois couches sont collées les unes aux autres avec un adhésif phénolique. Aucune information supplémentaire n'a été fournie sur ce processus d'adhésion, mais cette opération est généralement effectuée à chaud et sous pression, et, comme indiqué à la Figure 1.1 le grain de chaque feuille de bois est orienté perpendiculairement à celui des feuilles adjacentes.⁸

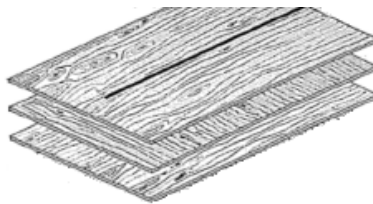


Figure 1.1 : Vue éclatée des feuilles de plaquage lors de la fabrication du contreplaqué. Le grain de chaque feuille de bois est orienté perpendiculairement à celui des feuilles adjacentes.⁸

Comme illustré à la Figure 1.2, le contreplaqué est ensuite collé avec un adhésif à base de néoprène sur une structure en nid-d'abeilles de type Nomex[®] soit directement, soit par l'intermédiaire d'un panneau renforcé avec de la fibre de verre ou du Kevlar[®] (panneau V/R). Un second panneau V/R, également enduit du dernier adhésif cité, vient sceller la partie basse de la structure en nid-d'abeilles. Afin de maximiser les performances de l'adhésif, une pression de 80 kPa est appliquée sur la

structure. La durée de cette opération n'a pas été précisée. À ce stade, la surface du contreplaqué peut être teinte à la guise du client, mais elle ne le sera pas pour cette étude et il ne sera donc pas fait mention de la mise à la teinte dans ce mémoire.

L'application du système multicouche sur la surface du contreplaqué est ensuite réalisée en trois étapes et effectuée à l'aide d'un pistolet pulvérisateur. Une description détaillée du processus d'application du système multicouche sera fournie à la section 2.1.2. Brièvement, chaque étape est quasiment identique et consiste à appliquer, en premier lieu, une couche de scellant polyuréthane en passes croisées et, dans un second temps, une couche de vernis à base de polyester insaturé, plus ou moins dilué, en passes croisées également. Entre chaque étape, un certain temps est alloué au processus de séchage physique et chimique. La première étape est appelée « couche de pré-vernis », la seconde « couche intermédiaire » et la dernière « couche de finition ». À l'issue des deux premières étapes, la surface est sablée et dégraissée. Une attention particulière est apportée à la couche de finition qui, en plus d'être sablée avec différents grades papiers de verre, est polie avec des matériaux spécifiques et selon des procédés adéquats.

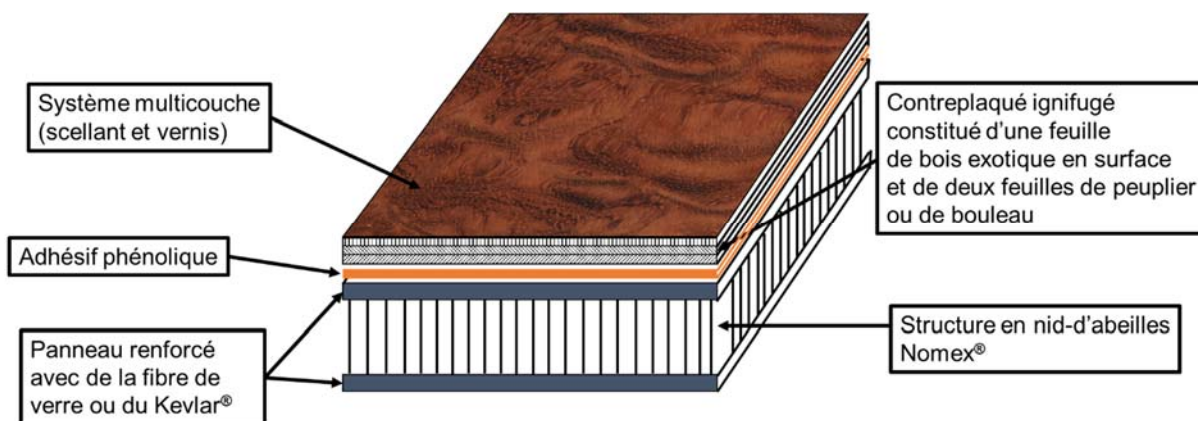


Figure 1.2 : Vue semi-éclatée d'un échantillon type de panneau de bois. Les épaisseurs réelles ne sont pas respectées.

1.2.2 Composants et matériaux

Seuls le bois ornemental, l'ignifuge, le système multicouche et les agents de dégraissage sont ici décrits car, selon les ingénieurs de Bombardier, le défaut d'esthétisme étudié provient de l'un de ces éléments, et/ou du processus de fabrication (formulation, application, séchage physique et chimique, découpage et polissage). La plupart des fiches signalétiques (FS) des produits mentionnés dans cette partie sont disponibles en annexe. Seules les FS des dégraissants n'ont pas pu être communiquées.

1.2.2.1 La feuille de bois ornemental

De manière générale, le bois est un composite à base d'une matrice en lignine et hémicellulose et de renforts en fibres de cellulose. Dans le cadre de ce projet, la feuille de bois ornemental est faite de bois exotique. Les essences proviennent de feuillus et seul le duramen est utilisé. La Figure 1.3 identifie les différentes couches constitutives d'un tronc d'arbre : l'écorce, le liber, le cambium, l'aubier, le duramen (bois parfait) et la moelle (bois parfait).⁹

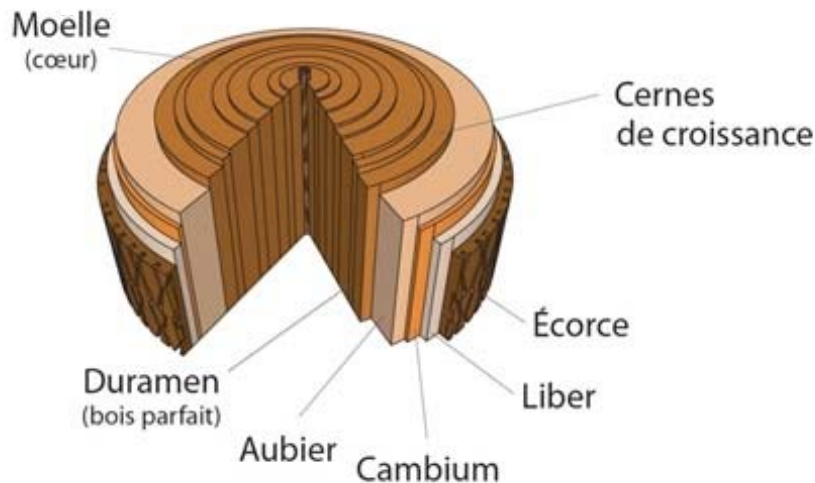


Figure 1.3 : Coupe transversale d'un tronc d'arbre et identification des différentes couches.⁹

À la différence des résineux, les feuillus contiennent trois types de cellules : les parenchymes (cellules communes aux feuillus et résineux), les éléments de vaisseaux (aussi appelés pores) et les fibres de bois. Les premières permettent de stocker les nutriments. Les secondes servent à transporter l'eau et les minéraux. Les troisièmes sont des cellules allongées similaires aux trachéides (cellules des résineux) et elles confèrent au bois sa robustesse. La Figure 1.4 identifie les éléments de vaisseaux et les fibres de bois sur une photo prise avec un microscope électronique à balayage. Les parenchymes sont situés autour des éléments de vaisseaux et ne sont pas visibles ici. Le bois de printemps est un bois tendre et riche en vaisseaux tandis que le bois d'été est plus dense et résistant.¹⁰

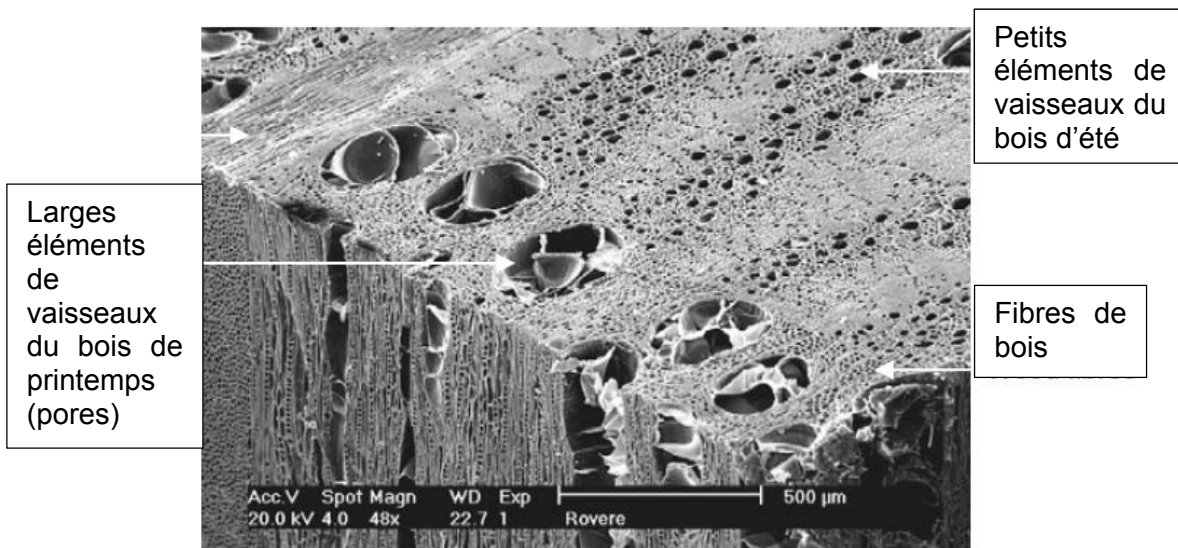


Figure 1.4 : Image d'une coupe transversale d'un feuillu prise avec un microscope électronique à balayage.¹⁰

Nous n'élaborerons pas davantage sur ce sujet car l'Université Laval se concentre principalement sur ce matériau. Ce faisant, l'étude du bois ornemental ne fait pas partie des attributions de l'Université de Montréal.

1.2.2.2 L'ignifuge

La solution anti-feu MP 828 provient de la compagnie Duro-Lak Inc. D'après la FS, il s'agit d'une solution à base de méthylphosphonate de diméthyle (#CAS 756-79-6). Dans la littérature, cette molécule est clairement identifiée comme un retardateur de flammes.¹¹ On rappelle que, lors de la fabrication du contreplaqué, chacune des feuilles de bois est entièrement plongée dans la solution ignifuge puis laissée à sécher à l'air libre et à la température ambiante.

1.2.2.3 Le scellant

Le scellant, un polyuréthane bi-composant (polymère formé à partir de di- ou de tri-isocyanates et de polyols), provient également de la compagnie Duro-Lak Inc. Les constituants de cette formulation sont répartis dans les deux produits suivants : le ZMP 693A (le liant qui est un polyol) et le ZMP 666B (le durcisseur qui sont des isocyanates). D'après les numéros CAS indiqués dans les FS fournies par Duro-Lak Inc., le ZMP 666B est un mélange d'acétate de n-butyle, de méthylisobutylcétone, de xylène (mélange d'ortho-, méta- et para-), de diisocyanate de toluène (0,1-1%) et de diisocyanate d'hexaméthyle (0,1-1%). De toute évidence, les monomères mentionnés sont présents en trop faibles quantités pour être ceux employés dans le processus de réticulation du revêtement polyuréthane. On présume que ce produit contient en plus des dimères/trimères (à l'origine de la véritable réaction de réticulation) qui ne sont pas mentionnés dans la FS car la réglementation ne l'oblige pas car ils sont non cancérigènes et non toxiques. Par contre, les deux isocyanates mentionnés plus haut ont dû être déclarés par souci de sécurité.

La FS fournie pour le ZMP 693A ne fait aucunement mention d'alcool (élément pourtant nécessaire à la formation des uréthanes à partir des diisocyanates). On soupçonne toutefois la présence d'un polyol dans ce produit. Cependant, et contrairement à l'exemple des isocyanates, il est possible que le ou les polyol(s) soi(en)t présent(s) en faible(s) quantité(s). En effet, les fonctions hydroxyle du bois (les tanins) et celles du vernis (ultérieurement décrites) semblent à même d'assurer la

réaction de réticulation des isocyanates libres. Ce faisant, elles pourraient d'ailleurs améliorer l'adhésion interfaciale.

1.2.2.4 Le vernis

Le vernis est une formulation obtenue à partir du mélange de quatre produits nommés ZMP 7773 (résine polyester), DUR 3498A (catalyseur), DUR 3499B (durcisseur) et DS 61 (diluant). L'ensemble de ces produits provient de la compagnie Duro-Lak Inc. D'après les numéros CAS indiqués sur les FS, le ZMP 7773 est un mélange de styrène, de méthylisobutylcétone, de méthyléthylcétone et d'acétone. Le DUR 3498A est un mélange de styrène et d'hydrocarbures aliphatiques. Le DUR 3499B contient du 2,2,4-triméthylpentanediol-1,3-diisobutyrate, du peroxyde de méthyléthylcétone, du peroxyde d'hydrogène et de la méthyléthylcétone. Enfin, le DS 61 est une solution majoritairement constitué d'acétate d'éthyle.

Etant données les proportions mentionnées dans la composition du ZMP 7773 et sa viscosité apparente, on suspecte la présence de chaînes polyester insaturées de faibles masses moléculaires. Les peroxydes (du DUR 3499B) génèrent des radicaux libres destinés à amorcer les réactions de réticulation. Le styrène (du DUR 3498A) est utilisé à titre de diluant réactif : il modifie la viscosité du milieu et intervient comme agent de réticulation. La paraffine (hydrocarbure aliphatique du DUR 3498A) sert à préserver la réaction de copolymérisation : elle limite les émissions de styrène et réduit la pénétration de l'oxygène dans le milieu (inhibiteur de réactions radicalaires).¹² L'acétate d'éthyle (du DS 61) est ajouté comme diluant et le 2,2,4-triméthylpentanediol-1,3-diisobutyrate sert de plastifiant. Les autres espèces sont de simples solvants.

1.2.2.5 Les dégraissants

Les dégraissants proviennent aussi de la compagnie Duro-Lak Inc. Ils servent à nettoyer la feuille de bois ornementale non enduite et à éliminer les résidus produits à l'issue des étapes de sablage. Ils sont au nombre de trois : le DS6 (méthanol), le DS 10 (acétone) et le DS 22 (naphta). De façon générale, il est recommandé d'utiliser le DS 10 ou le DS 22 plutôt que le DS 6. En effet, ce dernier composé peut interférer

dans la réaction de polymérisation des polyuréthanes bi-composants car il s'agit d'un alcool monofonctionnel à chaîne courte : il est monovalent, a priori plus réactif et peut donc inhiber la réaction de vulcanisation qui est censée se produire à partir d'alcools bivalents.

1.3 L'effet peau d'orange

Les finitions ultra-brillantes souhaitées par Bombardier sont hautement exigeantes en termes de formulation, d'application et de contrôles mais elles sont souvent altérées par un aspect peau d'orange, un des défauts potentiellement observables sur de tels revêtements. Cette partie a pour objectif premier de définir le plus précisément possible l'effet peau d'orange et les méthodes employées pour le caractériser. Les origines probables de cette malfaçon seront brièvement mentionnées.

1.3.1 Définition de l'aspect peau d'orange

En 1994, la norme ASTM E 284-91 définit l'aspect peau d'orange comme étant « des irrégularités de surface s'apparentant à la peau d'une orange ». ¹³ Ce défaut, lié aux petites ondulations ou indentations d'une surface, est perçu comme un motif alternant des zones claires et foncées, et il affecte le brillant. La Figure 1.5 illustre ce principe : lorsque les rayons de lumière (marqués B) sont déviés par la surface ondulée, ils ne réfléchissent pas la lumière dans l'œil et ces zones apparaissent comme plus foncées. À l'inverse, les surfaces planes dont les rayons marqués A réfléchissent la lumière dans l'œil apparaissent comme étant plus claires. Un observateur interprète le motif ainsi construit comme étant une structure tridimensionnelle où se succèdent monts et vallées.

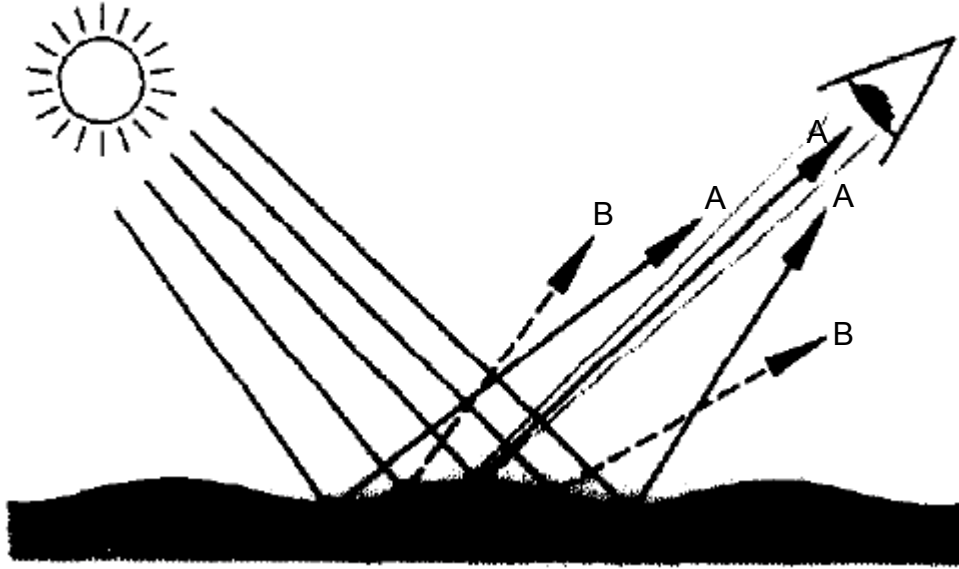


Figure 1.5 : Réflexion de la lumière sur une surface ondulée : les surfaces planes réfléchissent la lumière dans l'œil (rayons marqués A) et apparaissent comme étant plus claires. Les surfaces ondulées ne réfléchissent pas la lumière dans l'œil (rayons marqués B) et apparaissent comme étant plus foncées.¹⁴

Auparavant, dans les années 70, l'industrie automobile des États-Unis a établi des standards physiques : une gamme de 10 panneaux ultra-brillants a été préparée et elle est constituée d'un panneau parfaitement plan et de neuf panneaux texturés (disposant de structures alternant monts et vallées de différentes dimensions). Ils ont été classés visuellement de 1 à 10 ; le panneau 1 laissant transparaître l'imperfection la plus prononcée, et le panneau 10 dénotant l'absence de défaut. Aucune information supplémentaire sur ces panneaux n'est disponible mais ils sont encore aujourd'hui commercialisés et peuvent être obtenus en s'adressant à Advanced Coatings, 273 Industrial Drive, Hillsdale, MI 49242.

À la Figure 1.6, on peut voir des images de franges de lumière exposées sur des panneaux standards peints en noir et présentant des ondulations de surface différentes. La technique de projection des franges est un outil communément utilisé

pour qualifier qualitativement l'effet peau d'orange.¹⁵ Si l'on regarde les bandes noires, on remarque que le panneau A expose des structures de faibles longueurs d'onde et le panneau B des structures de plus grandes longueurs d'onde. Ce sont ces structures, principalement comprises entre 0,3 et 30 mm, qui sont responsables de l'effet peau d'orange. Il est important de réaliser que la taille des structures (longueurs d'onde) et la distance d'observation influencent notre impression visuelle et on expliquera par la suite pourquoi les « petites structures » (Figure 1.6.A) sont observables de près tandis que les « grandes structures » (Figure 1.6.B) le sont de loin.

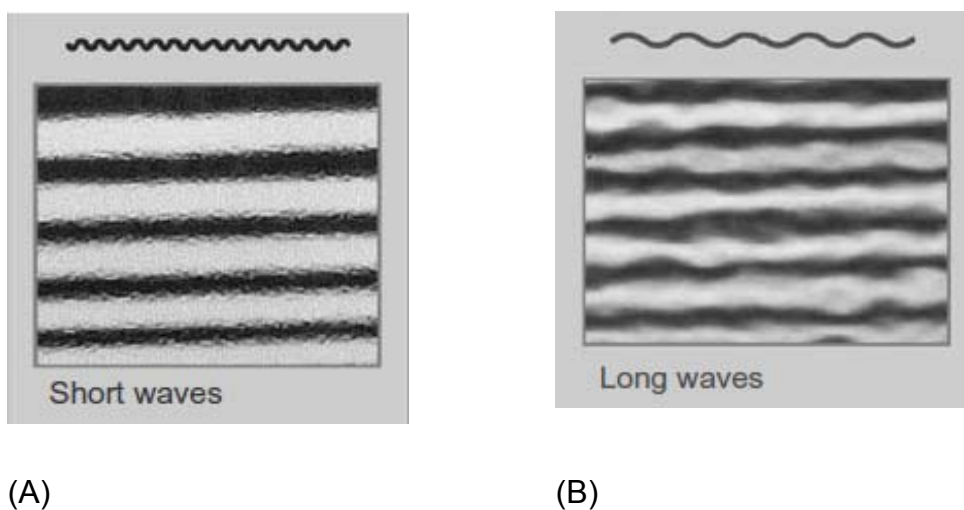


Figure 1.6 : Images de franges de lumière exposées sur des panneaux standards peints en noir et présentant des ondulations de surface différentes. Le panneau (A) expose de petites structures (de faible longueur d'onde) observables de près, et le panneau (B) de grandes structures (de plus grande longueur d'onde) observables de loin.¹⁶

Nos yeux ne sont pas capables d'évaluer avec précision la valeur du nivèlement car le seuil de détection ophtalmique est d'environ 20 μm et l'amplitude des défauts est de l'ordre du micron. Cependant, la sensibilité au contraste – ou la résolution - de nos yeux nous permet de détecter ces défauts lorsque la fréquence angulaire (ou le nombre de périodes par degré d'angle visuel) est adaptée. En effet, comme nous le

montre la Figure 1.7, la sensibilité au contraste est optimale pour une fréquence angulaire comprise entre 3 et 5 cycles par degré.

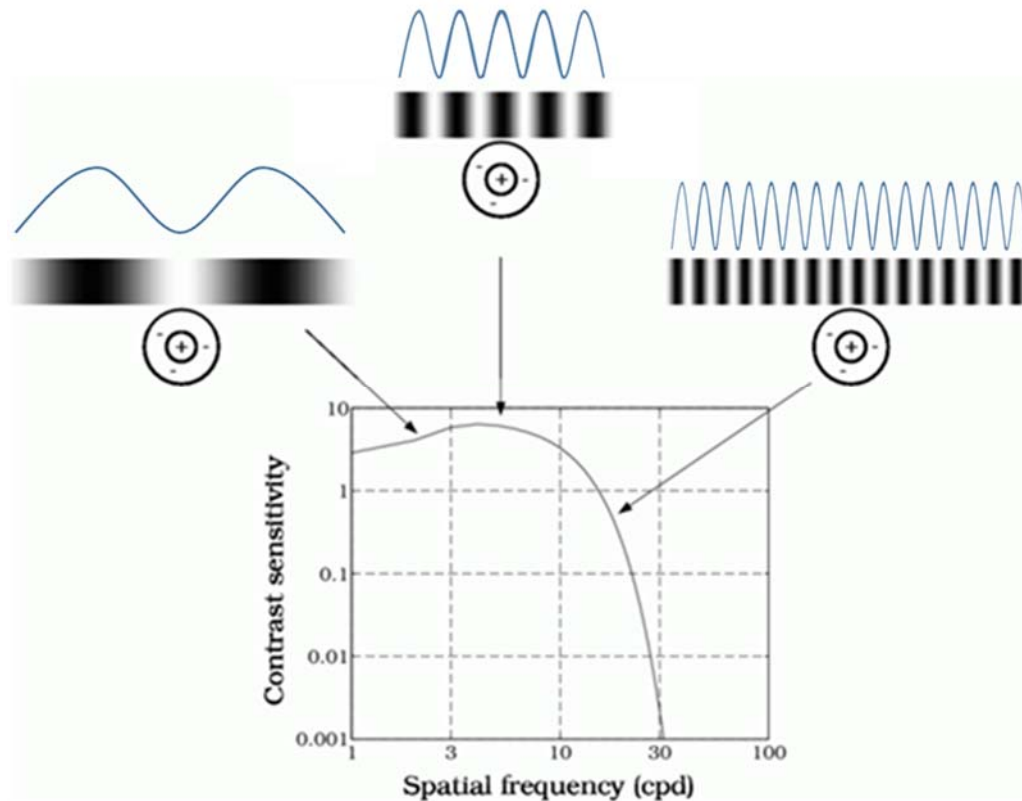


Figure 1.7 : Sensibilité au contraste de l'œil humain en fonction de la fréquence angulaire exprimée en cycles par degré.¹⁷ Ce graphique a été vraisemblablement construit de façon empirique.

En d'autres termes, la détection de structures de différentes tailles dépend de la distance d'observation : plus elles sont grandes (de grandes longueurs d'onde), plus il faut s'éloigner pour se placer dans la zone optimale de sensibilité au contraste de l'œil et les observer, et vice-versa. La Figure 1.8 illustre ces propos : un observateur peut voir des structures de longueurs d'onde comprises entre 0,3 et 10 mm lorsqu'il est placé à une distance de 40 cm alors qu'il lui est possible de distinguer des structures allant de 3 à 30 mm lorsqu'il se trouve à 3 m de distance.

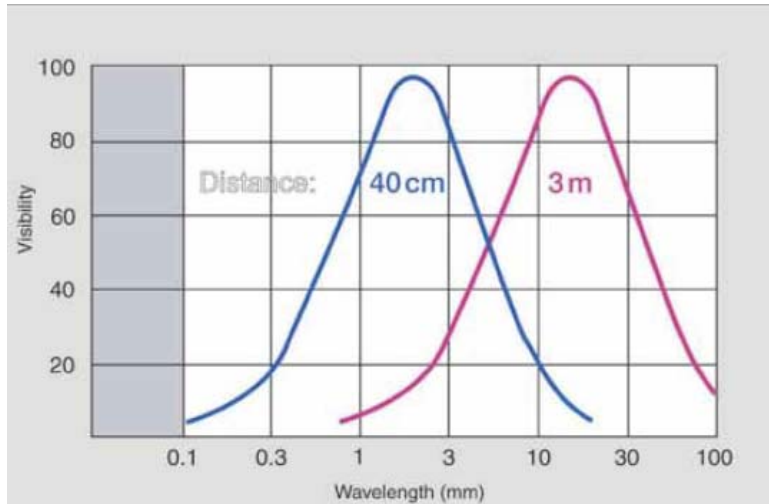


Figure 1.8 : Sensibilité au contraste de l’œil en fonction de la longueur d’onde des structures pour un observateur placé à 40 cm et à 3 m de distance.¹⁸

Pour information, la « distinction d’image » (DOI), paramètre affectant également l’impression visuelle et le brillant, est généralement associée à l’effet peau d’orange. Au même titre que l’effet peau d’orange, ce paramètre dépend de la distance d’observation et il est gouverné par les « microstructures » ayant des longueurs d’onde inférieures à 0,1 mm et allant jusqu’à 3 mm. Il peut être défini en ces termes : pour une distance d’observation donnée, plus le contraste d’un objet reflété est élevé, moins les contours sont flous, et meilleur sera le DOI. Ainsi, les structures comprises entre 1 et 3 mm affectent le DOI d’un observateur placé à 3 m de distance tandis que celles comprises entre 0,1 à 0,3 mm affectent celui d’un observateur placé à 40 cm.

1.3.2 Les outils disponibles pour quantifier l’aspect peau d’orange

À ce jour, les outils commerciaux capables d’évaluer quantitativement l’effet peau d’orange sont les profilomètres (à contact et optiques), le Wave-Scan DOI (BYK-Gardner) et l’Optimap PSD (Rhopoint). On présentera dans les sous-sections suivantes ces outils, les mesures et les paramètres choisis.

1.3.2.1 Le profilomètre

Les essais de profilométrie peuvent être réalisés avec un profilomètre à contact (via un stylet) ou avec un profilomètre optique. Comme l'illustre la Figure 1.9, ces appareils permettent de collecter des données topographiques (le profil total) qu'il faut filtrer et « niveler » pour obtenir des profils de rugosité (R pour *Roughness* en anglais) et d'ondulation (W pour *Waviness* en anglais). On parle de rugosité pour de faibles longueurs d'onde, et d'ondulation pour de plus grandes longueurs d'onde. Or, dans le cadre de cette étude, seul l'effet peau d'orange importe et il est gouverné par les grandes longueur d'onde (longueurs d'onde de l'ordre du millimètre comme indiqué dans la section précédente) : seule l'ondulation (W) sera donc ici étudiée.

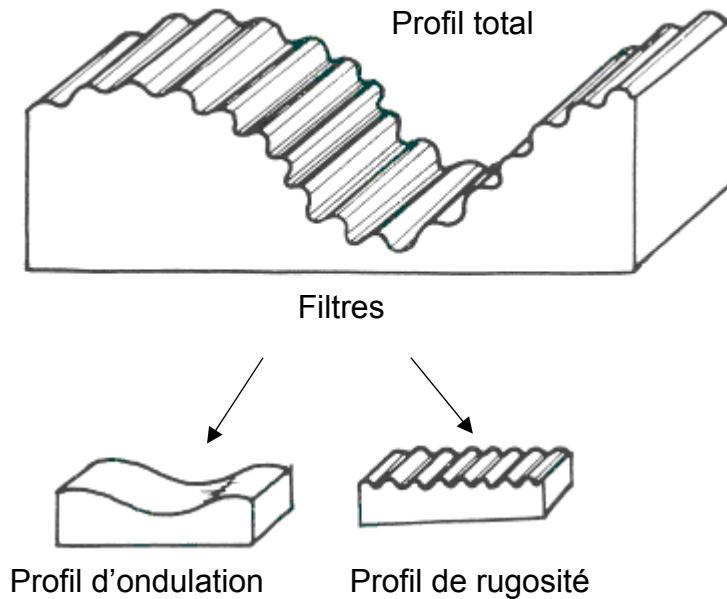


Figure 1.9 : Représentation schématique des profils d'ondulation et de rugosité après filtration du signal (ou profil total).¹⁹

Une fois le type de mesure à effectuer déterminé (l'ondulation W en l'occurrence), il faut choisir les filtres à appliquer. Comme nous le montre la Figure 1.10, il faut appliquer un filtre passe-bande pour extraire le profil d'ondulation du profil total. Ce filtre est constitué d'un filtre passe-haut λ_f qui élimine les basses

fréquences et d'un filtre passe-bas λ_c qui supprime les hautes fréquences et filtre la rugosité du profil d'ondulation. Le choix de la λ_c est optimal lorsque l'intégralité des fréquences de la rugosité est éliminée : le profil d'ondulation doit avoir l'allure d'une « courbe sinusoïdale parfaite ». La norme ISO 11562 (*International Organization for Standardization*) aide l'utilisateur à sélectionner les filtres adéquats et à déterminer leur valeur.²⁰

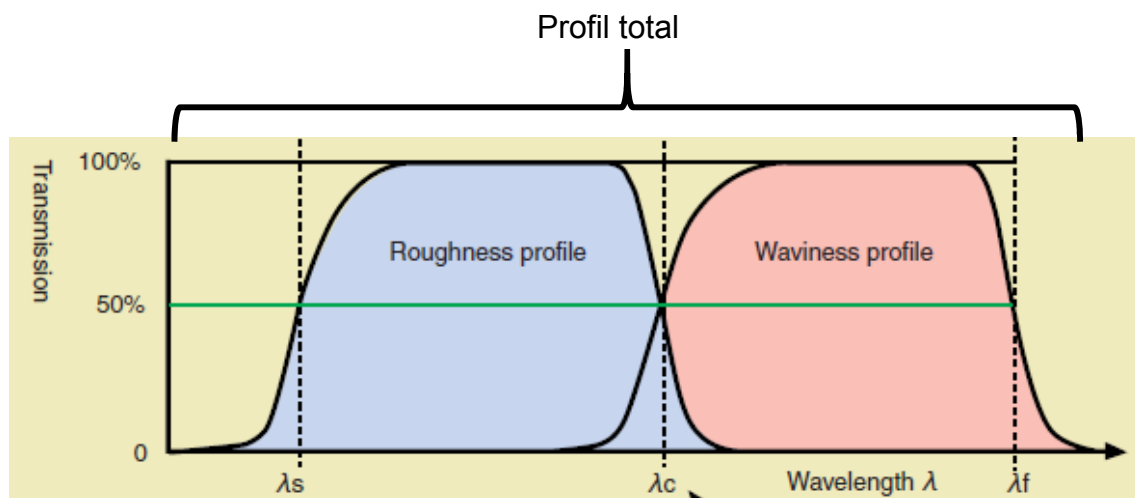


Figure 1.10 : Transmission en fonction de la longueur d'onde. λ_s est un filtre passe-bas éliminant le bruit. λ_f est un filtre passe-haut éliminant les basses fréquences. λ_c joue à la fois le rôle de filtre passe-haut et celui de filtre passe-bas : il sépare le profil de rugosité et le profil d'ondulation.²¹

Après avoir choisi les filtres à appliquer et leur valeur, il faut déterminer les mesures à effectuer. À défaut d'avoir trouvé dans la littérature le paramètre le plus approprié pour quantifier l'aspect peau d'orange avec un profilomètre, nous avons décidé de nous orienter vers le choix de mesure d'ondulation le plus commun : l'écart moyen arithmétique de l'ondulation (W_a). W_a est défini par la relation mathématique suivante et la détermination de la valeur de ce paramètre est explicitée à la Figure 1.11 :

$$W_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |w_i - w_m| \quad (1.1)$$

où n est $0 < n < L$ et L correspond à la longueur d'évaluation

et W_m correspond à la valeur moyenne de l'ondulation (W)

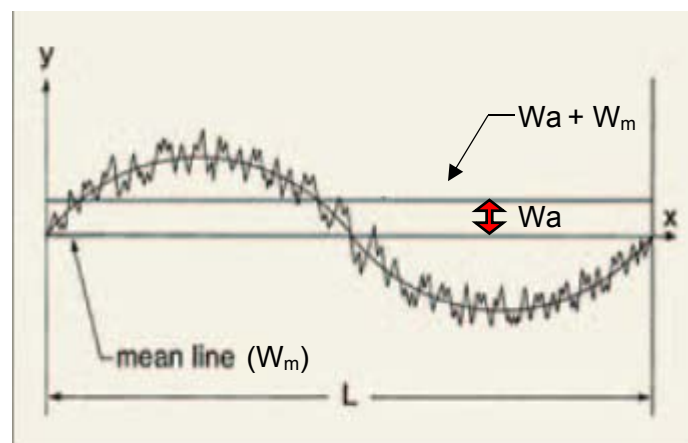


Figure 1.11 : Écart moyen arithmétique du profil d'ondulation.²²

En dernier lieu, il faut savoir que, par le passé, l'ondulation des surfaces (ou l'effet peau d'orange) a été évaluée par des moyens visuels et par l'utilisation d'un profilomètre. La corrélation entre ces deux techniques a été satisfaisante pour des surfaces aux propriétés optiques similaires mais l'utilisation d'un profilomètre a été considérée comme chronophage et limitée à des essais en laboratoire.

1.3.2.2 Le Wave-Scan DOI

Le premier Wave-Scan de BYK-Gardner voit le jour en 1992. Avec le temps, cet appareil a été amélioré et il est aujourd'hui capable, entre autres, d'évaluer objectivement l'ondulation de surface causée par des structures de tailles inférieures à 0,1 mm et allant jusqu'à 30 mm sur des revêtements brillants et ultra-brillants. Il est d'ailleurs aujourd'hui appelé Wave-Scan-DOI.

