RAUL ESPINOZA HERRERA

PANNEAUX EN GYPSE ET PARTICULES DE BOIS RENFORCÉS AVEC DU CIMENT PORTLAND

Thèse de doctorat présentée à la Faculté des études supérieures de l'Université Laval dans le cadre du programme de doctorat en sciences du bois pour l'obtention du grade de Philosophiae Doctor (Ph.D.)

DÉPARTEMENT DES SCIENCES DU BOIS ET DE LA FORÊT FACULTÉ DE FORESTERIE ET DE GÉOMATIQUE UNIVERSITÉ LAVAL QUÉBEC

2009

© RAUL ESPINOZA HERRERA, 2009

Résumé

Dans le but de fabriquer des panneaux ignifugés en gypse et en particules de bois présentant une meilleure résistance à l'eau et de meilleures caractéristiques mécaniques, on a ajouté au gypse une proportion de 30 % de ciment Portland.

Pour définir le type d'espèce de bois à utiliser pour la fabrication des panneaux on a déterminé la compatibilité de quatre espèces du bois avec le gypse et le ciment. Dans ce but, on a utilisé la calorimétrie isotherme. Les espèces étudiées étaient, le pin gris (*Pinus banksiana*), le sapin baumier (*Abies balsamea*), le bouleau blanc (*Betula papyrifera*) et le peuplier faux-tremble (*Populus tremuloides*). Le pin gris, le bouleau blanc et le peuplier faux-tremble ont été les plus compatibles et aptes à la fabrication de panneaux bois-gypse ou bois-gypse-ciment. Le sapin baumier cause un retard de la prise des liants inorganiques mais un prétraitement à l'eau chaude permet son utilisation pour la fabrication de panneaux. On a décidé d'utiliser le pin gris dans la fabrication des panneaux à cause de sa bonne compatibilité tant avec le gypse qu'avec le ciment.

Les panneaux ont été fabriqués avec 53 % de liant inorganique, 22 % de particules de pin gris (0,5 - 2,6 mm à 10 % de teneur en humidité) et 25 % d'eau (basé sur la masse humide du panneau) et pressés à 5-7 MPa pendant 30 minutes à 60°C à une épaisseur de 11 mm. On a élaboré deux types de panneaux. Le premier a utilisé seulement le gypse comme liant et le deuxième un mélange de gypse et de ciment en proportion 70:30 de la masse sèche en poudre.

Les propriétés physiques et mécaniques des panneaux ont été testées selon la norme ASTM D 1037 en évaluant le gonflement en épaisseur, la dilatation linéaire, l'absorption d'eau, la masse volumique, la résistance à la flexion, la cohésion interne, la dureté et la résistance à l'arrachement des vis, en éprouvettes sèches et saturées par immersion dans l'eau. La conductivité thermique à été déterminée selon la norme ASTM C 518 et la détermination de la dégradation thermique a été faite par analyses thermogravimétrique (TGA). Les résultats ont été comparés avec un panneau en gypse commercial.

Si on les compare aux panneaux sans ciment et aux panneaux en gypse commercial « placoplâtres », les panneaux en gypse et particules de bois renforcés avec du ciment Portland possèdent une meilleure stabilité dimensionnelle, une plus faible absorption d'eau, un gonflement en épaisseur plus faible, une plus grande résistance à la flexion et à l'arrachement des vis, une meilleure cohésion interne et une plus grande dureté. On a pu remarquer qu'en conditions saturées suite à l'immersion dans l'eau pendant 24 heures, toutes les caractéristiques étaient améliorées par la présence du ciment Portland.

En conclusion, l'élaboration de panneaux en gypse et particules de bois renforcés avec du ciment Portland donne un bon produit résistant à l'humidité, avec de bonnes propriétés physico-mécaniques et une résistance à la dégradation thermique acceptable. Même si ces propriétés restent plus faibles que celles de panneaux bois-ciment, le coût est moindre et la période de prise de panneaux en gypse-ciment et particules de bois est plus courte, ce qui incite l'utilisation de cette alternative.

Abstract

In order to obtain boards resistant to fire with better mechanical characteristics and water resistance, panels from gypsum, wood particles and 30 % of Portland cement were made. The compatibility of four Canadian species with both gypsum and a gypsum-Portland cement mixture was evaluated by isothermal calorimetry in order to determine which species were the most suitable for the manufacturing of wood-gypsum or wood-gypsum-cement composite boards. The species studied were jack pine (*Pinus banksiana*), balsam fire (*Abies balsamea*), white birch (*Betula papyrifera*) and aspen (*Populus tremuloides*). Jack pine, white birch and aspen were found to be compatible and suitable for the manufacturing of boards, whereas balsam fir presented a delay in the time required to reach the maximum heat flux. However, hot water extraction of balsam fir wood particles allowed its incorporation in boards. On the basis of the good compatibility of jack pine with Portland cement and gypsum, this species was selected for boards manufacturing.

The boards were made from 53% inorganic material, 22 % jack pine particles (0,5-2,6 mm) at 10% moisture content (oven-dry basis) and 25 % liquid water (based on the humid mass of the components mixture). The mats were formed from the wet furnish and pressed at 60 °C under a pressure 5-7 MPa during 30 min to a thickness of 11 mm. Two types of boards were made. The first one contained jack pine particles plus gypsum as inorganic material. The second one was a mixture of gypsum and Portland cement in a proportion of 70:30 by dry mass of powder.

Physical and mechanical properties of boards such as thickness swelling, density, linear variation, static bending, hardness, resistance to screw withdrawal and internal bond strength were determined according to the ASTM D1037 standard by using specimens conditioned in a controlled room at 20 °C and 60 % RH and specimens submerged in water at 20°C for 24 hours. The thermal degradation of boards was determined by thermogravimetric analysis (TGA) whereas thermal conductivity was evaluated according to the ASTM C518 standard. Commercial gypsum board was used as a control for all the tests performed.

The use of Portland cement as a reinforcing material in gypsum-particle boards improves the physical and mechanical properties of the boards. The boards made with Portland cement, gypsum and wood particles had better dimensional stability, lower water absorption, lower thickness swelling, higher modulus of rupture, higher bond strength and higher hardness as compared with commercial gypsum board and gypsum particleboards. Additionally, it was possible to observe that the addition of Portland cement to the boards also improved the physical and mechanical properties of the boards after water immersion for 24 hours.

Overall, the results obtained demonstrate that gypsum-particleboards reinforced with Portland cement provide a moisture resistant product, with good physical and mechanical properties and with an acceptable resistance to thermal degradation. Although these properties are lower that those of cement-particleboards, the production cost of gypsumcement particleboard is lower and they have a faster hardening time thereby favoring the use of this alternative.

Avant-Propos

Ce document est présenté sous la forme d'une thèse de publications, il inclut trois articles scientifiques écrits en anglais et présentés respectivement aux chapitres 3,4, et 5. Ceux-ci s'intitulent:

- Compatibility of four eastern Canadian woods with gypsum and gypsum-cement binders by isothermal calorimetry.
- Thermal degradation and thermal conductivity of gypsum-cement particleboard.
- Physical and mechanical properties of gypsum particleboard reinforced with Portland cement.

L'article 1 (Chapitre 3) présente les résultats obtenus pour la détermination de la compatibilité entre le pin gris (*Pinus banksiana*), le sapin baumier (*Abies balsamea*), le bouleau blanc (*Betula papyrifera*) et le peuplier faux-tremble (*Populus tremuloides*) avec le gypse et le ciment, par calorimétrie isotherme. Il est maintenant publié dans la revue Maderas : Ciencia y tecnología 10(3) :275-288, 2008.

L'article 2 (Chapitre 4) présente les résultats de la détermination de la dégradation thermique et de la conductivité thermique des panneaux en gypse et particules de bois et des panneaux renforcés avec du ciment Portland en utilisant l'analyse thermogravimétrique (TGA). Il est publié dans la revue Wood and Fiber Science 41(1) :13-21, 2009.

L'article 3 (Chapitre 5) présente les résultats de la détermination des propriétés physicomécaniques des panneaux, en conditions sèches et en conditions saturées après immersion dans l'eau. Il est soumis pour publication dans la revue Holz als Roh und Werkstoff.

La thèse inclut aussi une note de recherche intitulée « Résistance à l'eau des panneaux composites en gypse et particules de bois renforcés avec du ciment Portland ». Cette note de recherche présente les résultats de la détermination de la perte de masse des panneaux

après une semaine d'immersion dans l'eau et la comparaison des différents panneaux en absorption d'eau, gonflement en épaisseur et dilatation linéaire. Cette note est présentée en complément de l'article 3.

Le premier auteur, Raul Espinoza Herrera, étudiant au doctorat, est l'auteur principal des articles étant responsable de la revue de littérature, de l'application de la méthodologie, de l'obtention des résultats, des analyses statistiques ainsi que de la rédaction des articles. Le professeur Alain Cloutier a été le directeur de la thèse et a été impliqué dans la planification du travail de recherche et dans la révision des articles.

Remerciements

C'est un plaisir de remercier tous ceux qui ont contribué à la réalisation de cette thèse. En premier lieu, je voudrais exprimer mes remerciements les plus sincères à mon directeur de thèse Alain Cloutier pour sa confiance, son soutien moral et financier et ses suggestions pertinentes qui m'ont énormément aidé à la réalisation de ce travail.

Je tiens à remercier l'apport des techniciens du Centre de Recherche sur le Bois (CRB). Serge Plamondon, Daniel Bourgault, Luc Germain, Sylvain Auger, Yves Bédard, David Lagueux, Éric Rousseau et Nicolas Renald. Je tiens à remercier également, Colette Bourcier et Guylaine Bélanger pour le volet administratif.

Je voulais aussi remercier le Conseil National de Science et Technologie du Mexique (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT, México) pour la bourse d'étude accordée pour la première partie de la réalisation du présent travail.

Je remercie également à l'industrie BPB Canada Inc. Montréal pour m'avoir fourni le gypse du présent travail, le Centre de Recherche Interuniversitaire sur le Béton (CRIB) de l'Université Laval pour avoir fourni le ciment Portland et à la Scierie Leduc, pour le bois fourni pour la présente étude.

Je remercie également Alejandro Silva Trigueros et Nicolas Mariotti pour la relecture et les éventuelles corrections de plusieurs parties de cette thèse.

J'ai une gratitude spéciale envers Martha E. Garcia Perez qui a toujours été présente dans la réalisation de cette thèse.

Je remercie également mes amis pour leur soutien durant mes études.

À ma famille, À mes amis, À Martha

Table des matières

Résumé	i
Abstract	. iii
Avant-Propos	v
Remerciements	vii
Table des matières	ix
Liste des tableaux	xii
Liste des figures	xiii
CHAPITRE 1. Introduction générale	l
CHAPITRE 2. Revue de la littérature	3
2.1 Panneaux composites	3
2.1.1 Matière première pour panneaux composites	3
2.1.2 L'utilisation des panneaux composites	4
2.1.3 Panneaux à base de bois et de matériau inorganique	5
2.1.3.1 Les panneaux bois-ciment	6
2.1.3.2 Les panneaux bois-magnésie	7
2.1.3.3 Les panneaux bois-gypse	7
2.1.4 Effet du bois sur la prise des matériaux inorganiques	.10
2.1.4.1 Solutions à l'incompatibilité	.13
2.1.4.2 Évaluation de la compatibilité bois - matériaux inorganiques	.15
2.1.5 Propriétés physiques et mécaniques	.19
2.2 La conductivité thermique	.21
2.2.1 La conductivité thermique du bois	.22
2.2.2 La conductivité thermique des panneaux	.23
2.3 La combustion du bois	.24
2.3.1 L'effet de la température dans la dégradation thermique du bois	.24
2.3.2 Propriétés physiques du bois qui affectent la combustion	.25
2.3.3 La résistance au feu	.25
2.3.3.1 La résistance au feu des panneaux	.26
2.3.4 L'analyse thermogravimétrique (TGA)	,27
2.4 Le gypse	.28
2.4.1 L'obtention de gypse hémihydraté	.29
2.4.2 Mélanges	.29
2.4.3 La prise du gypse	.30
2.4.3.1 Le temps de prise du gypse	.30
2.4.4 Applications du gypse	.31
2.5 Le ciment	.31
2.5.1 L'obtention du ciment Portland	.32
2.5.2 Hydratation du ciment	.32
2.5.2.1 La chaleur d'hydratation du ciment	.33
2.5.3 Resistance du ciment	.33
2.6 Objectifs et hypothèses de recherche	.33
2.6.1 Objectifs	.33

2.6.2 Hypothèses de recherche	34
CHAPITRE 3 Compatibility of four eastern canadian woods with gypsum and gyp	sum-
cement binders by isothermal calorimetry	35
3 1Résumé	35
3 2 Resumen	36
3 3 Abstract	37
3.4 Introduction	
3.5 Materials and methods	
2.5.1 Materials	40
2.5.2 Methods	40
2.5.2.1 Hot water extractive content	41
2.5.2.2 Wood granum coment mixtures	41
3.5.2.2 wood-gypsum-cement mixtures	41
2.6 Desults and discussion	41
2.6.1 Hat Water Estimating Contant	44
3.6.1 Hot water Extractive Content.	44
3.6.2 Hydration Curves and Compatibility Factor	44
3.6.2.1 Wood-Gypsum Mixture	45
3.6.2.2 Wood-Gypsum-Cement Mixture	49
3.6.2.3 Influence of inorganic binders on compatibility with wood	52
3.7 Conclusions.	53
CHAPITRE 4. Thermal degradation and thermal conductivity of gypsum-ce	ment
particleboard	55
4.1 Résumé	55
4.2 Resumen	56
4.3 Abstract	56
4.4 Introduction	57
4.5 Materials and methods	59
4.5.1 Material	59
4.5.2 Boards manufacturing	60
4.5.3 Thermal degradation by TGA	60
4.5.4 Thermal conductivity determination	61
4.6 Results and discussion	62
4.6.1 Thermal degradation by thermogravimetry	62
4.6.1.1 Pure gypsum	62
4.6.1.2 Pure Portland cement	64
4.6.1.3 Gypsum-cement	64
4.6.1.4 Jack pine wood particles	64
4.6.1.5 Gypsum board core	67
5.6.1.6 Gypsum particleboard	67
4.6.1.7 Gypsum-cement particleboard	68
4.6.1.8 Global comparison of samples thermal behavior in nitrogen and air	68
4.6.2 Thermal conductivity	70
4.7 Conclusions	71
CHAPITRE 5. Physical and mechanical properties of gypsum particleboard reinforced	with
Portland cement	73
5.1 Résumé	73

Х

5.2 Resumen	.74
5.3 Abstract	.75
5.4 Introduction	.76
5.5 Materials and Methods	.78
5.5.1 Materials	.78
5.5.2 Methods	.78
5.5.2.1 Boards manufacturing	.78
5.5.2.2 Determination of physical properties	.79
5.5.2.3 Determination of mechanical properties	.80
5.6 Results and discussion	.82
5.6.1 Water absorption (WA) and moisture content (MC)	.82
5.6.2 Thickness swelling (TS)	.85
5.6.3 Linear variation (LV)	.85
5.6.4 Apparent density	.86
5.6.5 Static bending	.87
5.6.6 Janka hardness	.89
5.6.7 Screw withdrawal (SW)	.89
5.6.8 Internal bond strength (IB)	.89
5.7 Conclusions	.90
CHAPITRE 6. Résistance à l'eau des panneaux composites en gypse et particules de b	ois
renforcés avec du ciment Portland	.91
6.1 Résumé	.91
6.2 Abstract	.91
6.2 Resumen	.92
6.4 Introduction	.93
6.5 Matériel et méthodes	.93
6.6 Résultats et discussion	.94
6.6.1 Absorption d'eau	.94
6.6.2 Gonflement en épaisseur	.95
6.6.3 Dilatation linéaire	.95
6.6.4 Perte de masse	.97
6.7 Conclusions	.98
CHAPITRE 7. Conclusion générale	.99
Bibliographie1	02
Annexe A : Matériel et méthodes (complément)1	13
A1 : Tests préliminaires1	13
A2 Compatibilité du bois avec le gypse et le mélange gypse-ciment1	14
A2.1 Extraction de substances solubles à l'eau chaude1	14
A2.2 Les tests d'hydratation1	15
A3 Fabrication de panneaux1	17
A4 Analyses thermogravimétriques1	18
A5 Essais de conductivité thermique (ASTM C518)1	19
A6 Propriétés physiques1	20
A7 Tests Mécaniques (ASTM D1037)1	20
Annexe B. Résultats de compatibilité du bois exprimés par masse de gypse ou masse	de
gypse-ciment	24

xi

Liste des tableaux

Tableau 2.1 Composition du ciment Portland. (Moslemi, 1988)
Table 3.1 Chemical composition and hydration products of the type 10 Portland cement
used in this study
Table 3.2 Dry components of the mixtures used in the hydration tests. 42
Table 3.3 Hot-water extractive content for the species studied. 44
Table 3.4 Maximum heat flux and time to reach MHF of the wood-gypsum mixtures.
Table 3.5 Energy of hydration and wood species classification based on the compatibility
factor
Table 3.6 Maximum heat flux and time to reach MHF of the wood-gypsum-cement mixtures studied
Table 3.7 Wood species classification based on the compatibility factor F _c
Table 4.1 Chemical composition of type 10 Portland cement used in the current study59
Table 4.2 Average mass loss of boards and its constituents at different temperatures in
nitrogen and air
Table 4.3 Values of average thermal conductivity, heat flux per unit area, density and
moisture content of boards at the moment of the tests
Table 5.1 Chemical composition of type 10 Portland cement. 78
Table 5.2 Physical properties of the boards after 2 and 24h water soaking
Table 5.3 Mechanical properties of the boards. 84
Tableau 6.1 Composition minéralogique du ciment Portland de type 1093
Tableau 6.2 Résultats de l'immersion des panneaux dans l'eau pendant 2 et 24 heures95
Tableau A1 Masses volumiques des mélanges inorganiques et des panneaux préliminaires 113
Tableau A2 Densité basale des espèces utilisées pour les tests de compatibilité114
Tableau A3 Matériaux analysés par TGA 118
Tableau B1 Énergie d'hydratation et classification du bois en accord au facteur de
compatibilité avec le gypse et le mélange gypse-ciment124

Liste des figures

Figure 2.1 Courbes typiques de l'hydratation du ciment pur et mélangé avec le bois. 16 Figure 3.1 Typical hydration curve as obtained by differential scanning calorimetry.43 Figure 4.1 Thermal degradation of Portland cement, gypsum and gypsum-cement mixture Figure 5.1 Specimen of 50 x 50 mm used for the determination of thickness swelling, linear variation and water absorption. Specimen centre (c), width (a), length (b).80 Figure 5.2 Reduction ratio (%) in water absorption, thickness swelling and linear variation of gypsum-cement particleboards compared to gypsum particleboards after 2 and 24h Figure 5.3 Increase ratios (%) for static bending modulus of rupture (MOR), internal bond strength (IB) Janka hardness and screw withdrawal (SW) after Portland cement Figure 6.1 Absorption d'eau des panneaux après immersion dans l'eau pendant 2 et 24h. 96 Figure 6.2 Gonflement en épaisseur des panneaux après immersion pendant 2 et 24h......96 Figure 6.3 Dilatation linéaire des panneaux après immersion dans l'eau pendant 2 et 24h. Figure A1 Pourcentage de ciment en fonction de masse volumique du mélange gypse-Figure A3 Équipement pour la détermination des substances solubles à l'eau chaude....115 Figure A5 Creusets en or utilisés pour les tests d'hydratation......116 **Figure A6** Courbe typique d'hydratation du gypse ou gypse-ciment......116 Figure A9 Tests de conductivité thermique.....119 **Figure B1** Courbes du flux de chaleur d'hydratation du gypse et mélanges gypse-bois...125 Figure B2 Courbes du flux de chaleur d'hydratation du gypse et mélanges gypse-bois extrait (Courbes exprimés en mW/mg de gypse).....125 Figure B3 Courbes du flux de chaleur d'hydratation du gypse-ciment et des mélanges gypse-ciment-bois (Courbes exprimés en mW/mg de gypse-ciment)......126 Figure B4 Courbes du flux de chaleur d'hydratation du gypse-ciment et des mélanges gypse-ciment-bois extrait (Courbes exprimés en mW/mg de gypse-ciment)......126

CHAPITRE 1. Introduction générale

L'industrie de la transformation du bois engendre une grande quantité de résidus lignocellulosiques dont une proportion est utilisée pour la fabrication de panneaux agglomérés de particules et de panneaux de fibres avec résines synthétiques pour l'industrie du meuble. Même s'il y a une grande demande de panneaux dans l'industrie de la construction pour le recouvrement des murs, ils n'ont pas de bonnes caractéristiques pour cette application, car ils sont inflammables, peuvent être détruits progressivement sous l'action des champignons de pourriture et des insectes quand les conditions sont propices à leur développement. Les résines et colles utilisées pour leur fabrication sont fabriquées à partir de dérivés du pétrole et du gaz naturel et elles contiennent du formaldéhyde, substance toxique et nocive pour l'environnement.

Pour contrecarrer ces désavantages, de nouveaux panneaux en particules de bois ont été introduits sur le marché. Ces panneaux utilisent un liant de type minéral, principalement le ciment, la magnésie, et le gypse. Le ciment donne des produits de haute masse volumique et résistants à l'humidité. Malheureusement, il a besoin d'une longue période de durcissement et coûte relativement cher. De plus de grandes quantités de ciment sont nécessaires pour l'élaboration des panneaux, ce qui provoque un surcoût de production. La magnésie donne des panneaux avec de bonnes propriétés mécaniques mais elle ne résiste pas à l'humidité et coûte chère. Le gypse en comparaison avec le ciment ou la magnésie, coûte moins cher, il a une courte période de prise, mais il donne des produits qui ne résistent pas à l'humidité.

Le gypse et le ciment sont deux substances inorganiques qui durcissent suite à une réaction chimique avec l'eau. Ils n'ont pas été mélangés jusqu'à aujourd'hui pour la fabrication de panneaux. Le développement d'un panneau à base de gypse, ciment et particules de bois pourrait donner un produit de plus grande résistance mécanique, de meilleure résistance à l'humidité, avec une résistance au feu acceptable. Cependant, la proportion de ciment ne doit pas être trop grande pour éviter un surcoût de production. Ainsi, le projet a pour but de

développer des panneaux composites qui combinent les bonnes caractéristiques de leurs composantes : gypse, ciment et particules de bois. Toutefois, avant l'élaboration de panneaux, on doit penser à la compatibilité de l'espèce utilisée avec le gypse et le ciment. En effet, un problème qui limite la fabrication de panneaux bois-inorganiques est le faible niveau de compatibilité du bois avec le matériau inorganique. Quelques espèces peuvent donner d'excellents panneaux avec les matériaux inorganiques. Par contre, il y a des espèces qui ne peuvent pas être utilisées d'une manière satisfaisante (Hofstrand et al. 1984 ; Moslemi et Lim 1984).

La principale utilisation du panneau en gypse-ciment et particules de bois (PGCB) pourrait être le recouvrement des murs. C'est pourquoi, toutes les évaluations du panneau doivent être en fonction de cette application. Pour cela, on doit caractériser leurs propriétés physiques, mécaniques, ainsi que leurs caractéristiques contre la dégradation thermique.