Le fonctionnement du Wave-Scan DOI est quelque peu complexe. Un laser illumine la surface d'un échantillon à un angle de 30° par rapport à la normale (Figure 1.12) et une ouverture pourvue de capteurs photosensibles évalue la variance de l'intensité de la lumière réfléchie à un angle de 30° (angle spéculaire) sur une distance de 5 cm pour les structures dont les longueurs d'onde sont comprises entre 0,1 et 30 mm. Pour de faibles ondulations (0,1-1 mm), la lumière réfléchie est déformée et, pour de plus grandes ondulations (1-30 mm), elle est déplacée.²³ L'application des filtres électroniques adéquats permettent de déterminer la variance de la lumière réfléchie pour des structures dont les longueurs d'onde sont comprises dans les gammes suivantes :

- Wa : longueurs d'onde de 0,1 à 0,3 mm
- Wb : longueurs d'onde de 0,3 à 1 mm
- Wc : longueurs d'onde de 1 à 3 mm
- Wd : longueurs d'onde de 3 à 10 mm
- We : longueurs d'onde de 10 à 30 mm

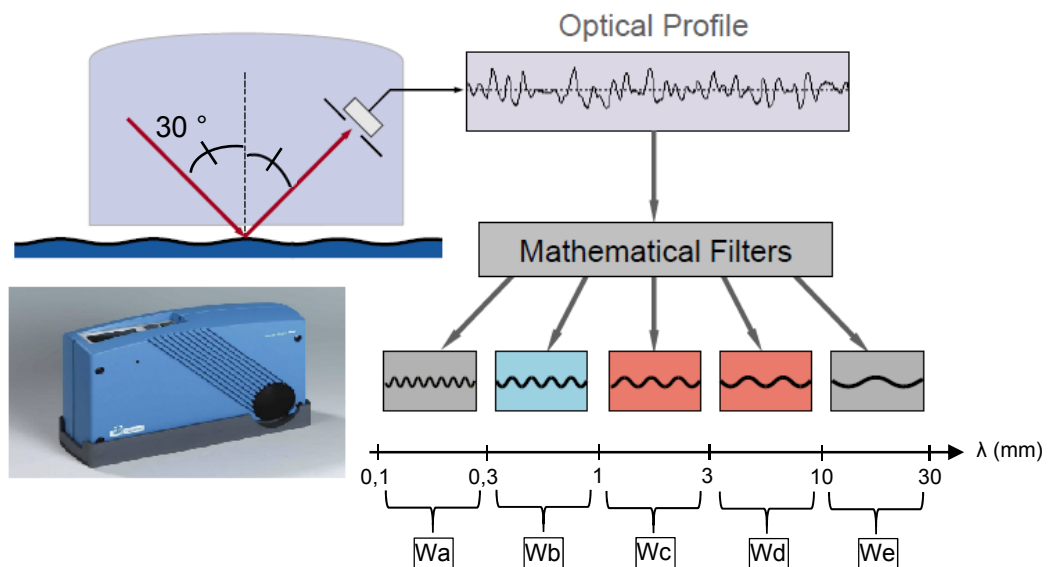


Figure 1.12 : Mesure au Wave-Scan DOI de la variance de l'intensité d'un faisceau réfléchi à 60° pour des structures de longueurs d'onde comprises entre 0,1 et 0,3

mm (Wa), 0.3 et 1 mm (Wb), 1 et 3 mm (Wc), 3 et 10 mm (Wd), et 10 et 30 mm (We).²⁴

La Figure 1.13 présente un graphique obtenu en effectuant des mesures avec un Wave-Scan DOI. L'échantillon représenté par la courbe bleue est, en termes de peau d'orange, de meilleure qualité que ne l'est l'échantillon représenté par la courbe rouge car des valeurs élevées de Wa-We sont synonymes de défauts importants.^{16,24}

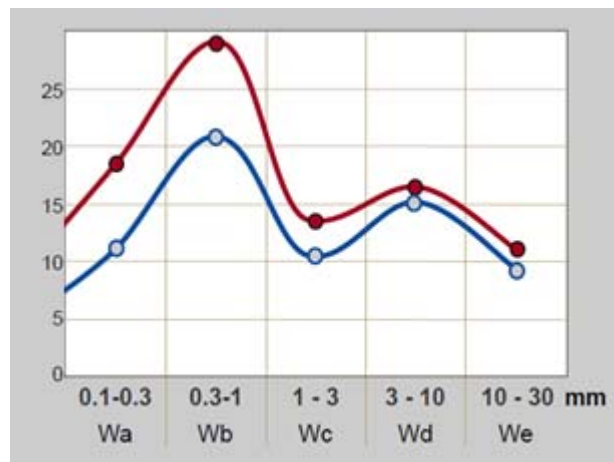


Figure 1.13 : Courbes obtenues via l'utilisation d'un Wave-Scan DOI. L'axe des abscisses indique les filtres employés et la taille des structures étudiées. L'axe des ordonnées fournit une information quantitative sur l'ondulation de surface : il s'agit de la variance de l'intensité de la lumière réfléchie à un angle de 30° par rapport à la normale pour les structures comprises entre 0,1 et 30 mm (Wa-We).^{16,24}

Au sens de Bombardier, seule l'étude du paramètre Wc permet de quantifier de façon adéquate l'aspect peau d'orange des panneaux composites utilisés dans la cabinnerie des avions d'affaire. L'utilisation du Wave-Scan DOI dans cette étude sera donc exclusivement réservée à mesurer ce paramètre.

1.3.2.3 L'Optimap PSD

Depuis quelques années, un nouvel outil similaire au Wave-scan DOI de BYK est disponible sur le marché. La compagnie Rhopoint fabrique cet appareil sous le nom d'Optimap PSD (pour *Phase Stepped Deflectometry*). En plus des fonctionnalités du Wave-Scan-DOI, cet outil est capable de détecter des changements de topographie locale (coulures, inclusions et rayures), et ceci pour des surfaces semi-mates comme ultra-brillantes.²⁵

Le fonctionnement de l'Optimap PSD repose sur une nouvelle technologie : la déflectométrie à décalage de phases.²⁶ Comme indiqué à la Figure 1.14, un écran à cristaux liquides (ou LCD pour *Liquid Crystal Display* en anglais) affiche un motif périodique à profil sinusoïdal à la surface de l'échantillon. Ce motif joue le rôle de "règle graduée" et permet de connaître, via un capteur placé à l'angle spéculaire, l'ordonnée des points à la surface d'un échantillon. Cette ordonnée est proportionnelle à la phase de la sinusoïde constituant le profil des traits, et le décalage entre les phases de chacun des pixels du capteur permet d'établir une carte topographique de la surface de l'échantillon étudié.

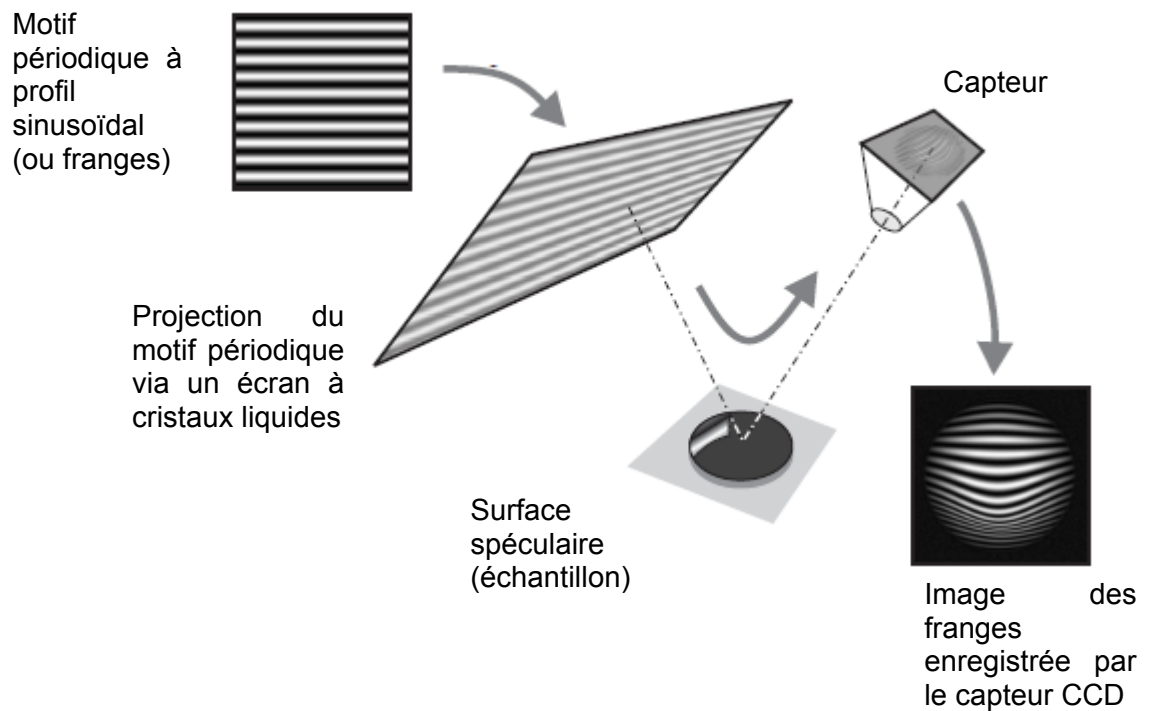


Figure 1.14 : Représentation schématique du fonctionnement de l'Optimap PSD. Un écran à cristaux liquides projette un motif périodique à profil sinusoïdal à la surface d'un échantillon (à l'angle spéculaire) et un capteur enregistre l'image des franges.²⁵

Dans ce travail, nous n'avons pas eu accès à l'Optimap PSD et, à notre connaissance, Bombardier n'a jamais eu recours à cet outil. Cet outil semble cependant des plus intéressants pour détecter des défauts peau d'orange et il faudrait le considérer dans un futur travail.

1.3.3 Les origines de l'effet peau d'orange dans l'industrie des revêtements

Les origines de l'effet peau d'orange sont très diverses. Dans le cadre de cette étude, il apparaît sur des panneaux composites constitués, entre autres, d'une feuille de bois. Le bois est un substrat jouant potentiellement un rôle dans l'apparition de

l'effet peau d'orange car il s'agit d'un matériau hygroscopique. Il peut être sujet à des changements dimensionnels induits par les changements d'humidité et de température.²⁷ De plus, certains des extractibles qu'il contient (glucides, terpénoïdes, composés phénoliques,...) sont susceptibles de migrer à travers les couches de revêtement dont il est enduit, et peuvent être sensibles à l'hydrolyse.

Un substrat (ou un apprêt) rugueux peut « transmettre » ce caractère à la couche ultérieurement appliquée. Il est donc préconisé de sabler^{28,29,30,31,32} le substrat pour éliminer les défauts de faible ondulation. Dans le cas du bois, les procédés de découpe³³ sont pointés du doigt : il peuvent avoir un impact non négligeable sur les propriétés physiques du bois et de son interface.

De plus, lorsque les revêtements appliqués sont transparents, la couleur du substrat peut affecter l'impression visuelle : pour des défauts similaires, un substrat plus clair a tendance à estomper les défauts pourtant présents.

Si les formulations ne sont pas optimisées, les matières premières peuvent intervenir dans la création de peau d'orange. Ainsi, les formulations à base de polyesters insaturés dépourvues d'additifs de faible retrait forment des films qui ont tendance à se rétracter. Pour de telles formulations, il est d'ailleurs possible d'atteindre jusqu'à 9% de retrait volumique.¹² En parallèle, le choix des solvants doit être effectué judicieusement. Lors de la phase de réticulation, une évaporation trop rapide peut faire plisser le revêtement, mais une évaporation trop lente peut piéger des molécules de solvant qui formeront des bulles.

Les conditions d'application peuvent également être sources de problèmes. En plus d'être à l'origine du blushing³⁴, une hygrométrie élevée peut engendrer la formation de bulles de CO₂ lors de l'application de revêtements polyuréthanes (Figure 1.15).³⁵ Les cavités ainsi formées viennent ensuite déformer la surface de l'enduit.

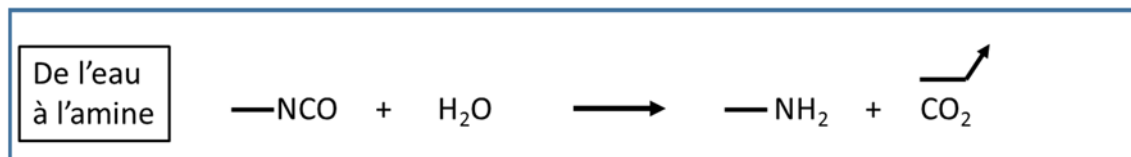


Figure 1.15 : Réaction entre une fonction isocyanate et l'eau.

L'application des revêtements en industrie se fait au moyen d'un pistolet pulvérisateur. Lorsque les gouttelettes projetées atteignent la surface à enduire, elles coalescent pour former un film continu humide. Le film ainsi formé n'est pas uniformément lisse et la surface apparaît comme texturée. Ce phénomène est attribuable à la distribution de la taille des gouttelettes frappant la surface. La différence de temps de vol entre les gouttelettes modifie aussi la viscosité et le pourcentage de solide de ces dernières.³⁶

De façon générale, l'application de faibles épaisseurs (inférieures à 15 µm) peut générer de la peau d'orange. Il faut donc optimiser l'épaisseur des couches à appliquer. De la même façon, des conditions de réticulation adéquates doivent être identifiées. Il faut adapter la température du milieu pour équilibrer le séchage physique et le séchage chimique. Pour des résultats optimaux et éviter la formation de peau d'orange, la surface enduite doit être positionnée à l'horizontal.²⁴

Enfin, même si les revêtements réticulés fraîchement préparés sont dépourvus de défauts, il n'est pas impossible de les voir apparaître avec le temps. L'instabilité chimique des composants (oxydation des insaturations, hydrolyse des fonctions esters, ...), les interactions chimiques indésirables entre les couches (tanins – isocyanate, ...), la réaction des monomères résiduels (isocyanates, styrènes), ou la migration des constituants (plastifiants, ...) peuvent affecter la surface de la finition.

1.4 Description de l'étude

1.4.1 Stratégie du groupe-projet

L'objectif principal de ce projet consiste à étudier les mécanismes sous-jacents à la formation de l'instabilité dimensionnelle dans la cabinnerie en composite des avions d'affaire. Un vaste éventail de techniques analytiques a été sélectionné afin de détecter l'instabilité dimensionnelle, d'en déterminer les origines (qui peuvent être dues à une combinaison de facteurs), et de comprendre les conditions responsables de son apparition. À cette fin, et grâce à une étroite collaboration entre Bombardier, 3M, l'Université Laval et l'Université de Montréal, une étude systématique a été mise en place. Ainsi, une sélection de matériaux destinés à la fabrication des panneaux composites, le procédé et les conditions de production, et les conditions d'utilisation des clients ont fait l'objet d'investigations.

En premier lieu, l'étude a été centrée sur l'identification des matériaux constitutifs des panneaux contribuant potentiellement à l'effet peau d'orange. D'après Bombardier, l'effet peau d'orange proviendrait exclusivement du système multicouche et/ou de la feuille de bois ornementale. Les autres feuilles de bois, les panneaux V/R, la structure en nid-d'abeilles et les différents adhésifs sont donc autant d'éléments qui n'ont pas été spécifiquement analysés.

Ensuite, les conditions et procédures de fabrication ont été contrôlées par l'Université Laval et l'Université de Montréal lors de visites sur le site de Bombardier ou lors des phases de fabrication d'échantillons. Certaines remarques à ce sujet seront formulées dans ce mémoire.

Enfin, l'étude des matériaux potentiellement problématiques a été partagée entre les deux institutions : l'Université Laval a principalement été affectée à l'étude de la feuille de bois ornementale (préparation des feuilles de placage, caractéristiques des bois exotiques provenant de feuillus, ...) et l'Université de Montréal s'est

concentrée sur l'étude des propriétés physico-chimiques du système multicouche et de l'interface bois-revêtement.

1.4.2 Pistes explorées à l'UdeM

Des analyses de surface (topographiques et visuelles) ont été menées sur les panneaux composites via l'utilisation d'un microscope optique polarisant, d'un microscope à force atomique (AFM) et d'un profilomètre de contact : ces outils sont censés être à même de détecter des changements physiques.

Une étude est en cours sur les changements chimiques au niveau du bois, du système multicouche et/ou des interfaces via différentes techniques de caractérisation (spectroscopie et microscopie infra-rouge à transformée de Fourier, et spectroscopie Raman) : l'objectif consiste à identifier des changements chimiques pour les associer aux changements physiques préalablement définis. La présence de solvants ou de monomères résiduels, ou la migration de certaines espèces pourraient d'ailleurs ainsi être révélée. Cette partie de l'étude a été initiée par le Dr. Ximin Chen, associée de recherche du groupe, et principalement poursuivie par Yann Gabet, stagiaire, et par Anna Gittsegrad, étudiante à la maîtrise.

Enfin, des analyses thermogravimétriques (TGA) et calorimétriques par balayage différentiel (DSC) ont également été considérées mais aucun résultat digne d'intérêt n'a été obtenu.

1.4.3 Plan de la présente étude

La première partie de ce mémoire correspond à une phase d'étude préliminaire. Les principales techniques d'analyse de surface (microscopie optique et AFM, et profilométrie à contact) et de caractérisation physico-chimique (spectroscopie IR-TF et cartographie IR) employées par l'UdeM ainsi que les conclusions associées à ce jour seront présentées dans cette partie. À l'issue de cette étape, la pertinence des résultats obtenus avec les outils choisis a permis d'en sélectionner un certain nombre pour mener à bien la suite de l'étude.

La seconde partie détaillera la conception, le développement et le fonctionnement d'un outil destiné à quantifier l'aspect peau d'orange : l'Anatex. Cet outil s'inspire des méthodes existantes pour qualifier qualitativement l'aspect peau d'orange dans l'industrie automobile : son fonctionnement repose sur la technique de projection des franges¹⁵ et des logiciels tels que ImageJ et Excel sont utilisés pour traiter et exploiter les données. En plus d'être économique, l'outil développé en interne sera à terme potentiellement mieux adapté que les outils commerciaux (Wave-Scan DOI, Optimap PSD) car personnalisé à notre application. Dans l'optique de confirmer les résultats obtenus avec cet outil, une corrélation topographique via un profilomètre à contact et une analyse visuelle ont été effectuées.

La troisième partie porte sur l'étude de panneaux fabriqués spécifiquement pour l'étude : quatre essences de bois ont été utilisées pour la feuille de bois ornementale (le bubinga, l'érable, le noyer et le sapele) et la moitié des panneaux a été traitée à l'ignifuge. Ces huit panneaux ont été analysés avec un profilomètre à contact, l'Anatex et le Wave-Scan DOI, et les essais ont été réalisés sur des échantillons ayant subi, ou non, un traitement thermo-hygrométrique destiné à provoquer l'apparition du défaut peau d'orange. Le protocole de fabrication des panneaux et les différents traitements thermo-hygrométriques sont décrits dans la partie expérimentale.

Enfin, la conclusion fournit une analyse globale des résultats obtenus, expose les limites détectées de l'Anatex et suggère de probables voies d'amélioration de cet outil.

CHAPITRE 2 : PARTIE EXPÉRIMENTALE

2.1 Fabrication des panneaux composites

Dans cette section, on décrira d'abord les procédures standards de fabrication des panneaux composites de Bombardier Aéronautique : la formulation des revêtements, la préparation des surfaces, l'application des revêtements et les tests de contrôle qualité. Par la suite, on exposera les caractéristiques des échantillons préparés spécifiquement pour cette étude et une dernière sous-section présentera sommairement les échantillons fournis par Bombardier pour démarrer l'étude (procédure de fabrication identique mais non suivie par l'Université de Montréal). Seules les étapes de fabrication pertinentes à l'étude et auxquelles un représentant de l'Université de Montréal a assisté sont ici décrites. Faute d'information, on ne parlera pas du collage du (des) panneau(x) V/R à la structure en nid-d'abeilles, de l'assemblage et du collage du contreplaqué, et de l'application par trempage du traitement ignifuge au contreplaqué.

Dans les sous-sections qui suivent, le contreplaqué des panneaux a déjà subi un traitement ignifuge par trempage et il a déjà été fixé par collage au panneau V/R. Il reste donc à préparer les surfaces, formuler et appliquer le système multicouche sur le contreplaqué ignifugé en déposant trois « couches principales », chacune constituées de scellant et de vernis, tel que décrit à la Figure 2.1 :

- La « couche de pré-vernis »
- La « couche intermédiaire »
- La « couche de finition »

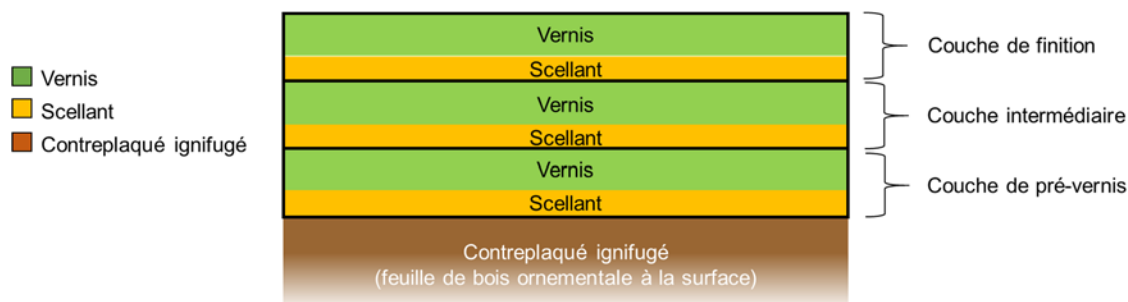


Figure 2.1 : Constitution et agencement des « couches principales » du système multicouche appliquées à la surface du contreplaqué ignifugé. Les épaisseurs réelles ne sont pas respectées.

2.1.1 Formulation des revêtements

Le Tableau 2.1 illustre les trois formulations employées pour l'application du système multicouche. Pour le scellant, il n'existe qu'une seule formulation constituée des « matières premières » suivantes : le ZMP 693A et le ZMP 666B. Pour le vernis, deux formulations sont utilisées : une pour la « couche de pré-verniss » et pour la « couche intermédiaire », et une autre pour la « couche de finition ». Les « matières premières » utilisées dans les deux formulations du vernis sont identiques (ZMP 7773, DUR 3498A, DS 61 et DUR 3499B), seuls les pourcentages volumiques changent. Toutes les formulations sont réalisées en incorporant les « matières premières » dans l'ordre indiqué au Tableau 2.1 (lire de haut en bas) et le mélange est effectué avec une turbine défloculeuse (la vitesse de rotation de la turbine n'est pas connue). Les conditions (température et hygrométrie) et les durées de mélange n'ont pas été communiquées et elles ne sont donc pas indiquées ici.

Produit formulé	« Matières premières »	%v
Scellant polyuréthane	Base ZMP 693A (Duro-Lak Inc.)	67
	Durcisseur ZMP 666B (Duro-Lak Inc.)	33
Vernis polyester utilisé pour la « couche de pré-vernis » et la « couche intermédiaire »	Polyester ZMP 7773 (Duro-Lak Inc.)	83
	Catalyseur DUR 3498A (Duro-Lak Inc.)	2
	Solvant DS 61 (Duro-Lak Inc.)	13
	Durcisseur DUR 3499B (Duro-Lak Inc.)	2
Vernis polyester utilisé pour la « couche de finition »	Polyester ZMP 7773 (Duro-Lak Inc.)	69
	Catalyseur DUR 3498A (Duro-Lak Inc.)	1,5
	Solvant DS 61 (Duro-Lak Inc.)	28
	Durcisseur DUR 3499B (Duro-Lak Inc.)	1,5

Tableau 2.1 : Formulation des revêtements constitutifs du système multicouche chez Bombardier Aéronautique.

2.1.2 Préparation du substrat et application du système multicouche

Pour chacune des « couches principales », le scellant et le vernis sont appliqués à l'aide d'un pistolet pulvérisateur dont la référence n'a pas été fournie. L'application est toujours effectuée « en croix » : les passes sont alternativement effectuées dans le sens de la longueur et dans celui de la largeur, et ceci de la première à la dernière couche. Les paragraphes suivants décrivent l'application de chaque « couche principale » avec plus de détails.

Il faut noter que toutes les étapes ont été réalisées à température ambiante (24 °C ± 3 °C) et l'hygrométrie de la pièce était comprise entre 20 et 80%.

Préparation du substrat

Dans un premier temps, la surface des panneaux (la feuille de bois ornementale en l'occurrence) est nettoyée avec un chiffon imbibé du dégraissant DS 22 (Duro-Lak Inc.). L'objectif est d'éliminer les traces d'acides gras et autres impuretés à la surface du bois. Les panneaux sont ensuite fixés à une table d'aspiration à l'aide d'un adhésif double face et sont sablés avec une sableuse orbitale pourvue de papier de verre de grade P-220. L'objectif est d'éliminer les défauts de surface et le contrôle de la rugosité est effectué manuellement, au toucher. Suite à cette étape, les panneaux sont de nouveau nettoyés avec un chiffon imbibé de DS22 et ils sont mis de côté durant 1 h, le temps que tout le solvant soit évaporé.

Application de la « couche de pré-vernis »

La première couche appliquée est celle du scellant. Trois passes en croix sont nécessaires pour obtenir une couche humide d'épaisseur comprise entre 50 et 75 μm . Il faut attendre de 10 à 15 minutes entre l'application de chaque passe. Quinze minutes après la troisième passe de scellant, on applique le vernis, ou pré-vernis. Trois à quatre passes en croix sont nécessaires pour obtenir une couche humide d'épaisseur comprise entre 300 et 350 μm . Il faut attendre de 15 à 20 minutes entre l'application de chaque passe.

À l'issue de cette étape, on laisse sécher la « couche de pré-vernis » pendant 24 h avant de la sabler, puis de la nettoyer avec l'un des dégraissant disponibles (le DS 22 de préférence). Les panneaux sont ensuite mis de côté pendant quatre semaines, le temps que le processus de réticulation soit achevé. Passé ce délai, l'épaisseur sèche de la « couche de pré-vernis » est contrôlée et doit être comprise entre 125 et 175 μm . De plus amples informations sur les méthodes de contrôle sont fournies dans la section 2.1.3.

Application de la « couche intermédiaire »

Suit la deuxième couche de scellant. Une ou deux passes en croix est (sont) nécessaire(s) pour obtenir une couche humide d'épaisseur comprise entre 25 et 50 μm . Il faut attendre au moins 5 minutes entre l'application de chaque passe. Cinq minutes après la dernière passe de scellant, on applique le vernis, ou vernis intermédiaire. Trois à quatre passes en croix sont nécessaires pour obtenir une couche humide d'épaisseur comprise entre 300 et 350 μm . Il faut attendre de 5 à 10 minutes entre l'application de chaque passe.

À l'issue de cette étape, on laisse sécher la « couche intermédiaire » pendant 24 h avant de la sabler, puis de la nettoyer avec l'un des dégraissant (le DS 22 de préférence). Il faut ensuite attendre 10 minutes, le temps que le solvant soit évaporé, pour contrôler l'épaisseur sèche des deux premières « couches principales » qui doit être comprise entre 300 et 375 μm .

Application de la strate de finition

Suit ensuite la troisième couche de scellant. Une ou deux passes en croix est (sont) nécessaire(s) pour obtenir une couche humide d'épaisseur comprise entre 25 et 50 μm . Il faut attendre au moins 5 minutes entre l'application de chaque passe. Cinq minutes après la dernière passe de scellant, on applique le vernis, ou vernis de finition. Trois à quatre passes en croix sont nécessaires pour obtenir une couche humide d'épaisseur comprise entre 300 et 350 μm . Il faut attendre de 5 à 15 minutes entre l'application de chaque passe.

À l'issue de cette étape, on laisse sécher la « couche de finition » pendant 24 h avant de sabler. Le sablage est alors effectué avec des grades de papiers de verre progressifs (du P-200 au P-1200) afin d'éliminer l'aspect peau d'orange et les rayures. L'épaisseur sèche est alors contrôlée et doit être comprise entre 450 et 525 μm .

Une fois le sablage terminé, le polissage de la surface est effectué en trois étapes à l'aide des produits suivants : 3M Perfect-it EX Rubbing Compound (36060),

3M Perfect-it Machine Polish (06064) et, enfin, 3M Perfect-it Ultrafine Machine Polish (06068), chacun étant appliqué à l'aide d'une machine orbitale et d'une mousse adaptée au produit. Aucune information supplémentaire sur l'étape de polissage n'est disponible.

2.1.3 Tests de contrôle qualité

Apparence

La qualité esthétique du vernis à haute brillance, sur du plaquage destiné à la cabinetterie, doit être conforme aux exigences du standard *QD 4-6.64*. Aucune information n'a été fournie sur cette norme interne.

Épaisseur du film sec

L'épaisseur du film sec est mesurée en utilisant un Positector 100 ou 200 (DeFelsko). Au moins trois essais doivent être réalisés et comparés aux exigences. Les mesures individuelles ne doivent pas être hors tolérance.

Retrait

Le retrait du revêtement est mesuré en utilisant un Wave-Scan DOI (BYK-Gardner), modèle TGB-4816, ou l'équivalent. Le signal W_c (longueur d'ondes de 1 à 3 mm) est mesuré en effectuant trois balayages parallèles et, selon le type de plaquage, trois balayages perpendiculaires supplémentaires comme indiqué au Tableau 2.2. Chaque balayage est effectué sur une distance de 15 cm.

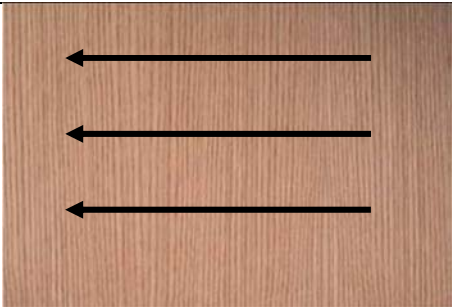
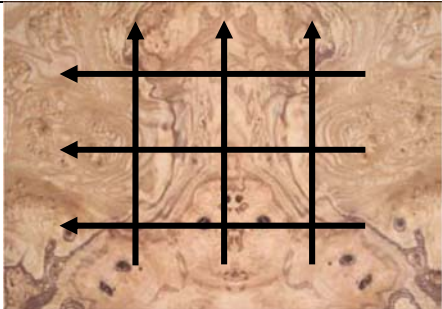
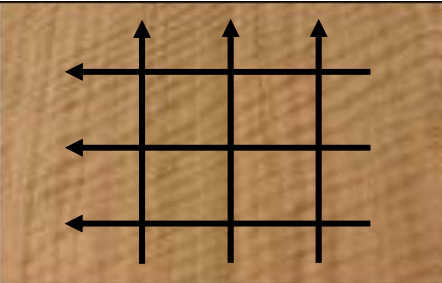
Type de plaquage		Valeurs seuil de W_c fixée par Bombardier selon la couleur finale du bois		
		Claire	Moyenne	Foncée
Grain droit		12 U.A.<	10 U.A.<	8 U.A.<
Ronce				
Bois veiné				

Tableau 2.2 : Valeurs de retrait maximum et schémas de mesures selon le type de plaquage.

2.1.4 Caractéristiques des panneaux préparés spécifiquement pour cette étude

La fabrication de ces panneaux, analysés à la section 3.3, a été réalisée dans les locaux de RAMM Aerospace, un sous-traitant de Bombardier Aéronautique. Les panneaux ont été préparés conformément aux procédures de Bombardier et seules les influences de l'ignifuge et de la feuille de bois exotique sont ici considérées ; la moitié des panneaux ont subi un traitement ignifuge, et l'autre moitié pas, et quatre essences de bois ont été utilisées pour la feuille de bois ornementale : le bubinga, l'érable, le noyer et le sapele. La Figure 2.2 présente des photographies de ces échantillons prises en plongée.

À la Figure 2.2, on peut constater que la couleur varie selon la feuille de bois ornementale employée : elle est claire pour l'érable, foncée pour le noyer, et moyenne pour le bubinga et le sapele. En outre, le grain est à peu près droit pour le sapele, le bubinga et l'érable tandis que le noyer est principalement constitué de nœuds.



Figure 2.2 : Photographies en plongée des panneaux préparés.

2.1.5 Échantillons supplémentaires fournis par Bombardier

Au début de cette étude, Bombardier Aéronautique nous a fourni un certain nombre d'échantillons afin de mettre en route nos analyses. Peu d'informations sont disponibles sur ces échantillons qui avaient été préparés selon les procédures de fabrication standards. La feuille de bois ornementale, dont la nature exacte est inconnue, et l'intensité de l'effet peau d'orange diffèrent d'un échantillon à l'autre. Ces échantillons ont été classés qualitativement (observation à l'œil nu de l'effet peau d'orange en plaçant l'observateur à un mètre de distance).

Échantillons analysés à la section 3.1 :

Trois de ces échantillons seront analysés à la section 3.1 (une vue en plongée est disponible à la Figure 2.3) et ils sont les suivants :

- Échantillon « Tension 40 » (T40) : échantillon de bonne qualité ne présentant pas d'effet peau d'orange.
- « Échantillon 2 » (E2) : échantillon de qualité intermédiaire présentant un effet peau d'orange léger.
- « Échantillon 1S » (E1) : échantillon de mauvaise qualité présentant un effet peau d'orange prononcé.



Figure 2.3 : vue en plongée des échantillons T40, E2 et E1.

Échantillons analysés à la section 3.2.6 :

Douze de ces échantillons seront analysés pour le développement de l'outil de quantification (une vue en plongée est disponible à la Figure 2.4). Pour des raisons pratiques le nom des échantillons sera remplacé par des lettres. Ces lettres vont de A à L et renseignent sur l'intensité de l'effet peau d'orange telle qu'évaluée à l'œil : A est le meilleur échantillon (pas d'effet peau d'orange), L est l'échantillon avec l'effet peau d'orange le plus prononcé, et les échantillons B-K présentent un effet peau d'orange d'autant plus intense que la lettre est proche de la fin de l'alphabet.

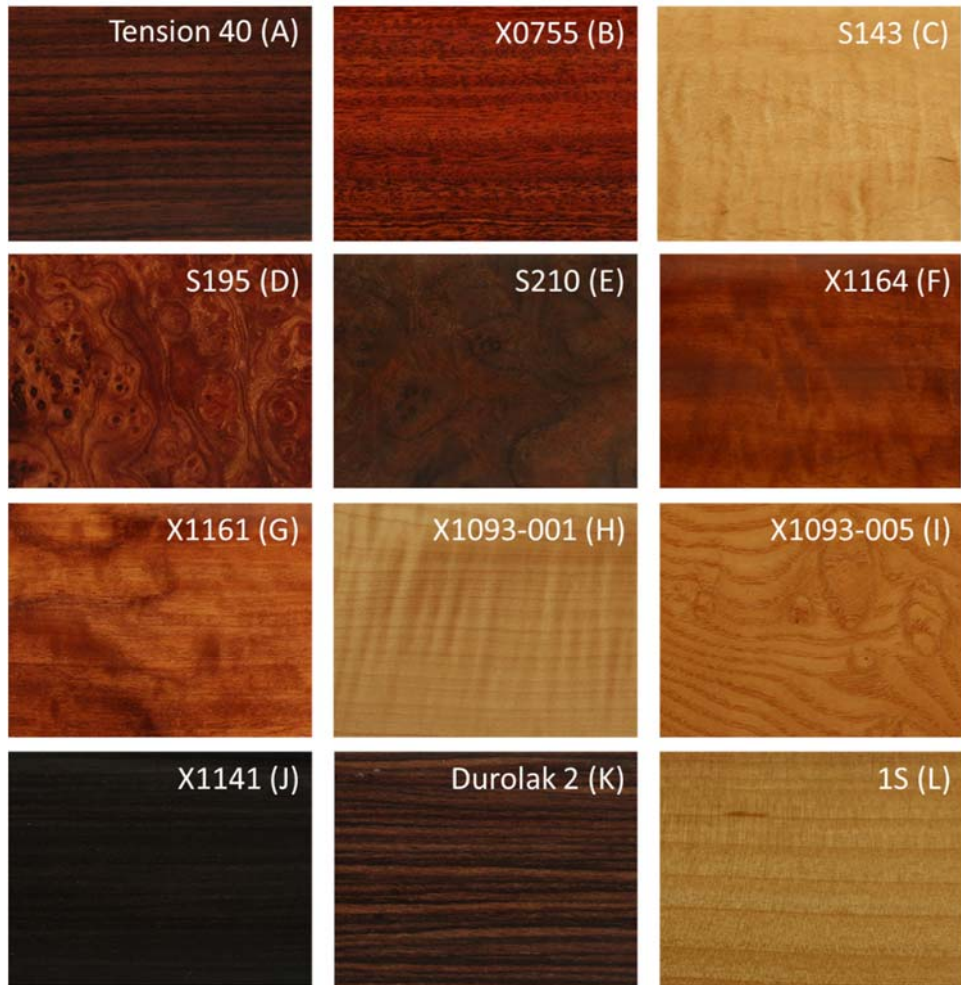


Figure 2.4 : Vue en plongée et classement qualitatif des échantillons Tension 40 (A), X0755 (B), S143 (C), S195 (D), S210 (E), X1164 (F), X1161 (G), X1093-001 (H), X1093-005 (I), X1141 (J), Durolak 2 (K) et 1S (L). A est le meilleur échantillon (pas d'effet peau d'orange), L est l'échantillon avec l'effet peau d'orange le plus prononcé et les échantillons B-K présentent un effet peau d'orange d'autant plus intense que la lettre est proche de la fin de l'alphabet.

Échantillons de la « gamme étalon » analysés à la section 3.3.5 :

Les échantillons analysés dans cette section sont les mêmes que ceux testés dans la section 3.2.6. Néanmoins, les essais menés dans cette section ont été effectués à une date ultérieure et comme notre « gamme étalon » (ou série de douze échantillons) est dynamique et que les variations de l'intensité de l'effet peau d'orange ne sont pas linéaires, un nouveau classement qualitatif (visuel) est proposé et présenté à la Figure 2.5. Dans le même esprit que pour le paragraphe précédent, on associe des lettres aux échantillons en fonction de l'intensité de l'effet peau d'orange et on les marque d'un « prime » : elles vont de A' à L'.



Figure 2.5 : Vue en plongée et classement qualitatif des échantillons Tension 40 (A'), X0755 (B'), S143 (C'), X1161 (D'), S210 (E'), X1164 (F'), S195 (G'), X1093-005 (H'), X1093-001 (I'), X1141 (J'), Durolak 2 (K') et 1S (L'). A' est le meilleur échantillon (peu d'effet peau d'orange), L' est l'échantillon avec l'effet peau d'orange le plus prononcé et les échantillons B'-K' présentent un effet peau d'orange d'autant plus intense que la lettre est proche de la fin de l'alphabet.

2.2 Modes opératoires

2.2.1 Découpe des échantillons

Pour les différentes analyses, des échantillons de diverses tailles étaient requis. La découpe a été effectuée avec une scie sauteuse à l'atelier mécanique du Département de chimie.

2.2.2 Microscopie optique avec et sans polarisation croisée

Tous les essais réalisés en microscopie optique ont été effectués sur des échantillons de $5 \times 5 \text{ cm}^2$. Ils ont été préalablement nettoyés avec des *kimwipes* humectés avec de l'eau, puis séchés avec de nouveaux *kimwipes* pour éliminer les poussières/particules susceptibles d'être présentes en surface.

Une caméra Pixelink montée sur un microscope optique « Axioscope 40 » (Zeiss) et un objectif Plan-Neofluar 10x/0.30 ont servi à caractériser la surface des bois enduits et les revêtements dans leur globalité. Des photos ont été prises grâce au logiciel Image-Pro Plus. Pour chaque échantillon analysé, six clichés ont été enregistrés : trois de la surface du bois et trois autres du système multicouche.

2.2.3 Microscopie à force atomique (AFM)

Toutes les mesures AFM ont été effectuées sur des échantillons d'environ $1 \times 1 \text{ cm}^2$. Les échantillons ont été préalablement nettoyés avec des cotons-tiges humectés avec de l'eau distillée, et séchés sous un flux d'air comprimé pour éliminer les poussières/particules susceptibles d'être présentes en surface.

Des mesures de topographie ont été réalisées avec un AFM Nanoscope V de type Multimode (Digital Instruments - Veeco). Le scanner utilisé est le « Model J » et les images ont été prises en mode contact intermittent (« tapping ») à une fréquence de 1.5 Hz. La résolution était de 512 points/ligne et le profil comportait 512 lignes. Pour chaque échantillon, les aires analysées étaient de 2500 et de $100 \mu\text{m}^2$.

2.2.4 Profilométrie

Toutes les mesures de profilométrie ont été effectuées sur des échantillons de $10 \times 8 \text{ cm}^2$. Ils ont été préalablement nettoyés avec des *kimwipes* humectés avec de l'eau, puis séchés avec de nouveaux *kimwipes* pour éliminer les poussières/particules susceptibles d'être présentes en surface.

Le profilomètre à contact Dekatk XT (Bruker) a été utilisé pour effectuer des mesures de topographie. Chacun des échantillons étudiés a été analysé selon trois directions : parallèlement, perpendiculairement et à 45 degrés du grain (à défaut de grains définis, le mode opératoire est resté identique). Neuf essais – centrés et distancés de 0.5 cm les uns des autres - ont été effectués selon chacune de ces directions ; en tout, ce sont 27 mesures qui caractérisent 4 cm^2 de la surface de ces échantillons. Pour chaque mesure, le stylet a parcouru une distance de 2 cm à une vitesse de $800 \text{ }\mu\text{m/s}$ et la résolution des traces était de $1.66 \text{ }\mu\text{m/pt}$. Le stylet était pourvu d'une pointe en diamant d'un rayon de $12.5 \text{ }\mu\text{m}$ et la force appliquée était de $3 \times 10^{-5} \text{ N}$.

L'outil a été paramétré avec un filtre appelé par le fabricant « gaussian regression » et le nivellement a été fait en appliquant un filtre dénommé « linear and curvature removal, cubic type ». Le λ_c – filtre passe-bas éliminant la rugosité du profil d'ondulation - a été fixée à 0.5 mm.

Enfin, cette étude a été réalisée en considérant l'écart moyen arithmétique de l'ondulation (W_a) dont l'équation est présentée à la section 1.3.2.1. Les barres d'erreur présentées dans les graphiques de ce document sont calculées à partir de l'écart-type sur la moyenne, et non de l'écart-type.

2.2.5 Spectroscopie IR-TF en ATR

Toutes les mesures IR-TF ont été effectuées sur des échantillons d'environ $1 \times 1 \text{ cm}^2$. Ils ont été préalablement nettoyés avec des cotons-tiges humectés avec un

mélange eau/acétone (50/50), et séchés sous un flux d'air comprimé pour éliminer les poussières/particules et graisses susceptibles d'être présentes en surface.

Un spectromètre « Tensor 27 » (Bruker) équipé d'un détecteur MCT (Mercury Cadmium Telluride) a été employé pour réaliser ces expériences. La gamme spectrale analysée s'étendait de 600 à 4000 cm^{-1} , et la résolution était de 4 cm^{-1} . Les essais ont été effectués avec un ATR *Golden Gate* diamant (Specac) avec un faisceau orienté à 45°. Pour des raisons de reproductibilité, trois mesures ont été réalisées pour chacun des échantillons étudiés.

Pour chacun des spectres, la ligne de base a été soustraite et la normalisation a été effectuée sur la bande comprise entre 2965 et 2961 cm^{-1} . On mesure donc des quantités relatives et seule une quantification approximative est envisageable ici.

2.2.6 Cartographie IR

La première étape de la procédure de cartographie IR consiste à séparer le système multicouche du contreplaqué à l'aide d'une lame de rasoir. Idéalement, la taille de l'échantillon doit être de 2×5 mm^2 .

L'étape suivante a consisté à fabriquer des blocs « d'épon » à l'aide du moule approprié (1.3×0.5 cm^2 , h=0.3 cm, Mecalab) et de colle commerciale de type époxy (Epoxyfit de Struers). Pour cela, on place l'échantillon préalablement découpé dans le moule, on incorpore l'époxy et on laisse ensuite le composite sécher pendant 24 h.

Après séchage, la découpe de fines tranches du composite procède à l'aide d'un Microtome « Heavy duty sliding SM2500 » (Leica). Le couteau était en diamant et la vitesse de coupe était de 0.9 mm/s. Trois épaisseurs de tranches ont été obtenues via cette technique : 5, 7 et 10 μm .

Les essais de cartographie IR ont été menés avec un spectroscopie IR FTS 7000 Series couplé avec un microscope UMA 600 (Digilab) fonctionnant en transmission. Cet appareil est pourvu d'un détecteur FPA (Focal Plane Array) qui permet l'acquisition

d'images de 32x32 pixels² (représentant une surface 176x176 µm²) dont les spectres s'étendent de 900 à 4 000 cm⁻¹.

2.2.7 Wave-Scan DOI

Toutes les mesures de profilométrie ont été effectuées sur des échantillons de 10×8 cm². Ils ont été préalablement nettoyés avec des *kimwipes* humectés avec de l'eau, puis séchés avec de nouveaux *kimwipes* pour éliminer les poussières/particules susceptibles d'être présentes en surface.

La procédure appliquée est identique à celle préconisée par Bombardier Aéronautique et présentée à la section 2.1.3 à l'exception de la distance de balayage qui est de 5 cm ici (contre 15 cm pour les essais réalisés par Bombardier).

2.2.8 Traitements thermo-hygrométriques des échantillons et suivi de la relaxation

Pour le traitement en température et en hygrométrie des échantillons, une enceinte climatique BTX-475 (Espec) a été utilisée. Pour chaque traitement, les échantillons ont été placés dans l'enceinte climatique pour une durée de sept jours.

Les conditions de traitement ont été les suivantes :

- Série 1 : 25 °C et 40% HR
- Série 2 : 25 °C et 90% HR
- Série 3 : 50 °C et 40% HR
- Série 4 : 50 °C et 65% HR
- Série 5 : 50 °C et 90% HR

Les échantillons de toutes les séries ont été analysés avec le profilomètre à contact et l'Anatex 7 jours après la fin du traitement (J+7) et un suivi de la relaxation a été effectués 14 jours plus tard pour un échantillon de chacun des huit panneaux fabriqués sur-mesure et de chaque série, soit 21 jours après la fin du traitement (J+21). Les séries 2 et 5 ont été sélectionnées pour suivre la relaxation de plus près : pour ces

deux séries, en plus des essais mentionnés précédemment, un échantillon de chacun des huit panneaux a été analysé à la sortie de l'enceinte climatique (J+0) et 3 jours plus tard (J+3).

Une série contrôle a également été étudiée, et correspond aux échantillons conservés à température et hygrométrie ambiantes (environ 22°C et 50% < HR < 70%). Elle n'a pas subi de traitement et sert de référence pour une étude comparative avec les séries d'échantillons traités. Cette série a été évaluée à un temps donné, puis réévaluée 21 jours plus tard.

CHAPITRE 3 : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

3.1 Étude préliminaire

Cette première phase d'essais fait suite à une réflexion du groupe-projet sur le choix des méthodes d'analyse et de caractérisation qu'il faut considérer comme pertinentes, ou non, pour l'étude de l'aspect peau d'orange. Dans cette optique, une sélection de différents outils et échantillons a été faite et les résultats obtenus à l'issue de cette étape ont servi à orienter la suite de l'étude. À titre de rappel, l'équipe de l'UdeM se focalise sur la partie supérieure des panneaux de bois, soit : le système multicouche et la feuille de bois avec laquelle elle est en contact. Les analyses menées sont donc exclusivement réalisées à la surface des échantillons.

Dans cette partie, une courte description du rôle de chacune des méthodes d'analyse et de caractérisation est faite : la microscopie optique et AFM, la profilométrie à contact, la spectroscopie IR-TF en ATR, et la cartographie IR. S'en suit une présentation des résultats obtenus et des conclusions. Les échantillons analysés ici sont le T40, E1 et E2 (ils sont présentés à la section 2.1.5).

3.1.1 Microscopie optique

L'utilisation de la microscopie optique consiste, dans notre cas, à étudier le rayonnement réfléchi de la lumière visible d'un objet et à générer ainsi une image agrandie de la surface du vernis ou, en focalisant dans l'échantillon, de la surface du bois. Cette technique permet d'observer l'aspect visuel des échantillons.

La Figure 3.1 présente les images obtenues via cette technique. Au niveau de la surface du vernis, seules des éraflures sont perceptibles. Elles sont de toute évidence dues à l'étape de polissage et/ou à de la négligence, et n'apportent guère d'informations. Les images de E1 prises à la surface du bois laissent apercevoir des cavités dont le diamètre est compris entre 10 et 100 μm . Ces cavités sont vraisemblablement des bulles d'air et elles sont localisées dans la « couche de pré-

vernis » : la distance séparant la surface du bois des bulles d'air est d'environ 25 µm. Le Dr Ximin Chen, ancienne associée de recherche du groupe, est parvenue à détecter des cavités proches de la surface du vernis de deux échantillons présentant un effet peau d'orange prononcé. Ces bulles d'air ont été localisées dans la « couche de finition » et la distance séparant ces bulles d'air de la surface du vernis n'a pas été évaluée.³⁷

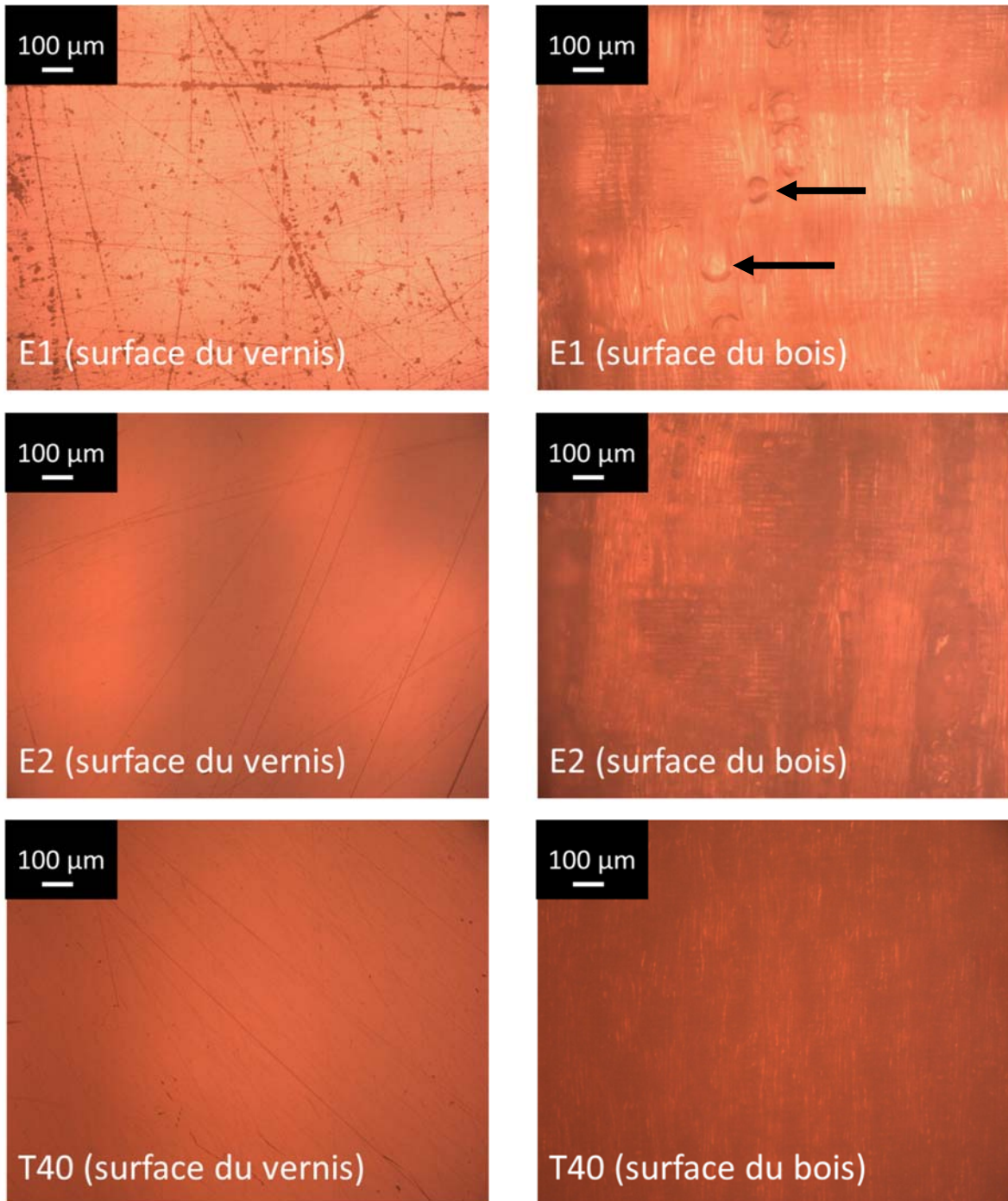


Figure 3.1 : Images des échantillons E1, E2 et T40 prises au microscope optique avec un grossissement x100. Deux images sont disponibles pour chaque échantillon : une de la surface du bois (à droite) et une autre de la surface du vernis (à gauche). Les flèches noires indiquent la présence de cavités.

La microscopie optique peut ainsi exposer les différences existantes entre des échantillons de qualités diverses. En effet, il est possible d'observer de nombreuses cavités sur les échantillons de mauvaise qualité (E1) et plus rarement sur ceux de bonne (E2) ou de très bonne qualité (T40). Ces cavités sont probablement liées à la migration de certains composés qui seraient possiblement volatils. Afin de confirmer le lien entre ces cavités et la qualité des échantillons, il faudrait étendre ces mesures avec un plus grand nombre d'échantillons de qualités variées.

3.1.2 Microscopie AFM

La microscopie AFM est une technique basée sur les forces d'interactions entre une pointe et la surface d'un échantillon. Cet outil permet d'obtenir une carte topographique des échantillons analysés. Dans notre cas, les défauts recherchés sont de l'ordre du micron et les analyses menées sont du même ordre de grandeur, c'est-à-dire sur des surfaces de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ ou de $50 \times 50 \mu\text{m}^2$.

La morphologie de surface des échantillons analysés est présentée à la Figure 3.2. Comme pour la microscopie optique, de nombreuses éraflures sont visibles à la surface des échantillons. La hauteur d'analyse passe du simple au double (de 50 à 100 μm) pour l'échantillon E1 par rapport à E2 et T40, ce qui traduit sa mauvaise qualité. Des protubérances de l'ordre du nanomètre, et de 1 à quelques micromètres sont visibles sur l'ensemble des échantillons mais elles sont plus nombreuses et de circonférences plus importantes pour E1. La forme asymétrique de ces protubérances est un artéfact.

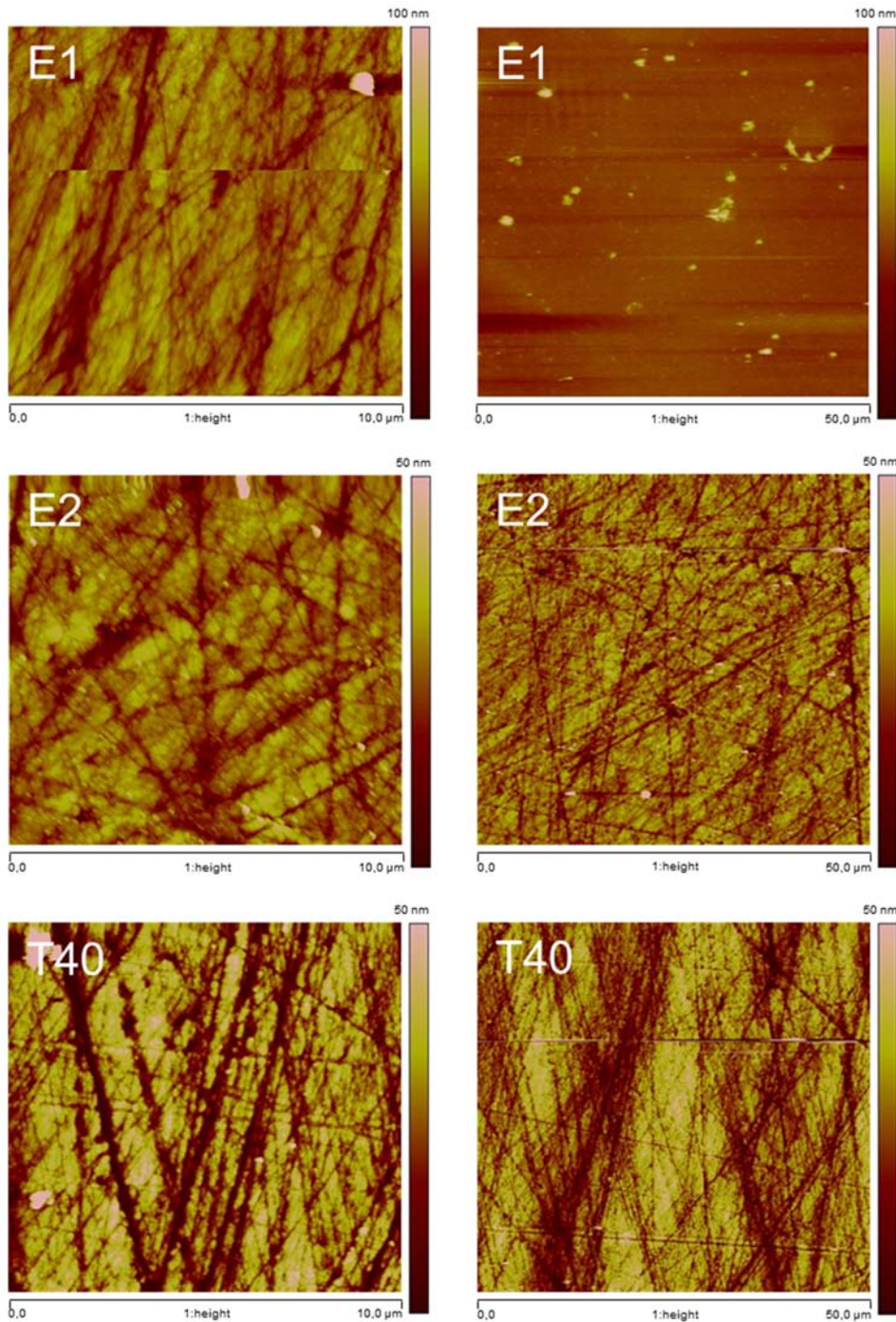


Figure 3.2 : Images des échantillons E1, E2 et T40 prises en microscopie AFM. Deux images sont disponibles pour chaque échantillon : l'une représente la topographie d'une surface de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ (à gauche) et l'autre est de $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ (à droite). Pour E1, l'image de droite présente tellement de fluctuations topographiques que le détail n'apparaît pas.

D'après les images obtenues, la microscopie AFM confirme la présence des cavités observées en microscopie optique ; celles de plus grand diamètre (supérieures à 10 μm) ne sont pas observable dans ces images. D'après cette méthode, il semble exister un lien entre le diamètre et le nombre de ces cavités, et la qualité de l'échantillon. Les informations additionnelles apportées par l'AFM sur les changements de morphologie de surface ne sont pas d'un intérêt significatif et cette technique d'analyse sera donc abandonnée.

3.1.3 Profilométrie : mesure de l'ondulation

Au même titre que l'AFM, la profilométrie permet de mesurer le relief d'une surface. Plus précisément, on utilise ici un profilomètre à contact. Cet appareil fonctionne avec une fine pointe en diamant pourvue d'un capteur qui lit l'altitude lorsqu'on la déplace le long de la surface. Les mesures effectuées avec cet outil sont moins précises que celles opérées avec l'AFM mais la résolution est en adéquation avec l'étude menée : elle est de l'ordre du micron. À la différence de l'AFM, un profilomètre permet d'évaluer rapidement l'état d'une grande surface. Ainsi, les analyses menées ici couvrent 16 cm^2 de surface (alors que l'AFM analysait des surfaces de 2500 μm^2 (ou $2,5 \times 10^{-5} \text{cm}^2$)).

Comme indiqué dans la partie expérimentale, on mesure ici l'ondulation de surface (W). À la Figure 3.3.A, on peut observer des fluctuations nettement plus importantes dans le profil d'ondulation de E1 que dans celles de T40. À la Figure 3.3.B, le paramètre W_a (écart moyen arithmétique de l'ondulation) a été étudié pour chaque échantillon et selon trois directions : parallèlement, perpendiculairement et à 45 degrés du grain. Globalement, la tendance est la suivante : $W_a(\text{T40}) < W_a(\text{E2}) \ll W_a(\text{E1})$. Ainsi, plus W_a est important, plus l'ondulation est importante et plus l'effet peau d'orange est prononcé.

Si l'on regarde maintenant l'influence du grain du bois dans l'étude de W_a , on peut se rendre compte que son impact est négligeable. À l'erreur d'expérience près, l'orientation du grain ne semble pas avoir d'influence sur le paramètre W_a .

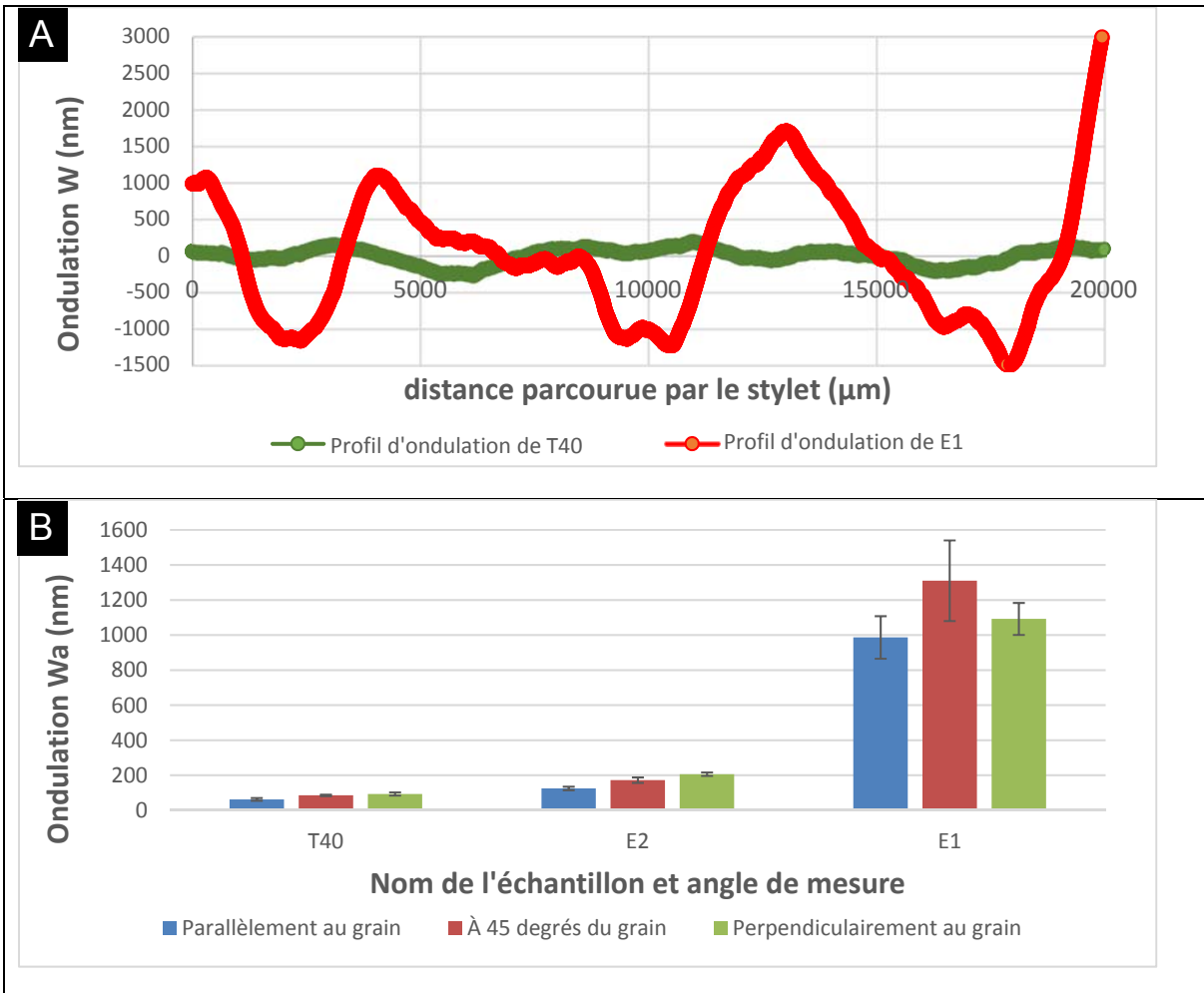


Figure 3.3 : (A) Profil d'ondulation W de T40 et de E1 en fonction de la distance parcourue par le stylet, et (B) Ondulation Wa (nm) mesurée par profilométrie, en fonction de l'échantillon et de l'orientation du grain du bois.

Ainsi, les figures ultérieures faisant apparaître des valeurs de l'ondulation indiqueront des valeurs moyennes de Wa : Wa sera alors une moyenne des valeurs obtenues parallèlement, perpendiculairement et à 45 degrés du grain.

La profilométrie est une méthode intéressante car elle est capable de caractériser semi-quantitativement les échantillons et de les classer selon l'importance de l'effet peau d'orange. Cette méthode sera donc utilisée pour des analyses ultérieures.

3.1.4 Spectroscopie IR-TF en ATR

La spectroscopie ATR-IR est une méthode d'échantillonnage qui mesure l'atténuation d'un faisceau à réflexion interne lorsqu'un échantillon est pressé contre un cristal à haut indice de réfraction. Les spectres IR obtenus via cette méthode permettent d'effectuer des analyses qualitatives et quantitatives utiles pour l'identification des changements chimiques à la surface des échantillons. Dans notre cas, cet outil permettra d'étudier la couche de vernis située dans la « couche de finition ». Comme indiqué dans la partie expérimentale, pour chacun des échantillons analysés, trois mesures ont été effectuées sur trois zones distinctes.

À la Figure 3.4, on peut observer les spectres de T40 (en vert), E2 (en bleu) et E1 (en rouge) dans leur globalité, c'est-à-dire dans la région comprise entre 600 et 4000 cm^{-1} . De manière générale, les spectres d'un même échantillon (de la même couleur) se superposent très bien, indiquant que la surface est homogène en termes de composition chimique. Cependant, des différences sont visibles dans certaines régions spectrales (2750–3100 cm^{-1} et 700–1800 cm^{-1}) entre les échantillons étudiés. La suite de l'analyse comparative de ces spectres sera faite par région spectrale.

Les variations d'intensité dans les pics d'absorbance seront indiquées par des flèches sur les figures suivantes : le bon échantillon sera situé à la base de la flèche tandis que le plus mauvais (en termes de peau d'orange) se trouvera à la pointe de la flèche. De la même façon, lorsque des bandes d'intensités égales sont déplacées sur l'axe des abscisses avec la qualité de l'échantillon, la position des différents pics sera indiquée, et associée à une flèche, dans le respect du code de couleurs (vert pour le T40, bleu pour E2 et rouge pour E1).

La large bande située à 3500 cm^{-1} est associée aux élongation O-H : elle est intense pour E1 (échantillon à la peau d'orange prononcée) et son intensité diminue avec T40 (échantillon dépourvu de peau d'orange) et E2 (échantillon de qualité intermédiaire); on a donc :

$$A_{T40}(3500 \text{ cm}^{-1}) \approx A_{E2}(3500 \text{ cm}^{-1}) < A_{E1}(3500 \text{ cm}^{-1}).$$

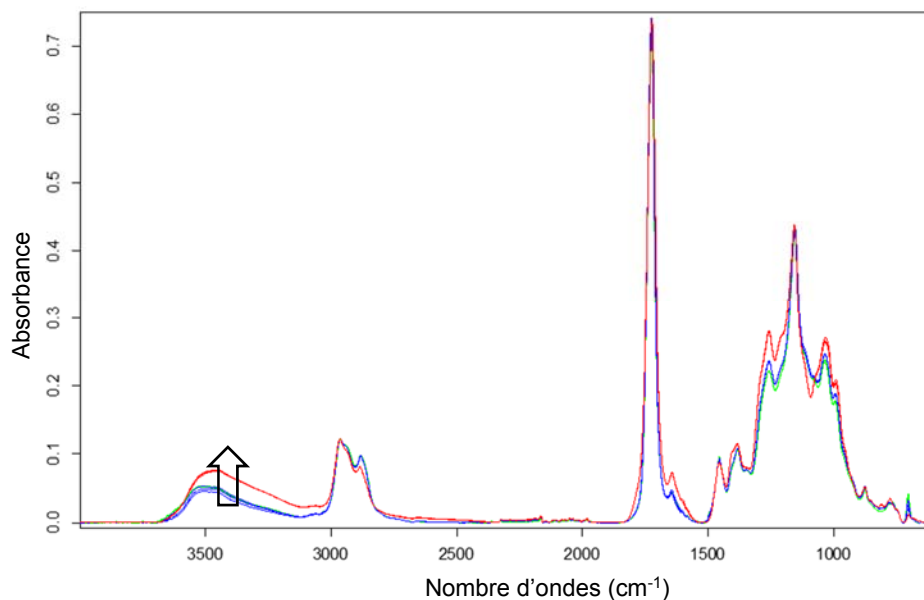


Figure 3.4 : Spectres ATR-IR de T40 (en vert), de E2 (en bleu) et de E1 (en rouge), entre 400 et 4000 cm^{-1} . Pour chaque échantillon, trois spectres sont enregistrés.

Dans la région 3100–2750 cm^{-1} (Figure 3.5.a), les bandes à 3060 et 3028 cm^{-1} apparaissent dans les spectres de T40 et de E2, mais elles sont quasiment absentes pour E1. Ces bandes peuvent être attribuées aux vibrations des liaisons C–H des composés aromatiques. Elles suggèrent donc une proportion de groupements aromatiques en surface inférieure pour des échantillons de mauvaise qualité (E1). Dans cette même figure, on peut observer une diminution de l'intensité des bandes situées à 2940 et 2880 cm^{-1} (vibrations d'élongation des liaisons C–H des $-\text{CH}_3$ ici) lorsque l'on passe des bons aux mauvais échantillons. Cela indique probablement que le nombre de $-\text{CH}_3$ est plus important pour les échantillons de bonne qualité.

L'un des changements les plus significatifs est celui de la bande d'élongation du groupement carbonyle C=O (Figure 3.5.b). L'intensité relative de cette bande est assez stable mais on observe un déplacement de 1725–1724 à 1722 cm^{-1} , et une augmentation de la largeur à mi-hauteur de cette même bande lorsque l'on passe de T40 (ou E2) à E1. On suppose que, pour E1, ces changements sont attribuables à la présence de solvant(s) résiduel(s) piégé(s) – dont le(s) spectre(s) se superposeraient

avec la bande carbonyle du polyester insaturé – dans la couche de finition et possédant une fonction carbonyle, tels que le méthylisobutylcétone ou le méthyléthylcétone. Dans le cas de E1, ces changements s'accompagnent de l'apparition d'un épaulement à 1785 cm^{-1} .

À la Figure 3.5.c, les bandes visibles à 1494 et 1455 cm^{-1} sont plus intenses pour l'échantillon T40 et elles peuvent également être associées aux vibrations d'élongation des liaisons C=C des groupements aromatiques. L'intensité de ces deux dernières bandes, plus élevée pour les échantillons de bonne qualité, apporte une certaine cohérence aux observations faites pour les bandes situées à 3060 et 3028 cm^{-1} : la proportion de groupements aromatiques, et potentiellement de styrène, est plus importante pour les échantillons de bonne qualité (en termes de peau d'orange). En d'autres termes, il semblerait que le styrène (composant du vernis polyester) soit partiellement, voire totalement éliminé de la surface de la « couche de finition » pour les échantillons de mauvaise qualité (en termes de peau d'orange).

Dans la région comprise entre 650 et 1500 cm^{-1} (Figure 3.5.d), il est possible de distinguer de nombreuses différences entre les échantillons de différentes qualités. En plus d'observer des bandes d'intensités variables à 1408 , 1259 et 1213 cm^{-1} , on note l'apparition de deux bandes supplémentaires à 810 et 776 cm^{-1} pour l'échantillon de mauvaise qualité. À 705 cm^{-1} , une bande caractéristique de la déformation des C-H aromatiques croît en intensité lorsque la qualité de l'échantillon croît également et vient confirmer les constatations précédentes.