CHAPITRE 2. Revue de la littérature

2.1 Panneaux composites

La fabrication des panneaux a beaucoup changé depuis 1950. De nouveaux types de particules, d'adhésifs, de procédés et d'équipements sont apparus donnant de nouveaux types de panneaux qui sont appelés « composites » (Maloney 1991). Dans un sens, les composites sont la combinaison de deux matériaux ou plus qui doivent avoir la propriété de pouvoir adhérer ensemble. Ainsi, la colle ou résine est une partie importante qui a une grande influence sur la fabrication. L'objectif de la fabrication du composite est de faire un produit avec la combinaison des bonnes caractéristiques de chaque composante (Maloney 1991; English et al. 1994).

2.1.1 Matière première pour panneaux composites

Le succès de la fabrication des composites dépend de la disponibilité d'une matière première constante et relativement uniforme. Les sources d'approvisionnement doivent être proches, disponibles à court et long terme et à bon prix (Falk 1994). La ressource forestière de grande qualité diminue chaque jour sur toute la planète. Cependant, aujourd'hui la technologie de fabrication de composites permet d'utiliser du bois de moindre qualité (Maloney 1991).

Tous les matériaux lignocellulosiques sont utilisables pour la fabrication des panneaux composites. Toutefois, les produits obtenus de chacun d'eux peuvent être différents entre eux. Ces différences peuvent être significatives ou non, dépendant des caractéristiques physiques, chimiques et anatomiques du matériel.

Les panneaux composites peuvent utiliser une matière première de faible valeur commerciale comme les résidus de transformation du bois. On peut utiliser n'importe quel

type de bois (à l'exception du bois incluant de la pourriture) pour l'élaboration de panneaux, mais sans oublier l'influence des caractéristiques physiques, chimiques et anatomiques du bois, sur les propriétés du produit. Par exemple, quand la masse volumique du bois augmente, la résistance du panneau diminue, de manière qu'on doit augmenter la masse volumique du panneau pour éviter la baisse de résistance. Les conifères et les feuillus de masse volumique intermédiaire sont préférés (400 – 600 kg/m³). Du point de vue chimique, les extractibles du bois comme les tannins, gras, cires, huiles et autres en plus d'être responsables du pH, peuvent affecter négativement l'adhésion de la résine, donnant des résistances mécaniques faibles. Par exemple, les feuilles et l'écorce ne sont pas beaucoup utilisés dans la fabrication de panneaux à cause de leur teneur en extractibles élevée (Moslemi 1974 ; Kollmann et al. 1975). L'utilisation des matériaux inorganiques comme les panneaux acoustiques, les panneaux isolants thermiques et les blocs de construction de faible masse volumique (Falk 1994).

2.1.2 L'utilisation des panneaux composites

Une des principales utilisations des panneaux composites est l'industrie de la construction, c'est pourquoi ils doivent avoir les caractéristiques suivantes:

- Liant résistant à l'humidité
- Excellentes propriétés physiques et mécaniques
- Résistance aux champignons de pourriture et aux insectes xylophages
- Résistance au feu.

Pour l'acceptation rapide des panneaux composites dans le marché de la construction, on doit faire des produits qui soient adaptables aux pratiques de construction d'aujourd'hui. Le produit doit montrer un avantage sur les produits déjà existants. Il doit être de meilleure qualité, à un prix moindre, ou être plus économique à l'installation (Falk 1994).

2.1.3 Panneaux à base de bois et de matériau inorganique

Les composites de bois collés avec des substances minérales sont des produits dont 10 à 70% du poids est constitué de particules ou fibres du bois et de 30 à 90% du poids de liant minéral. Les propriétés des composites sont influencées significativement par le type de liant inorganique, la quantité de matériau en bois et par la masse volumique du panneau. Les matériaux inorganiques utilisés sont le ciment Portland, la magnésie et le gypse (Simatupang 1989). Les composites bois-inorganiques donnent des avantages uniques sur les matériaux en bois pour la construction, combinant les bonnes caractéristiques du bois et du matériel inorganique, donnant des produits résistants au feu, aux champignons de pourriture et aux insectes.

Le temps de durcissement de la plupart des liants inorganiques est long en comparaison avec les résines synthétiques utilisées habituellement pour la fabrication de panneaux de particules ou de fibres. Le ciment Portland a besoin d'approximativement 8 à 24 heures, la magnésie de 4 à 6 heures et le gypse de 15 à 30 minutes à température ambiante.

Une caractéristique typique des composites avec substances inorganiques est la proportion élevée du ciment (1 :10) en relation au bois, bien que les composites bois-polymère ont une proportion de 0,08 -0,12. Malgré que les liants inorganiques ne soient pas chers, à cause des grandes quantités nécessaires, les coûts de fabrication des panneaux peuvent être élevés (Simatupang 1989).

Le volume de fabrication des panneaux composites bois-matériaux inorganiques est faible en comparaison avec les autres panneaux à base de bois avec liant synthétique. Cependant, la fabrication de panneaux composites avec bois et matériaux inorganiques a débuté en 1900 avec l'élaboration du panneau bois-magnésite, suivie de la fabrication du panneau bois-ciment en 1927 et finalement en 1982 avec la fabrication des panneaux gypseparticules de bois (Moslemi 1988).

2.1.3.1 Les panneaux bois-ciment

Le ciment Portland est utilisé comme liant des particules du bois principalement appelées « excelsior » ou laine de bois, lesquelles sont longues (plus de 250 mm) et fibreuses. Les espèces de bois de masse volumique moyenne ou faible sont réduites à la forme de laine de bois et sont mélangées avec le ciment. On forme l'ébauche et ensuite, on fait le pressage à une masse volumique de 480 à 640 kg/m³. D'autres matériaux lignocellulosiques peuvent aussi être utilisés dans la fabrication de panneaux avec le ciment, comme la bagasse.

L'usinage des panneaux de particules ou fibres liées avec le ciment est si bon qu'on peut le travailler comme les panneaux conventionnels à base du bois. Ils ont une bonne acceptation commerciale et une croissance rapide dans les marchés d'Europe et d'Amérique du Nord. Aujourd'hui, ces panneaux sont utilisés dans l'industrie de la construction principalement pour les maisons préfabriquées à cause de leurs bonnes propriétés d'isolation acoustique, de leur faible conductivité thermique, de leur résistance au feu, de la résistance à l'humidité, de la résistance à la pourriture et aux insectes (Tsoumis 1991; English et al. 1994; Falk 1994; Kurpiel 1998).

Le problème du bois traité avec des substances comme les sels CCA (chrome, cuivre et arsenic) mis hors de service augmente chaque jour. On estime qu'au Canada, 2 millions de m³ de bois traité sera mis hors service chaque année d'ici 2020. Une option d'utilisation pour ce type du bois est la fabrication des panneaux avec substances inorganiques car la compatibilité entre le bois traité avec ces types de sels et le ciment est meilleure qu'avec du bois non traité, ce qui augmente favorablement les propriétés de résistance mécanique, de résistance à l'eau et de stabilité dimensionnelle. Mais, le plus important, c'est que le ciment stabilise le cuivre et l'arsenic évitant ainsi le lessivage (Huang et Cooper 2000). La théorie renforcée par Wolfe et Gjinolli (1999) qui ont élaboré et évalué des panneaux composites à base de particules de bois avec sels de chrome, cuivre et arsenic (CCA) provenant de déchets de la construction montrent que ces sels n'ont pas affecté négativement la prise du ciment et les propriétés du panneau. Au contraire, Shukla (1979) rapporte que quelques composantes des CCA peuvent inhiber la prise du ciment. Par conséquent, le bois traité

n'est pas utilisable pour la fabrication de panneaux bois-ciment.

2.1.3.2 Les panneaux bois-magnésie

L'agent d'adhésion est le sel basique de chlorure de magnésium, le sulfate, nitrate ou phosphate. La magnésie est dure et forte, mais n'est pas résistante aux intempéries. On prépare le mélange de carbonate de magnésie calciné et l'oxyde de magnésium avec une solution concentrée (12-25%) de chlorure de magnésium (MgCl₂) ou sulfate de magnésium (MgSO₄). À cause du durcissement rapide de l'oxysulfate de magnésium à haute température, même s'il y a une grande quantité d'extractibles du bois, les panneaux avec magnésie peuvent être fabriqués en continu. Ces composites sont fabriqués en Finlande dans une usine de panneaux de particules légèrement modifiée. Ils sont pour la plupart recouverts d'une couche de placage et utilisés comme plafond des habitations ou comme parois de faible inflammabilité des théâtres et des hôtels (Kollmann et al. 1975; Simatupang 1989).

2.1.3.3 Les panneaux bois-gypse

Le panneau en gypse et particules ou fibres de bois est un produit de création récent, fabriqué par un procédé économique où le gypse joue le rôle de liant des particules ou fibres. Les panneaux bois-gypse sont fabriqués par différents procédés, les principaux sont le procédé humide et le procédé semi-sec. La plupart de la production de panneaux bois-gypse est faite avec le procédé humide, cependant les vieilles technologies du procédé humide sont petit à petit remplacées par la technologie du procédé semi-sec de plus petite consommation d'eau et de coûts d'opération moindres (Kraemer et Lempter 1990).

Le procédé semi-sec

En Europe il y a deux usines de fabrication de panneaux gypse-particules de bois (Finlande et Norvège). Les deux utilisent le procédé semi-sec développé par Kossatz, avec presse conçue et construite par Bison-Werke en Allemagne. En contraste avec le procédé humide, le procédé semi-sec utilise une quantité d'eau relativement faible. En conséquence, le

procédé semi-sec a besoin de moins de temps pour le séchage dû à une réduction de la quantité d'eau.

Les propriétés du panneau gypse-particules produit par le procédé semi-sec sont similaires ou meilleures que les propriétés des placoplâtres, ou gypse-fibres. Par ailleurs, la dilatation linéaire de ces produits gypse-particules est plus petite que celle des panneaux de résines synthétiques.

Dans le procédé conventionnel de fabrication de placoplâtres, la pâte de gypse est utilisée à l'état liquide avec de grandes quantités d'eau. Le ratio eau/gypse va de 0,7 à 0,9 (masse/masse), bien qu'un ratio eau/gypse de 0,15 à 0,19 (masse/masse) soit suffisant pour obtenir une réaction complète de l'hydratation du gypse. L'excès d'eau doit s'éliminer mécaniquement ou lors du séchage.

La fabrication de panneaux gypse-particules par le procédé semi-sec est similaire au procédé de fabrication des panneaux agglomérés avec résines synthétiques. Dans ce procédé, les particules fournissent la quantité d'eau suffisante pour l'hydratation du gypse. La teneur en humidité des particules est de 50 à 70%. Le séchage des particules est fait avec un simple tube séchoir. Dans le procédé semi-sec, la quantité d'eau est de 30% du poids total de l'ébauche, ce qui signifie 30% moins d'eau en comparaison avec le procédé humide. On économise en coûts de production car le séchage des particules n'est pas nécessaire. On peut utiliser différents types de particules, différentes espèces du bois, de conifères de faible masse volumique jusqu'aux feuillus de haute masse volumique (Frick 1988 ; Schwarz 1988 ; Lempfer et al. 1990).

Dans la fabrication de panneaux de fibres agglomérées avec le gypse par le procédé semisec, les usines sont conçues pour l'élaboration de panneaux à trois couches. La couche du centre consiste en un mélange gypse-fibres mélangées avec perlite expansée pour réduire le poids du panneau. La première usine européenne à utiliser le procédé semi-sec pour la fabrication de panneaux gypse/fibres a été une usine hollandaise qui a débuté ses opérations en 1988. Dans les années 1990 il y avait 13 usines en opération dans le monde (Kraemer et Lempter 1990).

Un autre procédé différent du Kossatz/Bison mentionné un peu plus tôt, est le système «würtex» que Miller (1988) a décrit comme un procédé semi-sec pour la fabrication des panneaux gypse-fibres de plusieurs couches avec une composition typique de 85% de gypse, 13% de papier recyclé et 2% de matériaux de finition. La pression utilisée est de 1 à 2 MPa sans chauffage dans la presse car la prise du gypse est une réaction exothermique pour une période de 20 minutes de durcissement.

Au niveau expérimental, Hidalgo et Molina (1991) ont utilisé le procédé semi-sec pour élaborer un panneau en gypse et particules de pin avec 2,5 MPa de pression à une masse volumique finale de 900 kg/m³.

Le procédé humide

Dans le procédé humide, le matériau inorganique sec est additionné aux fibres sèches. On mélange les matériaux, on ajoute l'eau, donnant une ébauche humide, laquelle est pressée à l'aide de rouleaux compresseurs continus. Initialement, la quantité d'eau dans l'ébauche pressée est de 70%. Dû à cette grande teneur en humidité, une grande quantité d'énergie est nécessaire lors du séchage. Cependant, après plusieurs recherches sur ce problème, le niveau d'humidité a été réduit progressivement jusqu'à 50% (Kraemer et Lempter 1990).

L'intérêt croissant pour la fabrication des panneaux bois-liants inorganiques engendre la création de nouveaux équipements pour leur élaboration. Ainsi une nouvelle machine pour la fabrication de panneaux de fibres gypse ou ciment, similaire aux machines à papier avec un procédé humide, donnant des panneaux de 650 mm de large, d'une masse volumique de 1300 kg/m³ et de 1,5 mm d'épaisseur à une vitesse de 3,3 m/min a été développée. Utilisant 90% de matériel inorganique (gypse ou ciment), 10% de fibres du papier recyclé et 300% d'eau relatif au matériel solide duquel 30% est de l'eau résiduelle (Bahner et Kirsten 1988).

Récemment, de nouvelles usines ont été installées en Amérique du Nord. Ainsi, une nouvelle usine en Nouvelle-Écosse au Canada a débuté ses opérations en 1991, fabricant des panneaux de trois couches en gypse, perlite et 7% de fibres de papier recyclé. Ces panneaux gypse-fibres sont formés en continu par des rouleaux compresseurs. La pression est appliquée sur 33 m de long pendant 3 minutes. Les produits ont une masse volumique de 880 à 960 kg/m³, une résistance minimale à la flexion de 6 MPa dans toutes les directions (Natus 1990). En Ohio aux E.U. une autre usine a débuté ses opérations en 1999 avec un nouveau procédé humide semi-continu pour l'élaboration des panneaux en gypse, fibres et eau avec une ligne rapide produisant des panneaux qui ont une masse volumique de 320 à 1200 kg/m³ à des épaisseurs de 6 à 31 mm (Miller et Lynn 1998).

Le procédé humide peut être aussi utilisé pour fabriquer des panneaux en gypse et en particules où le gypse, les particules et les retardateurs sont mélangés pour la formation de l'ébauche, laquelle est pressée pendant 60 minutes par des rouleaux compresseurs (Konkola 1988).

Les panneaux de fibres liés avec le gypse sont utilisés comme substituts au placoplâtre pour le recouvrement des murs, avec de bonnes propriétés à la fixation des clous et des vis, une bonne résistance au feu, une isolation du son, une meilleure résistance aux impacts et une bonne facilité d'installation (Falk 1994). Par ailleurs, l'usinage des panneaux gypse-particules est similaire aux panneaux conventionnels en bois. Les techniques conventionnelles de fixation avec clous et vis peuvent être utilisées pour leur installation. De plus, les panneaux gypse-bois ont une bonne surface pour l'utilisation de placages de bois, papiers décoratifs, plastiques et autres (Lempfer et al. 1990).

2.1.4 Effet du bois sur la prise des matériaux inorganiques

Toutes les espèces ne réagissent pas favorablement aux matériaux inorganiques. Un problème qui limite la fabrication de panneaux bois- liants inorganiques est le faible niveau de compatibilité du bois avec le matériau inorganique. Quelques espèces de bois peuvent

donner d'excellents panneaux avec les matériaux inorganiques. Par ailleurs, il y a des espèces qui ne peuvent pas être utilisées de manière satisfaisante (Hofstrand et al. 1984; Moslemi et Lim 1984).

Les sucres solubles dans l'eau, glucosides, composantes phénoliques, tanins et produits extractibles du bois inhibent l'hydratation du ciment, prolongeant la période de prise, diminuant la quantité et la taille des cristaux essentiels pour la résistance des matériaux inorganiques, c'est-à-dire, qu'ils ont un effet négatif sur la compatibilité entre le bois et le matériau inorganique. Plus la quantité d'extractibles est grande, plus l'incompatibilité du bois avec les matériaux inorganiques est grande. Généralement, les espèces avec une quantité égale ou supérieure à 7% d'extractibles solubles dans l'eau sont considérées comme des espèces incompatibles (Sandermann et al. 1960; Hofstrand et al. 1984; Moslemi et Lim 1984; Simatupang et al. 1988; Hachmi et Moslemi 1989; Hachmi et Moslemi 1990; Semple et al. 1999).

Les matériaux solubles dans l'eau du bois ont un grand pouvoir inhibiteur sur le ciment. Cependant, la relation entre la quantité d'extractibles solubles dans l'eau et la compatibilité bois/ciment n'est pas claire. Hachmi et Moslemi (1989) ont établi une corrélation entre la quantité d'extractibles des différentes espèces et leur compatibilité. Ils ont trouvé quelques espèces incompatibles avec une faible quantité d'extractibles et d'autres compatibles même si elles ont une grande quantité d'extractibles. Ainsi, différentes espèces peuvent avoir une même compatibilité, même si elles ont différentes quantités d'extractibles. De plus, différentes espèces avec la même quantité d'extractibles peuvent avoir différents niveaux de compatibilité. Cela montre que la composition chimique des extractibles joue un rôle important dans la compatibilité entre le bois et le ciment. La compatibilité pourrait dépendre du type d'extractible.

Généralement, les conifères sont plus compatibles avec les matériaux inorganiques que les feuillus. Cet effet est associé en partie à la quantité plus grande d'hémicelluloses chez les feuillus (environ 34% chez les feuillus et 28% chez les conifères), mais principalement à la quantité et à la nature chimique des extractibles du bois qui varient en fonction de l'espèce

(Fengel et Wegener 1983; Moslemi et Lim 1984; Miller et Moslemi 1991; Defo et al. 2001).

Communément, le duramen est moins compatible que l'aubier avec les matériaux inorganiques à cause des types et des quantités plus grandes de produits extractibles dans le duramen (Miller et Moslemi 1991). Cependant, Semple et al. (1999) ont trouvé que chez certaines espèces, l'aubier peut être moins compatible, car le lessivage des extractibles est plus difficile chez le duramen en environnement aqueux que chez l'aubier parce que le duramen est moins perméable que l'aubier. En plus, on peut trouver une grande quantité de glucides solubles à l'intérieur et à la surface des particules d'aubier, ce qui peut réduire la compatibilité avec le ciment.

L'incompatibilité entre le ciment et le bois peut être le résultat de plusieurs facteurs, incluant le type de ciment, la localisation géographique des espèces (type de sol, climat), la forme des particules de bois, le pH et autres (Hofstrand et al 1984 ; Hachmi et Moslemi 1990 ; Hachmi et al. 1990 ; Semple et al. 1999). Ainsi, le vieux bois est plus compatible que le bois récemment scié, selon Simatupang et al. (1988). Semple et al. (1999) ont trouvé que la farine de bois est moins compatible que la laine de bois, chose qui peut être attribuée au lessivage plus facile des extractibles sous la forme de farine que chez la laine de bois. Hachmi et Moslemi (1990) ont classifié comme espèces incompatibles celles qui ont une quantité égale ou supérieure à 7% d'extractibles solubles dans l'eau et une valeur de ratio de la capacité tampon acide – base (ABR) (ABR = capacité tampon acide / capacité tampon base) en dessous de 2,5 sont considérés comme espèces incompatibles avec le ciment.

Le pH du bois a aussi un effet sur la compatibilité entre le bois et le ciment. Selon Hachmi et Moslemi (1990), les espèces ayant un pH plus haut que 4,9 sont considérées comme incompatibles avec le ciment et compatibles si le pH est inférieur à 3,9. Les extractibles acides avec un pH faible inhibent beaucoup moins la cristallisation du ciment que les extractibles alcalins avec un pH élevé. Cependant, les bois acides pourraient diminuer le pH du mélange ciment/eau causant un résultat défavorable à la prise du ciment.

L'écorce a aussi été étudiée sur sa compatibilité avec le ciment. Defo et al. (2001) ont trouvé que l'écorce de l'épinette noire est beaucoup moins compatible avec le ciment que le bois et elle s'est avérée inapte à la fabrication des panneaux bois-ciment.

Par ailleurs, Simatupang et al. (1988) et Simatupang et al. (1990) ont mentionné que les extractibles du bois solubles dans l'eau principalement les tannins hydrolysables, les acides aminés libres, les gras solubles et les composantes phénoliques peuvent retarder l'hydratation du gypse hemihydraté et altérer la structure et la taille des cristaux du gypse en réduisant la liaison entre le gypse et le bois.

2.1.4.1 Solutions à l'incompatibilité

Pour éviter l'incompatibilité des bois avec le ciment, plusieurs méthodes ont été utilisées: l'extraction avec de l'eau, le stockage prolongé, le séchage des particules au séchoir et l'utilisation de produits chimiques.

Plusieurs recherches ont déterminé que l'élimination des extractibles du bois entraîne une compatibilité avec le ciment. Ainsi, les espèces incompatibles peuvent devenir des espèces compatibles si elles suivent des traitements comme l'extraction à l'eau chaude ou l'extraction avec des solutions diluées dans l'hydroxyde de sodium.

Moslemi et Lim (1984) ont procédé à l'extraction des composantes solubles du bois avec de l'eau chaude pour réduire le temps nécessaire pour arriver à la température maximale d'hydratation et améliorer ainsi la compatibilité. Cependant, quelques espèces ont présenté des températures inférieures à 50°C après l'extraction. Il est important de dire que les mélanges ciment-bois avec des particules traitées ou non donnent des températures inférieures au ciment pur.

Dans le but d'augmenter la compatibilité du bois, Alberto et al. (2000) ont utilisé trois traitements et ont montré que le traitement d'extraction à l'eau chaude (80°C) a été meilleur que le traitement d'extraction à l'eau froide (20°C). L'extraction avec NaOH (10g/l) a été le traitement donnant de meilleurs résultats. Des résultats similaires ont été obtenus par

Moslemi et Lim (1984) qui ont utilisé les mêmes traitements d'extraction pour augmenter la compatibilité du bois avec le ciment. Cependant, quelques espèces restent incompatibles avec le ciment même si on fait une extraction des extractibles.

Les additifs et les accélérateurs sont souvent utilisés dans la fabrication de panneaux composites bois/ciment pour réduire le temps de prise du ciment et améliorer la compatibilité des composantes. Les chlorures sont les accélérateurs les plus efficaces et peuvent compenser l'effet négatif du bois sur l'hydratation du ciment, principalement le chlorure de calcium (CaCl₂). Le degré d'hydratation augmente quand la quantité d'accélérateur augmente. Les additifs comme le sulfate d'aluminium (Al₂ (SO₄)₃) et le silicate de sodium (Na₂ SiO₃) sont aussi utilisés pour la fabrication des panneaux composites de ciment Portland et bois. Cependant, l'effet des additifs chimiques n'est pas du tout clair jusqu'à maintenant (Weatherwax et Tarkow 1964 ; Moslemi et al. 1983 ; Moslemi et Lim 1984; Solorzano1988 ; Sauvat et al. 1999).

Selon les études de Sauvat et al. (1999) l'enthalpie de l'hydratation du mélange bois-ciment augmente de 22% avec l'addition du chlorure de calcium (CaCl₂). L'incorporation du charbon actif utilisé comme unique additif n'augmente pas l'enthalpie. Cependant, la combinaison de ces deux composantes à une proportion de 4% de CaCl₂ et 4% de charbon actif, l'enthalpie de l'hydratation augmente jusqu'à 52% et accélère l'initiation de la prise du ciment.

Moslemi et al. (1983) après avoir fait un traitement avec de l'eau chaude et du NaOH pour déplacer les produits extractibles et les sucres des bois de pin et de mélèze ont amélioré la compatibilité entre les espèces et le ciment. Cependant, selon les mêmes auteurs le chlorure de calcium $CaCl_2$ donne de meilleurs résultats que le NaOH, le MgCl₂ et le Ca(OH)₂ comme additif dans l'hydratation du ciment.

Lee et Short (1989) ont obtenu des résultats similaires à ceux de Moslemi et al. (1983) quant à l'utilisation de l'eau, du chlorure de calcium (CaCl₂), du silicate de sodium (Na₂SiO₃) et de l'hydroxyde de sodium (NaOH) pour éviter l'incompatibilité avec l'hydratation du ciment lors de l'élaboration des panneaux bois-ciment. Le chlorure de calcium et le silicate de sodium ont amélioré la résistance à la flexion et l'hydroxyde de sodium l'a diminuée.

Simatupang et al. (1990b) ont réduit le temps de séchage de 15 à 2 minutes, en utilisant le lignosulfate d'ammonium comme retardateur et le sulfate d'ammonium comme accélérateur dans la fabrication des panneaux de fibres ligno-cellulosiques et gypse. L'addition de lignosulfonate d'ammonium dans une proportion de 1% (masse sèche de gypse) a augmenté les propriétés mécaniques des panneaux bois-gypse. L'hydroxyde de calcium, le dioxyde de sulfure et l'amidon aussi augmentent les propriétés de résistance des panneaux bois-gypse. L'addition d'amidon donne aux cristaux de gypse une texture plus dense dans la couche intermédiaire de liaison entre le bois et le gypse.

2.1.4.2 Évaluation de la compatibilité bois - matériaux inorganiques

La réaction chimique du ciment avec l'eau est une réaction exothermique qui peut être affectée par le bois. C'est pour cette raison que la compatibilité du bois avec le ciment est généralement exprimée par les paramètres de la chaleur d'hydratation du ciment en fonction du temps. Chaque espèce de bois a une réaction différente quand elle est mélangée avec le ciment. On trouve différents temps et différentes températures d'hydratation selon l'espèce. Sur la base de ces caractéristiques, plusieurs chercheurs ont classé la compatibilité du bois avec le ciment. Sandermann et Kholer (1964) ont classé différents types de bois selon la température maximale d'hydratation (T_2) (Figure 2.1). Les espèces qui présentent des températures maximales supérieures à 60°C sont classées comme « espèces compatibles », des températures de 50 à 60°C, comme « espèces compatibles ».

Weatherwax et Tarkow (1964) ont développé un indice inhibiteur (équation 2.1). Cet indice est basé sur le temps nécessaire pour arriver à la température maximale d'hydratation pour déterminer la compatibilité des bois avec le ciment Portland (Figure 2.1). Plus tard, Hofstrand et al. (1984) on ajouté à l'équation de cet indice inhibiteur, la valeur de la pente maximale (S et S') et la valeur la température maximale (T_2 et T'_2) pour obtenir l'équation (2.2). Moslemi et Lim (1984), ont utilisé ce même critère pour déterminer la compatibilité du bois avec le ciment. Les espèces avec des indices I faibles sont les plus compatibles, alors que les espèces avec un indice I élevé sont incompatibles.

$$t = \left(\frac{t_2 - t_2}{t_2}\right) \times 100$$
 (2.1)

$$I = \left[\left(\frac{t_2 - t_2}{t_2} \right) \left(\frac{T_2 - T_2}{T_2} \right) \left(\frac{S' - S}{S'} \right) \right] x \ 100$$
 (2.2)

Où :

I = Indice inhibiteur (%)

 T'_2 = température maximale du ciment pur – eau (°C)

T₂= température maximale du mélange ciment - bois - eau (°C)

 $t'_2 = temps pour arriver à T'_2 (h)$

 $t_2 = temps pour arriver à T_2 (h)$

S' = pente maximale température/temps du ciment pur – eau $(\Delta T/\Delta t)$ (°C/h)

S = pente maximale température/temps du mélange ciment – bois – eau ($\Delta T/\Delta t$) (°C/h)



Figure 2.1 Courbes typiques de l'hydratation du ciment pur et mélangé avec le bois.

Selon Hachmi et al. (1990) l'évaluation de la compatibilité entre le bois et le ciment par la mesure de la température maximale (T'₂) (figure 2.1) ou par l'indice inhibiteur (I) (équation 2.1 et 2.2), présente un problème : la classification des espèces varie beaucoup d'un laboratoire à un autre, à cause des conditions d'expérimentation différentes. Ils proposent d'utiliser le facteur de compatibilité (C_a) qui dépend de la surface sous la courbe de température d'hydratation du mélange ciment-bois-eau et de celle du ciment pur exprimée en pourcentage :

$$C_{a} = \left(\frac{A_{wc}}{A_{nc}}\right) \times 100$$
(2.3)

Où :

 $C_a = facteur de compatibilité C_a (\%)$

 A_{wc} = surface sous la courbe d'hydratation bois – ciment (cm²)

 A_{nc} = surface sous la courbe d'hydratation du ciment pur (cm²)

La valeur du facteur (C_a) va de 0% pour les espèces qui inhibent complètement l'hydratation du ciment à 100% pour le ciment pur. Toutefois, pour la plupart des espèces la classification de la compatibilité par le facteur (C_a) est :

Compatible : $C_a > 68\%$ Modérément compatible : $28 \le C_a < 68\%$ Incompatible : $C_a < 28\%$

Le facteur de compatibilité (C_a) est fiable mais les mesures sont faites dans une bouteille isolante qui n'est pas toujours très sensible aux changements thermiques qui prennent place dans le mélange. En plus, c'est la température d'hydratation qui est mesurée avant d'être convertie en chaleur d'hydratation, ce qui suppose la connaissance de la capacité thermique de l'échantillon et celle de la bouteille isolante. Récemment, Sauvat et al. (1999), Alberto et al. (2000) et Defo et al. (2001) ont fait la mesure de l'enthalpie totale de l'hydratation du ciment par calorimétrie isotherme pour déterminer la compatibilité de feuillus et de conifères avec le ciment. Cette technique a l'avantage de mesurer l'enthalpie totale de la réaction d'hydratation. Ainsi, on n'a pas besoin de connaître la capacité thermique du mélange bois-ciment-eau ni celle du calorimètre. Cette méthode présente aussi l'avantage d'être très sensible aux réactions d'hydratation. Bien que les mesures soient faites sur de petits échantillons de l'ordre de quelques dizaines de milligrammes, la méthode reste très fiable. C'est elle qui sera utilisée dans ce travail.

La compatibilité du mélange bois-ciment a été classée par le facteur de compatibilité (F_c) lequel est le ratio de l'énergie totale de la réaction d'hydratation bois-ciment (Q_c) et de celle du ciment pur (Q_p), comme on le montre à l'équation 2.4:

$$F_{c} = \left(\frac{Q_{c}}{Q_{a}}\right) \times 100 \tag{2.4}$$

La compatibilité du bois avec le ciment a été étudiée par plusieurs chercheurs. Cependant, peu de considération a été donnée à la compatibilité entre le bois et le gypse. Pour observer la compatibilité entre le bois et le gypse Simatupang et al. (1988) et Simatupang et al. (1992) ont utilisé une méthode de conductivité électrique pour suivre l'hydratation du β gypse hemihydraté en présence des extractibles de plusieurs espèces tropicales. Au début de l'hydratation du gypse, la conductivité électrique est la plus grande. Ensuite le gypse hémihydraté réagit avec l'eau pour se transformer en gypse bihydraté qui est moins soluble dans l'eau et la conductivité électrique diminue. Comme l'hydratation du gypse est une réaction exothermique, la température augmente. Cette méthode a été comparée avec la méthode de température d'hydratation et les valeurs sont bien corrélées entre les deux méthodes.

Proportion d'eau

Un des principaux aspects de la fabrication de panneaux bois-ciment est la détermination de la quantité d'eau à ajouter. Différentes conditions d'hydratation et différentes proportions bois : ciment : eau peuvent donner différentes classifications de compatibilité car ce ratio a un effet direct sur l'hydratation du ciment. L'excès d'eau peut diminuer la température maximale et augmenter le temps de prise du ciment (Hachmi et al. 1990; Sauvat et al. 1999).

Semple et al. (1999), Alberto et al. (2000) et Defo et al. (2001) on utilisé un ratio eau : ciment de 0,4 recommandé par la norme ASTM C-186 pour l'évaluation de la chaleur d'hydratation du ciment pur. Weatherwax et Tarkow (1964), Hofstrand et al. (1984), Moslemi et Lim (1984) et Hachmi et al. (1990) ont utilisé 15 g de particules de bois, 200 g de ciment Portland et 90 ml d'eau distillée, c'est-à-dire un ratio bois : ciment : eau de 0,15 :2 :0,90. Par ailleurs, Sandermann et Kohler (1964) ont utilisé un ratio de 0,2 : 2 : 1, pour ces mêmes caractéristiques et Alberto et al. (2000) un ratio de 0,4 : 1 : 1 sur la base de la masse du bois sec à l'air. Par ailleurs, Simatupang et al. (1992) ont utilisé 1 g de gypse par 0,5 ml d'eau pour l'évaluation de la compatibilité avec le gypse.

2.1.5 Propriétés physiques et mécaniques

L'information sur les propriétés physiques et mécaniques des panneaux bois-liants inorganiques est très limitée. Généralement les panneaux composites en bois avec liants inorganiques sont décrits dans la littérature comme des produits à faible absorption d'eau, bonne stabilité dimensionnelle, faible conductivité thermique, bonne résistance au feu et bonnes propriétés acoustiques; cependant, avec des propriétés mécaniques plus faibles que ceux des panneaux fabriqués à partir de résines synthétiques (Schniewind 1989; Lempfer et al. 1990).

La réduction des propriétés mécaniques est due aux extractibles solubles dans l'eau. C'està-dire que les composantes du bois qui retardent la prise des matériaux inorganiques causent aussi une diminution de la résistance des panneaux. Simatupang et al. (1988) et Simatupang et al. (1990) ont déterminé la résistance à la traction de placages avec du gypse en examinant la morphologie des cristaux de dihydraté de gypse à l'aide de la microscopie électronique. Ils ont trouvé que les extractibles solubles dans l'eau altèrent la structure des cristaux du gypse donnant des cristaux plus petits et en moindre quantité. La diminution de taille des cristaux cause une diminution de la résistance, car la liaison entre le bois et le gypse s'effectue par ancrage mécanique des cristaux de gypse dans la paroi cellulaire. Également, Miller et al. (1989) ont observé la corrélation positive entre les propriétés mécaniques et la quantité de cristaux dans les panneaux bois-ciment. Généralement, il y a corrélation entre les caractéristiques d'hydratation des matériaux inorganiques et les propriétés de résistance. Par exemple, Miller et Moslemi (1991) rapportent que la plus grande résistance à la traction d'un panneau bois-ciment est corrélée par la température maximale d'hydratation.

Le type de bois affecte aussi les propriétés mécaniques des panneaux bois-inorganiques. Ainsi, Lee et Hse (1993) ont constaté que les panneaux faits de *Liriodendron tulipifera* ont la même ou une meilleure résistance à la flexion que les panneaux faits de bois de *Pinus sp*. Cependant, les panneaux de *Liquidambar styraciflua* donnent une faible résistance à la flexion.

Généralement, les panneaux bois-ciment ont une meilleure stabilité dimensionnelle et une plus petite absorption d'eau que la plupart des panneaux conventionnels en bois, car les particules ou fibres de bois sont recouvertes d'une couche de matériel inorganique qui restreint le gonflement. Par exemple, Lee (1984) a essayé les propriétés physiques et mécaniques des panneaux de particules du pin de type «excelsior » (particules sous la forme de laine de bois) et le ciment. Il a trouvé que ce panneau a une stabilité dimensionnelle meilleure et une absorption d'eau plus faible que le panneau contreplaqué. Cependant, il y a une grande variation de masse volumique. L'humidité n'a pas affecté la résistance des panneaux bois-ciment même suite à l'immersion dans l'eau. Les panneaux composites en bois et matériaux inorganiques ont aussi une meilleure résistance au feu, une meilleure performance acoustique, une plus grande résistance à l'humidité, et un meilleur comportement avec les clous et les vis que les placoplâtres (Kraemer et Lempter 1990).

Contrairement à la plupart des études qui décrivent les panneaux bois-ciment comme des produits de grande stabilité dimensionnelle, Mougel et al. (1995) soulignent que les panneaux bois-ciment requièrent de grandes périodes de stabilisation après la fabrication et sont susceptibles à une dégradation de la surface à cause des variations d'humidité de l'environnement. Les variations dimensionnelles (de 3 à 5mm/m) sont grandes à un point tel qu'elles peuvent causer des problèmes de durabilité dans les constructions, principalement lors de l'utilisation à l'extérieur.

Les panneaux bois-magnésie présentent une bonne corrélation entre la température d'hydratation et la résistance à la flexion. Ils ont généralement une bonne résistance. Cependant, ce type de composite a une faible résistance à l'eau (Simatupang et al. 1988).

La résistance des composites gypse-particules dans le plan du panneau est indépendante de la direction de la charge, contrairement au comportement hautement anisotropique des placoplâtres. Les panneaux gypse-particules ont une dilatation linéaire supérieure approximativement cinq fois plus grande que les panneaux de résines organiques et un meilleur comportement au feu (Lempfer et al. 1990).

2.2 La conductivité thermique

La conductivité thermique d'un matériau est sa capacité à conduire la chaleur, c'est-à-dire une mesure de la vitesse de l'énergie thermique ou chaleur à travers un matériau sous l'effet d'un gradient de température. La conductivité thermique s'exprime en (W m⁻¹ K⁻¹) dans le système international d'unités (SI), mais on peut aussi l'exprimer en (kcal m⁻¹ h⁻¹ $^{\circ}C^{-1}$), (W m⁻¹ $^{\circ}C^{-1}$), (J m⁻¹ s⁻¹ $^{\circ}C^{-1}$). Le pouvoir isolant d'un matériau est inversement proportionnel à la conductivité thermique et proportionnel à sa résistance thermique. La résistance thermique d'un matériau est le rapport de son épaisseur sur sa conductivité thermique. Plus la résistance thermique est élevé, plus le matériau est efficace et ne laisse pas pénétrer la chaleur et le froid. Dans le domaine de l'isolation, on utilise la valeur de résistance thermique afin de trouver l'épaisseur de l'isolant à ajouter pour atteindre le degré d'isolation voulu. Une bonne isolation est requise afin de préserver une bonne qualité de vie des occupants, pour conserver l'intégrité des matériaux du bâtiment, pour réduire la consommation d'énergie et faire des économies par rapport au chauffage et à la climatisation.

2.2.1 La conductivité thermique du bois

La conductivité thermique du bois est très faible à cause de sa structure poreuse car dans le bois sec les cavités et les espaces intercellulaires et intracellulaires sont remplis d'air, lequel est un mauvais conducteur de chaleur (Grigoriev 1985; Robles et Echenique 1991). La conductivité thermique du bois est affectée par divers facteurs. Le bois avec de masse volumique élevée conduit mieux la chaleur que le bois de faible masse volumique à cause de la plus petite proportion d'espaces poreux. La teneur en humidité augmente la conductivité thermique car l'eau en comparaison avec l'air conduit mieux la chaleur. Le bois a un coefficient de conductivité thermique d'environ 0,35 W· m⁻¹ ·°C⁻¹ en direction longitudinale et 0,12 W· m⁻¹ ·°C⁻¹ en direction transversale, sans différence entre la direction tangentielle et la direction radiale. Plus la quantité d'extractibles est élevée dans le bois, plus grande est sa conductivité thermique. La conductivité thermique du bois est affectée aussi par la température. Plus la température est haute, plus grande est la conductivité thermique. Cependant, cette augmentation est trop faible pour être prise en compte (Wangaard 1969; Grigoriev 1985; Ricalde et Barcenas 1989; Robles et Echenique 1991; Avramidis et Lau 1992; Forest Products Laboratory 1999). La faible conductivité thermique du bois en comparaison avec celle d'autres matériaux donne au bois l'image d'être un matériau tiède et agréable, ayant une grande valeur comme matériau isolant. Le bois est presque toujours agréable au toucher quelle que soit sa température, car il conduit peu la chaleur vers l'intérieur ou l'extérieur (Young 1991).
2.2.2 La conductivité thermique des panneaux

La conductivité thermique des panneaux est aussi corrélée positivement avec la masse volumique et la teneur en humidité. Les panneaux agglomérés de particules et de fibres ont une plus faible conductivité que le bois à la même masse volumique, à cause d'une réduction du contact interne. La conductivité thermique du panneau contreplaqué est similaire à celle du bois à la même masse volumique en direction perpendiculaire aux fibres. La conductivité des panneaux de fibres est plus faible que celle des panneaux de particules à cause de leur nature plus poreuse. Kollmann et al. (1975) ont trouvé que la conductivité dans le bois et dans les panneaux de particules est influencée par la masse volumique et ce peu importe le type d'espèce. Cependant, des différences entre la conductivité du bois et des panneaux ont été trouvées à cause de la composition chimique du bois, principalement la quantité et le type des extractibles (Wangaard 1969 ; Kamke et Zylkowski 1989).

Ainsi, Lee (1985) a déterminé que la conductivité thermique d'un panneau fait de laine de bois de cyprès et ciment est de 0.082 W m⁻¹ °C⁻¹. Malgré que le cyprès a une plus faible masse volumique, le panneau fait de cette espèce a donné une résistance thermique de 3,5 °C m² W⁻¹, moindre que celle d'un panneau du même type fait de pin (4 °C m² W⁻¹).

La variation entre la conductivité thermique des panneaux s'explique aussi par la configuration des éléments du bois. Par exemple, les nœuds dans les placages accroissent la conductivité thermique (Kamke et Zylkowski 1989).

La conductivité thermique peut être affectée par les additifs ou par les composantes chimiques utilisées pour la fabrication de panneaux. Nanassy et Szabo (1978) ont testé les propriétés thermiques de deux types de panneaux de particules. Le premier avec résine phénol-formaldéhyde et le deuxième avec de la lignine au sulfite comme liant. Ils ont

trouvé que dans le dernier panneau, la conductivité thermique était significativement plus grande.

2.3 La combustion du bois

La combustion du bois est une réaction exothermique qui est le résultat de la combinaison du carbone et de l'hydrogène avec l'oxygène donnant du dioxyde de carbone (CO_2) et de l'eau (H_2O). La réaction chimique complète (sans fumée) de la combustion du bois est la suivante :

Bois + O_2 \longrightarrow CO_2 + H_2O + chaleur (2.5)

2.3.1 L'effet de la température dans la dégradation thermique du bois

Le processus de la dégradation thermique du bois selon l'accroissement de température fonctionne de la manière suivante : Pour des températures en dessous de 100°C, il y a une perte d'eau libre par séchage. Dès 100°C à 150°C, c'est le début de la déshydratation des parois cellulaires. Dès 150°C à 200°C, on peut considérer les températures comme critiques pour le déroulement de la combustion, puisqu'on peut commencer l'ignition du bois si les conditions de l'environnement sont favorables. La couleur du bois commence à foncer lentement, pendant que continue la déshydratation et commence le dégagement des gaz, principalement du CO₂ (70%) et du CO (30%). Près des 275°C, on commence à observer un dégagement rapide des gaz. Les quantités de dioxyde de carbone et monoxyde de carbone diminuent et la formation des goudrons commence. On reconnaît cette période sous le nom de « combustion vivante » à cause du dégagement accéléré des gaz qui produit une grande quantité de flammes à la surface du bois et de la formation de charbon végétal. La fumée se termine vers les 400°C. À ce moment, il y a une perte rapide de la masse du bois. La formation du charbon continue rapidement et la production des goudrons cesse aux alentours de 450°C. Dès 500°C à 800°C, la combustion diminue par l'épuisement des gaz mais la combustion du charbon végétal continue plus lentement. Puis de 800°C à 1200°C, on observe la combustion totale du charbon végétal (Wilkins et Murray 1980; Benites et Romero 1985).

2.3.2 Propriétés physiques du bois qui affectent la combustion

Masse volumique

Les bois plus légers et poreux brûlent plus rapidement que les bois plus lourds, parce qu'ils dégagent plus facilement les gaz de combustion. Ainsi les bois avec une masse volumique plus élevée ont une plus grande résistance à la combustion (Benites et Romero 1985).

Le teneur en humidité

Le bois qui a une teneur en humidité élevée a besoin de plus de chaleur pour commencer à brûler car une partie de la chaleur servira pour la vaporisation de l'eau (Benites et Romero 1985 ; Deschênes 1986).

2.3.3 La résistance au feu

Pour sélectionner un matériau de construction qui est sécuritaire face au feu, il faut s'assurer principalement qu'il conserve sa forme, que sa conductivité thermique soit faible et qu'il soit résistant au feu. Un matériau de construction qui possède ces caractéristiques est sans doute meilleur qu'un autre incombustible qui perd sa résistance plus rapidement sous l'action du feu. Cette déduction est basée sur le fait que la principale fonction d'une construction est d'offrir la sécurité structurale pour protéger les personnes et diminuer les dommages dans le cas d'un incendie.

Les critères principaux pour caractériser le comportement des matériaux au feu sont les suivants :

- 1. *La résistance au feu*. C'est une mesure du temps auquel une structure ou matériau résiste sous l'action du feu (stabilité au feu).
- 2. *L'inflammabilité des matériaux*. Généralement on utilise la classification suivante: hautement inflammable, modérément inflammable et non inflammable.
- 3. La propagation de la flamme.
- 4. La production de fumée.
- 5. La carbonisation et le coefficient de carbonisation (vitesse de combustion)

De plus, il est important d'analyser la résistance au feu des matériaux selon les critères suivants:

- Combien de temps le matériau retient le feu ? (barrière contre le feu)
- Quelle est sa conductivité thermique ? (isolation de la chaleur)

2.3.3.1 La résistance au feu des panneaux

La résistance au feu du bois et des panneaux peut s'accroître par l'addition de substances Par exemple Shen et Fung (1972) utilisent l'orthophosphate chimiques. dyhydrogéné d'ammonium dans l'élaboration des panneaux de particules réussissant à réduire la surface de flammabilité. Barnes et Farell (1978) utilisent l'alumine hydratée sur les panneaux de fibres de densité moyenne (MDF) réduisant le feu, la génération de fumée et la dégradation de l'échantillon. Cependant, quelquefois, l'addition des substances chimiques peut affecter négativement les propriétés des panneaux. Ainsi, bien que Myers et Holmes (1972) aient réduit le feu jusqu'à 60% des panneaux de fibres avec plusieurs retardateurs de feu, ces produits ont réduit aussi la résistance mécanique. Jurazs et Paszner (1978) ont utilisé «la bromination » de la lignine comme traitement contre le feu dans les panneaux de fibres dures avec de bons résultats, mais en affectant la résistance mécanique, l'absorption d'eau et le gonflement en épaisseur.