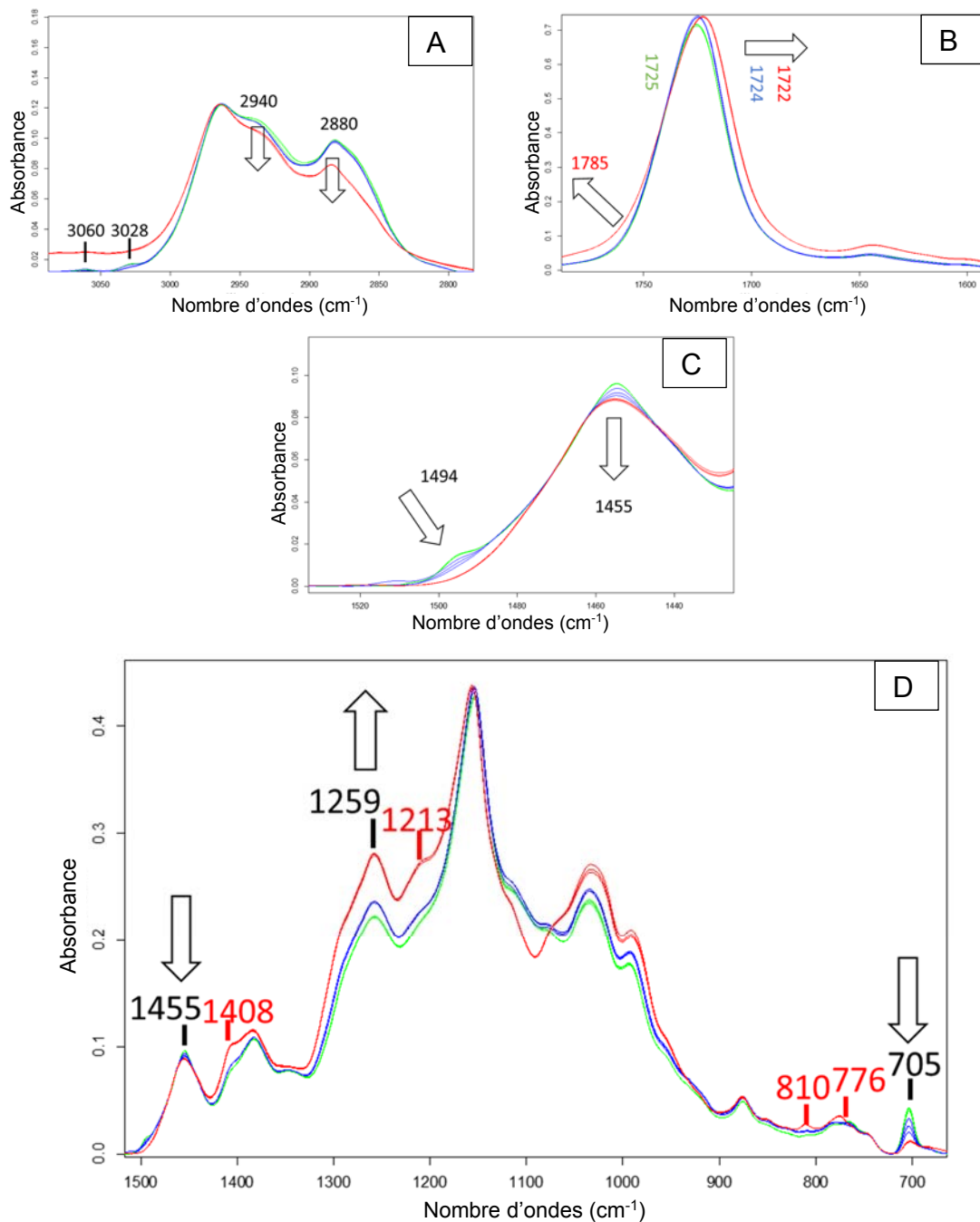


Figure 3.5 : Zooms sur les spectres ATR-IR du T40 (en vert), de E2 (en bleu) et de E1 (en rouge). L'image A est un zoom de la région comprise entre 3100 et 2775 cm^{-1} , B un zoom de la région 1800–1690 cm^{-1} , C un zoom de la région où 1530–1420 cm^{-1} , et D un zoom de la région où 1510–650 cm^{-1} .

Les nombreuses indications des spectres IR portant sur la proportion en composés aromatiques laissent penser que le styrène (le pourcentage volumique de cet ingrédient dans le vernis est d'au moins 9,5%v d'après les FS) joue un rôle clef dans l'aspect de surface du vernis : il semble qu'il soit partiellement, voire totalement, éliminé de la surface (partie supérieure de la « couche de finition ») par évaporation ou qu'il soit simplement dégradé pour les échantillons de mauvaise qualité. Ce composé est censé apporter de la rigidité au vernis polyester : son ratio dans la formulation du vernis polyester ne doit être ni trop élevé – pour éviter le retrait, les craquelures ou le délaminage –, ni trop faible – pour éviter que le vernis ne soit trop souple et ainsi sujet aux rayures ou à l'instabilité dimensionnelle causée par les couches inférieures (le scellant en l'occurrence) –. Comme on ne connaît pas la totalité des ingrédients constitutifs du vernis, il est probable que d'autres composés aromatiques jouent un rôle dans l'effet peau d'orange. D'autre part, la présence de solvant(s) résiduel(s) dans la « couche de finition » – indiquée par le positionnement et la largeur à mi-hauteur de la bande carbonyle – peut également impacter la souplesse du vernis polyester car ce(s) composé(s) peu(ven)t jouer le rôle de plastifiant et augmentent la souplesse du revêtement.

En résumé, la spectroscopie IR-TF en ATR montre qu'il existe des différences notables entre les bons échantillons et celui de mauvaise qualité, car l'absorbance enregistrée pour les pics (ou bandes) d'intérêt est supérieure ou inférieure à celles enregistrées pour E2 et T40. Cette technique est donc très utile pour cette étude car, en plus de suggérer une évaluation de l'intensité de l'effet peau d'orange, elle fournit des informations sur la composition chimique de la couche de surface. Somme toute, les zones d'intérêt retenues pour qualifier l'aspect peau d'orange avec un spectromètre IR-TF sont les suivantes : le massif compris entre 3000 et 2850 cm^{-1} , la bande carbonyle comprise entre 1725 et 1722 cm^{-1} , la bande située à 1494 cm^{-1} et le pic observable à 705 cm^{-1} . Néanmoins, le dernier pic (situé à 705 cm^{-1}) ne sera pas retenu pour la cartographie IR (voir la section 3.1.5) car l'outil employé à cette fin ne permet pas d'obtenir d'information dans le domaine des nombres d'onde inférieurs à 900 cm^{-1} .

3.1.5 Cartographie IR

La cartographie IR est une combinaison de spectroscopie IR et de microscopie. Cette technique permet d'enregistrer 1024 spectres IR sur une surface de $176 \times 176 \mu\text{m}^2$, les images prises par cet outil étant de $32 \times 32 \text{ pixels}^2$ et chaque pixel correspond à un spectre IR. On utilise ici cet outil pour étudier la section transversale d'un échantillon (la feuille de bois exotique et ignifugée du contreplaqué, le scellant et le vernis) de manière à identifier les changements chimiques au sein des couches du revêtement. Les interfaces bois-scellant et scellant-vernis ont également fait l'objet d'une étude approfondie car on souhaite détecter les potentielles migrations/diffusions entre les couches.

L'ensemble des résultats présentés dans cette section sont issus du travail du Dr. Ximin Chen.^{37,38}

Pour chaque échantillon, cinq cartes – correspondant à cinq zones d'études distinctes – ont été obtenues (faute d'information, elles ne sont pas présentées ici). L'extraction des spectres à partir de ces cartes de $32 \times 32 \text{ pixels}^2$ permet d'effectuer une étude comparative et il est possible de distinguer des différences entre les spectres (en raison du volume de données, il n'est pas possible de comparer les trois échantillons sur une même figure et ils sont donc comparés deux à deux).

La Figure 3.6 compare 1024 spectres d'une carte du T40 en bleu avec ceux d'une carte de E1 en rouge dans la région $900\text{--}1850 \text{ cm}^{-1}$. Le choix de cette région a été effectué par le Dr. Chen : il est limité aux nombres d'onde supérieurs à 900 cm^{-1} à cause de l'outil employé et, à mon sens, la zone d'étude devrait être étendue jusqu'à 3000 cm^{-1} . Ces spectres ont été normalisés avec la bande d'absorption du groupement carbonyle. Des différences nettes (indiquées par des flèches bleues) entre les deux échantillons peuvent être observés. La première est un déplacement – accompagnée d'une augmentation de la largeur à mi-hauteur – de la bande d'absorption C=O qui passe de 1728 cm^{-1} pour T40 à 1724 cm^{-1} pour E1. De part et d'autre de cette bande, les spectres de E1 sont systématiquement différents de ceux de T40 : un épaulement

est visible à gauche de la bande carbonyle et les bandes à 1647 et 1256 cm^{-1} sont un peu plus intenses. En outre, les bandes à 1070 et 1033 cm^{-1} varient considérablement en intensité. Cela est vraisemblablement dû aux variations topographiques des coupes transversales de E1.

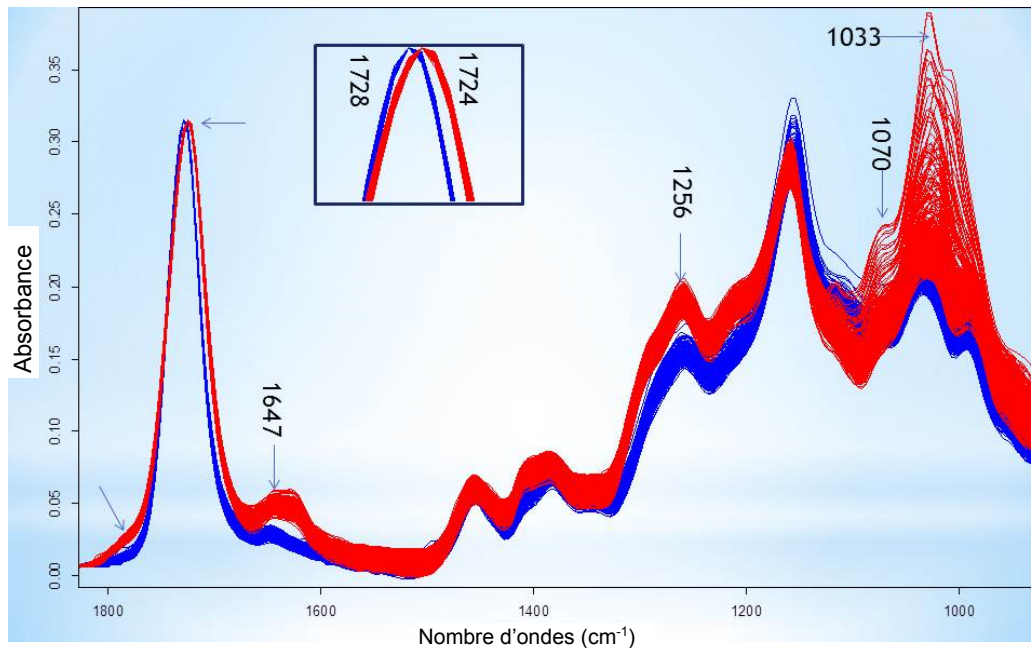


Figure 3.6 : Spectres de cartographie IR de E1 (en rouge) et de T40 (en bleu).³⁷

La Figure 3.7 compare 1024 spectres d'une carte du T40 en bleu avec ceux d'une carte de E2 en jaune dans la région 900–1850 cm^{-1} : peu de différences sont ici observées mais cette constatation coïncide avec les résultats obtenus à la section 3.1.4.

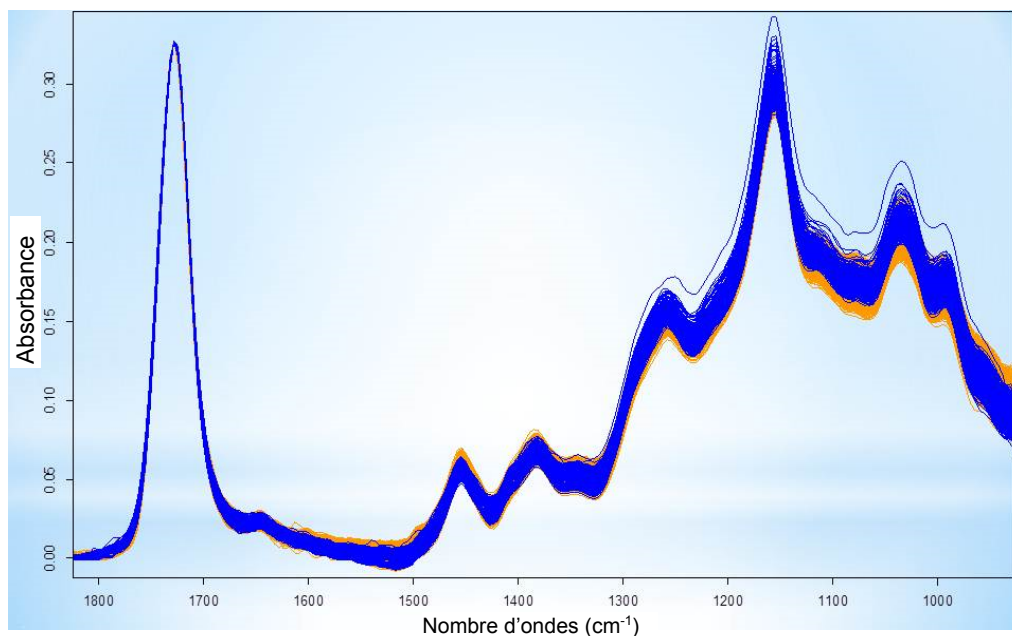


Figure 3.7 : Spectres de cartographie IR de E2 (en jaune) et de T40 (en bleu) ³⁷

Sans entrer dans le détail de l'ensemble des analyses menées par le Dr Chen, il semble intéressant de parler du traitement ignifuge. Malgré de nombreux efforts, il n'a pas été possible d'observer ce composé via la cartographie IR : l'analyse du bois, du scellant et de l'interface bois-scellant n'a fourni aucune information mettant en exergue ce composé. On suppose donc que ledit composé aurait réagi avec le bois ou se serait simplement évaporé. Néanmoins, et comme indiqué à la Figure 3.8, l'analyse de bois traité expose une large bande à 1057 cm^{-1} tandis que celui non traité dispose d'une bande plus fine et centrée à 1037 cm^{-1} .

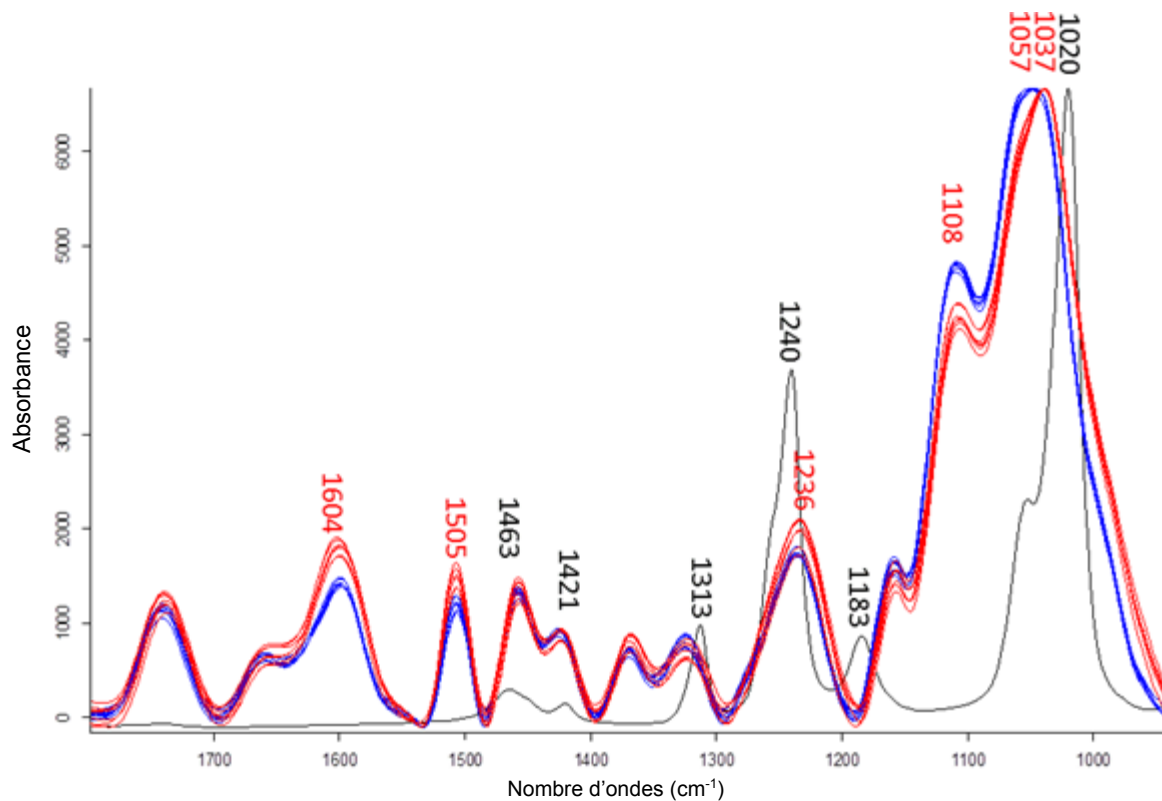


Figure 3.8 : Spectres de cartographie IR d'un échantillon de bois pourvu (en rouge) et dépourvu (en bleu) du traitement ignifuge utilisé par Bombardier Aéronautique (et dont la FS est présentée à l'annexe A), et spectre du MP 828 – ou ingrédient unique du traitement ignifuge – à l'état liquide.³⁸

En résumé, chacune des couches (bois, scellant et vernis) a pu être facilement identifiée par le Dr. Chen. À l'interface, les matériaux changent graduellement d'une couche à l'autre : les frontières entre les couches ne sont pas bien définies. Enfin, des changements chimiques ont pu être observés lorsque les échantillons ont été soumis à des conditions extrêmes (en termes de températures et d'humidité relative). Le seul bémol ici est la zone d'étude choisie : elle devrait être comprise entre 3 000 et 900 cm⁻¹ au lieu d'être limitée à 1800–900 cm⁻¹ car des pics d'intérêt sont présents entre 1800 et 3 000 cm⁻¹.

3.1.6 Conclusion sur l'étude préliminaire

Dans cette partie, une série d'échantillons (le T40, un échantillon de bonne qualité ; le E2, un échantillon de qualité intermédiaire ; et le E1, un échantillon avec une peau d'orange prononcée) a été analysée selon différentes techniques : par microscopie optique, par microscopie à force atomique, par profilométrie, par spectroscopie IR en ATR et par cartographie IR.

Des pores/protubérances ont été observé(e)s par microscopie optique dans les couches de pré-vernis et de finition. Le diamètre de ces pores est, en partie, comparable à ceux mesurés à l'AFM, à la surface de la couche de finition. Des éraflures ont également pu être enregistrées avec l'AFM mais ces changements physiques n'apportent guère d'information clef dans l'analyse des résultats. La profilométrie a fourni des informations précieuses sur l'état du fini de surface et le Dektak XT est donc un outil de choix pour des analyses ultérieures. L'AFM, outil chronophage, a donc été une technique écartée au profit du profilomètre à contact et du microscope optique car ces derniers outils ont une résolution plus adaptée à l'étude de l'effet peau d'orange.

L'ATR-IR et la cartographie IR semblent être des méthodes d'analyse puissantes pour caractériser et distinguer des échantillons dont l'intensité de l'effet peau d'orange diffère : l'intensité relative des bandes, leur position, leur largeur à mi-hauteur et/ou leur simple présence sont autant de paramètres indicateurs de la présence de solvant(s) résiduel(s) et de la proportion en composé(s) aromatique(s) tel que le styrène. On rappelle que le styrène et les solvants résiduels (jouant le rôle de plastifiant ici) augmentent respectivement la rigidité et la souplesse du film formé : ces composés peuvent donc avoir un impact sur le retrait, le craquellement, le délaminage, ou la résistance aux rayures du système multicouche. Ces deux techniques sont donc conservées pour des analyses ultérieures.

À la vue des essais réalisés et des déductions faites, les outils d'analyses ont été partagés entre Anna Gittsegrad et moi-même. Ma collègue a été chargée des

analyses à effectuer avec le microscope optique, l'ATR-IR et l'outil de cartographie IR, tandis que j'ai été en charge des analyses à mener avec le profilomètre à contact qui a été associé à un outil de détection de l'intensité de la peau d'orange développé en interne. Ce dernier outil sera présenté dans la suite de ce rapport. Pour développer les aspects « analyse et traitement d'images » du projet, nous avons profité de la collaboration des Drs. Samantha Noel et Charles Fortier qui effectuaient alors leurs études de Ph. D. sous la direction du Pr. Grégory De Crescenzo de l'École Polytechnique de Montréal.

3.2 Développement d'un outil capable de quantifier l'aspect peau d'orange : l'Anatex

Bombardier utilise aujourd'hui le Wave-Scan DOI (BYK Gardner) pour déceler la présence de peau d'orange et pour classer les panneaux composites par degré d'intensité de ce même défaut. Cependant, cet appareil n'est pas toujours fiable et le géant de l'aéronautique fait également appel à une équipe de quatre techniciens pour contrevérifier, entre autres, les résultats de cet outil.

Il a donc été décidé de développer un outil permettant de déterminer semi-quantitativement les défauts de surface occasionnés par l'effet peau d'orange et l'Anatex, décrit ci-dessous, remplit cette fonction. Le fonctionnement de cet outil repose sur la technique de projection des franges¹⁵ et des logiciels tels que ImageJ et Excel sont utilisés pour traiter et exploiter les données. Cet appareil peu coûteux, mobile et léger permet d'évaluer ce que l'œil perçoit comme bon ou mauvais en termes de peau d'orange, de réaliser rapidement des tests non destructifs, et ceci sur de petites comme sur de grandes surfaces.

Afin de confirmer les résultats obtenus avec l'Anatex, une méthode de quantification a été développée en effectuant une corrélation entre les résultats de l'Anatex et ceux d'un profilomètre à contact pour une série d'échantillons faisant office

de « gamme étalon » (un descriptif de ces échantillons est disponible à la section 2.1.5)

3.2.1 La grille : première composante de l'Anatex

La première composante – et clef de voûte - de l'Anatex a été proposée par Yann Gabet, ancien stagiaire de l'école CPE Lyon, et conçue à l'atelier mécanique du Département de chimie. Comme présenté à la Figure 3.9, il s'agit d'une grille, découpée dans une plaque d'aluminium, comportant 26 bandes de $2 \times 65 \text{ mm}^2$, espacées de 2 mm les unes des autres.



Figure 3.9 : Grille de l'Anatex ($22.5 \times 7.5 \text{ cm}^2$, $e = 2 \text{ mm}$). Elle est en aluminium et comporte 26 bandes parallèles de $2 \times 65 \text{ mm}^2$ espacées de 2 mm les unes des autres.

Cette grille avait été développée en observant de simples images obtenues sur le web. Certaines photos étaient prises en observant la réflexion de néons, ou de lumières non continues de ce type, sur des substrats présentant des défauts de peau d'orange. L'idée de recréer ce type de lumière avec des écarts bien précis et fins entre les raies de lumière provient d'une simple constatation : on observe mieux le défaut à la limite ombre-lumière d'une réflexion lorsque la lumière incidente arrive avec un "découpage" ombre-lumière bien défini.

Les premiers essais réalisés à partir de cette grille et d'une simple lampe de bureau sont présentés à la Figure 3.10. Les clichés ont été pris avec une caméra *Sony Cyber-shot DSC-W570* située à environ 15 cm de distance. L'image A montre que la réflexion des « franges de lumière » est identique aux rainures de la grille lorsque l'échantillon est dépourvu de peau d'orange. Dans le cas de l'image B, prise sur un

échantillon présentant de la pelure d'orange, on peut remarquer une déformation importante des franges de lumières

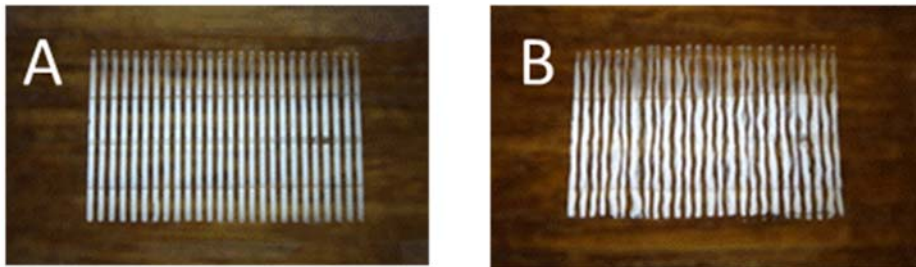


Figure 3.10 : Images de la réflexion de la lumière passée au travers de la grille sur deux échantillons. A est un échantillon de bonne qualité et B est un échantillon présentant de la peau d'orange.

Ces premiers résultats ont été encourageants car ils donnent un aperçu de la facilité avec laquelle une approche qualitative est envisageable avec cet outil. En effet, la qualité de la restitution du motif de la grille à la surface de l'échantillon informe l'expérimentateur sur la présence et l'intensité du défaut peau d'orange.

3.2.2 La conception de l'Anatex

La seconde étape dans la conception de l'Anatex a consisté à concevoir un outil (Figure 3.11) capable d'assurer la reproductibilité des mesures effectuées : les clichés de photographies en l'occurrence. Pour parvenir à cet objectif, il a fallu fabriquer un outil à partir de 5 éléments clefs : la source de lumière (le générateur d'images est constitué de trois tubes fluorescents), la grille (ne laissant passer que le motif désiré), un diffuseur de lumière placé entre la source de lumière et la grille (feuille sablée de polyéthylène téréphtalate transparent de 0.2 mm d'épaisseur), la caméra (permettant de capter la réflexion du motif de lumière qui s'est dessinée à la surface de l'échantillon) et la surface de l'échantillon.

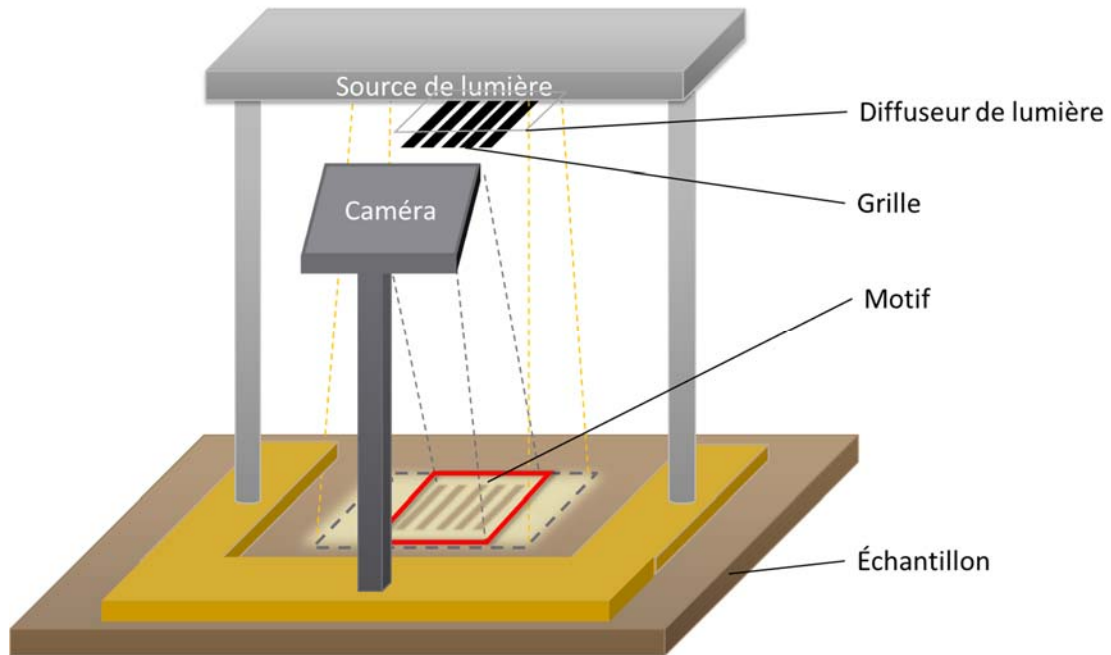


Figure 3.11 : Représentation schématique de l'Anatex.

La position et l'angle de chacun de ces éléments, et le paramétrage de la caméra étaient initialement ajustables, mais ils ont par la suite été fixés. Le schéma simplifié du montage de la Figure 3.12 illustre la position des éléments principaux (la caméra, la grille, le diffuseur de lumière, la source de lumière et l'échantillon) les uns par rapport aux autres. Il met en exergue les paramètres clefs qui ont été retenus pour assurer sa fonctionnalité et la reproductibilité des essais :

- L'angle et la distance caméra - échantillon sont respectivement de 75-80 ° et de 17 cm ;
- L'angle et la distance grille - échantillon sont respectivement de 80-85 ° et de 20 cm ;
- L'angle et la distance grille - diffuseur de lumière sont respectivement de 0 ° et de 0 cm ;
- L'angle et la distance diffuseur de lumière - source de lumière sont respectivement de 0 ° et de 0,1 cm.

Seul le paramétrage de la caméra (*Canon EOS 600D* pourvu d'un capteur CMOS APS-C de 18 millions de pixels) n'est pas présenté dans cette figure et il est le suivant : la focale est de 55 mm, l'ouverture de F/36, la vitesse d'obturation de 1/10 s, et l'ISO de 800.

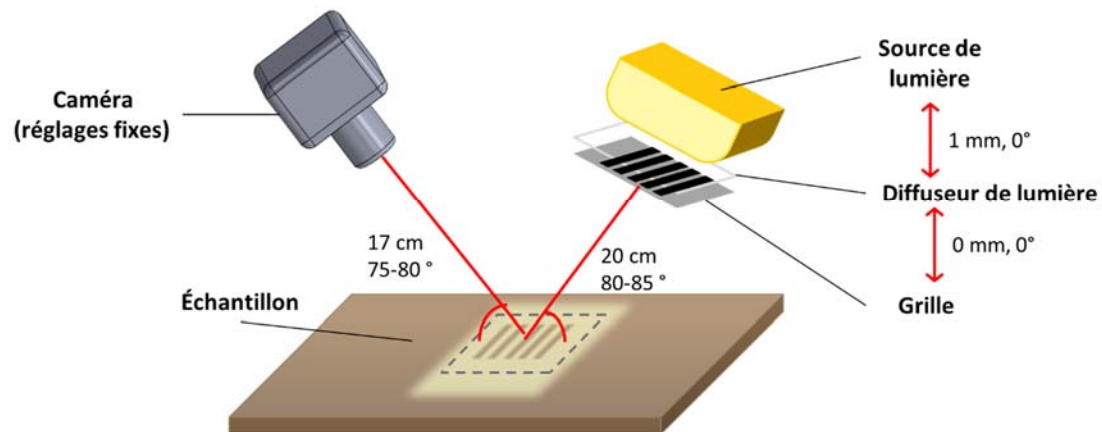


Figure 3.12 : Schéma simplifié de l'Anatex indiquant le positionnement des éléments clefs du montage.

Le premier montage présenté à la Figure 3.11 permet de prendre des clichés d'échantillons dont la surface minimum est de $21 \times 28 \text{ cm}^2$. Cependant, pour le reste de l'étude, on souhaite analyser des échantillons dont la surface est de $10 \times 8 \text{ cm}^2$. Un compartiment à échantillon (Figure 3.13) a donc été réalisé à cette fin et il vient se placer sous le premier montage : de cette façon les valeurs des paramètres indiquées précédemment sont maintenues constantes.

Description du compartiment à échantillon :

L'échantillon est placé entre deux plaques planes et rigides de polyéthylène téréphtalate. La plaque supérieure est fixe tandis que la plaque inférieure est mobile. Des ressorts ont été montés sous la plaque inférieure (supportant l'échantillon) et des butées dans le plan (x,y) ont été placées sur cette même plaque afin de maintenir l'échantillon dans une position fixe. La plaque supérieure est évidée sur une surface

5.5×7.5 cm² - pour laisser le motif de lumière atteindre la surface de l'échantillon – et quatre butées dans l'axe z sont disposées sur la partie inférieure de cette même plaque. Ces dernières butées sont en contact avec la surface de l'échantillon et elles sont en mousse pour éviter de générer des rayures à la surface du système multicouche. Le mécanisme de cet accessoire est relativement simple : les ressorts exercent une pression sur la plaque inférieure pour maintenir l'échantillon inséré contre les butées (dans l'axe z) disposées sous la seconde plaque et la surface de l'échantillon est ainsi présentée à une hauteur fixe. Les butées dans l'axe z sont nécessaires car les bords des échantillons sont courbés sur 0.5 cm ; par précaution, une marge de sécurité a été prise dans le placement des butées et elles ont été disposées de manière à entrer en contact avec l'échantillon en étant situées à 1,5 cm de chaque coin de ce dernier.

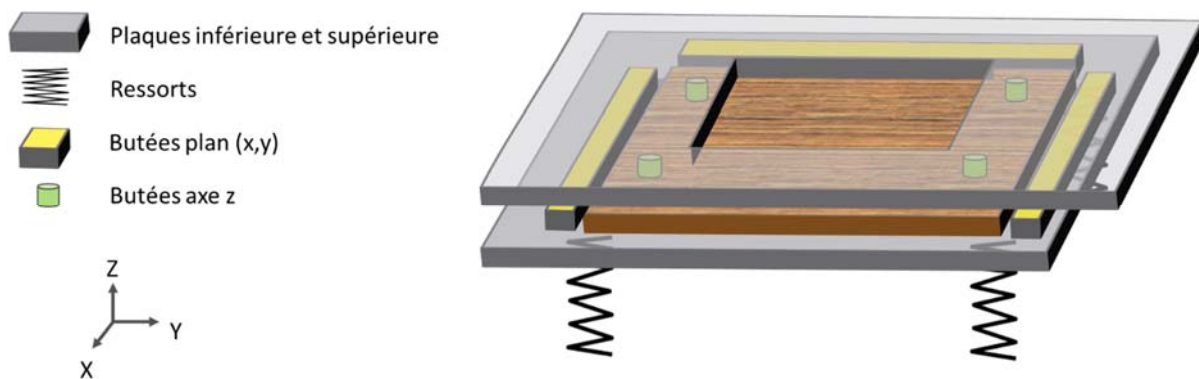


Figure 3.13 : Vue éclatée du compartiment à échantillon.

À la Figure 3.14, des photographies de la réflexion de la lumière à la surface d'échantillons de différentes qualités ont été prises avec « le compartiment à échantillon ». On peut constater une détérioration croissante du motif de lumière incident lorsque la qualité du revêtement de l'échantillon (en termes de peau d'orange) décroît. En effet, le motif de lumière est parfaitement restitué pour l'échantillon 1, de faibles et de plus importantes déformations des franges de lumières sont respectivement observables pour les échantillons 2 et 3, et le motif de lumière est complètement dégradé pour l'échantillon 4.

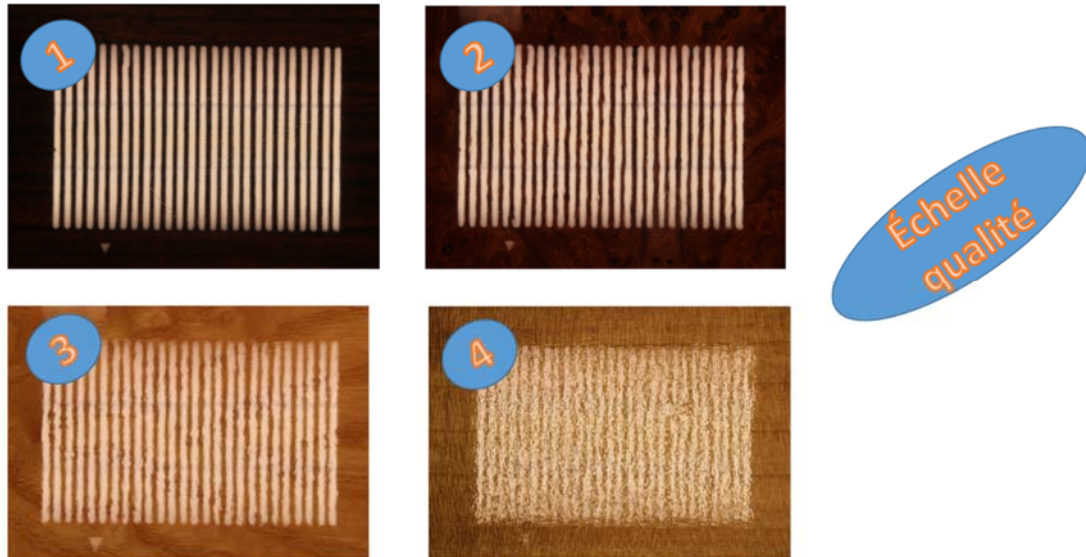


Figure 3.14 : Photographies de la réflexion du motif de lumière sur des échantillons de différentes qualités en termes de peau d'orange. L'intensité de l'effet peau d'orange, qualifié visuellement, croît lorsque le chiffre attribué à l'échantillon croît. Le motif de lumière est parfaitement restitué pour l'échantillon 1 tandis qu'il est complètement détérioré pour l'échantillon 4.

À ce stade, la reproductibilité des essais est maîtrisée et les photographies permettent clairement de classer qualitativement les échantillons par intensité d'effet peau d'orange : l'objectif fixé est donc atteint. Il faut maintenant développer une méthode pour obtenir des résultats semi-quantitatifs à partir des photographies. Cette méthode est présentée dans les deux sections qui suivent, c'est-à-dire « le traitement de l'image » et « l'analyse du signal ».

3.2.3 Le traitement de l'image

L'ensemble du processus de traitement de l'image se fait via un logiciel appelé ImageJ. Il s'agit d'un logiciel de code source libre permettant d'automatiser des séries de traitements et d'analyses d'images via des macros. Le code de la macro employée est présenté à la Figure 3.15. Concrètement, l'objectif consiste à passer d'une simple photographie à l'image d'une transformée de Fourier rapide à deux dimensions

(2D FFT). La 2D FFT est un algorithme employé pour convertir les données du domaine spatial au domaine des fréquences. Il est communément utilisé pour analyser la forme des images. Il détecte, entre autres, les éléments de répétitions par symétrie et translations, et leurs périodicités, et génère un spectre/signal en échelle de gris.

```
run("Rotate... ", "angle=-0.50 grid=1 interpolation=Bilinear");
//setTool("rectangle");
makeRectangle(1526, 1332, 2512, 1476);
run("Crop");
setOption("BlackBackground", false);
run("Make Binary");
run("FFT");
//setTool("rectangle");
makeRectangle(1848, 1798, 800, 550);
run("Crop");
run("Subtract Background...", "rolling=30");
//setTool("rectangle");
makeRectangle(200, 100, 400, 300);
run("Plot Profile");
```

Figure 3.15 : Lignes de code de la macro employée pour traiter les images dans le logiciel ImageJ.