Les liants inorganiques comme le ciment, la magnésie et le gypse sont des matériaux incombustibles et inertes et peuvent être utilisés dans la fabrication de panneaux de fibres ou de particules de bois, fournissant une protection contre le feu. Les panneaux de fibres ou de particules de bois agglomérées avec des matériaux inorganiques sont à mi-chemin entre les panneaux à base de bois conventionnels et les panneaux inorganiques. Alors, leur comportement face au feu est entre celui des matériaux combustibles et celui des matériaux incombustibles.

Dans le comportement face au feu des panneaux bois-matériel inorganique, peu importe le type de liant inorganique utilisé. Leur réaction au feu dépend plus ou moins du type et de la

taille des particules de bois, de l'espèce de bois, de la masse volumique du panneau, des additifs, des conditions d'exposition au feu mais principalement, de la proportion boissubstance inorganique. La toxicité des panneaux est aussi influencée par la proportion boisinorganique, l'espèce et les additifs. Il n'y a pas de corrélation entre la masse volumique du panneau et la propagation de la fumée (Topf 1988).

2.3.4 L'analyse thermogravimétrique (TGA)

La dégradation thermique des matériaux peut être évaluée par analyse thermogravimétrique (TGA). Cette technique utilise une thermo balance qui enregistre la masse de l'échantillon pendant qu'il est soumis à un incrément de température dans une atmosphère déterminée. Même si les tests de TGA ne sont pas des tests d'exposition directe au feu, ils peuvent partiellement simuler la dégradation thermique produite pendant un incendie car ils mesurent la perte de masse des matériaux sous l'influence de températures élevées.

L'analyse thermogravimétrique a été couramment utilisée pour l'évaluation de différentes substances retardant le feu et pour évaluer la dégradation du bois. Gao et al. (2006) a utilisé la TGA pour étudier la dégradation thermique du bois de mélèze traité avec du phosphate de guanyl-urée et de l'acide borique comme ignifugeants. Par ailleurs, Ramiah (1970) a analysé par TGA la dégradation thermique de la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, principaux constituants du bois. La technique de TGA a été aussi utilisée pour étudier les matériaux inorganiques. Alarcon-Ruiz et al. (2005) a utilisé la technique de TGA pour étudier le comportement de la pâte du ciment et décrire la déshydratation des hydratés de silicate de calcium, aluminate de calcium et l'ettringite, la déhydroxylation de portlandite et la décarbonation du carbonate de calcium. Par ailleurs, Chang et al. (1999) a étudié la déshydratation du gypse (CaSO4·2 H₂O) par TGA.

2.4 Le gypse

Le gypse est le liant artificiel le plus ancien. Il était utilisé en Égypte pour les pyramides, il y a de ça plus de 4500 ans. Les Grecs et les Romains l'ont peu utilisé dans leurs constructions monumentales. Les Arabes l'ont utilisé beaucoup en décoration (Orus 1981).

Le gypse est du sulfate de calcium avec ou sans molécules d'eau, généralement de couleur blanche (cependant, à cause des impuretés, il peut être un peu plus foncé) compact et tenace. Bien qu'il ait une masse volumique de 2600 kg/m³ il est très mou et on peut le marquer avec l'ongle. Il est aussi un peu soluble dans l'eau (Orus 1981 ; CEAC 1984).

Il y a trois différents types de gypse dans la nature :

$CaSO_4$. 2 H_2O :		gypse bihydraté
CaSO ₄ . ½	H ₂ O:	gypse semihydraté ou hémihydraté
CaSO ₄	•	gypse anhydraté

Des trois types de gypse, le plus abondant dans la nature est le gypse bihydraté et le moins abondant est le gypse hémihydraté. La composition d'un gypse commercial est faite de hémihydraté (composant principal), de bihydraté et d'anhydraté (par mauvaise cuisson) et aussi de quelques impuretés comme le carbonate de calcium (CaCO₃), le carbonate de magnésium (MgCO₃) et d'autres moins importants (SiO₂, FeO, Al₂O₃, CaO, SO₃). Plus la quantité d'hémihydraté est grande, plus le pouvoir agglutinant sera grand car le bihydraté et l'anhydraté sont des matériaux inertes. L'anhydre est de couleur blanche, gris, cuivré, ou incolore. Il absorbe rapidement l'eau pour se changer en gypse bihydraté mais il n'a pas d'applications en construction (Maya 1974; Orus 1981; CEAC 1984). Par conséquent les gypses commerciaux sont classifiés selon leur quantité d'hémihydraté :

- « Escayola » S'il a plus de 80% de leur poids en hémihydraté, de couleur blanche et avec une bonne finesse.
- Gypse blanc ou de première classe. 66% comme minimum d'hémihydraté, finesse adéquate.
- Gypse noir ou de deuxième classe. Au moins 50% d'hémihydraté, pas blanc principalement à cause des impuretés (presque toujours gris), de finesse moyenne (Maya 1974).

2.4.1 L'obtention de gypse hémihydraté

Comme le gypse hémihydraté est le moins abondant dans la nature, on doit l'obtenir à partir de la pierre d'aljez ou pierre naturelle du gypse constitué de sulfate de calcium bihydraté plus abondant dans la nature (Maya 1974 ; CEAC 1984). On triture la pierre d'aljez et on fait une cuisson pour en extraire totalement ou partiellement l'eau et le gypse bihydraté se transforme en gypse hémihydraté. Ensuite, on le mout pour donner la finesse recherchée (CEAC 1984). Si le produit résultant est hémihydraté et anhydre, ça veut dire qu'il est un gypse « surcuit » (dépend de la quantité d'anhydre). Par contre, si le produit est hémihydraté et dihydraté, on a un gypse « peu cuit » (Maya 1974).

2.4.2 Mélanges

La quantité d'eau à ajouter au gypse dépend de l'utilisation du gypse. Quand on ajoute l'eau au gypse, on commence par une augmentation de la température afin de le solidifier tout en augmentant son volume grandement jusqu'à 18%. Même si on ajoute de l'eau en plus, le gypse prendra uniquement le nécessaire pour son hydratation et le reste pourra être jeté sans affecter la pâte préparée (Keyser 1972 ; Barbara 1977 ; Orus 1981).

Quand on veut obtenir un gypse acoustique, on ajoute des matériaux comme de la poudre de mica, de l'amiante, de la perlite, du liège, ou du papier. Et quand on veut un gypse thermique, on ajoute de la vermiculite (Barbara 1977).

2.4.3 La prise du gypse

Les hémihydratés de gypse sont des substances hydrauliques qui durcissent en réagissant avec l'eau. Selon Marignac, un litre d'eau à 25°C peut dissoudre 10,5 g d'hémihydratés et les transformer immédiatement en bihydratés, récupérant la même quantité d'eau qui a servi à les fabriquer. Lavoisier a expliqué en 1765 que le durcissement et la prise de l'hémihydraté est due à la formation de cristaux de bihydrate (Maya 1974 ; Orus 1981).

La réaction de la prise du gypse est la suivante :

$$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O + 1 \frac{1}{2} H_2O = CaSO_4 \cdot 2 H_2O$$
(2.7)

2.4.3.1 Le temps de prise du gypse

La prise du semihydraté commence deux ou trois minutes après qu'on ajoute l'eau et finit après 15 à 20 minutes, dégageant de la chaleur en augmentant la température jusqu'à approximativement 20°C. Les gypses blancs et noirs peuvent être de prise rapide ou de prise lente. Dans les gypses de prise rapide, la prise commencera dans les 2 à 5 premières minutes et sera complétée en 15 minutes. Dans les gypses de prise lente, elle commencera dans les 5 à 15 premières minutes et sera complétée en 30 minutes. Dans le cas du gypse de type escayola la prise commencera entre 4 et 15 minutes et finira dans les 30 minutes (Orus 1981; CEAC 1984).

La vitesse de la prise peut être modifiée en ajoutant des substances qui augmentent ou diminuent la solubilité de l'hémihydraté à un point tel que l'on peut retarder ou accélérer la prise. Par exemple, on reconnaît les retardateurs suivants : chlorure de calcium, kératine, eau chaude, ammonium borax, phosphate de sodium et sucres. De même, on reconnaît les accélérateurs suivants : chlorure de sodium, chlorure de magnésium, sulfate de potassium, sulfate de potassium, acétate de sodium et citrate de sodium (Orus 1981).

2.4.4 Applications du gypse

Le gypse est un matériau qui ne résiste pas à l'action des agents atmosphériques. Par conséquent, il est utilisé à l'intérieur seulement. Il se colle peu aux pierres et au bois, mais a une bonne adhérence au béton et à l'acier. Cependant, il provoque une oxydation de ce dernier. Le gypse est un bon isolant phonique et protège le bois et l'acier contre le feu (Barbara 1977; CEAC 1984).

2.5 Le ciment

Les ciments sont des substances en poudre composées généralement de mélanges de silicates de calcium, aluminates et gypse. Elles sont des substances qui durcissent au contact chimique de l'eau. Pendant cette réaction appelée hydratation, le ciment se combine avec l'eau pour former une pâte similaire à une pierre. À la pâte s'ajoutent granulats (sable, gravier, pierre concassée ou autre matériau granulaire) le ciment réagit comme une colle et lie ensemble les granulats pour former le béton. Le béton est le matériau de construction le plus utilisé dans le monde (Salvat 1979; Kosmatka et Panarese 1992). La composition minéralogique moyenne du ciment est donnée au tableau 2.1.

Nom chimique	Formule chimique		Masse (%)
Silicate tricalcique	$3CaO \cdot SiO_2$	(Alite)	50
Silicate dicalcique	$2CaO \cdot SiO_2$	(Belite)	25
Aluminate tricalcique	$3CaO \cdot Al_2O_3$	(Aluminate)	12
Aluminoferrite tétracalcique	$4Ca.Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$	(Ferrite)	8
Sulfate de calcium	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	(Gypse)	3,5

 Tableau 2.1 Composition du ciment Portland. (Moslemi, 1988)

2.5.1 L'obtention du ciment Portland

Le ciment Portland est le produit obtenu en réduisant en poudre un clinker. Le clinker résulte de la cuisson d'un mélange composé essentiellement de silicates de calcium, sulfate de calcium, et du calcaire. Cette cuisson, la clinkerisation, se fait à une température d'environ 1450°C. Les clinkers sont refroidis et pulvérisés en une poudre fine qui passe presque totalement au travers d'un tamis de 0.075 mm et enrichis avec un peu de gypse. Le résultat est le ciment Portland. Les matières qui entrent dans la fabrication du ciment portland doivent contenir des proportions appropriés de chaux, de silice, d'alumine et de fer (Kosmatka et Panarese 1992).

2.5.2 Hydratation du ciment

Quand le ciment Portland est mélangé avec de l'eau, chaque composant réagit à un temps et à un taux différents. Les résultats de ces réactions déterminent comment le ciment Portland durcit.

- *Silicate tricalcique (C₃S)*. Durcissement rapide.
- Silicate dicalcique (C_2S). Durcissement lent.
- Aluminate tricalcique (C₃A). Durcissement le plus rapide. Le gypse est ajouté au ciment Portland pour retarder l'hydratation du C₃A. Sans le gypse, l'hydratation du C₃A serait presque immédiate après addition d'eau. Ce qui causerait des fentes.
- Aluminoferrite tétracalcique. (C_4AF). Hydratation rapide, mais il contribue peu à la résistance.

Le temps de la prise du ciment est affecté par différents facteurs comme la finesse du ciment, la proportion d'eau ajoutée, la composition chimique (principalement la proportion de gypse) et les admixtions (Kosmatka et Panarese 1992).

2.5.2.1 La chaleur d'hydratation du ciment

La chaleur d'hydratation est produite quand le ciment Portland réagit avec l'eau. La chaleur d'hydratation est hautement affectée par la proportion de C_3S et C_3A , mais elle est aussi affectée pour le ratio ciment : eau, la finesse du ciment et la température. Quand chacun de ces facteurs sont incrémentés, la chaleur d'hydratation augmente (Kosmatka et Panarese 1992).

2.5.3 Resistance du ciment

La résistance du ciment peut être affectée par divers facteurs : le ratio ciment : eau, la finesse du ciment, les matériaux ajoutés à la pâte (type, finesse, proportion), la technique de mixage, les conditions de la prise, la taille et la géométrie du spécimen, la teneur en humidité au moment du test, les conditions de charge et l'âge (Mindess et Young 1981). Comme le ciment gagne en force avec le temps, le temps auquel le test a été fait doit être spécifié. Généralement, les temps de mûrissement sont 1 jour (pour du ciment d'hydratation rapide), 3 jours, 7 jours, 28 et 90 jours (pour des ciments d'hydratation lente) (Kosmatka et Panarese 1992).

2.6 Objectifs et hypothèses de recherche

2.6.1 Objectifs

Objectif général

L'objectif général de ce travail de recherche consiste en l'élaboration de panneaux à base de particules de bois et de matériaux inorganique (gypse et ciment Portland) qui combinent les bonnes caractéristiques de chaque composante.

Objectifs spécifiques

- Comme on peut constater d'après la littérature, il existe une grande disparité en termes de compatibilité entre le bois et les liants inorganiques. Alors, un objectif spécifique de cette recherche est la détermination de la compatibilité entre le gypse et le mélange gypse-ciment avec le bois.
- L'incorporation de particules de bois aux panneaux pourrait faire décroître la résistance thermique des panneaux. Alors, il faut évaluer la dégradation thermique des panneaux.
- La principale utilisation des panneaux élaborés pourrait être le recouvrement des murs. C'est pourquoi, toutes les évaluations du panneau doivent être en fonction de cette application. On doit caractériser, leurs propriétés physiques et mécaniques et évaluer l'effet du ciment Portland sur les propriétés des panneaux.
- Les principaux matériaux pour le recouvrement de mur sont les placoplâtres conventionnels. Il est intéressant de faire une comparaison entre les panneaux boismatériau inorganique et ces derniers.

2.6.2 Hypothèses de recherche

Pour cette recherche, les hypothèses suivantes on été formulées :

- Le gypse et le ciment Portland en plus de servir de liant des particules de bois contribuent à rendre le panneau plus résistant à la dégradation thermique.
- Le ciment Portland accroît la résistance mécanique et la résistance à l'humidité du panneau.
- Les particules de bois augmentent la résistance à l'arrachement des vis et amélioreraient l'isolation thermique.

CHAPITRE 3. Compatibility of four eastern canadian woods with gypsum and gypsum-cement binders by isothermal calorimetry

3.1Résumé

La compatibilité de quatre espèces canadiennes de l'Est avec le gypse et le gypse-ciment par calorimétrie isotherme

Afin de déterminer la possibilité de fabriquer des panneaux bois-gypse et bois-gypseciment, les réactions de l'hydratation du gypse et du gypse-ciment avec quatre espèces canadiennes de l'Est ont été étudiées par calorimétrie isotherme. La compatibilité avec le gypse et le gypse-ciment a été déterminée sur deux types de particules de bois : particules extraites à l'eau chaude et particules non extraites. Les espèces utilisées ont été le pin gris, le sapin baumier, le bouleau blanc et le peuplier faux-tremble. Les quatre espèces ont été trouvées comme espèces compatibles et aptes à la fabrication de panneaux composites en se basant sur leurs facteurs de compatibilité. La teneur en extractibles solubles dans l'eau chaude a été faible pour les quatre espèces et n'a pas eu d'influence sur la détermination du facteur de compatibilité. Cependant, les extractibles solubles dans l'eau chaude ont retardé le temps nécessaire pour arriver au flux maximum de chaleur. Dans le cas du sapin baumier-gypse ce retard atteint un niveau indésirable. Cependant, l'effet du sapin baumier dans le gypse pur a été réduit considérablement par l'addition de 30% de ciment Portland. L'extraction des particules de bois avec de l'eau chaude et l'addition de ciment Portland au mélange bois-gypse ont réduit significativement le temps nécessaire pour arriver au flux maximum de chaleur. Le mélange gypse-ciment a été moins sensible à l'effet inhibitoire du bois que le gypse pur.

Mots-clés : compatibilité du bois, extractibles solubles dans l'eau chaude, calorimétrie isotherme, hydratation, gypse, ciment Portland.

3.2 Resumen

Compatibilidad de cuatro maderas del este de Canadá con yeso y yeso-cemento por calorimetría isotérmica

La viabilidad de cuatro especies de madera del este de Canadá para la elaboración de tableros de partículas aglomeradas mezcladas con yeso y con una mezcla de yeso-cemento fue estudiada por calorimetría isotérmica siguiendo las reacciones de hidratación de las mezclas yeso-madera y yeso-cemento-madera. La compatibilidad fue determinada sobre dos tipos de partículas de madera, unas sometidas a un pre-tratamiento de extracción con agua caliente y otras sin pre-tratamiento. Se utilizaron las siguientes especies: Pinus banksiana, Abies balsamea, Populus tremuloides y Betula papyrifera. De acuerdo al factor de compatibilidad, las cuatro especies fueron consideradas compatibles con el yeso y la mezcla yeso-cemento, siendo aptas para la fabricación de tableros compuestos. El contenido de extractivos solubles en agua caliente fue bajo en las cuatro especies y no influyó en la determinación del factor de compatibilidad. Sin embargo, los extractivos afectaron los tiempos de hidratación y en el caso del Abies balsamea retrasaron la hidratación del yeso a un nivel indeseable. Tanto la adición de 30% de cemento al yeso como la extracción de las partículas de madera con agua caliente redujeron visiblemente el tiempo requerido para alcanzar el máximo flujo de calor, además de eliminar el efecto causado por el Abies balsamea en la hidratación del yeso. En general, la mezcla yesocemento fue menos sensible a los efectos inhibitorios de la madera que el yeso puro.

Palabras claves: Compatibilidad, madera, extractivos, calorimetría isotérmica, hidratación, yeso, cemento Portland.

3.3 Abstract

In order to determine the feasibility of manufacturing wood-gypsum and wood-gypsumcement particleboards, the hydration reactions of four Eastern Canadian wood species with gypsum and Portland cement were studied. The compatibility of hot water extracted and raw wood particles with both gypsum and a gypsum-Portland cement mixture were determined for jack pine, balsam fir, aspen and white birch by isothermal calorimetry. The four species were found to be compatible and suitable for the manufacturing of inorganicbonded wood composite boards on the basis of the compatibility factor. The hot water extractive content was low in the four species and did not have a consistent impact on the compatibility factor. Nevertheless, hot water soluble extractives did have an impact on the time required to reach the maximum heat flux, delaying it to undesirable levels particularly in the case of balsam fir mixed with neat gypsum. However, the effect of balsam fir on neat gypsum hydration was markedly reduced by the addition of 30% Portland cement. Hot water extraction of the wood particles and the addition of Portland cement to the woodgypsum mixture significantly reduced the time required to reach the maximum heat flux. The gypsum-cement mixture was less sensitive to the inhibitory effect of wood than neat gypsum.

Keywords: Wood compatibility, hot-water soluble extractives, isothermal calorimetry, hydration, gypsum, Portland cement.

3.4 Introduction

Particleboards and fiberboards bonded with synthetic resins are not well suited for some applications in the construction industry. Problems include susceptibility to moisture, fire and biodegradation by fungi and insects if they are not treated with appropriate chemicals. An alternative solution is to use inorganic bonded composites which can be manufactured with wood particles and inorganic binders such as Portland cement, magnesia and gypsum. A typical feature of these boards is that they are made from a high proportion of inorganic

binder compared to wood. This increases production costs since magnesia and Portland cement are relatively expensive. Additionally, the use of inorganic binders in high proportion increases board density.

Gypsum is less expensive than Portland cement or magnesia and has a faster hardening time. It is also widely available. However, gypsum is less resistant to moisture than Portland cement. It may be possible to increase the moisture resistance of gypsum by mixing it with Portland cement. Gypsum would allow reducing production costs whereas Portland cement in small proportion would improve strength and moisture resistance of inorganic-bonded wood composite boards. During the hydration reaction, the hardening of calcium sulphate hemihydrate (CaSO₄ · $\frac{1}{2}$ H₂O) (the main component of gypsum) is mainly caused by the formation of dihydrate crystals (CaSO₄ · 2 H₂O). On the other hand, the Portland cement hardening process is mainly due to the formation of silicate and aluminate hydrates (Maya 1974; Kosmatka and Panarese 1992).

The most important limitation for the manufacturing of inorganic-bonded wood composite boards is the highly variable compatibility between wood and the inorganic binder. Several factors can affect this compatibility. For instance, the chemistry and amount of wood water soluble extractives strongly influence compatibility (Hofstrand et al. 1984; Moslemi and Lim 1984; Hachmi and Moslemi 1989; Semple et al. 1999). Species containing more than 7% of hot water soluble extractives can be considered as incompatible (Hachmi and Moslemi 1990). Extractive compounds can delay hydration of inorganic binders, affecting the morphology and size of the hydrate crystals. As a consequence, they can affect the adhesion of inorganic binders to wood (Ahn and Moslemi 1980; Simatupang et al. 1988; Simatupang et al. 1990). In order to reduce this incompatibility, the hot water extraction of wood and the utilization of chemical additives have been proposed (Moslemi et al. 1983; Zhengtian and Moslemi 1985). Another factor impacting the compatibility of wood with inorganic binders is wood pH. Species with a pH higher than 4.9 are considered incompatible. On the other hand, species with a pH lower than 3.9 are considered compatible (Hachmi and Moslemi 1990).

The hydration characteristics of inorganic cements have been commonly used to determine their compatibility with wood (Sauvat et al. 1999; Sha et al. 1999; Defo et al. 2004). However, to our knowledge the study of Simatupang et al. (1992) is the only one performed on wood-gypsum compatibility. The effect of the wood extractives of ten tropical species on gypsum hydration was analysed by using a common spark-plug as an electrode to determine the electrical conductivity of plaster. Wood-cement compatibility on the basis of the cement hydration characteristics has been widely studied by different methods including setting time (Biblis and Lo 1968), maximum hydration temperature (T_{max}) and time to reach it (t_{max}) (Hofstrand et al. 1984; Moslemi and Lim 1984; Zhengtian and Moslemi 1985; Miller and Moslemi 1991) and the heat released in a specific time (Hachmi and Moslemi 1989; Hachmi and Moslemi 1990; Hachmi et al. 1990). Differential scanning calorimetry (DSC) is considered as part of the methods based on the heat released during the hydration reaction. It has also been used to determine cement hydration characteristics (Sha et al. 1999). The differential scanning calorimeter is very sensitive to thermal changes during hydration and has the advantage to provide the instantaneous flux of free heat and the total energy of the hydration reactions (Alberto et al. 2000). It has been used to study the compatibility of wood-cement mixtures (Sauvat et al. 1999; Alberto et al. 2000; Defo et al. 2004). However, there is no information available on the compatibility of wood-gypsum and wood-gypsum-cement mixtures determined by DSC.

The aim of this study was to analyse the compatibility of jack pine, balsam fir, white birch and aspen wood particles with gypsum and with a mixture of gypsum and Portland cement in order to determine which species are the most suitable for the manufacturing of woodgypsum and wood-gypsum-cement composite boards. The hydration characteristics of inorganic binders and the influence of hot water soluble extractives on the hydration of these substances were determined.

3.5 Materials and methods

3.5.1 Materials

The gypsum used for this study was composed of at least 80% of calcium sulphate hemihydrate (CaSO₄· $\frac{1}{2}$ H₂O) and was provided by BPB Canada Inc., Montreal, Canada. The composition of the type 10 commercial Portland cement (CAN/CSA-A5-98) used in the study is displayed in Table 3.1 Two common Canadian softwood species: jack pine (*Pinus banksiana*) and balsam fir (*Abies balsamea*), and two common Canadian hardwood species: white birch (*Betula papyrifera*) and aspen (*Populus tremuloides*) were used in order to determine their compatibility with gypsum and gypsum-Portland cement mixtures. Fresh wood samples of these species were provided by Scierie Leduc, Québec, Canada.

ubeu m	uno otaay.			
Chemical name	Chemical	Main compou nd	Hydration product	Mass proportion (%)
Tricalcium silicate	$3CaO \cdot SiO_2$	C ₃ S	mCaO·SiO ₂ ·nH ₂ O	50
Dicalcium silicate	$2CaO \cdot SiO_2$	C_2S	$mCaO$ ·SiO ₂ · nH_2O	25
Tricalcium aluminate	$3CaO \cdot Al_2O_3$	C ₃ A	$4CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 19H_2O$	12
Tetrecalcium aluminoferrrite	$4Ca.Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$	C ₄ AF	$4CaO.Al_2O_3 \cdot 19 H_2O$ (Al_2O_3 partly replaced by Fe ₂ O ₃)	8
Calcium sulfate	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	CSH_2	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	3.5

Table 3.1	Chemical	composition	and	hydration	products	of the	type	10	Portland	cement
1	used in this	s study.								

3.5.2 Methods

3.5.2.1 Hot water extractive content

The hot water extractive content was determined according to standard ASTM D1110-84 for freshly sawn wood of the four species studied.

3.5.2.2 Wood-gypsum-cement mixtures

Gypsum and Portland cement were mixed in a 70:30 proportion on the basis of dry mass of powders in order to increase moisture resistance of the binder. This proportion was chosen following preliminary tests performed to determine the mixture final density.

The wood was milled (mill model P558 B from Janette Mfg Co.) and sieved before blending with the inorganic binder and water. The size of the particles was between 0.4 and 0.9 mm. They were dried at room conditions to a moisture content (MC) of about 10 % at the time of testing. The inorganic binder:water ratio was 2:1 based on the mass of materials and the wood:inorganic binder ratio was 0.3:1 based on the ovendry mass of wood. The selection of these mixture ratios was based on preliminary hydration tests.

3.5.2.3 Hydration Tests

The hydration tests were carried out in a differential scanning calorimeter DSC20 METTLER TOLEDO. The temperature of the calorimeter was constant at 30°C throughout the tests. This temperature was used because the calorimeter had no cooling system to maintain the temperature at 23°C. The DSC electrical signals represented the difference in heat flux in mW between two gold crucibles, one including the test sample and the other one empty. The exothermic reaction of the sample is visualized as a curve of heat flux against time (Fig. 3.1).

The mixtures used in the hydration tests are shown in Table 3.2 Three replicates were performed for each combination. Gypsum-water and gypsum-cement-water mixtures were

used as controls. Test results were statistically analyzed by analysis of variance. When the F-test indicated a significant difference between means at the 0.05 probability level, a Duncan's multiple range test was performed using the GLM procedure of the SAS statistical analysis system.

3.5.2.3.1Determination of the Hydration Curve Parameters

The most important characteristics of the hydration curve as obtained by DSC such as the maximum heat flux (MHF) (expressed in mW of mixture¹) and the time required to reach this maximum, were analysed for all tests (Fig. 3.1). They were determined using the STAR^e software from METTLER. The apparatus coupled with a data-acquisition system provided the heat flux generated by the reaction as a function of time and the total specific energy by integration of the heat flux over the tested period.

¹ The maximum heat flux also can be expressed in mW/mg of gypsum or gypsum-cement (see Annexe B)

Treatment		Replications
Gypsum (control)		3
Gypsum - cement (control)		- 3
Cement (control)		3
Gypsum – jack pine		3
Gypsum – jack pine (ew)		3
Gypsum – cement – jack pine		3
Gypsum – cement – jack pine (ew)		3
Gypsum – balsam fir		3
Gypsum – balsam fir (ew)		3
Gypsum - cement – balsam fir		3
Gypsum - cement – balsam fir (ew)		3
Gypsum - aspen		3
Gypsum - aspen (ew)		3
Gypsum - cement - aspen		3
Gypsum - cement - aspen (ew)		3
Gypsum - white birch		3
Gypsum - white birch (ew)		3
Gypsum - cement – white birch		3
Gypsum - cement – white birch (ew)	_	3
	Total	57

Table 3.2 Dry components of the mixtures used in the hydration tests.

ew: extracted wood

3.5.2.3.2 Compatibility Factor

The compatibility factor (F_c) was used in order to classify wood affinity towards the inorganic binders considered in this study. This factor is defined as the ratio between the total energy of the hydration reaction of each treatment with each one of the wood species (Q_c), and the energy of hydration of the neat inorganic binder control treatment (Q_p).

$$F_{c} = \frac{Q_{c}}{Q_{p}} \times 100$$
 (3.1)

Where

 F_C = compatibility factor (%)

 Q_{C} = total energy of hydration of wood-gypsum or wood-gypsum-cement (J/g of mixture)²

 Q_P = total energy of hydration of gypsum or gypsum-cement (J/g of mixture)²

 2 Q_C and Q_P can be expressed in J/g of gypsum or gypsum-cement (see Annexe B)





3.6 Results and discussion

3.6.1 Hot Water Extractive Content

The extractive content of a wood species can provide an indication of its compatibility with inorganic binders. Table 3.3 shows the hot water soluble extractive content obtained for the species studied. Jack pine had the highest extractive content, significantly higher than for white birch and aspen. No significant differences were found between the hot water extractive content of balsam fir and white birch.

According to Hachmi and Moslemi (1989) who studied the compatibility of wood with cement, species with a hot water soluble extractive content equal or higher than 7% could be considered as incompatible with inorganic binders. On this basis, the species analysed in this study can be considered as potentially compatible with gypsum and gypsum-cement binders.

Wood species	Hot-water extractive content (%)	Duncan Grouping ^a
Jack pine	3.4	А
Balsam fir	2.9	AB
White birch	2.2	BC
Aspen	2.0	Ć

Table 3.3 Hot-water extractive content for the species studied.

a: Means with the same capital letter are not significantly different (p=0.05)

3.6.2 Hydration Curves and Compatibility Factor

The hydration curves obtained for the three replicates were very similar for all materials analysed. Therefore, three replicates were considered sufficient to determine their hydration characteristics. Hence, all figures presented represent a single curve per material type. The mean results obtained for each material are presented in Tables 3.4, 3.5, 3.6 and 3.7. Wood-gypsum and wood-gypsum-cement mixtures were analysed separately in order to determine the influence of Portland cement on the hydration parameters.

3.6.2.1 Wood-Gypsum Mixture

Maximum heat flux (MHF)

Figures 3.2 and 3.3 and the statistical analysis presented in Table 3.4 show a significant difference between maximum heat fluxes among the different species. Mixing wood with neat gypsum greatly reduced its MHF. Hot water extraction of wood increased the MHF in all wood-gypsum samples (Table 3.4). Extracted aspen presented a higher MHF than those of two softwoods. Nevertheless, extracted white birch did not present significant differences when compared to extracted softwoods.

Time required to reach MHF

Table 3.4 shows the average time required to reach maximum heat flux of the studied samples. The average time required to reach MHF for neat gypsum was 21.3 minutes. The time for the raw wood-gypsum mixtures was between 20.0 and 23.3 min except for balsam fir with an average period of 74.1 min.

Maxim	un Heat Flux		Time to reach MHF		
Treatment	Mean MHF	Duncan	Treatment	Mean time	Duncan
	(mW of	Grouping ^a		(min)	Grouping ^a
	mixture)				
G	1.2	А	G + balsam fir	74.1	А
$G + aspen_{(ew)}$	1.0	В	G + aspen	23.3	В
G + white birch (ew)	0.9	BC	G + white birch	21.7	BC
$G + jack pine_{(ew)}$	0.8	CD	G	21.3	BC
G + white birch	0.8	CD	G + jack pine	20.0	BCD
G + balsam fir (ew)	0.8	CDE	$G + balsam fir_{(ew)}$	17.3	BCD
G + aspen	0.7	DE	$G + jack pine_{(ew)}$	15.7	BCD
G + jack pine	0.7	E	G + white birch (ew)	14.0	CD
G + balsam fir	0.6	Е	$G + aspen_{(ew)}$	13.3	D

Table 3.4 Maximum heat flux and time to reach MHF of the wood-gypsum mixtures.

a: Means with the same capital letter are not significantly different (p=0.05) ew: Hot-water extracted wood

G: Gypsum



Figure 3.2 Hydration curves for neat gypsum and wood - gypsum mixtures. Each curve represents the results obtained for one sample.



Figure 3.3 Hydration curves of neat gypsum and extracted wood -gypsum mixtures. Each curve represents the results obtained for one sample.

Hot water extraction decreased significantly the time required to reach MHF for balsam fir and aspen but not for jack pine and white birch (Fig. 3.3 and Table 3.4). Interestingly, the time required to reach MHF for balsam fir-gypsum hydration dropped from 74.1 min to 17.3 min after hot water extraction (Table 3.4).These results clearly demonstrate that hot water soluble extractives of balsam fir have a significant influence on gypsum hydration, despite the fact that the extractive content was lower than 7%. According to Hachmi and Moslemi (1989) some species such as *Acacia mollissima* have a low extractive content but are incompatible with inorganic binders. This indicates that the chemical composition of the extractives can also determine wood compatibility with inorganic binders. As can be observed in Table 3.3, the extractive content of balsam fir is not different than that of white birch and jack pine. However, the impact of balsam fir hot water extractives on the time to reach MHF is much more significant. This suggests that this effect is mainly linked with the chemical composition of the extractives and not only with their quantity.

Other authors have also found that gypsum hydration can be delayed by hot water soluble extractives, especially by phenolic compounds and free amino acids (Simatupang et al. 1988). Unfortunately, the composition and amount of hot water soluble extractives have been only studied for the wood of *Abies sibirica* and *Abies sachalinensis* (Ozawa and Sasaya 1988; Castro et al. 1996) while comprehensive data is lacking for *Abies balsamea*. A recent study shows that the hot water soluble extractives in balsam fir stem wood are lignans, oligolignans, sugars and sugar alcohols (Willför et al. 2004). According to this study, lignans are the most important hot-water soluble extractives. They occur in free form in stem wood of balsam fir and are easily extracted with polar solvents. Liovil is the most important lignan present in balsam fir stem wood, whereas lariciresinol can be obtained from the knots (Willför et al. 2004). On the basis of the chemical characterisation of this species, lignans could be linked with the delay of gypsum hydration. However, further studies using pure lignans are required in order to determine if these chemical phenolic substances are responsible for the long delay of gypsum hydration.

Compatibility factor (F_c)

The results presented in Table 3.5 show significant differences between the compatibility factors of the species studied with gypsum. Neat gypsum released an amount of heat of 41.8 J/g of mixture. It was used as a reference to determine F_c values of the different species studied. The Duncan test results indicate that neat gypsum and the aspen – gypsum mixture F_c values were not significantly different. All other wood-gypsum mixtures were significantly lower than neat gypsum. However, they were generally compatible with gypsum with F_c values between 75 and 84 %.

Statistical analysis of the F_c results obtained for raw wood - gypsum and extracted wood – gypsum samples did not show significant differences. Therefore, hot water soluble extractives did not affect the compatibility factor of these species.

Treatment	Energy of	F _C	Duncan
	hydration	(%)	Grouping ^a
	(J/g of mixture)		
G	41.8	100	A
G + aspen	37.9	91	AB
G + jack pine	34.9	84	BC
G + white birch	33.7	81	BC
$G + aspen_{(ew)}$	33.4	80	BC
$G + jack pine_{(ew)}$	33.0	79	BC
$G + balsam fir_{(ew)}$	32.9	79	BC
G + balsam fir	32.8	78	BC
G + white birch (ew)	31.5	75	С

 Table 3.5 Energy of hydration and wood species classification based on the compatibility factor.

a: Means with the same capital letter are not significantly different (p=0.05) ew : Hot-water extracted wood; G: Gypsum

3.6.2.2 Wood-Gypsum-Cement Mixture

Maximum heat flux (MHF)

The results presented in Table 3.6 and Figs. 3.4 and 3.5 show significant differences between the MHF of gypsum-cement and those of the wood-gypsum-cement mixtures. Hot water extraction did not significantly improve MHF of the wood-gypsum-cement mixtures. Raw wood-gypsum-cement mixtures presented significant differences in MHF only in the case of aspen and jack pine. There were no significant differences in the MHF of extracted wood samples. Clearly, hot water soluble extractives are responsible for the differences between aspen and jack pine since that difference vanished for hot water extracted jack pine.

Maximum heat flux			Time to reach MHF			
Treatment	Mean MHF	Duncan	Treatment	Mean time	Duncan	
	(mW of	Grouping ^a		(min)	Grouping ^a	
	mixture)					
GC	2.4	А	GC + jack pine	19.3	A ·	
$GC + aspen_{(ew)}$	1.1	В	GC + balsam fir	16.3	В	
$GC + white birch_{(ew)}$	1.0	В	GC + white birch	10.3	С	
GC + aspen	1.0	В	GC + jack pine (ew)	8.7	CD .	
$GC + balsam fir_{(ew)}$	0.7	BC	GC + aspen	8.3	D	
$GC + jack pine_{(ew)}$	0.7	ВC	GC + balsam fir (ew)	7.0	DE	
GC + white birch	0.7	ВC	$GC + white birch_{(ew)}$	6.3	E	
GC + balsam fir	0.7	ВC	$GC + aspen(_{ew})$	6.0	E	
GC + jack pine	0.5	С	GC	3.3	F	

 Table 3.6 Maximum heat flux and time to reach MHF of the wood-gypsum-cement mixtures studied.

a: Means with the same capital letter are not significantly different (p=0.05)

ew: Hot-water extracted wood

GC: Gypsum-cement



Figure 3.4 Hydration curves for gypsum-cement (GC) and wood-GC mixtures.





Time required to reach MHF

Table 3.6 shows the results obtained for the average time required to reach MHF of the gypsum-cement and wood-gypsum-cement mixtures. The average time for the gypsum-cement sample was 3.3 min. When gypsum-cement samples were mixed with both raw wood and extracted wood, the time to reach MHF increased in both cases. However, the raw wood mixtures required a longer time to reach MHF than extracted wood mixtures. The addition of Portland cement to the wood-gypsum mixtures caused an acceleration of the hydration reaction, decreasing significantly the time required to reach MHF as compared to those obtained for wood-gypsum mixtures (Table 3.4). Also, differences generated by balsam fir hot water soluble extractives in the case of the wood-gypsum mixtures (Table 3.4) were reduced by the addition of Portland cement.

Hardwoods generally have a lower compatibility with cement than softwoods, partly due to the inhibitory properties of hydrolyzable hemicellulose xylans and other extractives present in hardwoods (Wei et al. 2000; Miller and Moslemi 1991). However, as observed in Fig. 3.4 and Table 3.6, the time required to reach MHF was delayed more significantly by the two softwood species than by the hardwood species when Portland cement was added to the wood-gypsum mixture. All species showed significant differences in MHF and jack pine was the species that delayed the time required to reach MHF more significantly. No significant differences in time to reach MHF were found between extracted balsam fir, white birch and aspen. Extracted jack pine did not present a significant difference in time to reach MHF with extracted balsam fir. However, it was significantly different than extracted white birch and aspen.

Compatibility factor

Table 3.7 shows the results obtained for the compatibility factor of the species studied with gypsum-cement. Significant differences were found between the F_c values obtained. The gypsum-cement mixture released an amount of heat of 31.5 J/g of mixture which was used as a reference to calculate the F_c values. The Duncan test indicated that there were no

significant differences between the F_c of gypsum-cement mixture and that of raw white birch and aspen. However, gypsum-cement mixture F_c showed significant differences when compared with that of jack pine and balsam fir. Hot water extraction of jack pine improved its compatibility. On the contrary, F_c decreased for hot water extracted hardwoods. Therefore, it could be hypothesised that hot water soluble extractives of white birch and aspen resulted in longer hydration time. A longer hydration time would allow the formation of higher amounts of hydration products and therefore higher energy of hydration which in turn resulted in higher F_c values for the gypsum-cement mixture.

Treatment	Mean energy of hydration	F _c	Duncan
	(J/g of mixture)	(%)	Grouping ^a
GC + white birch	31.6	100	А
GC	31.5	100	А
GC + aspen	29.1	92	A
$GC + jack pine_{(ew)}$	24.1	77	В
$GC + white birch_{(ew)}$	23.3	74	В
$GC + balsam fir_{(ew)}$	21.5	68	В
GC + balsam fir	20.5	65	BC
$GC + aspen_{(ew)}$	19.6	62	BC
GC + jack pine	15.7	50	С

Table 3.7 Wood species classification based on the compatibility factor F_C .

a: Means with the same capital letter are not significantly different (p=0.05) ew: Hot-water extracted wood; GC: Gypsum-cement

3.6.2.3 Influence of inorganic binders on compatibility with wood

At present time, no studies have been found on the compatibility of wood-gypsum mixtures and wood-gypsum-cement mixtures determined by the DSC method. Defo et al (2004) used DSC to determine the compatibility of the same species with neat Portland cement. The results obtained by these authors contrasted with our results. In the present work, white birch showed the highest F_c and jack pine presented the lowest F_c for the gypsum-cement mixture. When these species were solely mixed with neat Portland cement by Defo et al (2004), jack pine was the most compatible species (F_c = 48 %) and white birch was the least compatible ($F_c = 17\%$). Balsam fir and aspen presented compatibility factors of 43 % and 34% respectively when mixed with neat Portland cement. Clearly, compatibility not only depends on the wood species but also on the inorganic binder used. One point to notice is that the addition of Portland cement to the wood-gypsum mixture reduced very significantly the time to reach MHF.

All species studied in this work had higher compatibility factor with neat gypsum than with neat Portland cement as reported by Defo et al (2004). However, when gypsum was mixed with Portland cement the compatibility factor of the species changed. Thus, jack pine and balsam fir had higher compatibility factor with gypsum than with gypsum-cement, whereas white birch presented a higher compatibility factor with gypsum-cement than with neat gypsum. Aspen compatibility factor was similar with gypsum and gypsum-cement.

3.7 Conclusions

Most of the four Eastern Canadian wood species analysed in this work could be considered as compatible with gypsum and gypsum-cement binders according to their compatibility factor values. It was shown that balsam fir significantly delayed gypsum hydration but it could be used if subjected to a hot water extraction pre-treatment. In terms of compatibility factor the two hardwoods studied, white birch and aspen showed the higher compatibility factor when mixed to gypsum and Portland cement and a high compatibility factor when mixed with neat gypsum.

Hot-water extraction had a very significant effect on the reduction of the time required to reach the maximum heat flux but not on compatibility factor in the case of wood-gypsum mixtures. The time required to reach the maximum heat flux provides important information for the determination of mat forming and pressing time during inorganic-bonded wood composite boards manufacturing.

The addition of Portland cement to the gypsum mixture caused the acceleration of the hydration reaction as shown by the shorter time required to reach maximum heat flux. Thus, the delay of neat gypsum hydration caused by balsam fir was largely eliminated

when gypsum was mixed with 30% Portland cement. Overall, the gypsum-cement mixture seems to be less sensitive to the inhibitory effects of wood than neat gypsum.

The removal of hot-water soluble extractives had no clear influence on the compatibility factor in wood-gypsum-cement mixtures. It decreased the compatibility factor for hardwoods-gypsum-cement mixtures whereas it increased this parameter for the jack pine-gypsum-cement mixture. No influence of hot-water soluble extractives on the compatibility factor was observed for balsam fir.

CHAPITRE 4. Thermal degradation and thermal conductivity of gypsum-cement particleboard

4.1 Résumé

Dégradation thermique et conductivité thermique des panneaux en gypse-ciment et particules de bois

La dégradation thermique des panneaux fabriqués avec des particules de bois mélangées avec du gypse et du gypse-ciment a été déterminée à l'air et à l'azote par analyse thermogravimétrique (TGA). Les composants purs du panneau (particules de bois, gypse et ciment Portland) ont été analysés isolément. La conductivité thermique des panneaux a été déterminée en utilisant un appareil de flux de chaleur. Un panneau en gypse commercial « placoplâtre » a été utilisé comme témoin dans tous les tests. Le panneau en gypse commercial, le gypse pur, le ciment Portland pur et le mélange gypse-ciment ont présenté des pertes de masse entre 18 et 22% à 800°C. Par ailleurs, les particules de bois ont été très sensibles à la chaleur. En général, les panneaux en gypse-ciment et particules de bois ont montrés une plus grande résistance à la dégradation thermique que les panneaux en gypse et particules de bois. Cependant, la conductivité thermique a été fortement dépendante de la masse volumique des panneaux.

Mots-clés : panneaux en gypse et particules de bois, ciment Portland, conductivité thermique, analyse thermogravimétrique (TGA).

4.2 Resumen

Degradación térmica y conductividad térmica de tableros compuestos de yeso, cemento y partículas de madera

La degradación térmica de tableros compuestos de yeso-cemento y de partículas de madera fue determinada en aire y nitrógeno por análisis termogravimétrico (TGA). Los componentes puros de los tableros (yeso, cemento Portland y partículas de madera) fueron analizados por separado. La conductividad térmica de los tableros fue determinada usando un aparato de flujo de calor. Un panel de yeso comercial fue utilizado como referencia en todos los ensayos. El panel de yeso comercial, el yeso puro, el cemento Portland puro y la mezcla de yeso-cemento presentaron perdidas de masa entre 18 y 22% a 800°C. Por otro lado, las partículas de madera fueron muy sensibles al calor. En general, el tablero de partículas mezclado con yeso-cemento presento una mayor resistencia a la degradación térmica que el tablero de partículas mezclado con solamente yeso. Sin embargo, la conductividad térmica fue altamente dependiente de la densidad del tablero.

Palabras clave: Tablero de partículas, yeso, cemento Portland, conductividad térmica, análisis termogravimétrico (TGA).

4.3 Abstract

The thermal degradation of boards made from wood particles mixed with gypsum and gypsum-cement was determined in air and nitrogen by thermogravimetric analysis (TGA). The pure constituents of the boards (wood particles, gypsum and Portland cement) were characterized separately. The thermal conductivity of the boards was determined using a heat flow meter apparatus. Commercial gypsum board was used as a control for all the tests performed. Commercial gypsum board, pure gypsum, pure Portland cement and gypsum-cement mixture showed mass losses between 18 and 22 % at 800°C. On the other hand, the

wood particles were very sensitive to heat. In general, gypsum-cement particleboard exhibited a better resistance to thermal degradation than gypsum particleboard. However, it has the highest thermal conductivity due to its higher density. Thermal conductivity showed to be strongly dependent on board density.

Keywords: Gypsum particleboard, Portland cement, thermal conductivity, thermogravimetric analysis (TGA).