Pour ce faire, il faut dans un premier temps faire pivoter l'image initiale de manière à ce que les bandes de lumière soient parfaitement verticales. On rogne ensuite l'image dans le motif (voir Figure 3.16) et on effectue un traitement binaire. Le rognage permet de conserver uniquement la surface illuminée par le motif et d'éliminer les effets de bord. Le traitement binaire permet d'homogénéiser le blanc provenant du motif de lumière (initialement constitué d'un dégradé d'intensité). On procède ensuite à une FFT en deux dimensions de l'image obtenue. L'image 2D FFT ainsi obtenue (Figure 3.16.c) est une image en échelle de gris constituée de plusieurs bandes verticales et d'une seule bande horizontale, de grande clarté.

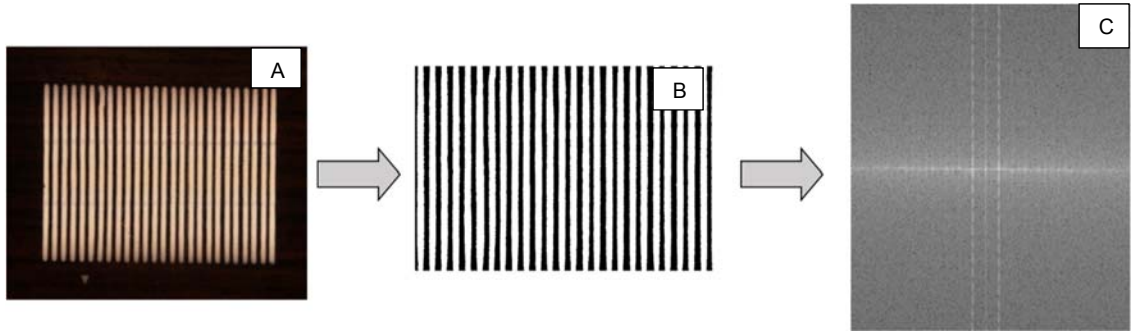


Figure 3.16 : Traitement de l'image via ImageJ (partie 1) : de A à B, on rogne l'image et l'on effectue un traitement binaire ; de B à C, on effectue une 2D FFT. L'échantillon analysé est le bubinga non traité de la série contrôle et il présente peu de peau d'orange.

Avant d'analyser le signal de la 2D FFT, il faut effectuer une opération sur l'image de la FFT appelée *Subtract Background* et autrement connue sous le nom de *Rolling Ball* (Figure 3.17). Cette opération consiste à amplifier le contraste de l'image et à diminuer la distorsion des bandes de la 2D FFT : la ligne de base est ainsi aplanie et le signal est rendu exploitable.

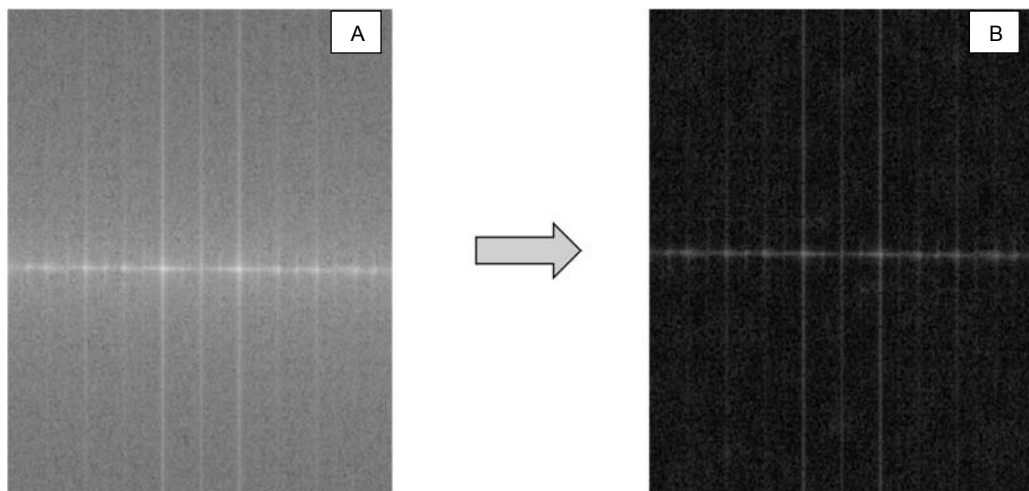


Figure 3.17 : Traitement de l'image via ImageJ (partie 2) : application du *Subtract Background* de A à B. L'échantillon analysé est le bubinga non traité de la série contrôle et il présente peu de peau d'orange.

Compréhension d'un signal 2D FFT :

À l'issue de cette étape, on obtient finalement une image de 2D FFT prête pour l'analyse. En théorie, le signal 2D FFT obtenu à partir d'une image semblable à celle présentée à la Figure 3.16.a est censé être constitué de quatre fenêtres identiques (Figure 3.18.a). En pratique, seules les deux fenêtres de droite sont symétriques (et donc identiques) à celles de gauche, et l'on se focalisera sur la partie droite de l'image. Cette absence de « symétrie parfaite » entre ces quatre fenêtres est probablement due à l'orientation de la caméra qui est légèrement de biais : le montage de l'Anatex n'a pas été réalisé de manière à ce que l'objectif de la caméra fasse parfaitement face à la surface de l'échantillon.

La croix rouge, alignée avec le signal de la Figure 3.18.a, est formée par les bordures communes des quatre fenêtres. Elle est également représentée à la Figure 3.18.b comme point de repère. Le signal au niveau de cette croix est sans importance car elle est liée aux contours de l'image initiale. La première bande repérée en orange à la Figure 3.18.b correspond à la fondamentale du signal. Les bandes suivantes sont repérées en vert et correspondent aux deux premières harmoniques. Le signal peut compter d'autres harmoniques, nombreuses pour les bons échantillons et rares pour les mauvais, mais elles n'ont pas été retenues et il n'en sera pas fait mention par la suite. Pour être concis, ces bandes (la fondamentale et les deux harmoniques) sont les éléments clefs utilisés dans l'analyse de cette image : leur intensité va augmenter avec la périodicité des éléments de symétrie et de translations spatiales présente dans le motif de lumière.

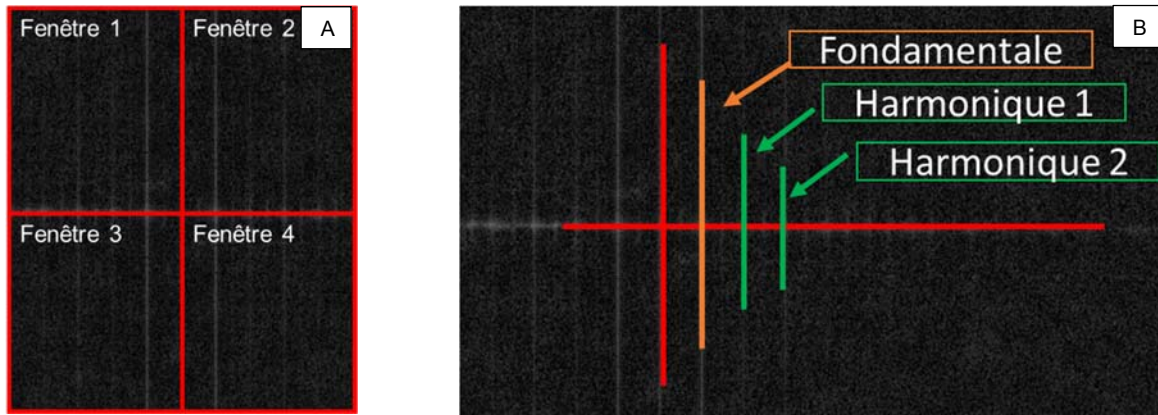


Figure 3.18 : Traitement de l'image via ImageJ (partie 3) : (A) Découpage du signal 2D FFT en quatre fenêtres et (B) présentation des bandes constituant le signal de la 2D FFT. L'échantillon analysé est le bubinga non traité de la série contrôle et il présente peu de pelure d'orange.

3.2.4 L'analyse du signal

La suite des opérations (ou l'analyse du signal) à effectuer est partagée entre le logiciel ImageJ et Excel, et on comparera ici le signal d'un échantillon présentant peu de peau d'orange avec celui d'un échantillon présentant un effet peau d'orange relativement prononcé (Figure 3.19). Dans ImageJ, on trace un rectangle de sélection sur la zone d'intérêt de la 2D FFT (en jaune dans les Figure 3.19.a et 3.11.c) en englobant la fondamentale et les deux premières harmoniques. La commande *Plot Profile* trace ensuite un graphique (Figure 3.19.b et 3.19.d), où l'axe x représente la distance horizontale (en pixel) au travers de la sélection et l'axe y l'intensité de gris moyenne des pixels selon la verticale. D'après le fonctionnement de la commande *Plot Profile*, on comprend aisément qu'il est important de toujours travailler avec les mêmes paramètres, c'est-à-dire avec des rectangles de sélection identiques. Sur ce graphique, les bandes d'intérêt ont maintenant l'allure de pics et il est désormais possible de déterminer leur intensité en traçant une ligne de base (représentée schématiquement en bleu).

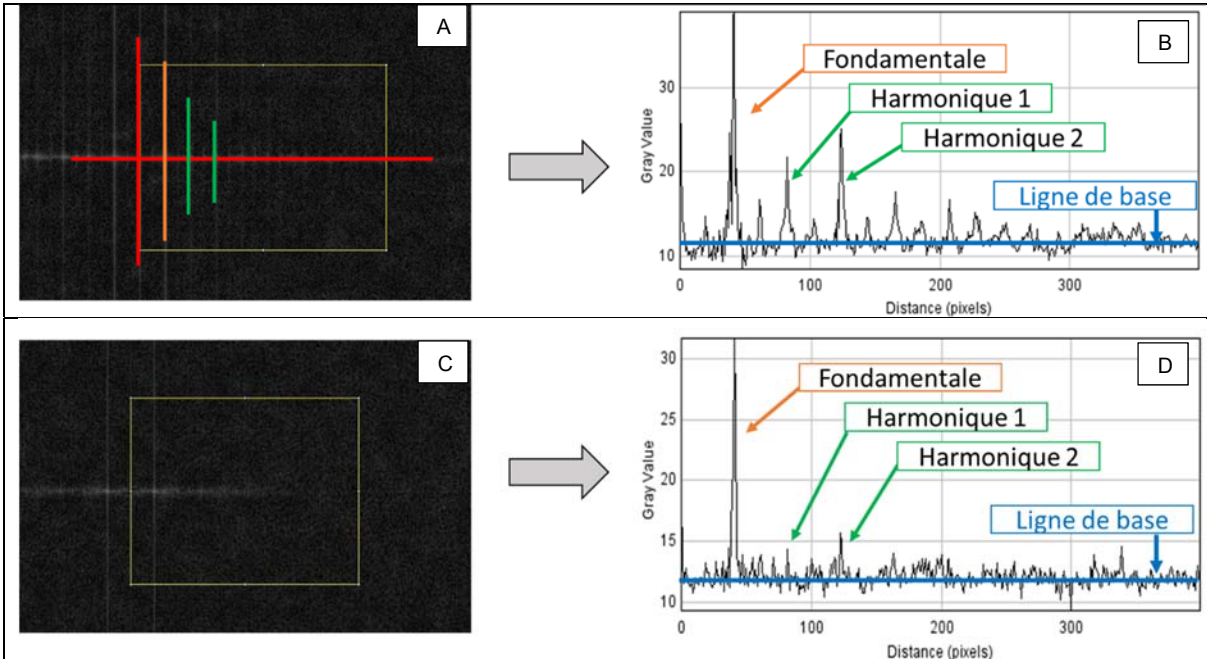


Figure 3.19 : (a) et (c) tracé d'un rectangle de sélection en jaune sur la zone d'intérêt de la 2D FFT, et (b) et (d) obtention d'un graphique de cette même zone où l'échelle de gris est projetée en fonction de la distance entre les pixels. L'échantillon analysé en (a) et (b) est le bubinga non traité et il présente peu de peau d'orange tandis que l'échantillon analysé en (c) et (d) est le X1093M-001, présenté et dénommé H à la section 2.1.5, et il présente un effet peau d'orange relativement prononcé.

Le tracé de la ligne de base et la détermination de l'intensité (la hauteur) des pics d'intérêt se fait via Excel. La semi-quantification finale procède en sommant la hauteur des trois pics d'intérêt. Une valeur élevée de l'intensité cumulée de ces trois pics est synonyme de qualité (peu ou pas de peau d'orange, Figure 3.19.b) tandis qu'une valeur faible indique la présence d'un défaut de peau d'orange prononcé (Figure 3.19.d).

Enfin, et toujours via Excel, une normalisation des valeurs obtenues a été effectuée de manière à travailler sur une échelle allant de 0 à 100. Cette opération a été réalisée en considérant le meilleur revêtement (en termes de peau d'orange), le T40, comme étant la référence. La valeur de l'intensité cumulée des trois pics de la

2D FFT du T40 est donc de 100, et une simple règle de trois donne accès aux valeurs normalisées des autres échantillons.

3.2.5 Les mesures à l'Anatex

Les photographies sont toujours prises en positionnant le grain du bois perpendiculairement aux franges de lumière (Figure 3.20) car l'anisotropie du bois affecte moins le motif de lumière dans cette configuration. Si l'on choisit une autre configuration (franges de lumière parallèles au grain ou à 45 degrés du grain par exemple), le signal de la 2D FFT devient trop faible pour être exploitable. Dans le cas où le grain n'est pas bien défini ou si des nœuds prédominent, alors une direction aléatoire est choisie. Pour chaque échantillon, deux photographies sont prises afin de vérifier la reproductibilité des mesures et la sensibilité de la méthode (en faisant pivoter l'échantillon de 180 dans le plan (x,y)). Idéalement, pour chaque panneau, trois échantillons distincts sont analysés (faute de matériel suffisant, ce ne sera pas toujours le cas). Ce sont donc six photographies qui sont traitées et donnent accès à une valeur moyenne assortie d'un écart-type.

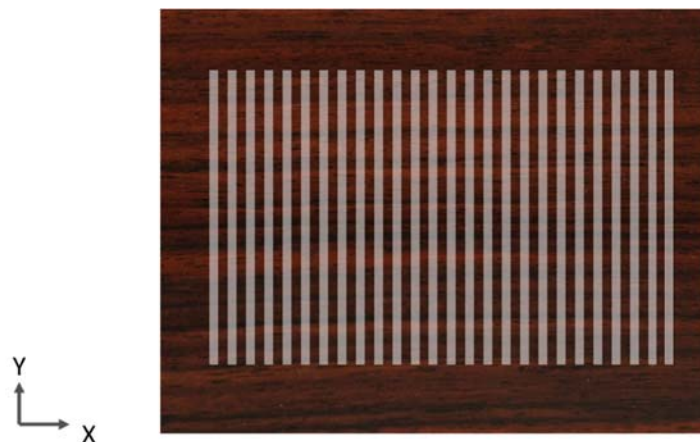


Figure 3.20 : Orientation des franges de lumières par rapport au grain du bois. Les franges de lumière ont été rajoutées par montage et la nature de l'échantillon importe peu.

3.2.6 Développement d'une méthode de quantification

Dans cette section, les résultats obtenus avec l'Anatex sont comparés à ceux de la profilométrie à contact. Ce dernier outil est à même de détecter et de quantifier la peau d'orange (voir les sections 1.3.2.1 et 3.1.3) mais son utilisation est chronophage et le mode opératoire est « semi-destructif » (car les panneaux fabriqués par Bombardier doivent être découpés pour être analysés). D'autre part, les résultats obtenus via cet outil ne sont pas suffisamment discriminants pour distinguer des échantillons de bonne qualité (c'est-à-dire présentant de la peau d'orange de faible intensité). Tel qu'il est conçu, en plus de quantifier l'aspect peau d'orange, l'Anatex pallie aux deux premiers défauts mentionnés car il permet d'analyser de petites comme de grandes surfaces, et ceci dans un laps de temps relativement court (à l'heure actuelle, cet outil est dix fois plus rapide que le profilomètre à contact). Cette section révélera donc la capacité de cet outil à discriminer les échantillons dits de bonne qualité.

Une série de douze échantillons (présentés à la section 2.1.5) a été ici analysée avec le profilomètre à contact et l'Anatex. Les valeurs d'ondulation moyennes W_a des différents échantillons testés et les barres d'erreurs types associées sont présentées à la Figure 3.21. Globalement, la tendance de ces valeurs coïncide avec l'intensité de l'effet peau d'orange : plus l'ondulation W_a est élevée plus l'effet peau d'orange est prononcé. Néanmoins, et comme présenté au début de la section, la discrimination des échantillons de mauvaise qualité (H-L) est aisée, mais celle des échantillons de meilleure qualité (A-G) est plus délicate.

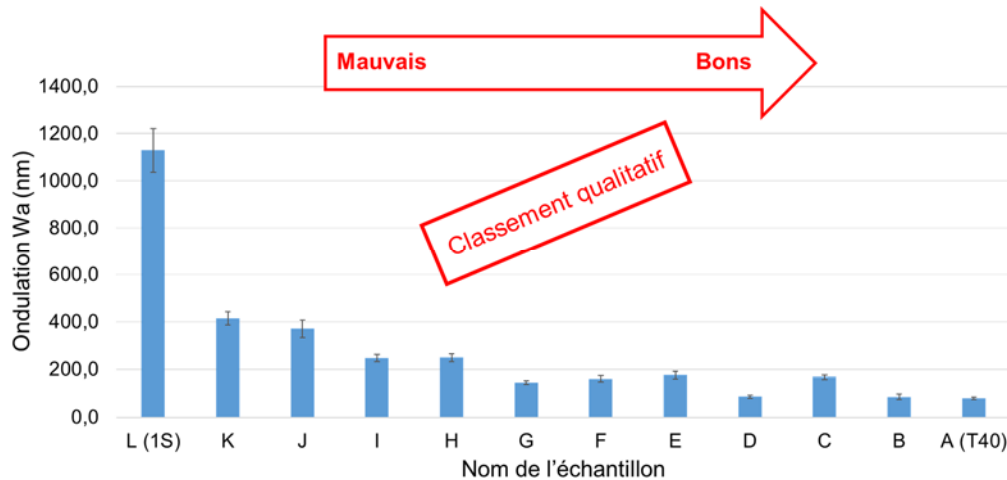


Figure 3.21 : Histogramme de l'ondulation Wa des échantillons A-L.

Les valeurs moyennes de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT des différents échantillons testés sont présentées à la Figure 3.22. La tendance est fidèle aux résultats attendus : plus l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT est faible, plus l'intensité de l'effet peau d'orange est élevée. Seul l'échantillon C fait défaut à cette tendance car l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT est plus faible que celle de ses voisins de gauche. Dans le cas de ce dernier échantillon, on pense que la couleur claire de la feuille de bois ornementale joue un rôle : la clarté élevée de cette dernière diminuerait l'intensité de l'effet peau d'orange perceptible à l'œil nu. Cette hypothèse semble être confirmée par les résultats d'ondulation moyenne obtenus à la Figure 3.21. D'autre part, cette méthode semble être en mesure de discriminer les échantillons de bonne qualité comme ceux de mauvaise qualité (en termes de pelure d'orange).

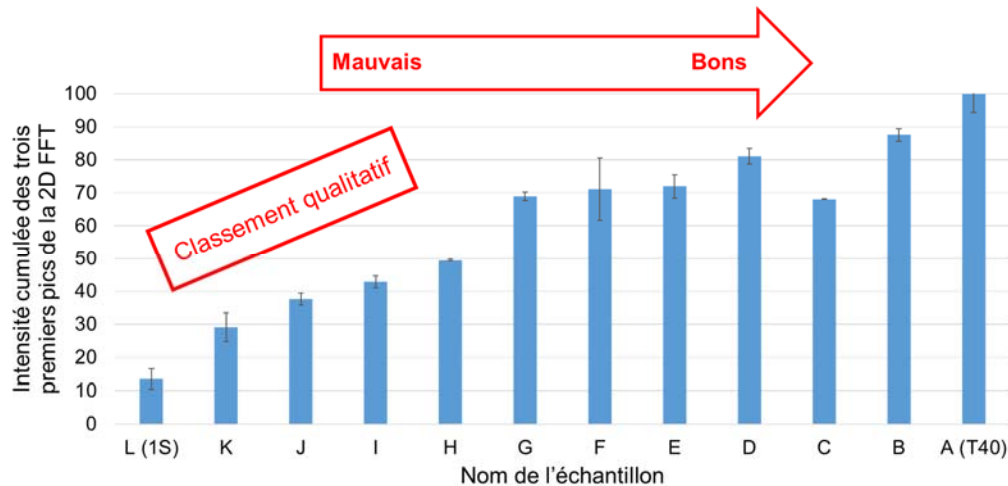


Figure 3.22 : Histogramme de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT des échantillons A-L.

À la Figure 3.23, les valeurs d'ondulation W_a ont été tracées en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT pour les échantillons A-L. À partir de ces points, une courbe de tendance de puissance a été tracée (en orange) et elle est régie par l'équation suivante :

$$y_1 = 3,81 \times 10^4 x^{-1,32} \quad (3.1)$$

où y_1 correspond à l'ondulation W_a (nm)

et x_1 correspond à l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT

Sur cette même figure, une barre violette a été tracée et elle représente le seuil d'acceptation visuel fixé par Bombardier Aéronautique. Cette barre est uniquement placée à la verticale car l'Anatex est vraisemblablement un meilleur outil de discrimination que ne l'est le profilomètre à contact. Les échantillons placés à droite de ce seuil sont acceptés par les clients de Bombardier tandis que ceux à gauche sont renvoyés à l'atelier pour être retravaillés. Le seuil d'acceptation a été fixé suite à une étude visuelle de ces échantillons menée par Madame Judith Courchesne, spécialiste sénior en fabrication chez Bombardier Aéronautique.

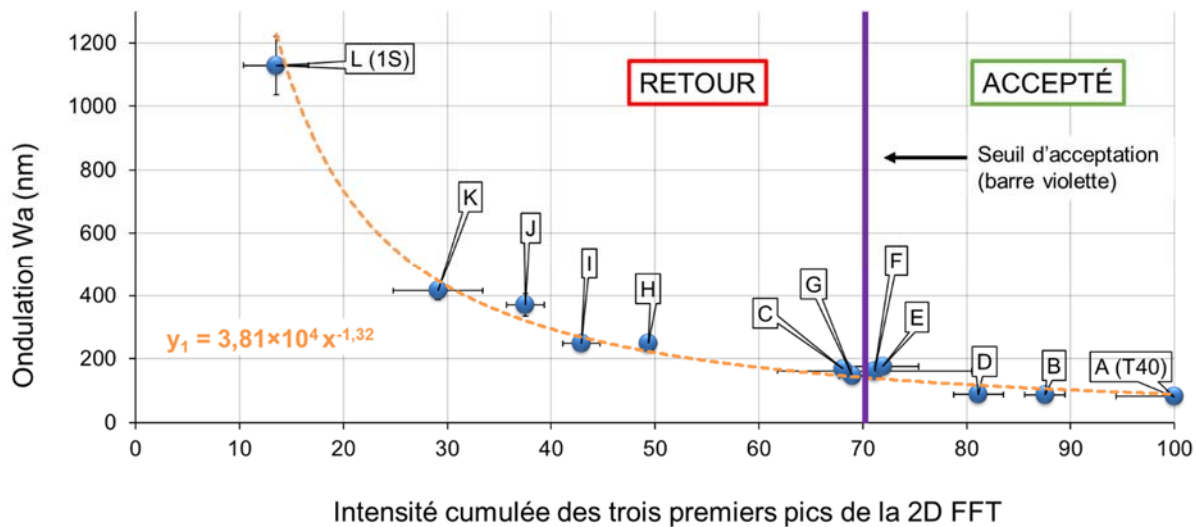


Figure 3.23 : Ondulation Wa en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT pour les échantillons A-L (points bleus). Courbe de tendance et équation associée (en orange). Seuil d'acceptation (barre violette) fixé par Bombardier Aéronautique.

En résumé, la correspondance entre l'analyse qualitative (visuelle) et celle quantitative (donnée par la corrélation entre les résultats du profilomètre à contact et l'Anatex) est très bonne. Le revêtement 1S est de très mauvaise qualité et se situe en haut à gauche de la courbe de tendance tandis que le T40, le meilleur échantillon dont on dispose, est positionné en bas à droite de cette même courbe. De plus l'Anatex semble, à première vue, bien plus discriminant pour les échantillons de bonne qualité et permet également de distinguer les échantillons de mauvaise qualité. Même si ces premiers résultats sont prometteurs, le panel d'échantillons analysé à ce stade est relativement restreint, et la suite de ce mémoire a donc pour objectif premier de confirmer ces premiers résultats et le tracé de la courbe de corrélation.

3.3 Analyse des panneaux sur-mesure

Dans cette partie, huit panneaux de bois ont été analysés avec l'Anatex et le profilomètre à contact. Ces panneaux sont présentés à la section 2.1.4. Ils ont subi un traitement ignifuge, ou non, et quatre essences de bois ont été utilisées pour la feuille de bois ornementale : le bubinga, l'érable, le noyer et le sapele. Les influences du traitement ignifuge et de la feuille de bois ornementale seront donc ici étudiées. D'autre part, les échantillons coupés dans ces panneaux ont subi, ou non, un traitement thermo-hygométrique (présenté à la section 2.2.8) afin de provoquer l'apparition de l'aspect peau d'orange. L'objectif est de simuler différentes conditions atmosphériques - envisageables sur les plates-formes aéroportuaires ou dans un entrepôt de stockage - afin d'évaluer l'impact de changements climatiques (thermiques et hygrométriques) de courtes durées (1 semaine) sur l'effet peau d'orange. Un premier suivi de ces échantillons est alors effectué pour déterminer lesquels sont les plus affectés par le conditionnement. Les échantillons les plus affectés seront ensuite analysés en fonction du temps (processus de relaxation) afin d'étudier le possible retour à l'équilibre et de tester l'outil conçu en interne, l'Anatex.

À titre de rappel, les séries analysées sont les suivantes :

- Série contrôle : échantillons conservés à température et hygrométrie ambiantes (environ 22 °C et 50% < HR < 70%)
- Série 1 : 25°C et 40% HR
- Série 2 : 25°C et 90% HR
- Série 3 : 50°C et 40% HR
- Série 4 : 50°C et 65% HR
- Série 5 : 50°C et 90% HR

Comme indiqué dans la partie expérimentale, l'étude des échantillons de toutes les séries a été faite 7 jours (J+7) après la fin du traitement, et deux échantillons de chaque essence et de chaque série (l'un traité à l'ignifuge, et l'autre non) ont été analysés à J+21 après la fin du traitement. Les mesures effectuées à J+21 permettront

de détecter quels sont les échantillons exhibant une relaxation significative. Pour les séries 2 et 5 – séries les plus endommagées par le traitement thermo-hygrométrique et séries pour lesquelles des relaxations significatives ont été enregistrées –, deux échantillons de chaque essence de bois (l'un traité à l'ignifuge, et l'autre non) ont été analysés dès la sortie de l'enceinte climatique (J+0) puis ré-analysés à J+3, J+7 et J+21. Enfin, une inspection visuelle qualitative a également été effectuée et cette méthode sera uniquement exploitée dans les rares cas où les résultats obtenus via l'Anatex et la profilométrie s'écartent de la normale, à défaut de méthode plus fiable à disposition. L'étude de l'ensemble de ces paramètres (le traitement ignifuge, l'essence de bois et les traitements thermo-hygrométriques) via la profilométrie et l'Anatex couplée à l'inspection visuelle validera, ou non, le fonctionnement de l'Anatex et le tracé de la courbe de tendance présenté à la section précédente.

Dans la dernière section de cette partie, des essais complémentaires ont été réalisés avec le Wave-Scan DOI, outil employé pour quantifier l'effet peau d'orange dans l'industrie automobile et chez Bombardier, et avec l'Anatex. Cette section a pour but de comparer les résultats des deux outils. À cette fin, la « gamme étalon » utilisée pour développer une méthode de quantification entre le profilomètre à contact et l'Anatex, est de nouveau analysée avec l'Anatex et le Wave-Scan DOI. Une nouvelle courbe de tendance a été tracée à partir des données ainsi recueillies et les échantillons - coupés dans les huit panneaux de bois - appartenant aux séries contrôle, 2 et 5 sont analysés avec ces deux outils. Cette partie des essais a été réalisée à la toute fin de l'étude, faute d'avoir eu un Wave-Scan DOI à disposition. Tous les échantillons sont donc uniquement testés au moins deux mois après la fin des traitements thermo-hygrométriques pour les mesures effectuées et présentées dans cette partie.

3.3.1 Analyse à l'Anatex et avec un profilomètre à contact des échantillons ayant subi un traitement thermo-hygrométrique

Dans cette section, on étudie distinctivement et comparativement les séries contrôle, 1, 2, 3, 4 et 5 et on analyse l'influence de la température, de l'humidité relative

et du traitement ignifuge. On vérifie le placement des points par rapport à la courbe de tendance et le seuil d'acceptation.

À la Figure 3.24, les valeurs d'ondulation W_a ont été tracées en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour la série contrôle. On retrouve également la courbe de tendance (en bleu clair) et le seuil d'acceptation (barre violette). La forme du point renseigne sur l'essence du bois (carrée pour le sapele, triangulaire pour le noyer, rhombique pour l'érable et circulaire pour le bubinga) et la bordure noire, si présente, indique que le contreplaqué a été traité à l'ignifuge.

Globalement, les points sont proches de la courbe de tendance bien que la plupart d'entre eux soit placée au-dessus de cette dernière. D'autre part, toutes les valeurs mesurées via l'Anatex (lues en abscisse) sont supérieures ou égales au seuil d'acceptation. Ce résultat était attendu car ces échantillons ne présentent pas de peau d'orange visible à l'œil nu. Les larges barres d'erreur sur l'axe des abscisses sont liées à l'hétérogénéité inter-échantillon car l'incertitude relative intra-échantillon n'excède que rarement les 5% tandis qu'elle peut facilement atteindre les 15% pour un ensemble de trois échantillons. Si l'on compare maintenant les échantillons traités à l'ignifuge avec ceux non traités, on remarque que les échantillons traités de trois des quatre feuilles de bois ont à la fois des valeurs d'ondulation plus élevées et un signal 2D FFT plus faible. Pour cette série, il semble donc que le traitement ignifuge ait un impact sur les résultats obtenus. Cela suggère un effet négatif de l'ignifuge sur l'effet peau d'orange.

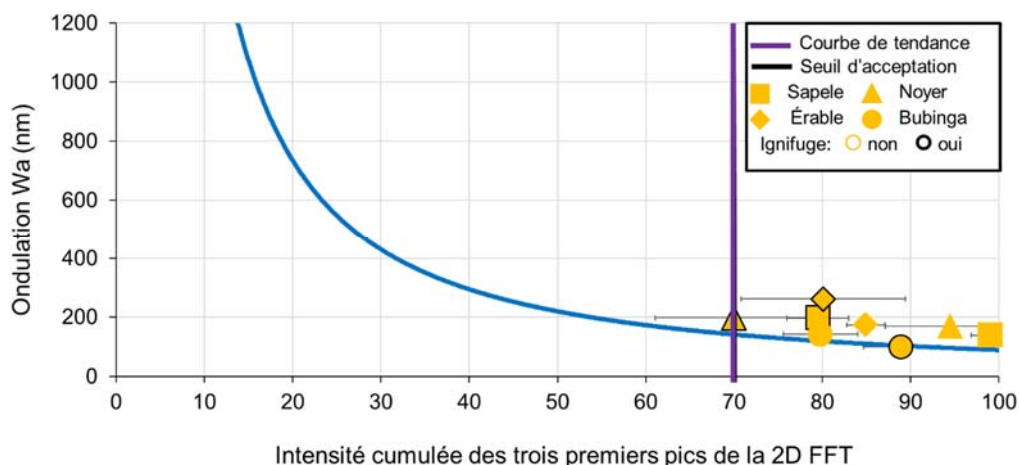


Figure 3.24 : Ondulation Wa en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour la série contrôle à J+7. Les points jaunes sont carrés pour le sapele, rhombiques pour l'érable, triangulaires pour le noyer et circulaires pour le bubinga ; ils sont bordés de noir pour les échantillons traités à l'ignifuge. Courbe de tendance (en bleu). Seuil d'acceptation (barre violette) fixé par Bombardier.

Toutefois, le noyer traité est placé sur la barre du seuil d'acceptation et la barre d'erreur de l'érable traité est proche du seuil d'acceptation. La prépondérance des nœuds sur la feuille de noyer est susceptible de biaiser les valeurs mesurées par l'Anatex pour le noyer traité. À titre de rappel, le positionnement du grain par rapport aux bandes de lumière impacte le signal de la 2D FFT (plus de détails ont été fournis dans la section 3.2.5). Maintenant, si la présence de nœuds conduit à une diminution du signal de l'Anatex, le point du noyer non traité devrait être également proche du seuil d'acceptation mais ce n'est pas le cas ici. Une autre hypothèse pourrait tendre à considérer les potentielles interactions entre le traitement ignifuge et la nature du bois, et les essais ultérieurs confirmeront cette théorie. La proximité de la barre d'erreur de l'érable traité avec le seuil d'acceptation est due à un défaut de planéité de l'échantillon dont on discutera plus tard.

La Figure 3.25 illustre les valeurs d'ondulation Wa tracées en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT pour les séries 1 (Figure 3.25.A), 2

(Figure 3.25.B), 3 (Figure 3.25.C), 4 (Figure 3.25.D) et 5 (Figure 3.25.E). Le code couleur et la forme des points (ronds, carrés, losanges et triangles) est rigoureusement identique à celui employé à la Figure 3.24. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle. Le mauvais placement de ces points sera expliqué par la suite et l'analyse qui suit n'en tiendra pas compte. On note tout de même que le mauvais placement des points de la série 4 est dû à des défauts de planéité dont on discutera plus tard.

Les points des séries 1, 2, 3, 4 et 5 sont relativement proches de la courbe de tendance mais ils se trouvent quasiment tous au-dessus de cette dernière. Il semble donc évident qu'un nouveau tracé de la courbe de tendance soit nécessaire. Ensuite, pour les séries 1, 3 et 4, la majorité des points se trouve à droite du seuil d'acceptation tandis que la majorité de ceux des séries 2 et 5 se trouve à gauche dudit seuil. L'humidité relative semble donc être le paramètre affectant davantage l'effet peau d'orange : si elle est élevée (90% HR) l'effet peau d'orange est prononcé mais si elle est plus basse (65% HR ou 40% HR) elle n'affecte que peu ledit effet (si l'on ne considère pas les points entourés en rouge). En outre, une humidité relative élevée (90% HR) couplée à une haute température (50 °C) provoque un effet peau d'orange plus prononcé qu'une humidité relative identique couplée à une température de 25°C : dans ce cas, la température joue un rôle majeur.

D'autre part, si l'on s'affranchit des barres d'erreur, dans 64% des cas (soit 14 fois sur 22), les échantillons traités à l'ignifuge présentent une ondulation plus élevée et un signal FFT plus faible que ceux non-traités : l'ignifuge joue donc un rôle dans l'apparition de la peau d'orange. Par ailleurs, pour les séries 2, 3 et 5, on remarque que les résultats obtenus pour le noyer traité sont bien moins bons que pour les autres échantillons (W_a est plus élevé et le signal FFT moins intense) : il semblerait donc que des interactions entre le traitement ignifuge et le noyer favorisent l'apparition de la peau d'orange. Si l'on se penche maintenant sur la série 1 (Figure 3.25.A), on peut constater une sensible amélioration des résultats pour l'Anatex par rapport aux

résultats de la série contrôle alors que ceux de l'ondulation W_a restent stables. Si l'on se fie à l'Anatex, placer des échantillons dans un environnement « doux » (i.e. 40% HR et $T = 25\text{ °C}$) estompe l'effet peau d'orange. Mais si l'on se fie davantage au profilomètre à contact, les résultats restent inchangés. Visuellement, aucun changement significatif n'a pu être constaté.