4.4 Introduction

Gypsum boards are widely used in building construction for interior wall covering. It provides protection against fire and some lateral support. It basically consists in calcium sulphate in the form of dihydrate crystals with overlay paper on both sides. The overlay paper plays an important role in the mechanical resistance of gypsum boards (Cramer et al 2003). The board core presents a low mechanical resistance; which is a disadvantage for some applications in building construction. Several studies have been carried out in order to improve its mechanical properties. The incorporation of mineral fibers, wood fibers and wood particles has been suggested as a potential way to improve these properties (Falk 1994). Even though the addition of wood fibers and wood particles could partially improve the mechanical properties of gypsum boards, they are considered as combustibles due to the organic nature of wood. This characteristic could also cause a decrease of gypsum boards thermal resistance.

Another disadvantage of gypsum boards is their poor resistance to moisture. The incorporation of Portland cement to the boards could partially solve this problem. Portland cement is mainly composed of tricalcium silicate (C_3S), dicalcium silicate (C_2S), tricalcium aluminate (C_3A) and tetracalcium aluminoferrite (C_4AF) (Sha et al 1999). It is considered as moisture resistant. Even if cement mixed with wood has been used for board manufacturing, the use of cement in high proportion represents a disadvantage due to the higher cost of the boards. At this time, the utilization of cement mixed with gypsum and

wood particles has not yet been proposed as an alternative. On the basis of the characteristics of each constituent (gypsum, cement and wood) the development of gypsum-cement particleboards should result in a product of higher mechanical properties, better moisture resistance and an acceptable thermal resistance. Additionally, the use of gypsum mixed with Portland cement could reduce the overall product cost since gypsum is available at a lower cost than Portland cement.

One of the most important applications of gypsum-cement particleboards could be as fire resistant interior walls and thermal insulators in building construction. In this regard, the thermal stability of gypsum-cement particleboard must be assessed. The thermal stability of materials can be evaluated by means of thermogravimetric analysis (TGA). This technique is used in thermal analysis in which the changes in sample mass are monitored continuously while the sample is submitted to temperatures varying at a reproducible rate in a determined atmosphere. Thermogravimetric analysis allows to partially simulate the thermal degradation occurring in fire events since it measures the mass losses of materials under the influence of elevated temperatures. It has been commonly used to evaluate the efficiency of different fire retardant substances and to characterize wood thermal degradation (Gao et al 2006; Alarcon-Ruiz et al 2005; Ramiah 1970). However, TGA has not been used to characterize thermal degradation of gypsum particleboards and cement particleboards. However, the suitability of boards as thermal insulators can be evaluated by performing thermal conductivity tests. The thermal conductivity of a material is defined as its heat conductivity capacity from one surface to another when it is subjected to a temperature gradient. This property is mainly affected by density, moisture content, and temperature of the material (Forest Products Laboratory 1999).

Even though TGA and thermal conductivity do not consider the direct exposition of materials to flame, they are representative of some of the processes that occur in fire events. In case of fire, the board degradation is conditioned by the effect of elevated temperatures, the oxidative conditions of the atmosphere and the production of volatiles. This could be partially simulated by the use of TGA. Thermal conductivity is a good estimator of the
characteristics of materials as thermal insulators. At elevated temperature it is a main factor in fire barrier, particularly when the boards are attached to framing members.

The main purpose of this study was to characterize the thermal degradation and thermal conductivity of gypsum particleboard reinforced with Portland cement in order to compare its thermal behavior to that of gypsum particleboard and commercial regular gypsum boards. In addition, the thermal resistance of gypsum-cement particleboard's constituents (wood, gypsum and Portland cement) was determined.

4.5 Materials and methods

4.5.1 Material

The gypsum used for this study was obtained from BPB Canada Inc., Montreal, Canada. It contained at least 80% of calcium sulphate hemihydrate (CaSO₄ \cdot 0.5 H₂O). Commercial type 10 Portland cement was used. It was obtained from the "Centre de recherche interuniversitaire sur le béton (CRIB)" of Université Laval. Its composition is displayed in Table 4.1 The wood used was jack pine (*Pinus banksiana*) since previous work has shown its high compatibility with Portland cement (Defo et al. 2004), with gypsum and with gypsum-cement mixture (Espinoza-Herrera and Cloutier 2008) by using isothermal calorimetry.

Chemical name	Chemical	Main compound	Mass (%) `
Tricalcium silicate	3CaO · SiO ₂	C ₃ S	50
Dicalcium silicate	$2CaO \cdot SiO_2$	C_2S	25
Tricalcium aluminate	3CaO·Al ₂ O ₃	C ₃ A	12
Tetrecalcium aluminoferrrite	$4Ca.Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$	C ₄ AF	8
Calcium sulfate	CaSO ₄ · 2H ₂ O	CSH ₂	3.5

Table 4.1 Chemical composition of type 10 Portland cement used in the current study.

4.5.2 Boards manufacturing

The boards were made from 53% inorganic material, 22% jack pine particles (0.5-2.6 mm) at 10% moisture content (MC) (oven-dried basis) and 25% liquid water (based on the total humid mass of the wet components mixture). The mats were formed from the wet furnish and pressed at 60°C under a pressure of 5-7 MPa during 30 min to a thickness of 11 mm. Two types of boards were made. The first one contained only gypsum as inorganic material. The second one was a mixture of gypsum and Portland cement in a proportion of 70:30 by mass in order to increase the mechanical properties and moisture resistance of the boards. The proportions were based on the results of preliminary density and hydration tests. The boards were stored for at least 28 days in a climate chamber at 20°C and 60% relative humidity before performing the tests.

The humid mass used for gypsum particleboard and gypsum-cement particleboard were the same. However, the gypsum-cement particleboards final density was higher due to its different hydration products. Gypsum, in the form of calcium sulphate hemihydrate (CaSO₄ \cdot $\frac{1}{2}$ H₂O) hardens when it reacts with water generating calcium sulphate dihydrate (CaSO₄ \cdot 2 H₂O). Portland cement also hardens when it reacts with water but its most important hydration products are calcium silicate hydrate (3 CaO \cdot 2 SiO₂ \cdot 4 H₂O) and calcium hydroxide (Ca(OH)₂) (Sha et al. 1999).

4.5.3 Thermal degradation by TGA

Thermal degradation tests were carried out with a Mettler Toledo thermobalance $(TGA/SDTA851^{\circ})$. All experiments were performed from 25°C to 800°C at a scanning rate of 10°C·min⁻¹ in a nitrogen or air atmosphere at 50 ml·min⁻¹. The samples analyzed in nitrogen were burned off but without oxidizing the wood particles. The air atmosphere was used to virtually burn off the wood particles.

The samples studied were gypsum particleboard (GPB), gypsum-cement particleboard (GCPB), the core of commercial gypsum board (GB), jack pine wood particles (WPP), pure gypsum (G), gypsum-cement (GC) and pure Portland cement (C). Pure gypsum, C and GC were analyzed in a nitrogen atmosphere only. The sample mass as a function of temperature was obtained. These results were generated by the STAR^e software from METTLER. Three replicates were performed for each test.

For this study, jack pine wood was fragmented and sieved. The particles used were those that passed through a sieve number 20 and were retained on a sieve number 40 (0.4-0.9 mm). They were air dried at room conditions to a MC of about 10% at the time of testing. The inorganic material to water mass ratio was 2:1 (w/w). The GBP and GCPB samples were made from wood particles covered with gypsum and gypsum-cement mixture respectively removed from the boards with a knife. The volume of the TGA crucible was 0.1 ml. The sample mass varied from 10 to 30 mg depending on material density. The commercial gypsum board used as a reference was of type ProRoc[™] regular of 12.7 mm in thickness obtained from BPB Canada Inc., Montreal, Canada.

4.5.4 Thermal conductivity determination

The thermal conductivity of the boards was determined according to the ASTM C518-98 Standard test method for steady-state thermal transmission properties by means of the heat flow meter apparatus. In fact, this apparatus establishes a steady state one-directional heat flux through a test sample between two parallel plates at constant but different temperatures. To conduct these tests, an Omega engineering HFS-4 heat flux sensor was used. The size of the test specimens was 153 x 153 mm and 11 to 12.5 mm in thickness, covering the entire plate surface. The hot plate temperature was 117°C and the colder plate temperature was 77°C corresponding to a temperature difference of 40°C or a temperature gradient of about 3.5°C mm⁻¹. Once thermal equilibrium was reached, five successive observations were made at 5 minute interval.

The average thermal conductivity of each specimen was calculated as follows:

$$\lambda = \frac{QL}{A^{\Delta}T} \tag{4.1}$$

Where

 $\lambda =$ thermal conductivity (W·m⁻¹.°C⁻¹)

Q = heat flow (W)

L = specimen thickness, measured along a path normal to isothermal surfaces (m)

A = area measured on a selected isothermal surface (m^2)

 ΔT = temperature difference (°C)

The specific thermal conductivity of each specimen was calculated by dividing its measured thermal conductivity by its density in order to reduce the impact of density on the results. An analysis of variance was performed on the test results. When a significant difference was found between means, a Duncan's multiple range test was performed.

4.6 Results and discussion

4.6.1 Thermal degradation by thermogravimetry

The thermal behavior of the samples determined by TGA was reproducible for all materials analyzed. Hence, to facilitate the analysis of the results, a single curve per material will be presented in Figs. 4.1 to 4.3.

4.6.1.1 Pure gypsum

Figure 4.1 shows the results obtained for pure gypsum. The most important mass loss of this substance (18%) began around 100°C and stopped at 180°C. This would correspond to water evaporation. From 180°C to 650°C the gypsum mass is stable. At around 680°C a small mass loss of 2% was observed with stabilization at 730°C. These results are similar to those reported in the literature for gypsum. Guerrero et al. (2000) reported a characteristic mass loss of the gypsum samples between 100 and 200°C which corresponded to the

release of chemically bound water molecules from gypsum decomposition. Chang et al. (1999) studied the dehydration of $CaSO_4 \cdot 2 H_2O$ by TGA and thermo-Raman spectroscopy from 25 to 300°C. In fact, the changes in Raman spectra during a thermal process should correspond to the peaks in the TGA. The results obtained confirmed that in the temperature range from 118 to $142^{\circ}C$, $CaSO_4 \cdot 2 H_2O$ is transformed into $CaSO_4 \cdot 0.5 H_2O$ and finally into $CaSO_4$. These results correspond to the peaks observed from 103 to $136^{\circ}C$ in the TGA analysis. The transformation of gypsum into a hemihydrate structure, then into soluble anhydrite is completed sequentially after the two endothermic reactions given below:

$$CaSO_4 \cdot 2 H_2O \longrightarrow CaSO_4 \cdot 0.5 H_2O + 1.5 H_2O \qquad \text{first stage} \qquad (4.2)$$

 $CaSO_4 \cdot 0.5 H_2O \longrightarrow CaSO_4 + 0.5 H_2O \qquad second stage \qquad (4.3)$



Figure 4.1 Thermal degradation of Portland cement, gypsum and gypsum-cement mixture in nitrogen. Each curve represents the results obtained for one sample.

4.6.1.2 Pure Portland cement

Portland cement thermal degradation is shown in Fig. 4.1. At 800°C this material shows a mass loss of 22-25%. Even if the mass loss was more important than for gypsum at this elevated temperature, Portland cement showed a better behavior until 600°C. From this temperature on, a quick mass loss was observed. The Portland cement thermal degradation curve shows three important mass losses. Alarcon-Ruiz et al (2005) described a similar behavior for a cement paste. In fact, the first mass loss, located between 100 and 200°C is the result of dehydration reactions of several hydrates such as calcium silicate hydrate, carboaluminates, and ettringite. The second major mass loss occurring between 420 and 490°C corresponds to dehydroxylation of portlandite, another hydration product. The third one which appears at 600°C is associated to the decarbonation of calcium carbonate.

4.6.1.3 Gypsum-cement

As can be observed in Fig. 4.1, the gypsum-cement mixture had an intermediate thermal degradation behavior between that of the gypsum and cement components. The gypsum-cement curve of Fig. 4.1 shows a fast mass loss between 100°C and 180°C which can be related to gypsum. Afterwards, the mass losses occurring between 420 and 480°C and the thermal behavior until 600°C can be associated to that of cement.

4.6.1.4 Jack pine wood particles

Figures 4.2 and 4.3 show the thermal degradation of jack pine wood particles in nitrogen and air respectively. It can be observed that at 100°C the WPP samples in air and nitrogen atmospheres lost their free water. This step was followed by a mass stabilization period until 230-260°C. From 270°C, the WPP samples showed a fast decrease of mass in both atmospheres. Nevertheless, differences were observed at higher temperatures between air and nitrogen atmospheres. In air, the WPP samples showed higher mass losses. At 350°C in air, WPP had lost 64% of its initial mass and all of it at 500°C (Fig. 4.3). On the other hand, the WPP samples had a lower rate of degradation in nitrogen at 390°C (Fig. 4.2). Unlike the samples exposed to air, they kept 15% of their initial mass at 800°C. The literature shows that wood decomposes into volatiles and char when exposed to heat. Char is a dominant product at internal temperatures of less than 300°C whereas volatiles become much more present above 300°C. The volatiles, some of which are flammable, can be ignited if the volatile-air mixture has the appropriate composition in a temperature range of about 400°C to 500°C. This gas-phase combustion appears as flames (Forest Products Laboratory 1999). Differences observed between mass losses of wood in nitrogen and air could be explained on that basis. The most important difference between nitrogen and air is the availability of oxygen. When oxygen reacts with the volatile compounds of wood, flame generation contributes to char oxidation thereby generating a faster and complete degradation of the sample.

Gao et al. (2006) studied the thermal degradation of larch wood treated with guaryl urea phosphate and boric acid as fire retardants by differential thermogravimetry (DTG), TGA and by using a cone calorimeter. The thermal degradation of virgin larch wood as analyzed by Gao et al. (2006) and of jack pine wood in the current study showed similar behavior. It is clear that wood thermal behavior is strongly dependent on the degradation rate of its main constituents. Our results show a characteristic mass loss from 240 to 280°C in air corresponding to 240-300°C in nitrogen, mainly caused by hemicellulose thermal degradation which usually occurs first. The mass loss observed in air from 280°C to 350°C corresponding to 300-390°C in nitrogen was associated with the thermal degradation of cellulose. Due to the production of a large quantity of volatile and flammable products, the thermal degradation of cellulose plays a key role in the thermal degradation of wood (Gao et al. 2006). This is usually characterized by a pronounced drop in the TGA curve, indicating a fast degradation rate. The mass losses observed at 350-450°C in air and 390°C in nitrogen were associated to char formation from lignin. From 450 to 500°C in air, the total combustion of char and other residues is observed until the total degradation of the samples. At this stage, charring and char oxidation can occur simultaneously (Gao et al 2006). Our results are in agreement with those of Ramiah (1970) who also analyzed the thermal degradation of the main constituents of wood by TGA. The author found that lignin was the most thermally resistant compound while cellulose was classified as intermediate and hemicellulose was the less stable and more sensitive compound to thermal degradation.



Figure 4.2 Thermal degradation of board samples and wood particles in nitrogen. Each curve represents the results obtained for one sample.



Figure 4.3 Thermal degradation of board samples and wood particles in air. Each curve represents the results obtained for one sample.

4.6.1.5 Gypsum board core

The thermal behavior of samples obtained from GB core is shown in Figs. 4.2 and 4.3. Although TGA in air generated a higher mass loss, the shape of the curves was similar in air and nitrogen. Overall, GB core has shown to be thermally stable, maintaining its mass until 110-120°C. However, its most important mass loss (18%) was observed between 120-170°C. From this temperature to 800°C only a small mass loss (1-2%) occurred. The total mass losses (18-21%) can be due to water present in the board. Mehaffey et al (1994) determined that calcium sulphate dihydrate, a primary component of the core of gypsum board, contains about 21% of the chemically combined water (by mass). As gypsum is heated to temperatures in excess of 80°C, it undergoes a thermal degradation process known as calcination. This process is usually completed at 125°C (Mehaffey et al. 1994).

5.6.1.6 Gypsum particleboard

The thermal degradation of GPB in nitrogen and air is presented in Figs. 4.2 and 4.3 respectively. The behavior of samples in both environments was very similar up to 280°C. The total water evaporation, between 100 and 160°C was considered to be the main factor causing mass losses. A stable period without important mass loss occurred from 160 to 280°C. However, from this temperature onwards, differences were observed between both environments. Significant mass losses occurred from 280 to 470°C in air. From 470 to 800°C in air, GPB experienced a slight mass loss. At the end of the tests GPB conserved 58% of its initial mass in air. In contrast, GPB in nitrogen showed a lower mass loss. The most important mass losses stopped at about 390°C. From this temperature up to 800°C the mass loss rate decreased. At the end of the test, the samples had lost about 35% of their initial mass.

4.6.1.7 Gypsum-cement particleboard

As shown in Figs. 4.2 and 4.3, the total water evaporation in GCPB appears between 160 and 170°C. At about 260°C in nitrogen and air, GCPB increases its degradation rate until about 360°C where it decreases again. The thermal behavior of GCPB in air and nitrogen is similar until 300°C (table 4.2). However, from 350°C differences can be observed in relation to the atmosphere used. From this temperature up, the mass losses of GCPB are higher in nitrogen than in air. At the end of the tests the GCPB sample in nitrogen remains within 61% of its initial mass whereas it conserves 69% of its initial mass in air.

4.6.1.8 Global comparison of samples thermal behavior in nitrogen and air

Figure 4.2 shows that GB was the most resistant material to thermal degradation. This behavior is due to the sole presence of inorganic material in the core of the board. GCPB has shown a slightly better thermal resistance than GPB in nitrogen. This shows that cement provides a better protection to wood particles than gypsum. The mass loss between 290 and 400°C exhibited by the GCPB and GPB curves corresponded to wood disintegration. As can be observed, wood particles without gypsum and gypsum-cement protection are very sensitive to heat. Indeed, WPP had lost 85% of its initial mass at 800°C in nitrogen.

Figure 4.3 demonstrates that thermal degradation in air is more drastic. The results show that WPP suffered a complete degradation at about 500°C. The results demonstrate that the incorporation of gypsum and of a mixture of gypsum-cement provided an efficient protection to the wood particles against thermal degradation. Thus, the use of inorganic materials delayed thermal degradation of the hemicelluloses and cellulose from 240°C for wood particles to 300°C for boards with gypsum and gypsum-cement mixture. In air, the positive effect of the incorporation of Portland cement to the boards is clear, mainly in the step related to the degradation of cellulose. Table 4.2 presents the average mass loss at different temperatures for the boards and their constituents in nitrogen and air. It can be noticed that mass loss corresponding to cellulose degradation at 350°C was lower for

GCPB (21%) than for wood (64%) and GPB (29%). Moreover, at the end of the TGA tests in air, GCPB showed a lower mass loss than GPB.

It can also be observed in Table 4.2 that the final mass losses in air occurred in the following order: WPP >GPB > GCPB > GB. In nitrogen, the final mass losses were the following: WPP>GCPB>GPB>C>GC \approx G >GB. In general, the materials of inorganic nature (GB, G, GC and C) presented similar final mass losses between 18 and 22%. Jack pine wood particles presented the most important mass losses in both atmospheres.

In general, the addition of Portland cement improved the thermal resistance of wood compared to the sole addition of gypsum. However, the best thermal resistance was observed in the core of commercial GB due to the presence of pure inorganic compounds in this part of the board.

	Average mass loss (%)										
Temp.	GB	GB	GPB	GPB	GCPB	GCPB	WPP	WPP	G	GC	С
	N ₂	air	N ₂	air	N ₂	air	N ₂	air	N_2	N ₂	N ₂
25°C	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
100°C	0.0	0.0	1.5	2.0	3.0	2.0	5.0	5.0	0.0	1.0	1.5
150°C	12.0	13.0	11.0	12.0	12.0	9.0	6.0	6.0	8.5	6.5	4.0
200°C	18.0	18.0	16.0	15.0	13.5	13.0	6.0	7.0	18.0	13.5	6.0
250°C	18.0	18.5	16.0	15.0	14.0	14.0	8.0	8.0	18.0	14.0	7.0
300°C	18.0	18.5	17.0	18.0	17.0	17.0	16.0	17.0	18.0	. 14.0	7.0
350°C	18.0	19.0	21.0	29.0	25.0	21.0	42.0	64.0	18.0	14.5	8.0
400°C	18.0	19.0	27.0	32.0	27.0	22.0	72.0	72.0	18.0	14.5	9.0
450°C	18.0	19.0	28.0	37.0	28.0	26.0	75.0	84.0	18.0	15.5	10.0
500°C	18.0	19.0	29.0	39.0	30.0	27.0	76.0	100.0	18.0	15.5	12.0
550°C	18.0	19.0	30.0	39.0	31.0	28.0	80.0	100.0	18.0	15.5	12.0
600°C	18.0	19.0	30.0	39.0	32.0	28.0	81.0	100.0	18.0	16.0	13.0
650°C	18.5	19.5	30.0	40.0	34.0	29.0	82.0	100.0	18.0	16.5	14.0
700°C	18.5	20.5	32.0	40.0	36.0	30.0	83.0	100.0	19.5	17.5	17.0
750°C	18.5	20.5	34.0	40.0	38.0	31.0	84.0	100.0	20.0	20.5	21.0
800°C	18.5	20.5	35.0	40.0	39.0	31.0	85.0	100.0	20.0	20.5	22.0

 Table 4.2 Average mass loss of boards and its constituents at different temperatures in nitrogen and air.

GB: Gypsum-board core; GPB: Gypsum particleboard; GCPB: Gypsum-cement particleboard; WPP: Jack pine wood particles; G: Pure gypsum; C: pure Portland cement; GC: Gypsum-cement.

4.6.2 Thermal conductivity

Table 4.3 shows the results of thermal conductivity obtained for GB, GPB and GCPB. Statistical analysis shows significant differences between the thermal conductivity of each type of board. As shown in Table 4.3, GCPB exhibited the highest thermal conductivity (0.596 W·m⁻¹·°C⁻¹). It can be related to the higher density of this board (987 kg·m⁻³). Gypsum-particleboard had lower density values (834 kg·m⁻³) and thermal conductivity (0.484 W·m⁻¹·°C⁻¹). The thermal conductivity of GB (0.353 W·m⁻¹·°C⁻¹) was lower than that of GPB and GCPB. This result can be attributed to its lower density (615 kg·m⁻³) and higher porosity. It is known that air is not a good heat conductor (Grigoriev 1985) and the thermal conductivity of a porous material decreases as porosity increases (Suleiman et al 1999). The same statements have been made by Kollmann and Côte (1968) who demonstrated that the thermal conductivity of particleboard and wood are strongly dependent on density. Nevertheless, as shown in Table 4.3, the specific thermal conductivity of GB, GPB and GCPB did not present significant differences since the impact of the material density on thermal conductivity is reduced or eliminated.