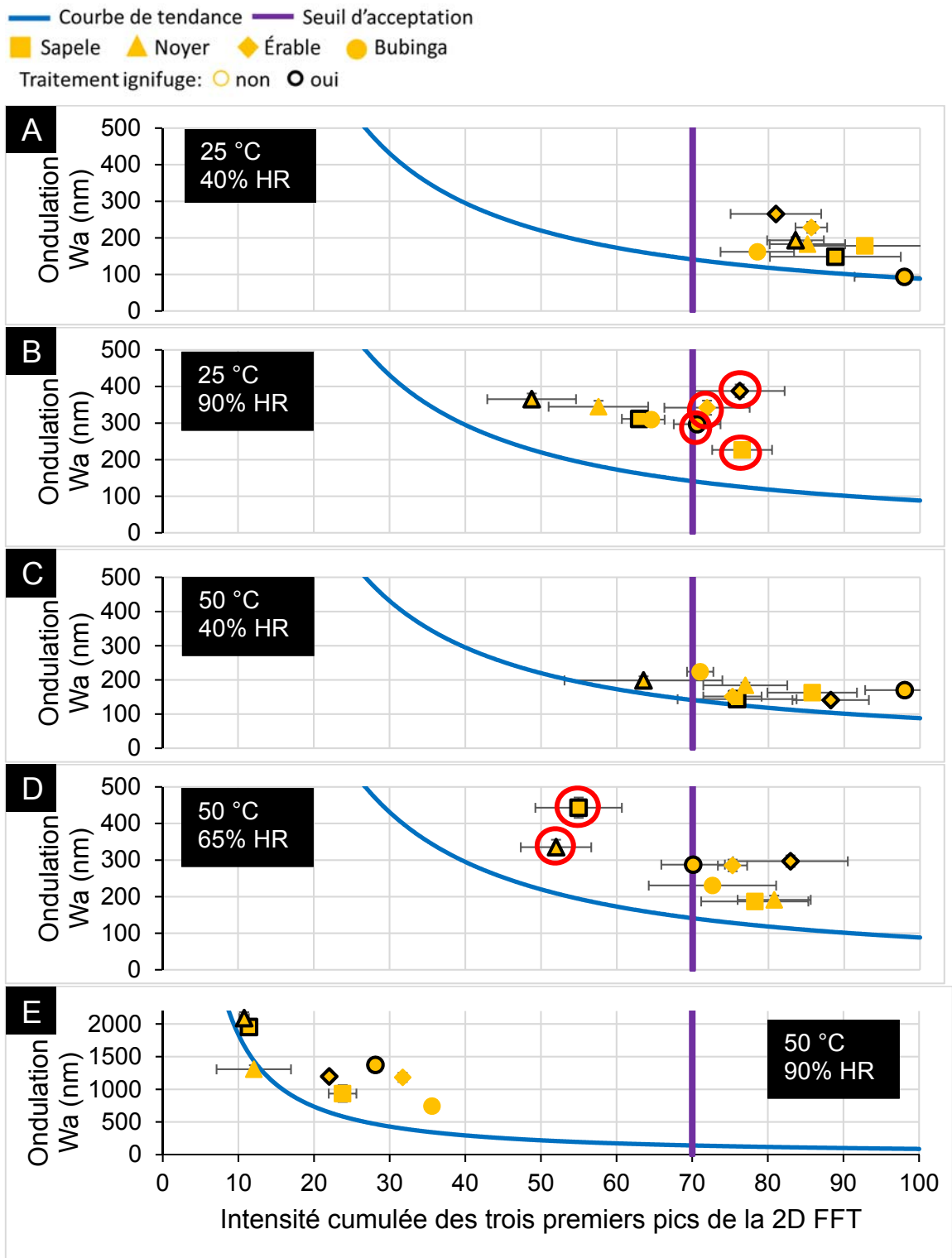


Figure 3.25 : Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour les séries 1 (A), 2 (B), 3 (C), 4 (D) et 5 (E), à J+7. Les points jaunes sont carrés pour le sapele, rhombiques pour l'éérable, triangulaires pour le noyer et circulaires pour le bubinga ; ils sont bordés de noir pour les échantillons traités à l'ignifuge. Courbe de tendance (en bleu). Seuil d'acceptation (barre violette) fixé par Bombardier. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle. L'échelle des ordonnées de la figure E est différente des autres.

En résumé, les points des séries d'échantillons étudiées sont relativement proches de la courbe de tendance mais ils se trouvent quasiment tous au-dessus de cette dernière. Un nouveau tracé de la courbe de tendance avec les données collectées est donc nécessaire.

L'ignifuge semble jouer un rôle dans l'apparition de la peau d'orange car, dans 64% des cas, les échantillons traités à l'ignifuge présentent une ondulation plus élevée et un signal FFT plus faible que ceux non-traités. Ce traitement semble d'ailleurs particulièrement problématique lorsqu'il est appliqué sur le noyer car il semblerait que des interactions entre cette espèce de bois et ledit traitement soient favorables à l'apparition de la peau d'orange.

Dans les traitements thermo-hygrométriques, l'humidité relative semble être le paramètre provoquant davantage l'effet peau d'orange : si elle est élevée (90% HR) l'effet peau d'orange est prononcé mais, si elle est plus basse, l'effet peau d'orange est peu intense voire inexistant. Les essais de la série 1 (40% HR et $T = 25\text{ °C}$) semblent même indiquer une diminution de l'intensité de l'effet peau d'orange. Néanmoins, ces derniers résultats sont suggérés par l'Anatex mais non confirmés par la profilométrie à contact. En outre, la température semble jouer un rôle important pour les essais réalisés à 90% HR : plus elle est élevée, plus l'effet peau d'orange est intense.

Enfin, l'incertitude relative des essais réalisés à l'Anatex est la suivante : intra-échantillon, elle n'excède que rarement les 5% tandis qu'elle peut facilement atteindre les 15% pour un ensemble de trois échantillons. La sensibilité de l'Anatex n'est pas parfaite mais cet outil semble (la plupart du temps...) assurer son rôle : il permet de distinguer les échantillons passant le contrôle qualité de Bombardier des autres, et de les classer.

3.3.2 Suivi de la relaxation à l'Anatex (à J+7 et J+21) des séries contrôle, 1, 2, 3, 4 et 5

Dans cette section, on étudie le suivi de la relaxation des séries contrôle, 1, 2, 3, 4 et 5, à J+7 et à J+21. L'objectif consiste à détecter quelles sont les séries pour lesquelles une relaxation est observable avec l'Anatex car on souhaite étudier le processus du retour à l'équilibre et tester l'outil de mesure. En parallèle, ces essais permettront de mettre en exergue les tendances engendrées par le traitement ignifuge dans l'apparition, ou l'atténuation, de la peau d'orange. Ces essais ont uniquement été réalisés avec l'Anatex car cet outil est moins chronophage et plus discriminant que ne l'est le profilomètre à contact.

À la Figure 3.26, on peut voir les histogrammes de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour deux échantillons de chaque essence de bois (l'un traité et l'autre non) pour les séries contrôle (Figure 3.26.A), 1 (Figure 3.26.B), 2 (Figure 3.26.C), 3 (Figure 3.26.D), 4 (Figure 3.26.E) et 5 (Figure 3.26.F), à J+7 (remplissage uni) et J+21 (motif de remplissage hachuré). Les barres bordées de noir représentent les échantillons traités à l'ignifuge. Une couleur est employée par essence de bois : le vert pour le sapele, le jaune pour l'érable, le gris pour le noyer et l'orange pour le bubinga.

Si l'on regarde les séries contrôle (Figure 3.26.A), 1 (Figure 3.26.B), 3 (Figure 3.26.D) et 4 (Figure 3.26.E), à l'erreur d'expérience près, on ne remarque que peu ou pas de changement entre les essais réalisés à J+7 et ceux effectués à J+21 (aucune différence supérieure ou égale à 20% entre J+7 et J+21, en incluant les barres d'erreur). On en déduit que pour de faibles ou moyennes humidités relatives (40-65% HR), et ceci, quelle que soit la température du traitement (25 ou 50 °C), aucune relaxation significative n'est visible entre 7 et 21 jours. Le phénomène d'apparition de la peau d'orange, s'il a lieu et dans une limite de 21 jours, est donc irréversible dans de telles conditions.

D'autre part, si l'on compare les résultats de la série contrôle avec ceux de la série 1 (Figure 3.26.B, 25 °C 40% HR), on peut voir une variation significative de l'érable traité et du noyer traité (différence supérieure à 20% à J+7, en incluant les barres d'erreur) : les signaux 2D FFT de ces échantillons traités à l'ignifuge sont donc globalement plus intenses pour la série 1 que pour la série contrôle, D'après ces constatations, le traitement ignifuge semble ici avoir un effet positif sur l'effet peau d'orange lorsque l'on diminue l'humidité relative (on rappelle que l'humidité ambiante serait comprise entre 50 et 70%) mais il souligne le caractère dimensionnel instable des échantillons ainsi traités.

Si l'on compare maintenant les résultats de la série 1 (Figure 3.26.B, 25 °C et 40% HR) avec ceux de la série 3 (Figure 3.26.D, 50 °C et 40% HR), on peut voir une variation importante du sapele traité, de l'érable non traité et du noyer traité (différence supérieure à 20% à J+7 et à J+21, en incluant les barres d'erreur) : certaines essences de bois, majoritairement traitées à l'ignifuge, semblent donc plus sujettes que d'autres à l'influence de la température. Et, si l'on compare les résultats de la série 3 (Figure 3.26.D, 50 °C et 40% HR) avec ceux de la série 4 (Figure 3.26.E, 50 °C et 65% HR), on remarque que seuls les résultats de l'échantillon du bubinga traité varient significativement (différence supérieure à 20% à J+7 et à J+21, en incluant les barres d'erreur) : le bubinga semble donc être une essence plus résistante que le noyer, ou que le sapele, car il faut monter d'un cran l'humidité relative (de 40 à 65%) pour visualiser un changement significatif de l'instabilité dimensionnelle. Ces dernières constatations permettent d'établir un lien direct entre l'effet peau d'orange et le traitement ignifuge appliqué sur une essence de bois.

Si l'on regarde maintenant les séries 2 (Figure 3.26.C) et 5 (Figure 3.26.F), on remarque des changements significatifs entre les essais réalisés à J+7 et ceux effectués à J+21. En effet, seuls les échantillons d'érable non traité et de bubinga non traité de la série 2, et l'échantillon de sapele non traité de la série 5 n'enregistrent qu'une faible relaxation, à l'erreur d'expérience près (aucune différence supérieure ou

égale à 20% entre J+7 et J+21, en incluant les barres d'erreur). Les échantillons de ces séries, pour lesquelles une relaxation n'est pas observable, sont donc exclusivement des échantillons non traités à l'ignifuge.

■ Sapele ■ Noyer Traitement ignifuge: \emptyset non oui
■ Érable ■ Bubinga Valeurs: ■ initiales (J+7) ■ suivi (J+21)

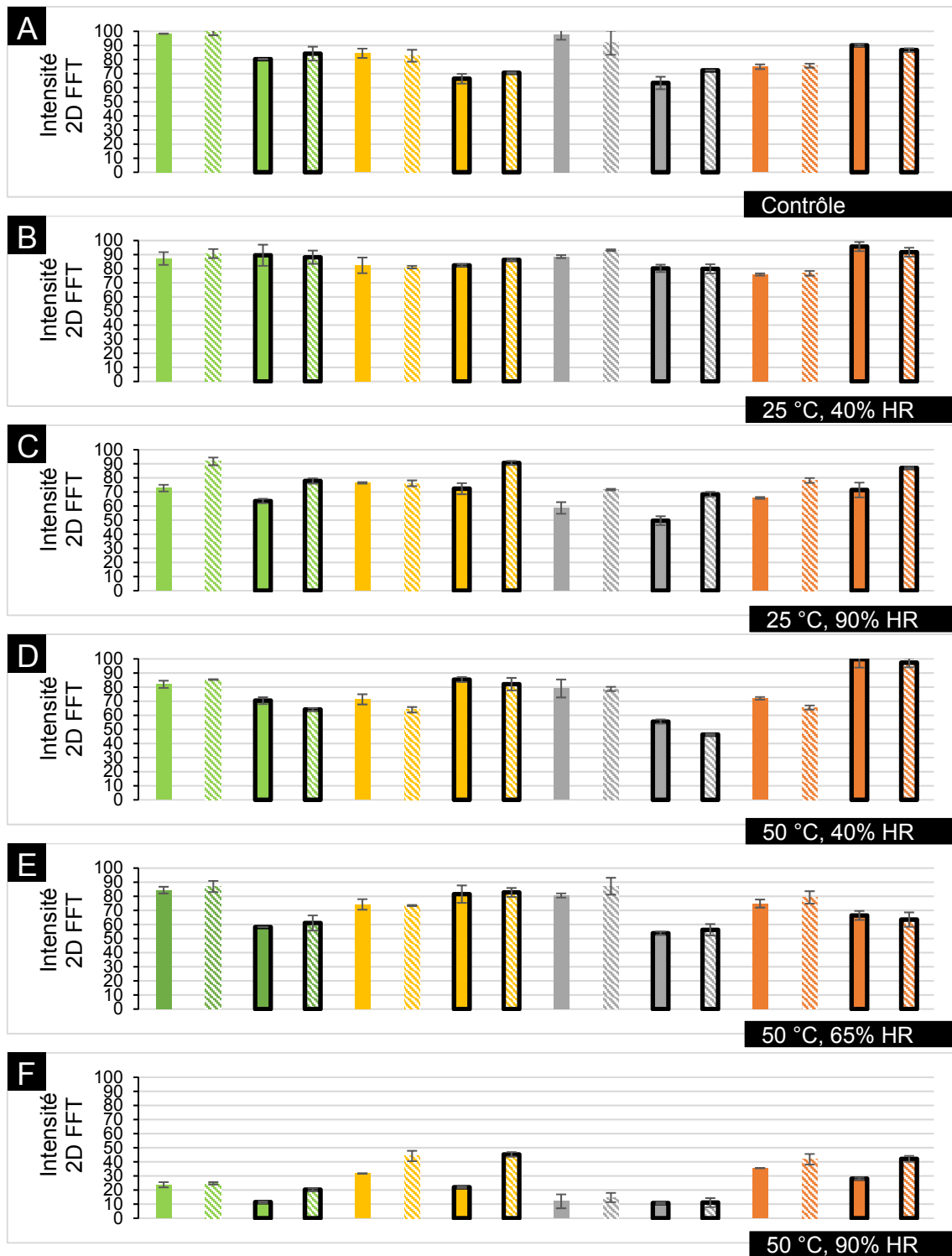


Figure 3.26 : Histogrammes de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour deux échantillons de chaque essence de bois (l'un traité et l'autre non) pour les séries contrôle (A), 1 (B), 2 (C), 3 (D), 4 (E) et 5 (F), à J+7 (remplissage uni) et J+21

(motif de remplissage hachuré). Les barres bordées de noir représentent les échantillons traités à l'ignifuge. Une couleur est employée par essence de bois (le vert pour le sapele, le jaune pour l'érable, le gris pour le noyer et l'orange pour le bubinga).

En résumé, et d'après les résultats enregistrés à l'Anatex, l'effet peau d'orange provoqué par la température est irréversible (tout du moins, sur une courte période) et moins prononcé que celui induit par une hygrométrie élevée (90% HR) qui est partiellement réversible. La relaxation est un phénomène davantage observable pour les échantillons les plus endommagés (en termes de peau d'orange) par l'un des deux traitements thermo-hygrométriques effectués à haute humidité relative (90%) et, plus spécifiquement, pour les échantillons traités à l'ignifuge. D'autre part, les échantillons traités à l'ignifuge sont plus généralement sujets à l'instabilité dimensionnelle et le bubinga semble être une essence plus résistante à l'instabilité dimensionnelle que ne le sont le sapele, l'érable et le noyer.

3.3.3 Suivi de la relaxation via l'Anatex et le profilomètre à contact (à J+0, J+3, J+7 et J+21) des séries 2 et 5

Dans cette section, la relaxation d'un échantillon de chacun des huit panneaux des séries 2 et 5 –séries les plus endommagées par le traitement thermo-hygrométrique– est ici étudiée à J+0, J+3, J+7 et J+21. L'objectif consiste ici à étudier un cycle plus étendu de la relaxation et à observer la vitesse de ces changements et les limites du retour à l'équilibre.

La Figure 3.27 illustre l'ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour la série 2 à J+0 (en rouge), J+3 (en vert), J+7 (en jaune) et J+21 (en bleu). Les points sont carrés pour le sapele, rhombiques pour l'érable, triangulaires pour le noyer et circulaires pour le bubinga ; ils sont bordés de noir pour les échantillons traités à l'ignifuge. La courbe de tendance est en bleu et le seuil d'acceptation est représenté par une barre violette verticale. À la Figure 3.27.A, on a les résultats de J+0, à la Figure 3.27.B les résultats de J+0 comparés à J+3, à la Figure 3.27.C les résultats de J+0 comparés à J+7, et à la Figure 3.27.D les résultats

de J+0 comparés à J+21. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle. Une potentielle explication sur le mauvais placement de ces points sera fournie à la dernière section de cette partie.

Les points ici représentés sont relativement proches de la courbe de tendance mais ils se trouvent tous au-dessus de cette dernière. On rappelle donc qu'un nouveau tracé de la courbe de tendance est nécessaire et cela sera fait par la suite. Ensuite, les points à J+0, J+3 et J+7 sont majoritairement à gauche du seuil d'acceptation tandis que la majorité de ceux à J+21 se trouvent à droite dudit seuil. La relaxation s'accompagne donc d'une diminution de l'effet peau d'orange avec le temps, et ceci, jusqu'à un retour à l'état initial. En effet, les inspections visuelles menées à J+0, J+3, J+7 et J+21 indiquaient bien une diminution de l'intensité de l'effet peau d'orange. Cependant, une inspection visuelle menée sur ces échantillons à J+21 indique clairement que l'intensité de l'effet peau d'orange est trop élevée pour que ces échantillons soient considérés comme conformes. La relaxation induit donc une diminution de l'effet peau d'orange mais ce phénomène s'accompagne de changements qui semblent exaltés avec l'Anatex et le profilomètre à contact.

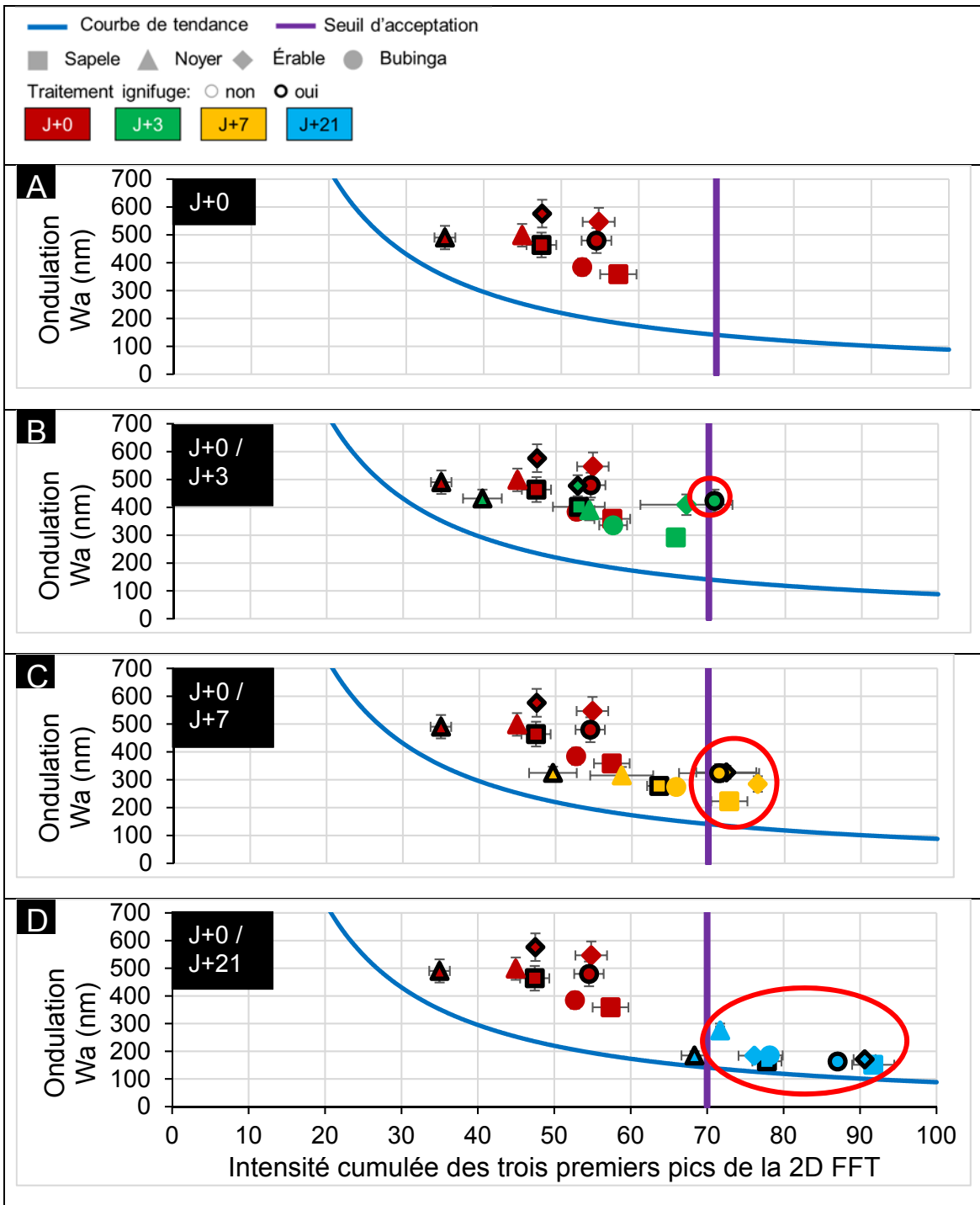


Figure 3.27 : Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour la série 2 (25 °C, 90% HR) à J+0 (en rouge), J+3 (en vert), J+7 (en jaune) et J+21 (en bleu). Les points sont carrés pour le sapele, rhombiques pour l'érable, triangulaires pour le noyer et circulaires pour le bubinga ; ils sont bordés de noir pour les échantillons traités à l'ignifuge. Courbe de tendance (en bleu). Seuil d'acceptation (barre violette) fixé par Bombardier. On a donc en (A) les résultats de J+0, en (B) les résultats de J+0 versus J+3, en (C) les résultats de J+0 versus J+7 et en (D) les résultats de J+0 versus J+21. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle.

La Figure 3.28 illustre les résultats de la série 5. Cette figure est présentée de manière rigoureusement identique à celle de la Figure 3.27.

On remarque ici également une atténuation de l'effet peau d'orange avec le temps, mais dans une moindre mesure car le retour à l'équilibre n'est pas atteint.

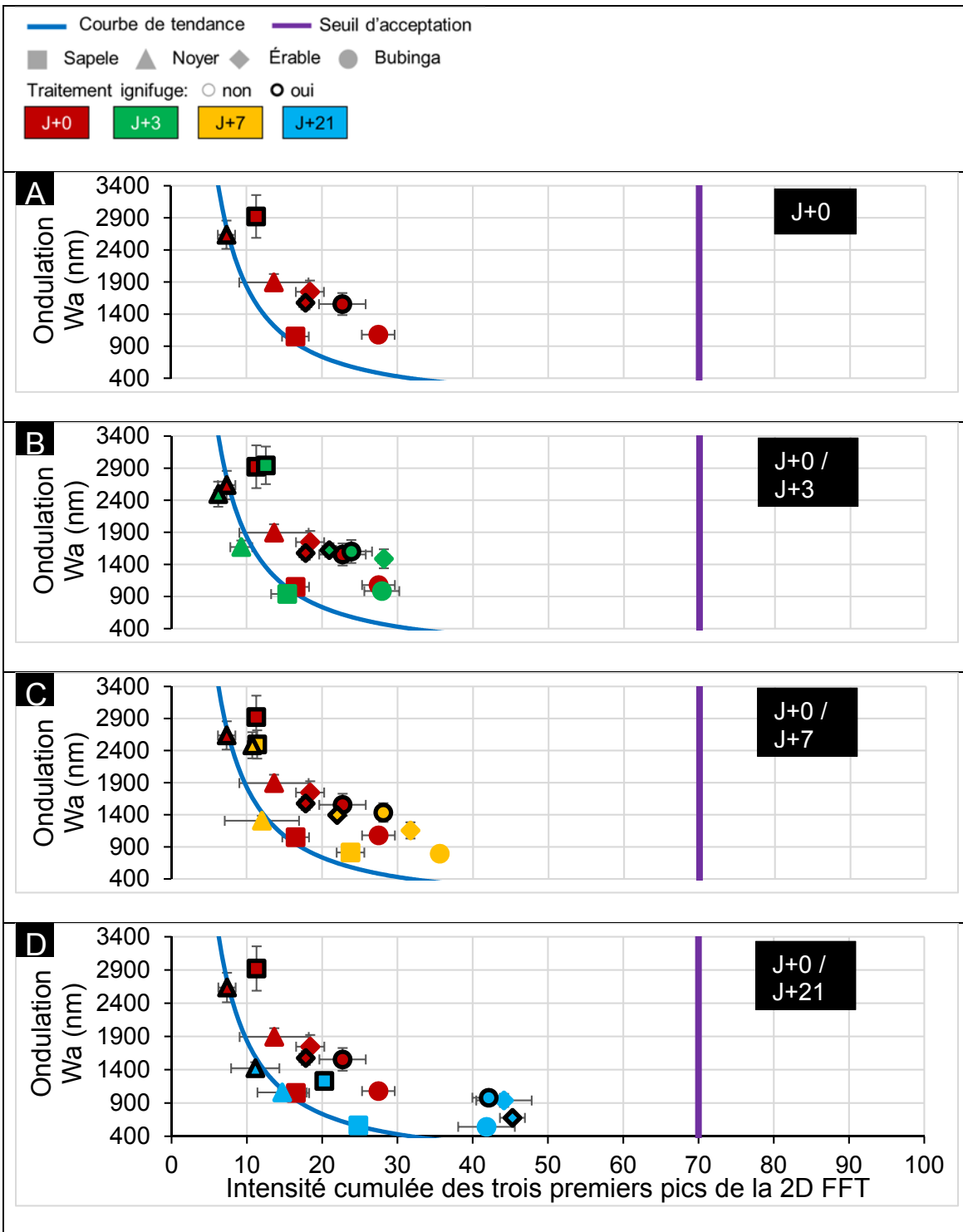


Figure 3.28 : Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour la série 5 (50 °C, 90% HR) à J+0 (en rouge), J+3 (en vert), J+7 (en jaune) et J+21 (en bleu). Les points sont carrés pour le sapele, rhombiques pour l'érable, triangulaires pour le noyer et circulaires pour le bubinga ; ils sont bordés de noir pour les échantillons traités à l'ignifuge. Courbe de tendance (en bleu). Seuil d'acceptation (barre violette) fixé par Bombardier. On a donc en (A) les résultats de J+0, en (B) les résultats de J+0 versus J+3, en (C) les résultats de J+0 versus J+7 et en (D) les résultats de J+0 versus J+21. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle.

En résumé, d'après l'étude de la relaxation des séries 2 et 5 de traitements thermo-hygrométriques via l'Anatex et le profilomètre à contact, les résultats semblent indiquer que les échantillons tendent, dans une certaine mesure, à revenir à leur état initial. Cette progression est plus rapide pour les échantillons traités à 25 °C que ceux traités à 50 °C et le retour à l'équilibre final ne semble pas être atteint dans une limite de 21 jours. Les inspections visuelles effectuées sur la série 2 à J+0, J+3, J+7 et J+21 confirment une diminution de l'effet peau d'orange lors de la relaxation mais il semble que ce phénomène s'accompagne de changements leurrant à la fois l'Anatex et le profilomètre à contact : à J+21, les échantillons sont considérés comme conformes par les outils de mesure employés alors qu'ils ne le sont pas.

3.3.4 Comparaison des essences de bois

Dans cette section, on étudie comparativement les résultats obtenus pour les différentes essences de la feuille de bois ornementale et pour les séries contrôle, 1, 2, 3, 4 et 5. On vérifie ici l'influence de l'essence de bois.

La Figure 3.29 illustre l'ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour le sapele (Figure 3.29.A), l'érable (Figure 3.29.B), le noyer (Figure 3.29.C) et le bubinga (Figure 3.29.D), à J+7. Les points rhombiques et bleus clairs appartiennent à la série contrôle. La forme des autres points est liée à la température de traitement : ils sont triangulaires pour les essais menés à 25 °C et circulaires pour ceux effectués à 50 °C. La couleur de ces derniers points est liée à l'hygrométrie à laquelle les échantillons ont été exposés : elle est jaune pour 25% HR, orange pour 65% HR et rouge pour 90% HR. Les points sont bordés de noir pour les échantillons traités à l'ignifuge. La courbe de tendance est en bleu et le seuil d'acceptation est représenté par une barre violette verticale. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle.

Cette figure reprend les résultats obtenus et présentés aux Figure 3.24 et Figure 3.25 (section 3.3.1) et seul le modèle de présentation diffère desdites figures.

Globalement, si l'on compare les quatre graphiques, on remarque que les points situés en haut à gauche (appartenant à la série de traitement thermo-hygro-métrique 5 en l'occurrence), sont plus mauvais (W_a plus élevé et signal 2D FFT moins intense) pour le noyer que pour le sapele ; et l'érable se situe entre le sapele et le bubinga, essence qui exhibe les meilleurs résultats. Noter tout de même que l'échantillon traité de la série 5 a une valeur de W_a légèrement plus élevée pour le bubinga que pour l'érable. Ces essences réagissent donc différemment à des conditions « dures » et le bubinga semble être une espèce plus résistante que l'érable, espèce elle-même plus résistante que le sapele ou le noyer.

Si l'on regarde maintenant les autres points, ils sont relativement bien répartis le long de la courbe de tendance (mais au-dessus de cette dernière) pour le sapele, le noyer et le bubinga mais pas pour l'érable. Dans le cas de l'érable, on observe un amas de points à droite du seuil d'acceptation et les valeurs moyennes de l'ondulation W_a de ces mêmes points ne semblent pas en accord avec celles fournies par l'Anatex. On rappelle que ce qui distingue cette essence des autres analysées ici est la clarté de sa couleur (le noyer est foncé, l'érable est clair et le bubinga et le sapele sont de clartés intermédiaires). Il semblerait donc que la clarté de la couleur de la feuille de bois puisse fausser les résultats. Une première solution simple a été envisagée pour contrer ce phénomène et étudier des essences de bois claires avec l'Anatex : il faut déplacer le seuil d'acceptation vers la droite et le fixer aux alentours de 80. Une seconde solution consisterait à appliquer un facteur de pondération aux résultats de l'Anatex pour obtenir des valeurs cohérentes avec de telles essences. De plus amples mesures sur des essences de couleurs claires sont nécessaires pour fixer ce facteur de pondération.

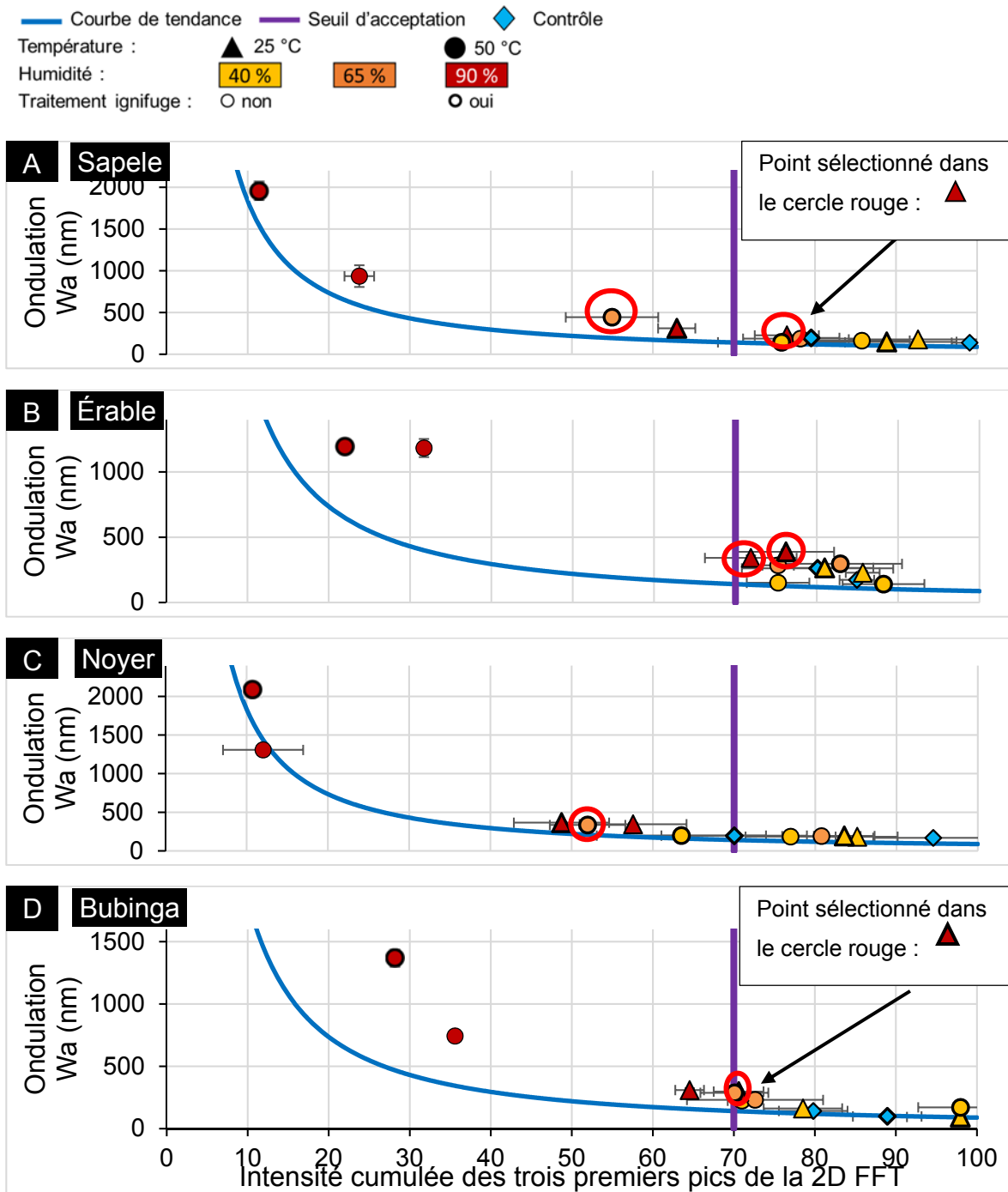


Figure 3.29 : Ondulation W_a en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour le sapele (A), l'érable (B), le noyer (C) et le bubinga (D), à J+7. Les points rhombiques et bleus clairs appartiennent à la série contrôle. La forme des autres points est liée à la température de traitement : ils sont triangulaires pour les essais menés à 25 °C et circulaires pour ceux effectués à 50 °C. La couleur de ces derniers points est liée à l'hygrométrie à laquelle les échantillons ont été exposés : elle est jaune pour 25% HR, orange pour 65% HR et rouge pour 90% HR. Les points sont bordés de noir pour les échantillons traités à l'ignifuge. Courbe de tendance (en bleu). Seuil d'acceptation (barre violette) fixé par Bombardier. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle.

En résumé, le bubinga semble être une essence plus résistante aux changements climatiques que le sapele, et le noyer semble être l'essence la plus encline à développer de la peau d'orange. La couleur claire de l'érable semble déplacer vers la droite les mesures réalisées à l'Anatex. De plus amples mesures sur des essences de couleurs claires sont à effectuer afin de revoir le placement du seuil d'acceptation ou de déterminer l'application d'un facteur de pondération aux valeurs de l'Anatex et de pouvoir analyser de telles essences avec cet outil.

3.3.5 Essais complémentaires avec le Wave-Scan DOI (BYK Gardner)

L'objectif de cette section consiste à comparer les résultats de l'outil conçu en interne avec ceux du Wave-Scan DOI, outil communément utilisé dans l'industrie automobile et chez Bombardier pour quantifier l'aspect peau d'orange. Une première série d'essais a été réalisée sur la « gamme étalon » constituée de 12 échantillons et utilisée à la section 3.2.6 pour établir une corrélation entre les résultats de l'Anatex et ceux de la profilométrie à contact. L'analyse de ces douze échantillons permet de construire une nouvelle courbe de tendance qui lie cette fois-ci les résultats du Wave-Scan DOI avec ceux de l'Anatex. Par la suite, trois des séries d'échantillons coupés dans les 8 panneaux fabriqués sur-mesure sont analysées avec le Wave-Scan DOI et l'Anatex. Les séries contrôle, 2 (25 °C, 90% HR) et 5 (50 °C, 90% HR) ont été sélectionnées car elles sont considérées comme représentatives, et les résultats obtenus avec les séries subsidiaires n'apportent aucun élément d'intérêt.

À la Figure 3.30, on présente les valeurs de W_c du Wave-Scan DOI pour les échantillons A'-L'. Les rectangles de l'histogramme sont en gris clair, en gris intermédiaire ou en gris foncé selon la couleur de la feuille de bois : plus la feuille de bois est foncée plus la nuance de gris l'est également. Les trois seuils d'acceptation du Wave-Scan DOI fixés par Bombardier sont représentés par trois barres horizontales en nuances de gris : l'un est en gris clair et placé à 12 pour les feuilles de bois claires, le second est en gris intermédiaire et placé à 10 pour les feuilles de bois de clarté

intermédiaire, et le dernier est en gris foncé et placé à 8 pour les feuilles de bois foncées.

Si l'on se réfère à l'analyse qualitative, on discerne la tendance attendue car plus la valeur de Wc est élevée, plus l'intensité de l'effet peau d'orange est élevée. Si l'on se réfère maintenant aux valeurs seuils fixées par Bombardier, les échantillons A', B', C', E', F' et G' passent le contrôle qualité, et les échantillons D', H', I', J' et K' sont hors tolérance. Or, d'après l'inspection visuelle menée par Madame Judith Courchesne de Bombardier, seuls les échantillons A' et B' sont censés passer le contrôle qualité de Bombardier. Cette première série d'essais met donc en exergue le manque de fiabilité du Wave-Scan DOI pour cette application.

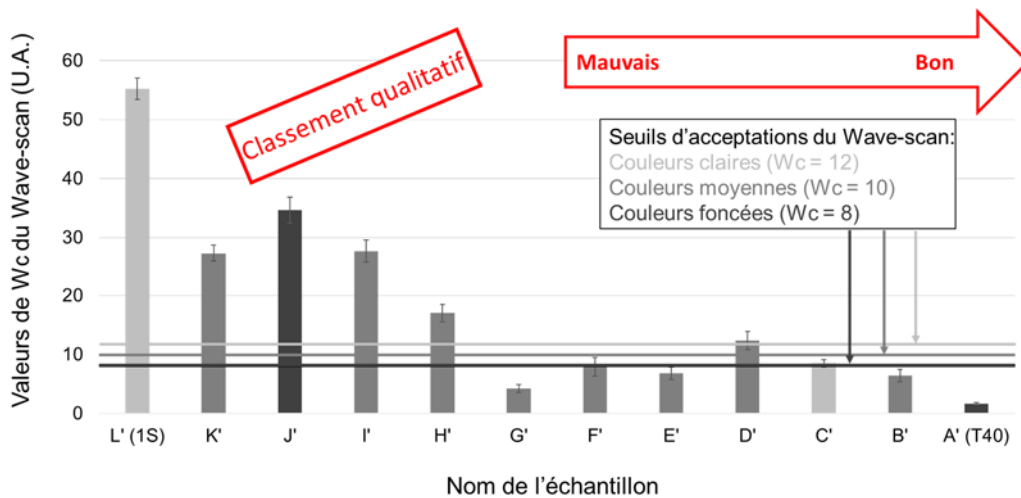


Figure 3.30 : Histogramme des valeurs de Wc du Wave-Scan DOI (en unités arbitraires) pour les échantillons A'-L' (rectangles en gris clair, gris intermédiaire ou gris foncé selon la couleur de la feuille de bois : plus la feuille de bois est foncée plus la nuance de gris l'est également). Seuils d'acceptation du Wave-Scan DOI (en gris clair pour les feuilles de bois claires, en gris intermédiaire pour les feuilles de bois de clarté intermédiaire et en gris foncé pour les feuilles de bois foncées) fixés pas Bombardier.

À la Figure 3.31, on présente les valeurs de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT de l'Anatex pour les échantillons A'-L'. Le seuil d'acceptation de l'Anatex fixé par l'analyse visuelle desdits échantillons par Bombardier est représenté par une barre horizontale violette à 70. Les échantillons A' et B' passent le contrôle qualité et les autres échantillons sont hors tolérance.

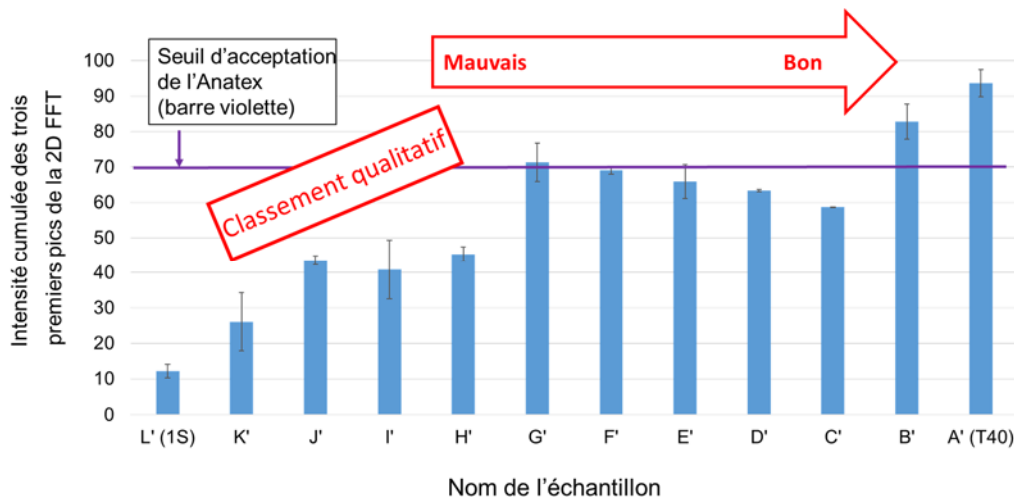


Figure 3.31 : Histogramme de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT pour les échantillons A'-L'. Seuil d'acceptation de l'Anatex (barre violette) fixé par Bombardier.

À la Figure 3.32, les valeurs de W_c du Wave-Scan DOI sont tracées en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT de l'Anatex pour les échantillons A'-L'. Les points, le seuil d'acceptation de l'Anatex et ceux du Wave-Scan DOI sont représentés dans le respect du code couleur employé dans les figures précédentes.

À partir de ces points, une courbe de tendance linéaire a été tracée (en orange) et elle est régie par l'équation suivante :

$$y_2 = -26,4 \ln(x) + 121 \quad (3.2)$$

où y_2 correspond à la valeur W_c du Wave-Scan DOI

et x correspond à l'intensité cumulée des trois premiers pics de la 2D FFT

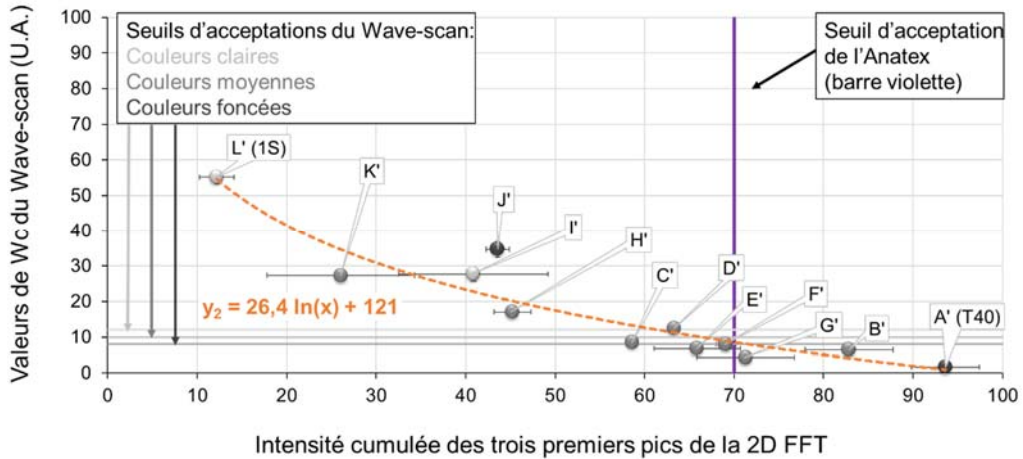


Figure 3.32 : Valeurs de Wc du Wave-Scan DOI (U.A.) en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour les échantillons A'-L' (points en gris clair, gris intermédiaire ou gris foncé selon la couleur de la feuille de bois : plus la feuille de bois est foncée plus la nuance de gris l'est également). Courbe de tendance et équation associée (en orange). Seuil d'acceptation de l'Anatex (barre violette) fixé par Bombardier. Seuils d'acceptation du Wave-Scan DOI (en gris clair pour les feuilles de bois claires, en gris intermédiaire pour les feuilles de bois de clarté intermédiaire et en gris foncé pour les feuilles de bois foncées) fixés pas Bombardier.

À ce stade des essais, l'Anatex semble être un outil davantage approprié pour quantifier l'aspect peau d'orange des panneaux de bois car son taux de détection d'échantillons hors tolérance est nettement plus élevé que celui du Wave-Scan DOI. Toutefois, il faut reconnaître que ces derniers résultats sont biaisés car le placement du seuil d'acceptation de l'Anatex a été fixé de façon arbitraire lors de l'inspection visuelle de la gamme étalon.

La Figure 3.33 illustre les valeurs de Wc tracées en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour la série contrôle (Figure 3.33.A) et

pour les séries de traitements thermo-hygro-métriques 2 (Figure 3.33.B) et 5 (Figure 3.33.C). La forme des points renseigne sur l'essence du bois (carrée pour le sapele, triangulaire pour le noyer, rhombique pour l'érable et circulaire pour le bubinga) et la bordure est rouge pour les échantillons traités à l'ignifuge et verte pour les échantillons non traités. Le code couleur employé pour le remplissage des points, le seuil d'acceptation de l'Anatex et ceux du Wave-Scan DOI est identique à celui de la figure précédente. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle.

Les points des séries contrôle, 2 et 5 sont relativement proches de la courbe de tendance : le tracé de cette courbe apparaît être correct. D'après les résultats obtenus avec les deux outils de mesure, les échantillons de la série contrôle sont quasiment tous considérés comme conformes. Pour le bubinga non traité et le noyer traité de la série contrôle, une seule mesure (sur six) est hors tolérance et cela se répercute sur les barres d'erreur desdits points. Une inspection visuelle a permis de valider la conformité de l'ensemble des échantillons de cette série et l'Anatex semble donc moins fiable que le Wave-Scan DOI pour des mesures effectuées sur des échantillons présentant peu ou pas de peau d'orange.

Si l'on regarde les résultats obtenus pour la série 5, on constate que l'ensemble des points sont hors tolérance : une inspection visuelle des échantillons analysés confirme la validité de ces mesures. Les deux outils de mesure semblent donc fiables lorsque l'on effectue des essais sur des échantillons présentant un effet peau d'orange intense.

Si l'on regarde maintenant les résultats de la série 2, certains points sont situés dans la zone de tolérance des deux outils de mesure, d'autres sont hors pour l'un des deux outils seulement et, si l'on considère les barres d'erreur, seul un point (le noyer non traité) suggère une non-conformité des échantillons testés. Or, une inspection visuelle a été menée lors des essais et il apparaît que l'intégralité de ces échantillons est non-conforme. Pour cette série d'essais, quatre points sont hors tolérance pour l'Anatex contre deux seulement pour le Wave-Scan DOI : l'Anatex semble donc plus à

même de détecter les échantillons présentant de la peau d'orange d'intensité moyenne. Deux des quatre points de la série 2 situés à tort dans la zone de tolérance de l'Anatex sont l'érable traité et l'érable non traité, des échantillons dont la feuille de bois est de couleur claire : cette constatation permet de confirmer le caractère problématique des échantillons dont l'essence de bois est de couleur claire pour l'Anatex. Par ailleurs, si l'on s'affranchit des barres d'erreur, les échantillons traités à l'ignifuge ont une valeur de W_c inférieure dans 67% des cas (et présenteraient donc un effet peau d'orange moins intense), tandis qu'ils ont un signal 2D FFT moins intense (et présenteraient donc un effet peau d'orange plus intense) dans 64% des cas. Aucune conclusion ne peut être ici apportée sur l'influence du traitement ignifuge car les résultats fournis par les deux outils sont contradictoires. Enfin, si l'on regarde les résultats moyens de l'incertitude relative des deux outils, on constate qu'elle est de 11% pour l'Anatex contre 24% pour le Wave-Scan DOI : la précision des mesures de l'Anatex semble donc supérieure à celles du Wave-Scan DOI.

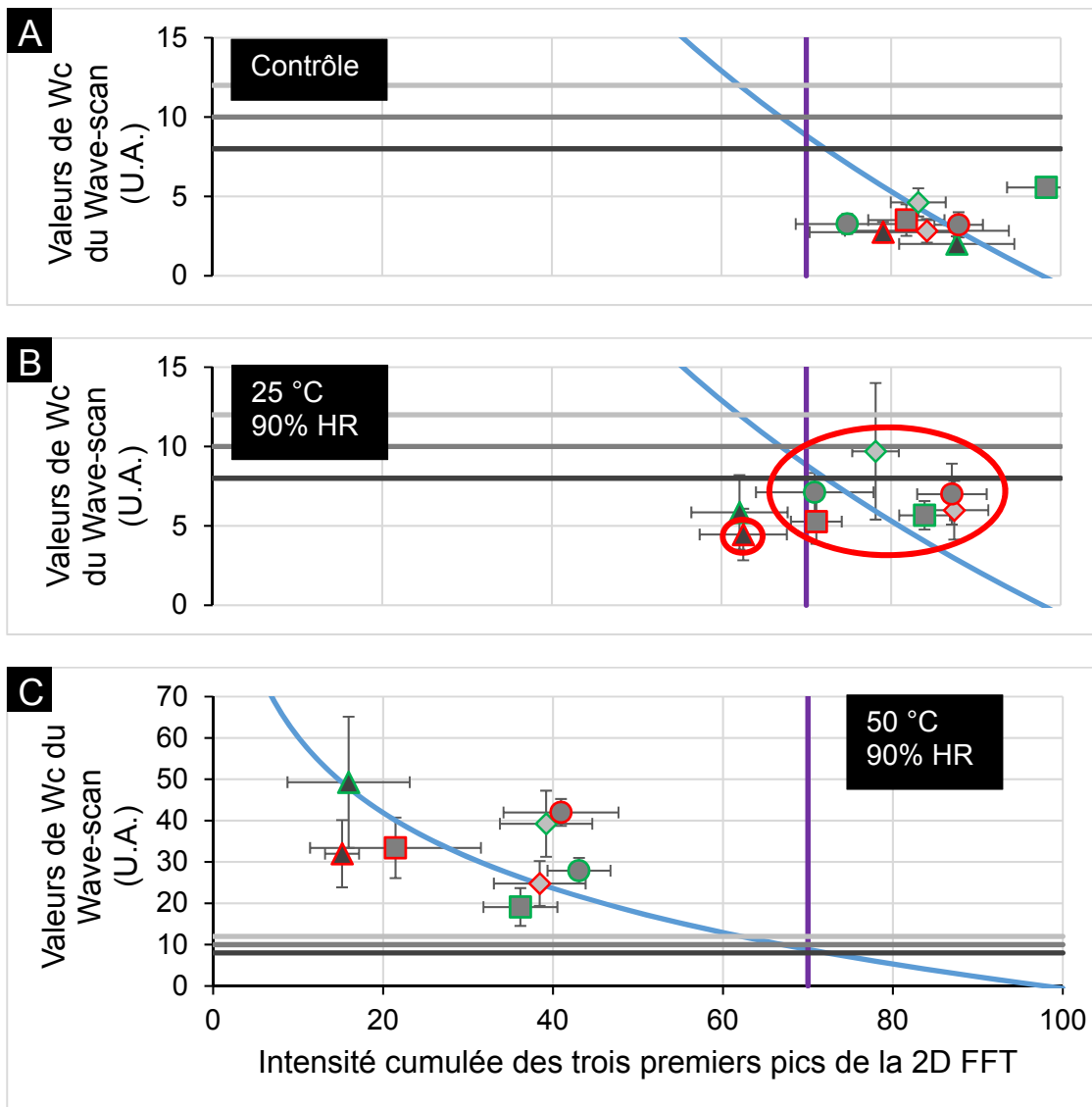
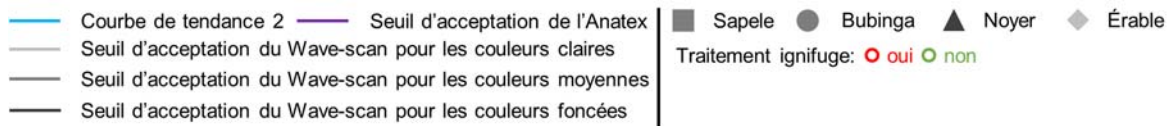


Figure 3.33 : Valeurs de Wc du Wave-Scan DOI (U.A.) en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour les séries contrôle (A), 2 (B) et 5 (C). Les points sont carrés pour le sapele, rhombiques pour l'érable, triangulaires pour le noyer et circulaires pour le bubinga ; plus la feuille de bois est foncée plus la nuance de gris desdits points l'est également : l'érable est donc en gris clair, le noyer en gris foncé, et le sapele et le bubinga sont en gris intermédiaires ; ces points sont bordés de rouge pour les échantillons traités à l'ignifuge et bordés de vert lorsqu'ils ne le sont pas. Courbe de tendance 2 (en bleu). Seuil d'acceptation de l'Anatex (barre violette) fixé par Bombardier. Seuils d'acceptation du Wave-Scan DOI (en gris clair pour les feuilles de bois claires, en gris intermédiaire pour les feuilles de bois de clarté intermédiaire et en gris foncé pour les feuilles de bois foncées) fixés par Bombardier. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle.

La Figure 3.34 illustre les valeurs de W_c tracées en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour le sapele (Figure 3.34.A), l'érable (Figure 3.34.B), le noyer (Figure 3.34.C) et le bubinga (Figure 3.34.D). Les points rhombiques et bleus clairs appartiennent à la série contrôle. La forme des autres points est liée à la température de traitement : ils sont triangulaires pour les essais menés à 25 °C et circulaires pour ceux effectués à 50 °C. La couleur de ces derniers points est liée à l'hygrométrie à laquelle les échantillons ont été exposés : elle est rouge bordeaux pour 90% HR. La courbe de tendance est en bleu, le seuil d'acceptation de l'Anatex est représenté par une barre violette verticale et ceux du Wave-Scan DOI sont représentés par des barres horizontales en gris clair, en gris intermédiaire et en gris foncé. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle.

Cette figure reprend les résultats obtenus et présentés à la Figure 3.33 et seul le modèle de présentation diffère.

Globalement, si l'on compare les quatre graphiques on remarque que parmi les points situés en haut à gauche (appartenant à la série de traitement thermo-hygrométrique 5 en l'occurrence), la valeur moyenne la plus mauvaise (W_c le plus élevé et signal 2D FFT le moins intense) est celle enregistrée pour le noyer. Si l'on considère les signaux 2D FFT de ces huit points, la tendance est claire : le signal du noyer est moins intense que celui du sapele, et l'érable est situé entre le sapele et le bubinga qui exhibe le signal le plus intense. Cette tendance correspond aux constatations effectuées dans la section précédente. Si l'on considère maintenant les valeurs de W_c de ces huit points, on remarque que le noyer exhibe la valeur moyenne la plus élevée et que le sapele a la valeur moyenne la plus faible.

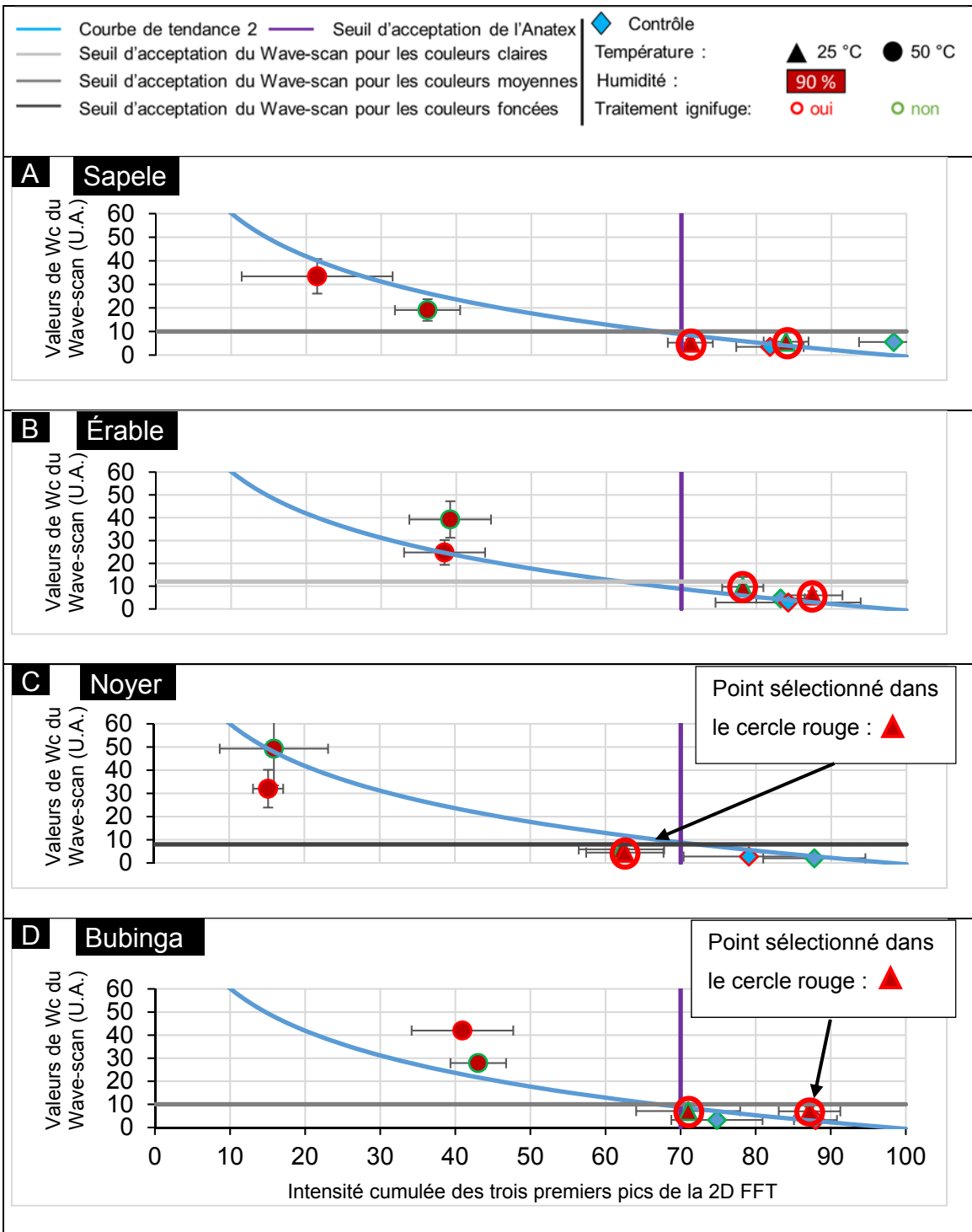


Figure 3.34 : Valeurs de Wc du Wave-Scan DOI en fonction de l'intensité cumulée des trois premiers pics de la FFT pour le sapele (A), l'érable (B), le noyer (C) et le bubinga (D). Les points rhombiques et bleus clairs appartiennent à la série contrôle. La forme des autres points est liée à la température de traitement : ils sont triangulaires pour les essais menés à 25 °C et circulaires pour ceux effectués à 50 °C. La couleur de ces derniers points est liée à l'hygrométrie à laquelle les échantillons ont été exposés : elle est rouge bordeaux pour 90% HR. Les points sont bordés de rouge pour les échantillons traités à l'ignifuge et bordés de vert lorsqu'ils ne le sont pas. Courbe de tendance 2 (en bleu). Seuil d'acceptation de l'Anatex (barre violette) fixé par Bombardier. Seuils d'acceptation du Wave-Scan DOI (en gris clair pour les feuilles de bois claires, en gris intermédiaire pour les feuilles de bois de clarté intermédiaire et en gris foncé pour les feuilles de bois foncées) fixés par Bombardier. Les points entourés en rouge sont ceux présentant des discordances entre l'analyse quantitative et l'inspection visuelle.

En résumé, les essais menés sur la gamme étalon ont permis de mettre en avant le manque de fiabilité du Wave-Scan DOI pour détecter l'intensité de l'effet peau d'orange tel qu'il devrait l'être au sens de Bombardier.

Le tracé de la courbe de tendance liant les valeurs du Wave-Scan DOI à celles de l'Anatex semble correcte et elle est régie par l'équation suivante (3.2)

Aucune conclusion n'a pu être ici apportée sur l'influence du traitement ignifuge car les résultats fournis par les deux outils sont contradictoires : le Wave-Scan DOI indique un effet peau d'orange moins intense pour les échantillons traités à l'ignifuge dans 67 % des cas tandis que l'Anatex enregistre un effet peau d'orange plus intense pour ces mêmes échantillons dans 64 % des cas.

Les résultats de la série contrôle semblent indiquer que l'Anatex manque de fiabilité lorsque l'on effectue des mesures sur des échantillons présentant peu ou pas de peau d'orange : cet outil peut déclasser des échantillons conformes. Les résultats de la série 5 indiquent que l'Anatex et le Wave-Scan DOI sont deux outils de mesure fiables lorsque l'on effectue des essais sur des échantillons présentant un effet peau d'orange intense. D'après les résultats de la série 2, l'Anatex semble être plus à même de détecter les échantillons présentant de la peau d'orange d'intensité moyenne que le Wave-Scan DOI (taux de détection de 50 % contre 25%). En parallèle, cette dernière série d'essais confirme le caractère problématique des échantillons dont l'essence de bois est de couleur claire pour l'Anatex : ces échantillons sont, à tort, surclassés. Par ailleurs, les résultats de l'incertitude relative moyenne renseignent sur la précision des mesures des deux outils : elle est de 11 % pour l'Anatex contre 24 % pour le Wave-Scan DOI. La précision des mesures de l'Anatex semble donc bien supérieure à celles du Wave-scan DOI.

D'autre part, la tendance observée à l'Anatex pour les échantillons de la série 5 est de nouveau confirmée : le noyer est plus sensible au développement de la peau d'orange que le sapele, et l'érable est situé entre le sapele et le bubinga qui exhibe la plus grande résistance au développement de la peau d'orange. D'après les résultats

du Wave-Scan DOI, le noyer serait l'essence la plus propice au développement de la peau d'orange et le sapele serait la plus résistante. Enfin, le noyer exhibe le plus mauvais résultat (Wc le plus élevé et signal 2D FFT le moins intense) : le choix de cette essence de bois semble donc avoir un impact non négligeable sur l'effet peau d'orange.

CHAPITRE 4 : CONCLUSION ET AMÉLIORATIONS POSSIBLES DE L'ANATEX

4.1 Conclusion

Le premier objectif de ce mémoire consistait, durant une phase d'étude préliminaire, à déterminer quel était l'outil disponible (à l'Université de Montréal) et le plus à même d'évaluer semi-quantitativement l'effet peau d'orange : tel qu'indiqué dans la littérature, un profilomètre à contact (Dektak XT) a rempli ce rôle. Le second objectif était de concevoir, de développer et de faire fonctionner un outil permettant d'évaluer semi-quantitativement l'aspect peau d'orange avec plus de précision : l'Anatex a rempli cette fonction. Afin de valider le fonctionnement de l'Anatex, une corrélation des résultats obtenus via cet outil avec ceux d'un profilomètre à contact) a été effectuée. Le troisième objectif de ce mémoire consistait à étudier huit panneaux fabriqués sur-mesure avec l'Anatex et un profilomètre à contact afin d'évaluer l'influence de l'essence de la feuille de bois ornementale du contreplaqué et l'impact du traitement ignifuge. La composition chimique et les propriétés intrinsèques du bois variant selon les espèces de bois, et le caractère supposément hydrophile du traitement ignifuge sont quelques-uns des facteurs ayant orienté l'étude dans cette direction. L'emploi d'une enceinte climatique a également permis d'évaluer l'incidence des variations climatiques : la température et l'humidité relative ont été les deux variables considérées dans le traitement des panneaux destiné à provoquer l'effet peau d'orange. Ces deux variables peuvent, entre autres, affecter le gonflement du bois, le retrait et le fluage des matériaux, et engendrer des réactions chimiques indésirables (hydrolyse des fonctions esters, réaction entre l'eau et les isocyanates, ...). Enfin, dans le cadre de l'étude des huit panneaux fabriqués sur-mesure, une corrélation des résultats obtenus avec l'Anatex a été réalisée avec ceux d'un Wave-Scan DOI. Ce dernier outil est actuellement utilisé par Bombardier Aéronautique pour quantifier l'aspect peau d'orange des boiserie meublant la cabinnerie des avions d'affaire mais, au sens de Bombardier, la fiabilité du Wave-Scan DOI laisse à

désirer. Cette dernière phase d'essais a permis de comparer l'outil conçu en interne avec un outil commercial, et d'évaluer concrètement la fiabilité des deux outils. En parallèle, lors de ces différentes phases d'essais, on a décelé certains aspects de l'Anatex qui doivent être améliorés et ils sont présentés dans cette partie.

Conformément à la littérature, il a été possible d'établir un lien direct entre la mesure de l'ondulation de surface et l'intensité de l'effet peau d'orange : plus le paramètre W_a (écart moyen arithmétique de l'ondulation) est élevé et plus l'effet peau d'orange est prononcé. Le premier objectif a donc pu être aisément atteint.

De la même façon, l'élaboration de l'Anatex (outil destiné à quantifier l'aspect peau d'orange) a abouti favorablement : son développement, sa conception, la validation de sa fonctionnalité et de sa robustesse ont, dans une certaine mesure, été autant d'étapes franchies. L'obtention d'une courbe de tendance pertinente liant les résultats de l'Anatex à ceux d'un profilomètre à contact a notamment permis de valider le fonctionnement de l'Anatex.

L'étude des huit panneaux préparés spécifiquement pour cette étude a révélé un bon nombre d'informations sur le fonctionnement de l'Anatex, sur l'influence de certains des matériaux constituant les panneaux composites, et sur l'impact des changements climatiques. En premier lieu, les données des séries d'échantillons étudiées conjointement avec l'Anatex et un profilomètre à contact étaient relativement proches de la première courbe de tendance – construite à partir d'une « gamme étalon » - mais il s'est avéré qu'ils se trouvaient quasiment tous au-dessus de cette dernière. Un nouveau tracé de la courbe de tendance a donc été réalisé avec la majorité des données collectées via ces deux outils. Seules celles de l'érable n'ont pas été prises en compte car il semblerait que les essences de couleur claire faussent les mesures de l'Anatex. L'équation régissant cette nouvelle courbe est la suivante :

$$y'_1 = 3,96 \times 10^4 x^{-1,24} \quad (4.1)$$

D'après les essais menés conjointement avec le Wave-Scan DOI et l'Anatex, le tracé de la seconde courbe de tendance, construite à partir d'une « gamme étalon »,

et liant les valeurs de ces deux outils semble correct et il est régi par l'équation suivante :

$$y_2 = -26,4 \ln(x) + 121 \quad (3.2)$$

D'après les résultats obtenus via l'Anatex et le profilomètre à contact avec les séries de traitements thermo-hygrométriques à J+7, l'humidité relative semble être le paramètre provoquant davantage l'effet peau d'orange : si elle est élevée (90% HR), l'effet peau d'orange est prononcé mais, si elle est plus basse, l'effet peau d'orange est peu intense voire inexistant. Les essais de la série 1 (40% HR, T = 25 °C) menés à J+7 avec l'Anatex semblent même indiquer une diminution de l'intensité de l'effet peau d'orange. Néanmoins, ces derniers résultats ne sont pas confirmés par le profilomètre à contact. La température semble jouer un rôle important pour les essais réalisés à 90% HR : plus elle est élevée, plus l'effet peau d'orange est intense. En d'autres termes, si l'humidité relative n'excède pas 65%, la température ne semble pas affecter outre mesure l'effet peau d'orange.

Le suivi de la relaxation de l'ensemble des séries de traitements thermo-hygrométriques via l'Anatex à J+7 et J+21 a permis de constater que l'effet peau d'orange provoqué par la température est irréversible (tout du moins, sur une courte période) et moins prononcé que celui induit par une hygrométrie élevée (90%) qui est partiellement réversible. La relaxation est un phénomène davantage observable pour les échantillons les plus endommagés (en termes de peau d'orange) par l'un des deux traitement thermo-hygrométriques effectués à haute humidité relative (90 %) et, plus spécifiquement, pour les échantillons traités à l'ignifuge.

L'étude de la relaxation des séries 2 (90% HR, T = 25 °C) et 5 (90% HR, T = 50 °C) à J+0, J+3, J+7 et J+21 via l'Anatex et le profilomètre à contact semble indiquer que les échantillons tendent à revenir, dans une certaine mesure, dans leur état initial. Cette progression est plus rapide pour les échantillons traités à 25 °C que ceux traités à 50 °C, et le retour à l'équilibre final ne semble pas être atteint dans une limite de 21 jours. Les inspections visuelles effectuées sur la série 2 à J+0,

J+3, J+7 et J+21 confirment une diminution de l'effet peau d'orange lors de la relaxation mais, à J+21, les échantillons de la série 2 sont considérés comme conformes par les outils de mesure employés alors qu'ils ne le sont pas au sens de Bombardier : il semble que le phénomène de relaxation s'accompagne de changements exaltant à la fois l'Anatex et le profilomètre à contact. En parallèle, une inspection visuelle des échantillons de la série 2 a été effectuée à J+72 et il s'est avéré qu'ils étaient tous hors tolérance. Le même jour, des mesures de Wc effectuées au Wave-Scan DOI indiquaient que 75% de ces échantillons étaient, à tort, conformes et les 25% restant étaient, à tort également, quasiment conformes. D'après les informations recueillies sur le fonctionnement du Wave-Scan DOI (décrit dans l'introduction), et d'après les résultats exagérés et recueillis sur la série 2 par les trois outils de mesures employés, une seule explication semble plausible : les longueurs d'onde des structures responsables de l'effet peau d'orange sont modifiées lors de la relaxation et le paramétrage des outils de mesure ne semble pas à même de les détecter convenablement.

Au sens de l'Anatex et du profilomètre à contact, l'ignifuge semble jouer un rôle dans l'apparition de la peau d'orange car, dans 64% des cas, les échantillons traités à l'ignifuge présentent à la fois une ondulation plus élevée et un signal 2D FFT plus faible que ceux non-traités. Ce traitement semble d'ailleurs particulièrement problématique lorsqu'il est appliqué sur le noyer car, toujours d'après ces outils de mesure, il semblerait que des interactions entre cette espèce de bois et ledit traitement soient favorables à l'apparition de peau d'orange. Néanmoins, au sens du Wave-Scan DOI, 67% des échantillons traités à l'ignifuge présenteraient un effet peau d'orange moins intense. Deux des trois outils de mesures employés relèvent donc une augmentation de l'intensité de l'effet peau d'orange lorsque les échantillons sont traités à l'ignifuge.

Si l'on regarde l'influence de l'essence de bois, on constate que les résultats obtenus peuvent diverger selon les outils de mesure employés. On se concentre ici sur la série 5 (90 %HR, T = 50 °C) des traitements thermo-hygro-métriques car ces échantillons ont été ceux les plus durement endommagés. D'après le profilomètre à

contact, le noyer et le sapele sont les espèces les plus abîmées par ce conditionnement : elles réagissent de manière similaire mais les valeurs de Wa peuvent être légèrement plus faibles pour le sapele et cette dernière espèce est donc légèrement plus résistante. Les valeurs maximales de Wa enregistrées pour l'érable et le bubinga sont bien en-dessous de celles du noyer et du sapele ; le bubinga est l'espèce de bois enregistrant les valeurs de Wa les plus faibles. Pour le profilomètre à contact on a donc : noyer \leq sapele < érable \leq bubinga. D'après l'Anatex, le noyer est plus sensible au développement de la peau d'orange que le sapele, et l'érable est situé entre le sapele et le bubinga qui exhibe la plus grande résistance au développement de la peau d'orange. Néanmoins, la couleur claire de l'érable semble fausser les mesures réalisées à l'Anatex. De plus amples mesures sur des essences de couleurs claires sont à effectuer afin de revoir le placement du seuil d'acceptation ou de déterminer l'application d'un facteur de pondération aux valeurs de l'Anatex et de pouvoir analyser de telles essences avec cet outil. Pour l'Anatex on a donc : noyer \leq sapele < érable \leq bubinga, comme pour le profilomètre à contact. D'après les résultats du Wave-Scan DOI, le noyer serait l'essence la plus propice au développement de la peau d'orange et le sapele serait la plus résistante. Pour le Wave-Scan DOI on a donc : noyer \leq bubinga \approx érable \leq sapele. L'unique conclusion commune de ces trois outils de mesure est donc la suivante : le noyer est l'essence de bois la plus sensible aux changements climatiques et la plus à même de développer de la peau d'orange.