The thermal conductivity values obtained in this study match those reported by Bekhta and Dobrowolska (2006). They found a thermal conductivity of $0.189 - 0.753 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{o}\text{C}^{-1}$ for wood-gypsum boards with a density of 850-1300 kg·m⁻³. They also demonstrated that board density has a considerable impact on heat conduction. On the other hand, Lee (1985) reported lower thermal conductivity ($0.0822 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{o}\text{C}^{-1}$) at an average density of (512 kg·m⁻³) for cement-bonded cypress excelsior board. However, the plate temperatures used by this author (37°C for the hot plate and 10°C for the cold plate) were lower than those used in the current work. Other studies (Suleiman et al 1999; Avramidis and Lau 1992) have also demonstrated that thermal conductivity increases with increasing temperature.

moisture content of boards at the moment of the tests.								
	GB	GPB	GCPB					
Thermal conductivity $(W \cdot m^{-1} \cdot {}^{\circ}C^{-1})$	0.353 C	0.484 B	0.596 A					
Heat flux $(W \cdot m^{-2})$	1164	1746	1977					
Density $(kg \cdot m^{-3})$	615	834	987					
Moisture content (%)	20.4	19.5	16.0					
Specific thermal conductivity	5.75 x 10 ⁻² A	$5.81 \times 10^{-2} A$.	6.10 x 10 ⁻² A					

Table 4.3 Values of average thermal conductivity, heat flux per unit area, density and

Means with different letters are significantly different ($p \le 0.05$)

GB: Gypsum-board; GPB: Gypsum particleboard; GCPB: Gypsum-cement particleboard.

4.7 Conclusions

 $(W \cdot m^2 \cdot kg^{-1} \cdot oC^{-1})$

Specific thermal conductivity

The results of this study showed that commercial gypsum board, pure gypsum, Portland cement and gypsum-cement mixture presented low mass losses during thermogravimetric analysis. However, the thermal behavior of those composites was different according to the characteristics of their chemical components. Wood particles were drastically degraded when heated in nitrogen or air. Oxygen present in air significantly accelerated the degradation of wood particles. In contrast, wood particles as part of gypsum particleboard and gypsum-cement particleboard, obtained a good protection against thermal degradation due to the presence of the inorganic material. The gypsum-cement mixture offered a better protection to the wood particles than pure gypsum when tested in air.

Gypsum-cement particleboard had the highest thermal conductivity (0.596 W \cdot m⁻¹.°C⁻¹). Gypsum particleboard presented an intermediate thermal conductivity (0.484 W·m^{-1.o}C⁻¹) while gypsum board had the lowest thermal conductivity (0.353 $W \cdot m^{-1} \cdot {}^{\circ}C^{-1}$). Thermal conductivity was proportional to panel density. According to the thermal conductivity results, gypsum-cement particleboard showed to be a poorer thermal insulator than gypsum particleboard, and gypsum board. However, the specific thermal conductivity of gypsum board, gypsum particleboard and gypsum-cement particleboard did not present significant differences.

Overall, the results of this work show that the combination between wood particles, gypsum and cement provides a good alternative to improve the global thermal characteristic of the boards. Since Portland cement is considered as moisture resistant, it could also contribute to the board's protection against moisture.

CHAPITRE 5. Physical and mechanical properties of gypsum particleboard reinforced with Portland cement

5.1 Résumé

Propriétés physico-mécaniques des panneaux en gypse et particules de bois renforcés avec du ciment Portland.

Pour le panneau en gypse et particules de bois, le gonflement en épaisseur et l'absorption d'eau sont élevés et les propriétés mécaniques sont faibles, ce qui limite leur utilisation dans quelques applications en construction. Le panneau en gypse et particules de bois renforcé avec du ciment Portland pourrait donner un produit de résistance mécanique plus élevée avec une résistance acceptable à l'humidité. Les propriétés physiques et mécaniques du panneau en gypse-ciment et particules de bois ont été analysées avec des éprouvettes conditionnées à 20°C et 60% d'humidité relative et des éprouvettes après immersion dans l'eau pendant 24 heures. Les résultats montrent que l'addition de ciment Portland augmente la résistance mécanique des panneaux. En condition sèches, l'addition de ciment Portland donne une augmentation relative de 53% pour le module de rupture et de 206% pour la cohésion interne. Des augmentations relatives plus élevées ont été obtenues après 24h d'immersion dans l'eau. Une augmentation relative de 642% a été obtenue pour le module de rupture et de 97% pour la dureté Janka. De plus l'addition de ciment Portland donne une réduction de 21% pour l'absorption d'eau après 2 heures d'immersion dans l'eau et de 26% après 24 heures d'immersion. D'ailleurs, des réductions relatives de 43% et 61% du gonflement en épaisseur et 33% et 46% en dilatation linéaire ont été observées après 2 et 24 heures d'immersion dans l'eau. On peut conclure que le ciment Portland est un renfort approprié pour améliorer les panneaux en gypse et particules de bois.

Mots-clés : panneau en gypse et particules de bois, ciment Portland, propriétés physiques et mécaniques.

5.2 Resumen

Propiedades físicas y mecánicas del tablero de partículas de madera y yeso reforzado con cemento Portland.

El hecho de que los tableros compuestos de partículas de madera y yeso presenten un alto hinchamiento del espesor, una alta absorción de agua y unas propiedades mecánicas bajas lo limitan en algunas aplicaciones para la construcción. El tablero compuesto de yeso y de partículas de madera reforzado con cemento Portland podría resultar un producto con más altas propiedades mecánicas y de una aceptable resistencia a la humedad. Las propiedades - físicas y mecánicas del tablero compuesto de yeso-cemento y de partículas de madera fueron analizadas en muestras previamente acondicionadas a 20°C y 60% de humedad relativa y en muestras saturadas después de 24 horas de inmersión en agua. Los resultados muestran que la incorporación del cemento Portland incrementa la resistencia mecánica de los tableros. En estado seco, la adición del cemento Portland incrementa el modulo de ruptura en 53% e incrementa la cohesión interna en 206%. Incrementos más altos fueron presentados después de 24 horas de inmersión en agua. Un incremento de 642% fue obtenido para el modulo de ruptura y de 97% para la dureza. Además, la adición del cemento Portland ocasionó una reducción en la absorción de agua de 21% y 26% después de 2 y 24 horas de inmersión en agua respectivamente. Por otro lado, reducciones en hinchamiento en espesor de 43% y 61% y reducciones en la variación lineal de 33% y 46% fueron observadas después de 2 y 24 horas de inmersión en agua respectivamente. Por lo que se puede concluir que el cemento Portland es un buen material de refuerzo para los tableros compuestos de yeso y de partículas de madera.

Palabras clave: Tableros de partículas, yeso, cemento Portland, propiedades físicas y mecánicas.

5.3 Abstract

High thickness swelling, high water absorption, and low mechanical properties of gypsum particleboard limit its utilisation in building construction. Gypsum particleboard reinforced with Portland cement could result in a product with higher mechanical properties and an acceptable resistance to moisture. Physical and mechanical properties of gypsum-cement particleboards were analysed for specimens previously conditioned at 20°C and 60% relative humidity and then soaked in water for 24 hours. The results showed that Portland cement incorporation increased the mechanical resistance of the boards. In the dry state, Portland cement addition generated a modulus of rupture increase ratio of 53% and an internal bond strength increase ratio of 206%. Higher increase ratios were obtained after 24 hours water soaking. An increase ratio of 642 % was obtained for the modulus of rupture and 97% for hardness. Furthermore, the addition of Portland cement resulted in a reduction ratio of 21% for water absorption after 2 hours water soaking and 26% after 24 hours water soaking. Moreover, reduction ratios of 43% and 61% in thickness swelling and 33% and 46% in linear variation were observed after 2 and 24h water soaking. It can be concluded that Portland cement is a suitable reinforcing material for improving the performance of gypsum particleboard.

Keywords: Gypsum particleboard, Portland cement, physical and mechanical properties.

5.4 Introduction

Gypsum particleboard (GPB) is an inorganic-bonded panel manufactured from wood particles and using gypsum as adhesive. It has been primarily used for residential construction, such as for wall and roof sheathing. It does not emit formaldehyde and it is an effective fire retardant. However, there are some drawbacks with GPB such as high thickness swelling, high water absorption and low mechanical properties compared with those of cement particleboard. These factors hinder its uses as building construction material (Deng and Furuno 2001).

In order to improve the properties of GPB, some authors have proposed the addition of reinforcing materials. Deng and Furuno (2001, 2002) added polypropylene (PP) fibers, jute fibers and coconut fibers to GPB. In a posterior work, Deng et al. (2006) studied the influence of an organosilicon agent on the physical and mechanical properties of the boards. However, the results obtained by these authors were not conclusive, mainly regarding the water resistance of GPB.

The incorporation of cement to particleboard has been examined by Okino et al (2004, 2005). They obtained better physical and mechanical properties of cement particleboards (CPB) than those reported by Frick (1988) for wood-gypsum composite boards. The CPB elaborated by Okino et al (2004, 2005) presented a lower water absorption, a better dimensional stability and a higher mechanical strength than for GPB, gypsum fibreboard, gypsum cardboard and gypsum flakeboard as reported by Frick (1988).

The utilization of Portland cement in gypsum particleboards has not been proposed yet as an alternative. Portland cement and gypsum are two substances that harden when reacting with water. The main component of gypsum is calcium sulphate hemihydrate (CaSO₄ · $\frac{1}{2}$ H₂O). Portland cement is mainly composed of tricalcium silicate (C₃S), dicalcium silicate (C₂S), tricalcium aluminate (C₃A), tetracalcium aluminoferrite (C₄AF) and calcium sulphate in low proportions (Sha et al 1999). Calcium sulphate (gypsum) is added to Portland cement in order to delay its setting. Gypsum reacts with tricalcium aluminate to form ettringite $(Ca_6Al_3(SO_4)_3(OH)_{12} 26H_2O)$ (Minard et al 2007).

While gypsum presents a low moiture resistance, Portland cement has low water solubility and is considered to be moisture resistant. This characteristic makes it an important material for building construction. Nevertheless, Portland cement is relatively expensive and it presents higher hardening time than gypsum. Thus, if used in combination with gypsum for panel manufacturing, the Portland cement proportion should be kept low.

Considering that gypsum is used to control cement setting and taking into account the results obtained for CPB (Okino et al 2004, 2005), one can hypothesize that Portland cement could improve the moisture resistance of gypsum. This can be a good option for the development of wood-inorganic composite boards. On the basis of the characteristics of each constituent (gypsum, cement and wood) the development of gypsum-cement particleboards should result in a product of higher mechanical properties and better moisture resistance. However, the manufacturing of wood-inorganic materials composite boards could be limited by the compatibility between wood and inorganic materials. Compatibility analysis is particularly important since extractive compounds can delay the hydration of the inorganic materials thereby affecting their adhesion to wood and the mechanical properties of the composite (Ahn and Moslemi 1980; Simatupang et al 1988).

The hydration characteristics of inorganic substances have been commonly used to determine their compatibility with wood by different methods. One of these methods involves the use of the differential scanning calorimeter (DSC) to study the compatibility of wood-cement mixtures (Defo et al. 2004), wood-gypsum and wood-gypsum-cement mixtures (Espinoza-Herrera and Cloutier 2008). As a result of these studies, jack pine (*Pinus banksiana*) was found to be highly compatible with gypsum, Portland cement and gypsum-cement mixture (Defo et al 2004; Espinoza-Herrera and Cloutier 2008). For that reason, jack pine was retained for the manufacturing of boards in the present study.

The aim of this study was to determine whether the use of Portland cement as a reinforcing material could improve the physical and mechanical properties of gypsum particleboards.

5.5 Materials and Methods

5.5.1 Materials

The gypsum used for this study included at least 80% calcium sulphate hemihydrate $(CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O)$ and was provided by BPB Canada Inc, Montreal, Canada. The composition of type 10 commercial Portland cement used in this study is displayed in table 5.1 The wood used was jack pine (*Pinus banksiana*) since previous work has shown its high compatibility with Portland cement (Defo et al. 2004), with gypsum and with gypsum-cement mixture (Espinoza-Herrera and Cloutier 2008).

 Table 5.1 Chemical composition of type 10 Portland cement.

Chemical name	Chemical	Main compound	Mass (%)
Tricalcium silicate	$3 \text{ CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C_3S	50
Dicalcium silicate	2 CaO · SiO ₂	C_2S	25
Tricalcium aluminate	$3 \text{ CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	C ₃ A	12
Tetrecalcium aluminoferrrite	$4 \text{ Ca.Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	C ₄ AF	8
Calcium sulphate	$CaSO_4 \cdot 2 H_2O$	CSH_2	3.5

5.5.2 Methods

5.5.2.1 Boards manufacturing

The boards were made from 53% inorganic material, 22% jack pine particles (0.5-2.6 mm) at 10% moisture content (MC) (oven-dry basis) and 25% liquid water based on the humid mass of the components mixture. The mats were formed from the wet furnish and pressed at 60°C under a pressure of 5-7 MPa during 30 min to a thickness of 11 mm. Two types of boards were made. The first one contained jack pine particles plus gypsum as inorganic material. The second one was a mixture of gypsum and Portland cement in a proportion of 70:30 by dry mass of powder in order to increase the mechanical properties and moisture resistance of the boards. The proportions were based on the results of preliminary density and hydration tests. Before testing, the boards were stored for at least 28 days in a climate

chamber at 20°C and 60% relative humidity (RH). As gypsum-cement particleboard is a potential substitute for gypsum board (GB) also known as drywall panel used for the finishing of interior walls and ceilings, commercial GB was used as a control in the tests performed. Gypsum board basically consists in calcium sulphate in the form of dihydrate with overlay paper on both sides.

5.5.2.2 Determination of physical properties

Specimens of gypsum-cement particleboard (GCPB), GPB and GB (50 x 50 mm) (Fig. 5.1) were soaked in water for 2h and 24h at 20°C in order to determine thickness swelling, linear variation and water absorption. Measurements of thickness swelling (TS) were made in the centre of the specimen face (c) with a micrometer whereas the linear variation (LV) was determined from the width (a) and length (b) of the specimens measured with a caliper. Thickness swelling was determined as follows:

$$TS = \frac{t_{ss} - t_{cs}}{t_{cs}} \times 100$$
(5.1)

Where

TS : thickness swelling (%)

t_{ss} : Thickness of water soaked specimen after 2 and 24 hours (mm).

t_{cs} : Thickness of conditioned specimen at 20°C and 60% RH before water soaking (mm).

The LV was determined as follows:

$$LV = \frac{(a+b)_{ss} - (a+b)_{cs}}{(a+b)_{cs}} \times 100$$
(5.2)

Where

LV : linear variation (%)

a : width of specimens (mm)

b : length of specimens (mm)

ss: water soaked specimen after 2 and 24 hours

cs: conditioned specimen at 20°C and 60% RH before water soaking



Figure 5.1 Specimen of 50 x 50 mm used for the determination of thickness swelling, linear variation and water absorption. Specimen centre (c), width (a), length (b).

5.5.2.3 Determination of mechanical properties

The mechanical properties of the boards were determined according to the ASTM D1037 standard. For static bending, test specimens of GCPB, GPB and GB (76 x 314 mm) were used in different conditions. Specimens of the first group were conditioned in a conditioning room at 20°C and 60% RH until they reached equilibrium moisture content. Specimens of the second group were immersed in water at 20°C for 24 hours. Specimens of the third group were stored in the conditions described for the first group but paper of the type used for gypsum board was applied to each face of GCPB and GPB. The testing speed was 5.3 mm/min and the span was 264 mm. Gypsum board specimens were oriented parallel to the board length (the length of the specimen corresponded to the long direction of the board) and perpendicular to that direction.

Specimens of GCPB, GPB and GB (75 x 150 mm) were used to determine board Janka hardness. Two penetrations on each of two flat faces of a specimen made from two laminated boards were performed at 6 mm/min. Before testing, specimens of the first group were stored at 20°C and 60% RH and those of the second group were immersed in water at 20° C for 24 hours.

The resistance of GCPB, GPB and GB to screw withdrawal in a direction perpendicular to the face was determined. Two pieces (76 x 102 mm) were glued up and holes of 3.2 mm in diameter were predrilled. Number 10 type AB screws were used. The testing speed was 15 mm/min.

For evaluation of the internal bond strength of the boards, 50×50 mm specimens were used. They were bonded to two blocks of aluminium with an epoxy resin. The testing speed was 0.64 mm/min.

The increase ratios (K) of modulus of rupture (MOR), internal bond strength (IB), Janka hardness, screw withdrawal (SW), and the reduction ratios of water absorption (WA) thickness swelling (TS) and linear variation (LV) for boards containing Portland cement, compared to ones without Portland cement, were calculated using the following formula:

$$K = \left| \frac{Z_x}{Z_y} - 1 \right| \times 100 \quad (\%) \tag{5.3}$$

Where Z_i represents the MOR, IB, Janka hardness, SW, WA, TS or LV of boards without addition of Portland cement, and Z_x is the value of the properties of the boards with Portland cement.

An analysis of variance was performed on the results obtained for each property tested. When appropriate, the means were classified using a Duncan's multiple range test by means of the statistical analysis system program SAS.

5.6 Results and discussion

5.6.1 Water absorption (WA) and moisture content (MC)

A significant difference in water absorption was observed for the three types of board after 2 and 24 hours of immersion (table 5.2). Gypsum board showed the highest water absorption. These values were mainly due to the high porosity of the board core. No differences between 2 and 24 hours were observed in GB. Gypsum particleboard showed intermediate values of water absorption which increased with immersion time. Gypsum-cement particleboard showed the lower values of water absorption.

After addition of Portland cement to GPB, a reduction ratio of 20.9% and 26.0% in water absorption after 2 and 24 hours of water soaking respectively was observed (Figure 5.2). These results are higher than those obtained by Deng and Furuno (2001 and 2002) and Deng et al (2006) who proposed the addition of jute fibers, polypropylene fibers (PP) and 3-5% of an organosilicon agent to GPB. After 24 hours water soaking, these authors found a maximal reduction in WA of 3.1% for boards with jute fibers, 4.6% for boards with polypropylene fibers and 2.0% for boards with an organosilicon agent. Overall, cement presented better characteristics as waterproof agent in GPB than these substances.

Cement mixed with wood particles was shown to be a suitable material for the manufacturing of boards resistant to water. Indeed, Okino et al. (2005) reported that water absorption of cement particleboards after 2 and 24 hours water soaking was only 9 and 12% respectively.

Table 5.2 presents board's moisture content data as a function of water soaking time. After 2 hours water soaking, GB was completely saturated and it presented a slightly higher MC than that observed after 24 hours water soaking. At the end of the experiments, GB had the higher MC, GPB presented an intermediate MC and GPCB exhibited the lower MC.

Water abs	orpti	on	Moisture content		Thickness swelling		Linear variation			Apparent Density					
(%))	. (%)		(%)			(%)			(kg/m^3)					
GB _{2h}	73	A		0 h	2 h	24 h	GPB _{24h}	5.4	А	GPB _{24h}	1.3	A	GCPB _{ss24h}	1273	A
GB_{24h}	73	A	GB	27	120	119	GPB _{2h}	3.3	В	GPB_{2h}	0.9	В	GCPB_{ss2h}	1248	А
$GPB_{24h} \\$	50	B	GPB	25	74	85	GCPB _{24h}	2.1	С	$GCPB_{24h}$	0.7	С	GPB_{ss24h}	1180	В
$GPB_{2h} \\$	43	С	GCPB	18	60	64	GB_{24h}	1.9	С	GCPB_{2h}	0.6	С	GPB_{ss2h}	1160	В
$GCPB_{24h} \\$	37	D					GCPB _{2h}	1.9	С	GB_{2h}	- 0.6	D	GB_{ss24h}	1039	С
GCPB _{2h}	34	E					GB _{2h}	1.7	С	GB_{24h}	- 3.2	Е	GB_{ss2h}	989	D
													GCPB _{cs}	965	D
													GPB _{cs}	854	E
													GB _{cs}	573	\mathbf{F}

Table 5.2 Physical properties of the boards after 2 and 24h water soaking.

Means with different letters are significantly different (p = 0.05) GPB: Gypsum particleboard; GCPB: Gypsum-cement particleboard; GB: Gypsum-board

ss: specimens after 2 and 24h water soaking

cs: specimen conditioned at 20°C and 60% relative humidity

MOR			Hard	Screw W	ithdrav	val	Internal bond					
(MPa)			(N)			(N)			(kPa)			
GCPB (p)	7.3	А	GCPB cs	2349	А	GCPB _{cs}	328	А	GCPB _{cs}	215	А	
GB (=)	6.9	В	GPB _{cs}	2312	А	GPB _{cs}	283	А	GPB _{cs}	70	В	
GPB (p)	6.0	С	GCPB _{ss24h}	818	В	GB _{cs}	211	В				
$GB_{(\perp)}$	2.4	D	GB _{cs}	756	В							
GCPB_{cs}	1.0	Е	GPB _{ss24h}	415	С							
GCPB _{ss24h}	0.9	EF	GB _{ss24h}	136	D							
GPB_{cs}	0.6	G F										
GB (=) ss24h	0.6	G										
$GB_{(\perp) ss24h}$	0.5	G										
GPB ss24h	0.1	Н										

 Table 5.3 Mechanical properties of the boards.

Means with different letters are significantly different (p = 0.05)

GPB: Gypsum particleboard; GCPB: Gypsum-cement particleboard; GB: Gypsum-board p: with paper on each face.
=: Tested specimens parallel to the main orientation of the board

 \perp : Tested specimens perpendicular to the main orientation of the board ss: Specimens after 24 hours water soaking

cs: Specimen conditioned at 20°C and 60% relative humidity

5.6.2 Thickness swelling (TS)

As observed in Table 5.2, GPB showed the higher values of TS after 2 and 24 hours water soaking. The TS values obtained for GCPB and GB were not significantly different but were significantly lower than those obtained for GPB. These results show that Portland cement is a better waterproof agent than the organosilicon and jute fibers used by Deng et al. (2006) and Deng and Furuno (2002). In fact, the TS reduction ratio after 2 and 24 hours water soaking due to the addition of cement was 43.2% and 61.3% respectively whereas the organosilicon agent resulted only in a maximum reduction of 5.0% (Deng et al 2006). The addition of jute fibers reduced TS, but this reduction was small (Deng and Furuno, 2002). Moreover, if one considers only TS, the values obtained for GCPB could be compared to those reported by Okino et al. (2005) for cement particleboard (CPB). Thus, after 2 and 24 hours water soaking, the TS for GCPB were 1.9 and 2.1% respectively whereas CPB presented lower TS values of 1.3% and 1.8% respectively. Moreover, TS obtained for GCPB after 2 hours immersion was lower than that reported by Frick (1988) for GPB (8%), gypsum fiberboard (3%), gypsum cardboard (3%) and gypsum flakeboard (2-5%).

5.6.3 Linear variation (LV)

As shown in table 5.2, GPB presented a higher LV than the other composite boards studied. This parameter was significantly different compared to GCPB and GB. Gypsum-cement particleboard had a low linear variation without significant changes with soaking time and GB presented a negative linear variation due to board degradation. With the incorporation of Portland cement to GPB, reduction ratios in linear variation of 33.3% and 46.1% after 2 hours and 24 hours water soaking respectively were obtained (Figure 5.2).

In general, GCPB exhibited a better dimensional stability than GB and GPB. This result is in agreement with the study of Adeola and Olajide (1993) who found a better dimensional stability as a result of an increasing cement proportion in wood-cement particleboard. The dimensional stability of GCPB could be explained on the basis of the cement chemical properties. Cement has a low solubility in water. Therefore it can cover the wood particles, reduce water absorption and prevent their expansion.