Les premiers essais menés au Wave-Scan DOI sur la gamme étalon ont permis de mettre en évidence le manque de fiabilité de cet outil pour détecter de l'effet peau d'orange de faible intensité. En parallèle, les résultats de la série contrôle semblent indiquer que l'Anatex manque de fiabilité lorsque l'on effectue des mesures sur des échantillons présentant peu ou pas de peau d'orange : cet outil peut déclasser des échantillons conformes. Aucun des deux outils n'apparaît donc parfaitement fiable lorsqu'il convient de classer des échantillons présentant peu ou pas de peau d'orange. Les résultats de la série 5 indiquent que l'Anatex et le Wave-Scan DOI sont deux outils de mesure fiables lorsque l'on effectue des essais sur des échantillons présentant un

effet peau d'orange intense. D'après les résultats de la série 2, l'Anatex semble être plus à même de détecter les échantillons présentant de la peau d'orange d'intensité moyenne que le Wave-Scan DOI (taux de détection de 50% contre 25%). On rappelle tout de même que les échantillons de la série 2 sont ceux dont la relaxation aurait engendré des modifications dans les longueurs d'onde de l'effet peau d'orange ; cette dernière constatation est donc à considérer avec précaution.

4.2 Améliorations possibles de l'Anatex

Cette deuxième partie de la conclusion générale répertorie les éléments de l'Anatex qui doivent être améliorés en vue d'une utilisation plus générale. Les aspects suivants sont abordés : les longueurs d'onde quantifiables, les extremums, l'incertitude relative et la répétabilité des mesures, et les défauts de planéité. L'influence de la couleur de la feuille de bois ornementale et l'impact de la relaxation ne seront pas présentés dans cette section pour éviter les redondances.

4.2.1 Les longueurs d'onde quantifiables

Les longueurs d'onde des structures responsables de l'effet de peau d'orange sont principalement comprises entre 0,3 et 30 mm. Au sens de Bombardier, seules celles comprises entre 1 et 3 mm sont à l'origine du mécontentement de ses clients. On a donc décidé de vérifier qualitativement, via l'analyse des photographies prises lors de cette étude, quelle était la longueur d'onde minimale observable. Dans un premier temps, nous avons évalué la résolution : 5 cm correspondent à 2250 pixels. Puis, nous avons constaté que la période de la plus faible envergure observable est de 4 mm ; celles de grande envergure (allant de 3 à 10 mm) sont également identifiables. L'Anatex permet de quantifier les structures occasionnant l'effet peau d'orange des panneaux de bois étudiés. En théorie, il serait possible d'observer des périodes inférieures 0,4 mm, mais le traitement binaire joue sur la résolution et semble éliminer les plus hautes fréquences.

4.2.2 Les limites haute et basse des valeurs enregistrées

Les valeurs maximales enregistrées à l'Anatex sont limitées par l'échantillon choisi à titre de référence : le T40. Cet échantillon n'est pas exempt de défauts et un réel standard permettrait de rehausser la limite haute des mesures effectuées avec cet outil.

À l'inverse, les valeurs minimales ne peuvent être inférieures à 10 à cause de la normalisation et du bruit – générant un signal faible. Aucune solution palliant à ce problème n'a pu être considérée à ce jour.

4.2.3 L'incertitude relative et la répétabilité et des mesures

Les résultats de l'incertitude relative moyenne renseignent sur la précision (ou fiabilité) des mesures des deux outils : elle est de 11% pour l'Anatex contre 24% pour le Wave-Scan DOI. La précision des mesures de l'Anatex est donc supérieure à celles du Wave-Scan DOI. D'autre part, pour les mesures intra-échantillons de l'Anatex, ce paramètre n'excède que rarement les 5% tandis qu'il peut facilement atteindre les 15% pour un ensemble de trois échantillons. À première vue, cet outil semble (la plupart du temps...) assurer son rôle : il permet de distinguer les échantillons passant le contrôle qualité de Bombardier des autres, et de les classer.

Suite à cette constatation, une évaluation de la répétabilité des mesures a été effectuée. À cette fin, deux échantillons - de bonne qualité en termes d'effet peau d'orange - (le T40 et le sapele traité de la série contrôle) ont été utilisés et douze mesures ont été effectuées pour chaque échantillon. L'incertitude élargie à un niveau de confiance de 95% a été évaluée à 1,67 (en U.A. de l'Anatex, après normalisation) et l'incertitude relative de répétabilité est ainsi comprise entre 1,7 et 1,9% pour ces échantillons.

L'incertitude relative de répétabilité étant bien inférieure à l'incertitude relative inter-échantillon, on en déduit que l'hétérogénéité des échantillons est à l'origine de la dispersion du signal, et des larges barres d'erreur générées lors des mesures inter-

échantillons effectuées. Cette dernière constatation est valable pour les échantillons présentant un effet peau d'orange de faible intensité et des essais de répétabilité sur des échantillons présentant un effet peau d'orange plus intense sont nécessaires avant de se prononcer sur de tels échantillons.

4.2.4 Les défauts de planéité

À la Figure 3.25.D (section 3.3.1), certains points sont entourés en rouge car l'inspection visuelle est en total désaccord avec les données enregistrées via l'Anatex et le profilomètre à contact.

Dans le cas de la série 4 (50 °C, 65% HR), ces points sont simplement mal positionnés car la surface de ces échantillons n'est pas plane. À la Figure 4.1, quatre photographies de ces échantillons sont prises selon une vue de côté et il est possible de voir ces défauts de planéité. Les origines de ce défaut de planéité sont les suivantes : l'adhésif employé pour coller le contreplaqué au panneau V/R et celui utilisé pour maintenir les différentes feuilles constitutives du contreplaqué solidaire n'ont pas assuré leurs rôles, et il en résulte une courbure de la « partie supérieure » (contreplaqué et système multicouche) des échantillons.

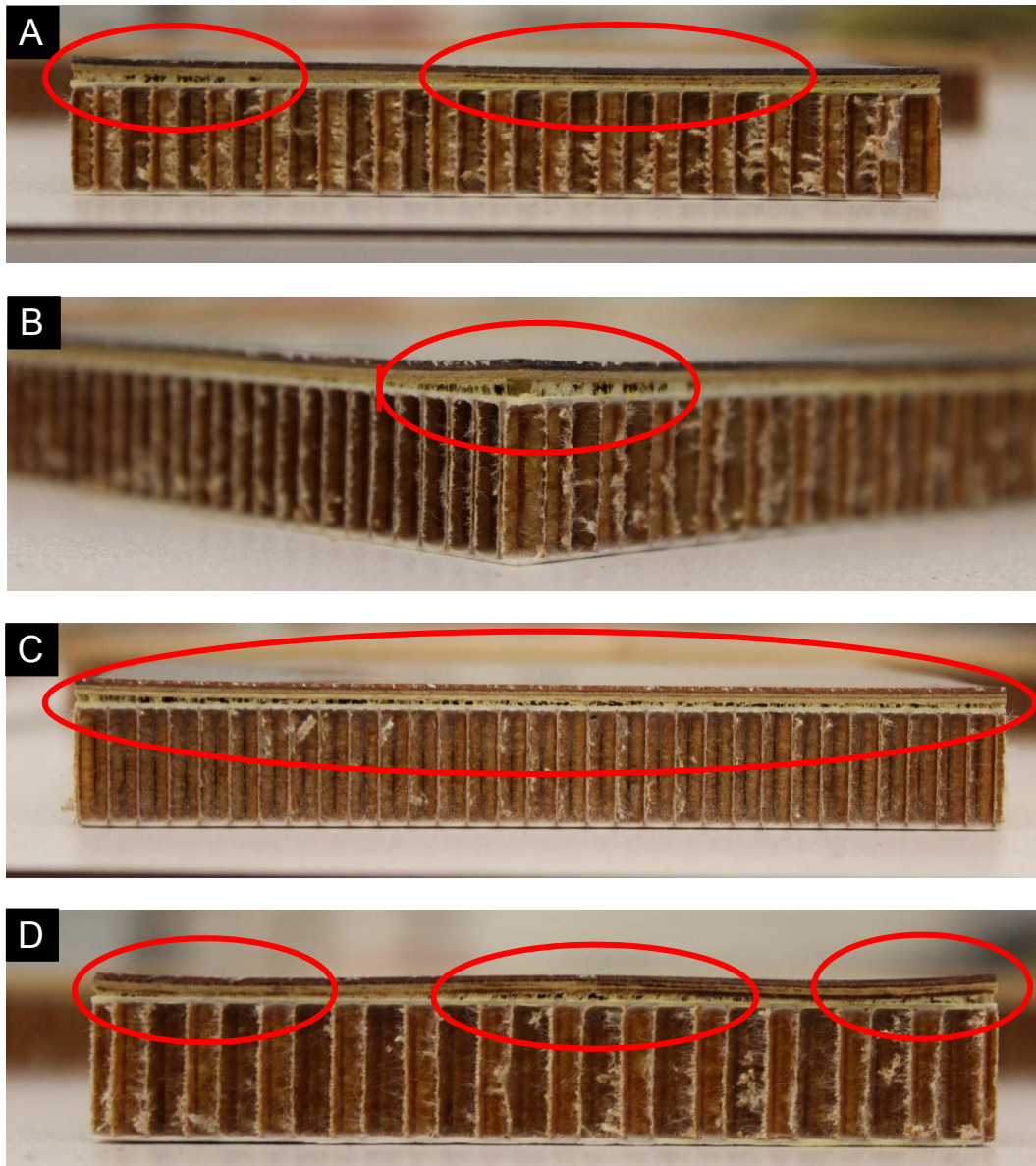


Figure 4.1 : Photographies des échantillons de Noyer traité de la série 4 (50 °C, 65% HR) prises selon des vues de côté. Ces échantillons présentent un ou plusieurs défauts d'adhésion entre le panneau V/R et le contreplaqué. Les images A et D exposent également un défaut d'adhésion entre les feuilles constitutives du contreplaqué.

Ces défauts de planéité peuvent engendrer un mauvais fonctionnement de la mise au point automatique (*autofocus*) de l'appareil photo ainsi qu'un déplacement

et/ou une déformation du motif du lumière, élément clef du traitement et de l'analyse des photographies via ImageJ.

À la Figure 4.2.A on peut voir une photographie de la réflexion de la lumière sur un échantillon d'érable traité de la série 4 présentant un défaut de planéité. Le rectangle de sélection (en noir) est celui paramétré dans la macro de ImageJ pour effectuer le rognage. Dans ce cas, le défaut de planéité entraîne un déplacement du motif de lumière et le cadre de sélection destiné au rognage est de ce fait mal positionné. L'image ainsi analysée (B) ne contient pas la totalité du motif de lumière désiré et l'intensité des bandes du signal de la 2D FFT est moins intense que celui d'une image identique à (A), mais bien cadrée. L'échantillon analysé de la sorte est donc déclassé à tort. Il est possible de pallier à ce problème en déplaçant manuellement le cadre de sélection de la macro de ImageJ mais cette opération est excessivement longue à réaliser.

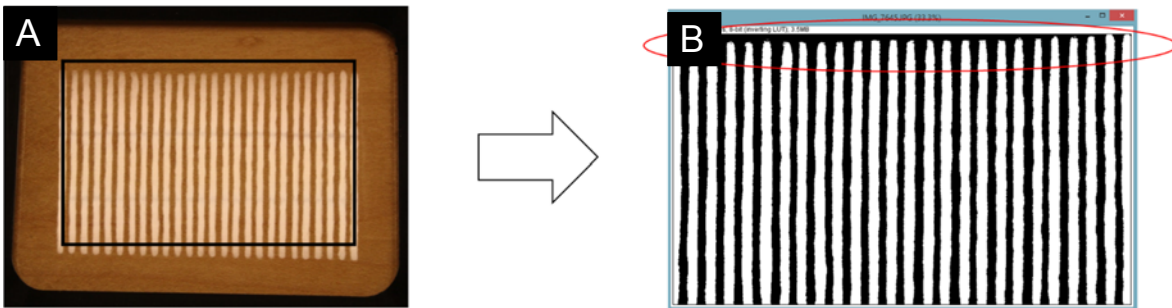


Figure 4.2 : (A) Photographie de la réflexion du motif de lumière sur un échantillon d'érable traité de la série 4 présentant un défaut de planéité et rectangle de sélection (en noir) paramétré dans la macro de ImageJ. (B) Photographie identique à (A) ayant été rognée et ayant subi un traitement binaire.

À la Figure 4.3, on peut voir des photographies prises en vue plongeante d'un échantillon plan dont le motif de lumière n'a pas été altéré (Figure 4.3.A1) et d'un échantillon présentant un défaut de planéité, et dont le motif de lumière a été altéré (Figure 4.3.B1). Les signaux 2D FFT de ces deux images sont respectivement présentés dans les images A2 et B2.

On peut remarquer que la bande horizontale du signal 2D FFT (en rouge) devient floue et intense lorsque l'échantillon n'est point plan et que motif de lumière est déformé. Cette modification du signal diminue significativement l'intensité des pics de la 2D FFT et l'échantillon ainsi analysé sera déclassé à tort. Afin d'optimiser le fonctionnement de l'Anatex, il serait intéressant de développer une méthode pour détecter cette anomalie et éviter d'enregistrer des résultats peu fiables.

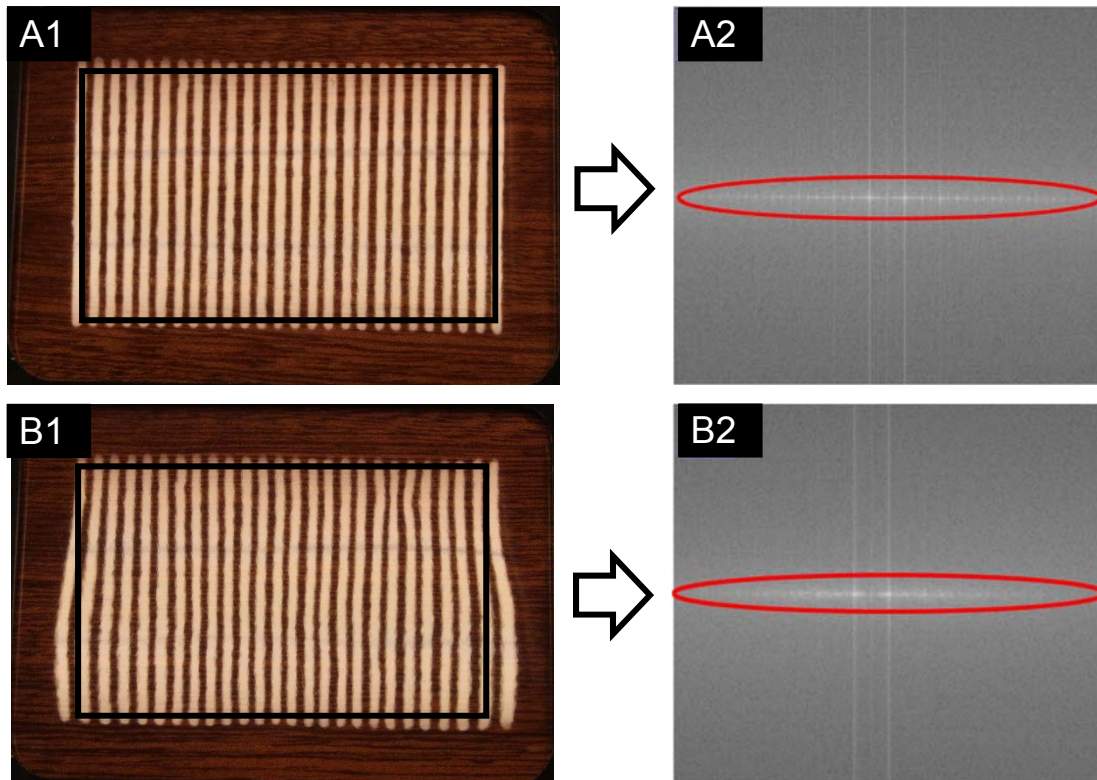


Figure 4.3 : Photographies de la réflexion du motif de lumière (A) sur un échantillon plan de sapele non traité et (B) sur un échantillon de sapele traité présentant un défaut de planéité. Ces deux échantillons appartiennent à la série 4 des traitements thermo-hygométriques. Image 2D FFT de (A1) en (B1) et de (A2) en (B2).

Les défauts de planéité peuvent donc engendrer un mauvais fonctionnement de la mise au point automatique (*autofocus*) de la caméra ainsi qu'un déplacement et/ou une déformation du motif de lumière, élément clef du traitement et de l'analyse des photographies via ImageJ. Dans le cas d'un déplacement du motif de lumière, il

est possible de déplacer manuellement le cadre de sélection de la macro de ImageJ pour éviter d'avoir des résultats aberrants mais cette opération est excessivement longue à réaliser. Dans le cas d'une déformation du motif de lumière, aucune solution fiable n'existe, si ce n'est de déplacer l'échantillon jusqu'à obtenir une photographie satisfaisante, visuellement parlant. Cette modification du signal peut diminuer significativement l'intensité des pics de la 2D FFT et l'échantillon ainsi analysé est déclassé à tort. Afin d'optimiser le fonctionnement de l'Anatex, il serait intéressant de développer une méthode pour détecter ces défauts de planéité et éviter d'enregistrer des résultats erronés.

Néanmoins, il faut noter que les défauts de planéité altérant le signal de la 2D FFT sont circonstanciels car ils sont liés à la petite taille des échantillons étudiés en laboratoire. En d'autres termes, ces défauts sont principalement dus aux sollicitations mécaniques occasionnées lors de la découpe des panneaux de bois à l'atelier mécanique de l'UdeM. Or, chez Bombardier, les panneaux de bois ne sont pas ainsi découpés (chaque élément est dimensionné avant l'assemblage des panneaux et l'application du système multicouche) et une simple inspection visuelle en vue de côté - réalisée lors du contrôle qualité – permettrait d'éliminer de tels panneaux.

BIBLIOGRAPHIE

1. Wicks Jr., Z. W.; Jones, F. N.; Pappas, S. P., et al., *Organic Coatings: Science and Technology*. 3rd ed.; John Wiley & Sons: 2007.
2. Mader, A., Interactions and penetration of polymers and nano-latexes into wood: an overview. In *Progress in Organic Coatings*, 2011; Vol. 71, pp 123-135.
3. de Meijer, M., Review on the durability of exterior wood coatings with reduced VOC-content. In *Progress in Organic Coatings*, 2004; Vol. 43, pp 217-225.
4. Rijckaert, V.; Stevens, M.; Van Acker, J., et al., Quantitative assessment of the penetration of water-borne and solvent-borne wood coatings in Scots pine sapwood. In *Holz als Rohund Werkstoff*, 2001; Vol. 59, pp 278-287.
5. Rijckaert, V.; Stevens, M.; Van Acker, J., Effect of some formulation parameters on the penetration and adhesion of water-borne primers into wood. In *Holz als Roh- und Werkstoff*, 2001; Vol. 59, pp 344-350.
6. de Meijer, M.; Militz, H., Sorption behaviour and dimensional changes of wood coating composites. In *Holzforschung*, 1999; Vol. 53, pp 553-560.
7. Williams, R. S.; Feist, W. C., Effect of preweathering, surface roughness, and wood species on the performance of paint and stains. *Journal of Coating Technology*, 1994, 66, 109-121.
8. Monteiro, P. The structure & properties of wood. <http://www.ce.berkeley.edu/~paulmont/CE60New/wood.pdf> (accessed 2016-03-15).
9. Définition du bois parfait. <http://www.blb-bois.com/dossiers/dico-du-bois/bois-parfait> (accessed 2016-03-15).

10. Bulian, F.; Graystone, J. A., Wood and Wood-Based Substrates. In Wood Coatings: Theory and Practice, Elsevier: 2009; pp 16-40.
11. Liu, Y.; He, J.; Yang, R., Effects of Dimethyl Methylphosphonate, Aluminum Hydroxide, Ammonium Polyphosphate, and Expandable Graphite on the Flame Retardancy and Thermal Properties of Polyisocyanurate–Polyurethane Foams. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 2015, 54 (22), 5876-5884.
12. Fink, J. K., Unsaturated Polyester Resins. In *Reactive Polymers Fundamentals and Applications*, Elsevier 2013; pp 1-48.
13. ASTM Standard E 284. In *Terminology of Appearance*, Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials: Philadelphia, 1994; Vol. 06.01.
14. Kigle-Boeckler, G., Measurement of Gloss and Reflection, Properties of Surfaces. *Metal finishing* 1995, 28-31.
15. Osten, W.; Bothe, T.; Takeda, M., et al., High-resolution 3D shape measurement on specular surfaces by fringe reflection. In *Optical Metrology In Production Engineering*, 2004; p 411.
16. Kiegle-Bockler, G., Specifications and Testing. In *Automotive Paints and Coatings*, Streitberger, H.-J.; Dossel, K.-F., Eds. WILEY-VCH: Weinheim, 2008; pp 381-465.
17. Wandell, B. A., The Retinal Representation. In *Foundations of Vision*, Sinauer Associates: 1995.

18. BYK-Gardner Orange Peel / DOI.
http://www.byk.com/fileadmin/byk/support/instruments/technical_information/datasheets/English/Appearance/Orange%20Peel/Visual_Evaluation_and_instrumental_Measurement_of_Orange_Peel_and_DOI.pdf (accessed 2015-09-03).
19. INSA-Lyon Termes, définitions et paramètres d'états de surface : Notion de filtrage. <http://mip2.insa-lyon.fr/Etats%20de%20surface/parametres/filtres-parametres.htm> (accessed 2015-02-04).
20. INSA-Lyon Les grandes familles de filtres. http://mip2.insa-lyon.fr/Etats%20de%20surface/Instrument/filtres/Le_filtrage_selon_la_norme_ISO_11562.htm (accessed 2015-02-04).
21. Accretech Surface Texture: Contour Measuring Instruments. <http://static1.squarespace.com/static/5155d3e7e4b01a74bb7d1208/t/56c0c7e960b5e9bcb0044108/1455474673174/SurfaceFinishExplain+-+Accretech.pdf> (accessed 2016-03-16).
22. Chi, T.; Ballinger, T.; Olds, R., et al. Surface Texture Analysis using Dektak stylus profilers. https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-PDF-Docs/SurfaceAnalysis/StylusProfilometry/ApplicationNotes/AN525-Surface_Texture_Analysis_Using_Dektak_Stylus_Profi.pdf (accessed 2016-08-07).
23. Konieczny, J.; Meyer, G., Computer rendering and visual detection of orange peel. *Journal of Coatings Technology and Research* 2011.
24. BYK-Gardner History of Appearance Control. http://web.csidiomas.ua.es/congresos/iberianautomotive/2014/presentaciones/01_BYK_Gardner_History_of_Appearance_Control.pdf (accessed 2016-03-02).

25. Knauer, M. C.; Kaminski, J.; Hausler, G., Phase Measuring Deflectometry: a new approach to measure specular free-form surfaces. In *Optical Metrology in Production Engineering*, Takeda, M., Ed. 2004; Vol. 5457, pp 366-376.
26. Rhopoint Optimap PSD. <http://www.optimap-psd.com/> (accessed 2016-03-09).
27. Bulian, F.; Graystone, J. A., *Industry Wood Coatings, Theory and Practice*. Elsevier: 2009.
28. Hernández, R. E.; Cool, J., Evaluation of three surfacing methods on paper birch wood in relation to water- and solvent-borne coating performance. *Wood and Fiber Science* 2008, 40, 459-469.
29. de Moura, L. F.; Hernández, R. E., Effects of abrasive mineral, grit size and feed speed on the quality of sanded surfaces of sugar maple wood. *Wood Science and Technology* 2006, 40, 517-530.
30. de Moura, L. F.; Hernández, R. E., Evaluation of varnish coating performance for three surfacing methods on sugar maple wood. *Forest Products Journal* 2006, 56, 130-136.
31. Cool, J.; Hernández, R. E., Improving the sanding process of black spruce wood for surface quality and water-based coating adhesion. *Forest Products Journal* 2011, 61, 372-380.
32. de Moura, L. F.; Hernández, R. E., Evaluation of varnish coating performance for two surfacing methods on sugar maple wood. *Wood and Fiber Science* 2005, 37, 355-366.
33. Bowyer, J. L.; Shmulsky, R.; Haygreen, J. G., *Forest products and wood science: An introduction*. 5th ed.; Blackwell Publishing: 2007; p 558.

34. Ellis, C. Wood article. US1927086 A, 1933.
35. Mc Guinness, J. D., Role of moisture in processing, application, and cure of 2k polyurethane coatings. In FINISHING '95 Cincinnati (Ohio), 1995.
36. A. Peters, C.; Nichols, M. E.; Ellwood, K. R. J., The evolution of surface texture in automotive coatings. Journal of Coatings Technology and Research 2011, 469-480.
37. Chen, X., Rapport interne 1 aux Prs. Bazuin, Pellerin et Prud'homme. 2013.
38. Chen, X., Rapport interne 2 aux Prs. Bazuin, Pellerin et Prud'homme. 2015.

ANNEXE

MATERIAL SAFETY DATA SHEET

MANUFACTURER'S NAME : DU RO-LAK INC.
 STREET ADDRESS: 3020 BOUL. LE CORBUSIER
 CITY, STATE & ZIP CODE : LAVAL, QUEBEC, H7L 3W2
 COUNTRY: CANADA
 TELEPHONE NO: (450) 687-4140
 EMERGENCY PHONE NO.: (613) 996-6666

DATE: August 4, 2006

SECTION I - MATERIAL IDENTIFICATION

Product name	ISOLENTE URETHANE
Product code	ZMP 693A
Sheen	
Material use	Industrial finish FAR 25.853 (A) (B)
W.H.M.S. classification	Class B, Division 2 / Class D, Subdivision A, Division 2

SECTION II - HAZARDOUS INGREDIENTS

HAZARDOUS COMPONENT	# C.A.S.	ACGIH TLV/PPM	CONC. %	LEL	VAPOUR PRESSURE
Xylol	1330-20-7	100	10-30	1.0	9.5
N-Butyl Acetate	123-86-4	150	7-13	1.4	10
Ethyl Acetate	141-78-6	400	30-60	2.5	86
VOC U.S. gal.	4.73 lbs				
VOC Cdn gal.	5.663 lbs				

SECTION III - PHYSICAL DATA

Physical state	Gas () Liquid (x) Solid ()	Odour & appearance	Clear liquid Petroleum odour
Vapour density	Heavier than air	Odour threshold	Not available
Evaporation rate	Slower than ether	Specific gravity	0.948
Boiling point (°C)		% volatile (by weight)	75%
Freezing point (°C)	Not available	pH	Not available
Coef. Water / oil dist	Not available	Weight per gallon	9.481 lbs/gal.

Page 1 of 3

Figure A.1 : FS du ZMP 693A (scellant).

MATERIAL SAFETY DATA SHEET

MANUFACTURER'S NAME:	DURO-LAK INC.
STREET ADDRESS:	3020 L.E. CORBUSER
CITY, STATE & ZIP CODE:	LAVAL, QUEBEC, H7L 3W2
COUNTRY:	CANADA
TELEPHONE NO.:	(450) 687-4140
EMERGENCY PHONE NO.:	(613) 996-6666

DATE: March 24, 2006

SECTION I - MATERIAL IDENTIFICATION

Product name	CATALYST FOR URETHANE SEALER
Product code	ZMP 666B
Sheen	
Material use	Industrial finish FAR 25.853 (A) (B)
W.H.M.I.S. classification	Class B, Division 2 / Class D, Subdivision A, Division 2

SECTION II - HAZARDOUS INGREDIENTS

HAZARDOUS COMPONENT	# CAS	ACGIH TLV/PPM	CONC. %	LEL	VAPOUR PRESSURE
N-Butyl Acetate	123-86-4	150	15-40	1.4	10
Methyl Isobutyl Ketone	108-10-1	50	15-40	1.4	16
Xylol	1330-20-7	100	1-5	1.0	9.5
Toluol Diisocyanate	584-84-9	0.005	0.1-1.0		
Hexamethylene Diisocyanate	822-06-0	0.005	0.1-1.0		
VOC Cdn	4.16 lbs				
VOC U.S.	4.995 lbs				

SECTION III - PHYSICAL DATA

Physical state	Gas () Liquid (x) Solid ()	Odour & appearance	Clear liquid, Petroleum odour.
Vapour density	Not Available	Odour threshold	Not Available
Evaporation rate	Slower than ether	Specific gravity	0.959
Boiling point (°C)	Not Available	% volatile (by weight)	62%
Freezing point (°C)	Not available	pH	Not available
Coef. Water / oil dist.	Not available	Weight per gallon	9.59 lbs./gal U.S.

Page 1 of 3

Figure A.2 : FS du ZMP 666B (scellant).

MATERIAL SAFETY DATA SHEET

MANUFACTURER'S NAME : DURO-LAK INC.
 STREET ADDRESS: 3020 LE CORBUSIER
 CITY, STATE & ZIP CODE : LAVAL, QUEBEC, H7L 3W2
 COUNTRY: CANADA
 TELEPHONE NO.: (450) 687-4140
 EMERGENCY PHONE NO.: (613) 996-6666

DATE: February 1, 2006

SECTION I - MATERIAL IDENTIFICATION

Product name	POLYESTER IGNIFUGE
Product code	ZMP 7773 <i>Bale</i>
Sheen	<input checked="" type="checkbox"/>
Material use	Industrial finish
W.H.M.S. classification	Class B, Division 2 / Class D, Subdivision A, Division 2

SECTION II - HAZARDOUS INGREDIENTS

HAZARDOUS COMPONENT	# C.A.S.	ACGIH TLV/PPM	CONC. %	LEL	VAPOUR PRESSURE
Styrene	100-42-50	50	10-30	1.1	20
Methyl Isobutyl Ketone	108-10-1	50	1-5	1.4	16
Methyl Ethyl Ketone	78-93-3	200	1-5	1.8	70
Acetone	67-64-1	750	1-5	2.6	180

SECTION III - PHYSICAL DATA

Physical state	Gas ()	Odour & appearance	Petroleum Odour,
	Liquid (x)		
	Solid ()		
Vapour density	Heavier than air	Odour threshold	Not available
Evaporation rate	Slower than ether	Specific gravity	1.105
Boiling point (°C)		% volatile (by weight)	5%
Freezing point (°C)	Not available	pH	Not available
Coef Water / oil dist	Not available	Weight per gallon	11.05 lbs/gal.

Page 1 of 3

Figure A.3 : FS du ZMP 7773 (vernis).

MATERIAL SAFETY DATA SHEET

MANUFACTURER'S NAME : DURO-LAK INC.
 STREET ADDRESS: 3020 LE CORBUSIER
 CITY, STATE & ZIP CODE : LAVAL, QUEBEC, H7L 3W2
 COUNTRY: CANADA
 TELEPHONE NO.: (450) 687-4140
 EMERGENCY PHONE NO.: (613) 996-6666

DATE: June 19, 2008

SECTION I - MATERIAL IDENTIFICATION

Product name	POLYESTER PROMOTER <i>catalyst</i>
Product code	DUR 3498A
Sheen	
Material use	Industrial finish FAR 25.853 (A) (B)
W.H.M.I.S. classification	Class B, Division 2 / Class D, Subdivision A, Division 2

SECTION II - HAZARDOUS INGREDIENTS

HAZARDOUS COMPONENT	# C.A.S.	ACGIH TLV/PPM	CONC. %	LEL	VAPOUR PRESSURE
Styrene	100-42-5	50	60-100	1.1	4.9
Aliphatic Hydrocarbon	64742-47-8	100	1-5	1.1	9.8

SECTION III - PHYSICAL DATA

Physical state	Gas () Liquid (x) Solid ()	Odour & appearance	Petroleum Odour,
Vapour density	Heavier than air	Odour threshold	Not available
Evaporation rate	Slower than ether	Specific gravity	0.908
Boiling point (°C)		% volatile (by weight)	98%
Freezing point (°C)	Not available	pH	Not available
Coef Water / oil dist	Not available	Weight per gallon	9.08 lbs/gal.

Page 1 of 3

Figure A.4 : FS du DUR 3498A (vernis).

MATERIAL SAFETY DATA SHEET

MANUFACTURER'S NAME : DURO-LAK INC.
 STREET ADDRESS: 3020 LE CORBUSIER
 CITY, STATE & ZIP CODE : LAVAL, QUEBEC, H7L 3W2
 COUNTRY: CANADA
 TELEPHONE NO.: (450) 687-4140
 EMERGENCY PHONE NO.: (613) 996-6666

DATE: June 19, 2008

SECTION I - MATERIAL IDENTIFICATION

Product name	POLYESTER HARDNER
Product code	DUR 3499B
Sheen	
Material use	Industrial finish
W.H.M.S. classification	Class B-3, C, E, F

SECTION II - HAZARDOUS INGREDIENTS

HAZARDOUS COMPONENT	# C.A.S.	ACGIH TLV/PPM	CONC. %	LEL	VAPOUR PRESSURE
Methyl Ethyl Ketone Peroxide	1338-23-4	0.2	15-40		
Hydrogen Peroxide	7722-84-1	1	5-13		
Methyl Ethyl Ketone	78-93-3	200	1-5	1.8	70
2,2,4 Trimethylpentanediol 1,3 diisobutyrate	6846-50-0		60-70		

SECTION III - PHYSICAL DATA

Physical state	Gas () Liquid (x) Solid ()	Odour & appearance	Petroleum Odour.
Vapour density	Heavier than air	Odour threshold	Not available
Evaporation rate	Slower than ether	Specific gravity	1.084
Boiling point (°C)		% volatile (by weight)	Not established
Freezing point (°C)	Not available	pH	Not available
Coef Water / oil dist	Not available	Weight per gallon	10.84 lbs/gal.

Page 1 of 3

Figure A.5 : FS du DUR 3499B (verniss).

MATERIAL SAFETY DATA SHEET

MANUFACTURER'S NAME : DURO-LAK INC.
 STREET ADDRESS: 3020 LE CORBUSIER
 CITY, STATE & ZIP CODE : LAVAL, QUÉBEC, H7L 3W2
 COUNTRY: CANADA
 TELEPHONE NO: (450) 687-4140
 EMERGENCY PHONE NO: (613) 996-6666

DATE: August 30, 2006

SECTION I - MATERIAL IDENTIFICATION

Product name	REDUCER <i>solvent</i>
Product code	DS 61
Sheen	
Material use	Industrial finish
W.H.M.I.S. classification	Class B, Division 2 / Class D, Subdivision A, Division 2

SECTION II - HAZARDOUS INGREDIENTS

HAZARDOUS COMPONENT	# C.A.S.	ACGIH TLV/PPM	CONC. %	LEL	VAPOUR PRESSURE
Ethyl Acetate	141-78-6	400	60-100	2.5	86
V.O.C. U.S. gal.	6.27 lbs				
V.O.C. Cdn gal.	7.518 lbs				

SECTION III - PHYSICAL DATA

Physical state	Gas () Liquid (x) Solid ()	Odour & appearance	Petroleum Odour
Vapour density	Heavier than air	Odour threshold	Not available
Evaporation rate	Slower than ether	Specific gravity	0.901
Boiling point (°C)		% volatile (by weight)	100%
Freezing point (°C)	Not available	pH	Not available
Coef Water / oil dist	Not available	Weight per gallon	9.01 lbs/gal.

Page 1 of 3

Figure A.6 : FS du DS 61 (vernis).

MATERIAL SAFETY DATA SHEET

MANUFACTURER'S NAME : DURO-LAK INC.
STREET ADDRESS: 3020 LE CORBUSIER
CITY, STATE & ZIP CODE : LAVAL, QUEBEC, H7L 3W2
COUNTRY: CANADA
TELEPHONE NO: (450) 687-1140
EMERGENCY PHONE NO: (613) 996-6666

DATE: March 24, 2006

SECTION I - MATERIAL IDENTIFICATION

Product name	FLAME TREATMENT
Product code	MP 828
Sheen	
Material use	Industrial finish FAR 25.853 (A) (B)
W.H.M.I.S. classification	Class B, Division 2 / Class D, Subdivision A, Division 2

SECTION II - HAZARDOUS INGREDIENTS

HAZARDOUS COMPONENT	# C.A.S.	ACGIH TEV/PPM	CONC. %	LEL	VAPOUR PRESSURE
Organic Phosphoric Ester	756-79-6		60-100		
V.O.C. U.S. gal					
V.O.C. Cdn gal					

SECTION III - PHYSICAL DATA

Physical state	Gas () Liquid (x) Solid ()	Odour & appearance	liquid white, petroleum odour.
Vapour density	Not Available	Odour threshold	Not Available
Evaporation rate	Slower than ether	Specific gravity	1.174 (0.974 us)
Boiling point (°C)	Not Available	% volatile (by weight)	0%
Freezing point (°C)	Not available	pH	Not available
Coef Water / oil dist.	Not available	Weight per gallon	9.74 lbs./gal. US

SECTION IV - FIRE OR EXPLOSION HAZARD

Page 1 of 3

Figure A.7 : FS du MP 828 (ignifuge).