Figure 5.2 Reduction ratio (%) in water absorption, thickness swelling and linear variation of gypsum-cement particleboards compared to gypsum particleboards after 2 and 24h water soaking.

5.6.4 Apparent density

Table 5.2 shows the apparent density values of boards at different MCs. Significant differences in the apparent density values between GCPB, GPB and GB were found in the air dry state and after 2 and 24 hours water soaking. Gypsum-cement particleboard had the higher apparent density values in the air dry state and after water soaking followed by GPB. In contrast, GB exhibited the lowest density. All boards increased their apparent density values after water soaking. However, the apparent density values of GCPB and GPB after water soaking did not present differences at 2 and 24 hours. Considering that the humid masses of GPB and GCPB were the same, differences in the apparent density values could be due to the different hydration products of gypsum and Portland cement. Gypsum hardens when it reacts with water generating calcium sulphate dihydrate (CaSO₄ · 2 H₂O) (Maya 1974), whereas Portland cement mainly generates calcium silicate hydrate (3 CaO · 2 SiO₂ · 4 H₂O) and calcium hydroxide (Ca(OH)₂) (Sha et al 1999). The higher amount of

products of hydration of the cement and its different molecular weights in relation to hydration products of gypsum could explain the higher apparent density of the GCPB in relation to GPB.

The apparent density value obtained for GCPB (965 kg/m³) is lower than that of CPB (1300 kg/m³) made from cypress particles (*Cupressus* ssp.) (Okino et al 2005) but similar to that of CPB (800-1000 kg/m³) made from a tropical wood (*Terminalia superba*) as reported by Adeola and Olajide (1993). On the other hand, the apparent density of GCPB made in the current study is higher than that of cement-bonded excelsior boards (513 kg/m³) made from cypress (*Taxodium distichum*) and southern pine (*Pinus palustris*) as reported by Lee (1985). If one compares the density of GCPB to that of gypsum boards obtained by Frick (1988), it can be observed that the apparent density varies as a function of board type. This author reported that gypsum flakeboard (1000-1200 kg/m³) and gypsum fiberboard (1150 kg/m³) presented the higher densities while gypsum cardboard (850 kg/m³) and GPB (700 kg/m³) exhibited the lower density values (Frick 1988).

5.6.5 Static bending

As shown in table 5.3, GCPB with paper on each face $(GCPB_{(p)})$ presented the highest MOR in static bending followed by GB evaluated in the parallel direction $(GB_{(=)})$, GPB with paper $(GPB_{(p)})$ and GB evaluated in the perpendicular direction $(GB_{(-)})$. Gypsumcement particleboard presented a better surface quality than GPB thereby improving paper adhesion to board which contributed to a higher mechanical resistance of GCPB. These results show the importance of paper and its orientation on the mechanical properties of the boards.

For raw boards without paper, GCPB presented a higher MOR than GPB. Cement addition to the boards resulted in an increase ratio of 53% as depicted in figure 5.3. Similar results were obtained by Deng and Furuno (2001 and 2002) who added 12% of PP fibers (12 mm length) and 15% of jute fibers (12 mm length) to GPB. Indeed, these boards had an increase ratio of MOR of 66 and 55% respectively.

If one analyses the MOR values of $GCPB_{(p)}$ (7.3 MPa) and $GPB_{(p)}$ (6.0 MPa) obtained in this study and those reported by Deng and Furuno (2001 and 2002) for GPB (5.0 MPa) and boards with PP fibers (8.0 MPa) and jute fibers (7.5 MPa) it can be observed that our results were quite similar. These values are also similar to those of wood-cement particleboard (4-10 MPa) reported by Adeola and Olajide (1993). However, Lee (1985) reported lower MOR values for cement-bonded excelsior made from cypress (2.5 MPa) and cement-bonded excelsior made from southern pine (2.6 MPa).

As shown in table 5.3, after 24 hours of immersion in water, GCPB was the material showing the higher strength. In fact, immersion did not generate significant differences as to static bending MOR values of GCPB. In contrast, GPB was highly reduced by water immersion. The increase ratio of static bending MOR due to the addition of cement to gypsum particleboard was 642% (Figure 5.3). Gypsum boards lost considerably their static bending MOR in both directions when soaked in water (table 5.3).



Figure 5.3 Increase ratios (%) for static bending modulus of rupture (MOR), internal bond strength (IB) Janka hardness and screw withdrawal (SW) after Portland cement addition to gypsum particleboard.

SS: soaked specimen. CS: air conditioned specimen.

5.6.6 Janka hardness

As shown in table 5.3, the Janka hardness of GCPB and GPB conditioned to 20° C and 60° RH (GCPB_{cs} and GPB_{cs}) were not significantly different. In these conditions, GCPB_{cs} and GPB_{cs} presented a higher hardness than that of GB_{cs}. After immersion in water for 24 hours, the hardness of all boards was reduced. Gypsum-cement particleboard hardness after 24 hours immersion in water was twice as much the value obtained for GPB after 24 hours immersion. Gypsum board presented the lower hardness. The hardness of GCPB after 24 hours immersion can be compared to dry GB conditioned at 20° C and 60° RH.

5.6.7 Screw withdrawal (SW)

Table 5.3 presents the results obtained for SW resistance of the boards. GCPB and GPB presented a higher SW resistance than GB. This is most likely due to the wood particles present in the boards. No significant differences were found in this parameter between GCPB and GPB.

Resistance to screw withdrawal of GCPB (328 N) can be compared to values reported by Frick (1988) for boards made with gypsum. Thus, GCPB screw withdrawal was higher than that of gypsum cardboard (60-80 N), similar to that of gypsum flakeboard (300-400 N) and lower than that of gypsum fiberboard (400 N) and GPB (400-800 N). In contrast, screw withdrawal resistance of GCPB and GPB from the current study were lower than that of CPB (1500-2368 N) (Okino et al 2004, 2005). These results suggest that an increase in cement proportion could improve SW resistance of the boards.

5.6.8 Internal bond strength (IB)

The addition of cement to boards resulted in a better cohesion of wood particles than the sole utilization of gypsum, therefore increasing the IB values (Figure 5.3). With cement incorporation, a high increase ratio of internal bond strength (206.4%) was observed. Deng and Furuno (2001 and 2002) obtained lower IB increases after addition of PP fibers (39.2%) and jute fibers (90%). Moreover, when they added an organosilicon agent to GPB

(Deng et al 2006) the IB increase ratio was lower (45%) than that obtained after Portland cement addition. On the other hand, the IB values for GCPB (215 kPa) and GPB (70 kPa) (table 5.3) were lower than that of CPB (400 kPa) obtained by Okino et al (2005).

In general, the addition of Portland cement to gypsum particleboards has a better impact on the mechanical properties of the boards than the addition of polypropylene fibers, jute fibers and a waterproof organosilicon agent (Deng and Furuno 2001, 2002; Deng et al. 2006).

5.7 Conclusions

The results obtained in this study show that the use of Portland cement as a reinforcing material significantly improves the physical and mechanical properties of gypsum particleboard in the following ways:

- Lower water absorption;
- Lower thickness swelling;
- Lower linear variation;
- Better dimensional stability, since wood particles were covered by cement, avoiding board degradation as a result of water immersion;
- Higher apparent density (increase from 854 to 965 kg /m³);
- Higher modulus of rupture (53% increase) in dry conditions;
- Higher modulus of rupture (642% increase) after water immersion during 24h;
- Higher internal bond strength (206% increase);
- Higher hardness, after immersion in water for 24h.

Although the addition of 30% Portland cement to gypsum particleboard generally improved the mechanical properties of the boards, the screw withdrawal resistance did not change significantly. Their higher water resistance favours the use of gypsum-cement particleboards.

CHAPITRE 6. Résistance à l'eau des panneaux composites en gypse et particules de bois renforcés avec du ciment Portland.

6.1 Résumé

Dans le but de rendre des panneaux composés de gypse et de particules de bois plus résistants à l'eau, on a ajouté une proportion de 30% de ciment Portland. Le panneau a été immergé dans l'eau pendant 2, 4 et 168 heures (soit une semaine) afin de déterminer l'absorption d'eau, le gonflement en épaisseur, la dilatation linéaire et la perte de masse. Les résultats ont été comparés avec ceux obtenus pour un panneau sans ciment et un panneau de gypse commercial. Les panneaux contenant du gypse et du ciment Portland ont donné une absorption d'eau, un gonflement en épaisseur et une dilatation linéaire plus petites que les panneaux fabriqués sans ciment et le panneau en gypse commercial, pendant 2 et 24 heures d'immersion. Après une semaine d'immersion, seulement le panneau en gypse-ciment et particules de bois a conservé la symétrie des arêtes et l'adhésion des particules de bois. Les panneaux sans ciment et le panneau en gypse commercial ont été sévèrement dégradés après une semaine d'immersion. On peut donc conclure que le ciment Portland est un renfort approprié pour améliorer la résistance à l'eau les panneaux en gypse et particules de bois.

6.2 Abstract

Moisture Resistance of gypsum particleboard reinforced with Portland cement.

In order to increase the moisture resistance of gypsum particleboards, 30% Portland cement was incorporated into the boards as reinforced material. Gypsum particleboard reinforced with Portland cement was then immersed in water for 2, 4 and 168 hours in order to determine the water absorption, the thickness swelling, the linear variation and the mass

losses. Results were compared with those of gypsum particleboards and commercial gypsum board. Overall, gypsum particleboards reinforced with Portland cement presented lower water absorption, thickness swelling and linear variation than that of gypsum particleboards and commercial gypsum board after 2 and 24 hours of immersion in water. After a week of water immersion, solely the boards reinforced with Portland cement kept their symmetry and adhesion of wood particles. Gypsum particleboards and commercial gypsum boards were significantly deformed after a week of water immersion. According to these results, it could be concluded that Portland cement is a suitable reinforcing material for improving the moisture resistance of gypsum particleboards.

6.2 Resumen

Resistencia al agua de tableros compuestos de yeso y partículas de madera reforzados con cemento Portland

Con el objetivo de incrementar la resistencia al agua de los tableros compuestos de yeso y partículas de madera, se les adicionó una proporción de 30% de cemento Portland. El tablero fue sumergido en agua durante 2, 4 y 168 horas (una semana) a fin de determinar la absorción de agua, el hinchamiento en espesor, la dilatación lineal y la pérdida de masa. Los resultados fueron comparados con tableros que no contenían cemento y con un panel de yeso comercial. El tablero reforzado con cemento presentó una absorción de agua, un hinchamiento en espesor y una dilatación más baja que los tableros sin cemento y que el panel de yeso comercial tanto a 2 como a 24 horas. Después de una semana de inmersión en agua, solamente el tablero compuesto de yeso-cemento y partículas de madera conservó su forma (simetría) y la adhesión de las partículas de madera. Los tableros sin cemento y el panel de yeso comercial fueron deformados y degradados severamente después de una semana de inmersión en agua. De acuerdo a estos resultados, podemos concluir que el cemento Portland es un buen refuerzo que permite aumentar la resistencia al agua de los tableros compuestos de yeso y partículas de madera.

6.4 Introduction

Le panneau en gypse et particules de bois (PGB) est un produit où le gypse est utilisé comme liant des particules du bois, de la même façon que le «placoplâtre» est utilisé pour le recouvrement des murs. Les deux produits ont l'inconvénient de ne pas être résistants à l'humidité à cause des propriétés du gypse. Pour remédier au problème, on a ajouté une proportion de ciment Portland au PGB, mais qui a l'inconvénient d'être plus lourd et plus cher que le gypse, même s'il est résistant à l'humidité. L'objectif de ce travail est donc de fabriquer des panneaux composites bois/gypse en y incorporant du ciment Portland en proportions optimales, pour les rendre plus résistants à l'humidité tout en limitant les coûts de production.

6.5 Matériel et méthodes

Le gypse utilisé pour la fabrication des panneaux a été fourni par BPB Canada Inc. Il contient au moins 80% de sulfate de calcium hémihydraté (CaSO₄ • $\frac{1}{2}$ H₂O). Du ciment Portland de type 10 (tableau 6.1) fourni par le CRIB à l'Université Laval a été employé. Le bois utilisé est le pin gris (*Pinus banksiana*) en raison de sa haute compatibilité prouvée avec le ciment Portland et le gypse.

Nom chimique	Formule chimique	Composante	Masse (%)
		principale	
Silicate tricalcique	$3CaO \cdot SiO_2$	C ₃ S	50
Silicate dicalcique	$2CaO \cdot SiO_2$	C_2S	25
Aluminate tricalcique	$3CaO \cdot Al_2O_3$	C ₃ A	12
Aluminoferrite tétracalcique	$4Ca.Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$	C ₄ AF	8
Sulfate de calcium	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	CSH ₂	3,5

 Tableau 6.1 Composition minéralogique du ciment Portland de type 10

Les panneaux ont été fabriqués avec 53% de liant inorganique, 22% de particules de pin gris (0,5-2,6 mm à 10% de teneur en humidité) et 25% d'eau (basé sur la masse humide du panneau) et pressés à 5-7 MPa pendant 30 minutes à 60°C à une épaisseur de 11 mm. On a élaboré deux types de panneaux. Pour le premier, on a utilisé seulement le gypse comme liant et pour le deuxième un mélange de gypse et de ciment en proportion 70:30 sur la masse sèche en poudre. Les panneaux ont été conditionnés à 20°C et 60% d'humidité relative avant tous les tests. Un panneau en gypse (PG) placoplâtre du type ProRoc régulier de 12,7 mm a été utilisé comme référence pour tous les tests de résistance à l'humidité (le placoplâtre est composé de gypse au centre du panneau et de papier sur chaque coté).

6.6 Résultats et discussion

6.6.1 Absorption d'eau

L'analyse statistique indique une différence significative selon les types de panneaux (tableau 6.2 et figure 6.1). Le panneau en gypse (PG) présente la plus forte absorption d'eau, sans différence statistique significative entre 2 et 24 heures d'immersion. Le panneau en gypse et particules de bois (PGB) montre des valeurs d'absorption intermédiaires, avec une différence significative proportionnelle au temps d'immersion. Enfin, le panneau en gypse/ciment et particules de bois (PGCB) est celui qui a présenté la plus faible absorption d'eau (tableau 6.2 et figure 6.1).
Absorption d'eau (%)			Gonflement en épaisseur			Dilatation linéaire (%)			
			(%)					
PG (2h)	73	A	PGB (24h)	5,4	А	PGB (24h)	1,3	А	
PG (24h)	73	А	PGB (2h)	3,3	В	PGB (2h)	0,9	В	
PGB (24h)	50	В	PGCB (24h)	2,1	C	PGCB (24h)	0,7	С	
PGB (2h)	43	С	PG (24h)	1,9	С	PGCB (2h)	0,6	С	
PGCB (24h)	37	D	PGCB (2h)	1,9	С	PG (2h)	- 0,6	D	
PGCB (2h)	34	Е	PG (2h)	1,7	С	PG (24h)	- 3,2	Е	

 Tableau 6.2 Résultats de l'immersion des panneaux dans l'eau pendant 2 et 24 heures.

Les moyennes indiquées avec une lettre différente sont statistiquement différentés (p=0,05)

6.6.2 Gonflement en épaisseur

Le panneau PGB présente la plus grande valeur avec une différence significative avec le PGBC et le PG, et même de 2 à 24 heures. Les panneaux PGCB et PG offrent un faible gonflement, sans différence significative relativement aux deux types et à la période d'immersion (tableau 6.2 et figure 6.2).

6.6.3 Dilatation linéaire

Le PGB présente la dilatation linéaire la plus grande, avec différence significative entre les deux autres types de panneaux. Le PGCB indique quant à lui une faible dilatation sans réelle différence entre les périodes d'immersion. Par contre, le panneau PG présente un retrait substantiel dû à une dégradation partielle (tableau 6.2 et figure 6.3).



Figure 6.1 Absorption d'eau des panneaux après immersion dans l'eau pendant 2 et 24h. Le panneau en gypse (GP) ; Le panneau en gypse et particules de bois (PGB) ; Le panneau en gypse/ciment et particules de bois (PGCB)



Figure 6.2 Gonflement en épaisseur des panneaux après immersion pendant 2 et 24h. Le panneau en gypse (GP) ; le panneau en gypse et particules de bois (PGB) ; le panneau en gypse/ciment et particules de bois (PGCB)



Figure 6.3 Dilatation linéaire des panneaux après immersion dans l'eau pendant 2 et 24h. Le panneau en gypse (GP) ; le panneau en gypse et particules de bois (PGB) ; le panneau en gypse/ciment et particules de bois (PGCB)

6.6.4 Perte de masse

Après une semaine d'immersion dans l'eau, le PG a perdu de 12 à 18 % de sa masse initiale avec une grande dégradation des chants. Le PGB a perdu de 10 à 33 % de sa masse, en perdant la symétrie de l'éprouvette et l'adhésion des particules du bois. Le PGCB a perdu un peu moins de 2 % de sa masse initiale, conservant la symétrie des arêtes (figure 6.4)





6.7 Conclusions

L'ajout d'une petite quantité de ciment Portland dans un panneau donne un matériau plus résistant à l'eau. Le PGCB a présenté le meilleur comportement à l'absorption d'eau (34% à 2h et 37% à 24h) que le PGB (43% à 2h et 50% à 24 h) et le PG (73% à 2 et 24h). Le PGCB a présenté un faible gonflement en épaisseur (1,9% à 2h et 2,1 à 24h) sans différence significative avec le PG commercial. Par ailleurs, le PGB a présenté un gonflement en épaisseur élevé jusqu'à 5,4% à 24 h d'immersion dans l'eau. Le PGCB a aussi présenté une dilatation linéaire plus faible (0,6% à 2h et 0,7% à 24h) en comparaison au PGB (0,9% à 2 h et 1,3% à 24 h). Le PG commercial a présenté une dégradation causée par l'immersion dans l'eau, ce qui a donné des valeurs négatives en dilatation linéaire. Après une semaine d'immersion, les panneaux PG et PGB ont été sévèrement dégradés avec des pertes de masse de 10 à 33%. Le PGCB a perdu seulement 2% de sa masse initiale tout en conservant l'adhésion des particules et la forme de l'éprouvette.

CHAPITRE 7. Conclusion générale

Le gonflement en épaisseur et l'absorption d'eau des panneaux en gypse et particules de bois sont élevés et leurs propriétés mécaniques sont faibles, ce qui limite leur utilisation dans quelques applications en construction. Le panneau en gypse et particules de bois renforcé avec du ciment Portland pourrait donner un produit de résistance mécanique plus élevée avec une résistance acceptable à l'humidité. Le gypse et le ciment sont deux substances inorganiques qui durcissent suite à une réaction chimique avec l'eau. Jusqu'à aujourd'hui, ils n'avaient pas été mélangés pour la fabrication de panneaux. On espérait que le gypse et le ciment Portland joueraient le rôle de liant des particules de bois. Le gypse coûte moins cher que le ciment et serait utilisé en plus grande proportion pour réduire le coût de fabrication. Le ciment serait utilisé comme matériau de renfort dans une proportion faible. Le gypse contribuerait à rendre le panneau plus résistant à la dégradation thermique. L'incorporation du ciment aurait pour but d'accroître la résistance mécanique et la résistance à l'humidité du panneau. Les particules de bois fourniraient la plus grande partie du corps du panneau, augmenteraient la résistance à l'arrachement des vis et amélioreraient l'isolation thermique.

L'objectif principal de ce travail de thèse était de développer des panneaux combinant les bonnes caractéristiques des produits constituants : le gypse, le ciment, et les particules de bois.

À cause des différentes compatibilités entre les espèces de bois et les matériaux inorganiques, la première chose à faire était de déterminer la compatibilité du gypse et du ciment Portland avec le bois. Dans ce but, on a utilisé la calorimétrie isotherme. On a choisi quatre espèces du bois, le pin gris (*Pinus banksiana*), le sapin baumier (*Abies balsamea*), le bouleau blanc (*Betula papyrifera*) et le peuplier faux-tremble (*Populus tremuloides*). On a décidé d'utiliser le pin gris dans la fabrication des panneaux, à cause de sa bonne compatibilité, tant avec le gypse qu'avec le ciment.

Après plusieurs tests préliminaires visuels (Annexe A), on a trouvé les paramètres pour la fabrication des panneaux. Les panneaux ont été fabriqués avec 53 % de liant inorganique, 22 % de particules de pin gris (0,5 - 2,6 mm à 10 % de teneur en humidité) et 25 % d'eau (basé sur la masse humide du panneau). Les panneaux ont été pressés à 5-7 MPa pendant 30 minutes à 60 °C à une épaisseur de 11 mm. On a élaboré deux types de panneaux. Le premier a utilisé seulement le gypse comme liant des particules. Le deuxième à été fabriqué avec un mélange de gypse et de ciment en proportion 70:30 basé sur la masse sèche en poudre.

Les propriétés physiques et mécaniques des panneaux ont été testées selon la norme ASTM D 1037, en évaluant le gonflement en épaisseur, la dilatation linéaire, l'absorption d'eau, la masse volumique, la résistance à la flexion, la cohésion interne, la dureté et la résistance à l'arrachement des vis, en éprouvettes sèches et saturées par immersion dans l'eau. La conductivité thermique à été déterminée selon la norme ASTM C 518 et la détermination de la dégradation thermique a été faite par analyses thermogravimétrique (TGA).

Les principales conclusions du présent travail sont les suivantes:

- Le pin gris, le bouleau blanc, et le peuplier faux-tremble ont été compatibles avec le gypse et le ciment. Ils peuvent être utilisés pour la fabrication de panneaux boisgypse, ou bois-ciment. Le sapin baumier a causé un retard sur la prise du gypse, mais un prétraitement à l'eau chaude permettrait son utilisation pour la fabrication de panneaux bois-gypse. Cependant, l'effet causé par le sapin baumier sur la prise du gypse a été fortement réduit par l'addition de 30% de ciment Portland.
- Les particules de bois ont eu une bonne protection contre la dégradation thermique, avec l'incorporation du gypse et du ciment dans l'élaboration du panneau.
- La conductivité thermique a augmenté de 0,484 W·m⁻¹·°C⁻¹ à 0,596 W·m⁻¹·°C⁻¹ avec l'incorporation du ciment au panneau de gypse et particules de bois car il a une plus grande masse volumique.
- L'utilisation du ciment comme renfort du panneau contre l'humidité a réduit l'absorption d'eau de 22% à 2h et 26% à 24h, le gonflement en épaisseur de 43% à

2h et 61% à 24h et la dilatation linéaire de 33% à 2h et 46% à 24h. Le mélange gypse-ciment a permis de conserver l'adhésion des particules, 98% de sa masse initiale et la forme de l'éprouvette après immersion dans l'eau pendant une semaine. Par contre, les éprouvettes des panneaux qui ont utilisé seulement du gypse comme liant des particules ont été sévèrement dégradés avec de pertes de masse jusqu'à 33%.

La proportion de ciment ajouté a augmenté la résistance à la flexion de 53% en conditions sèches et 642% en conditions de saturation (24 h d'immersion dans l'eau), la cohésion interne de 206% en conditions sèches et la dureté Janka de 97% en conditions de saturation. On a pu remarquer qu'en conditions de saturation par immersion dans l'eau pendant 24 heures, toutes les caractéristiques étaient nettement améliorées par la présence du ciment Portland.

En conclusion, l'élaboration de panneaux en gypse, ciment et particules de bois donne un bon produit résistant à l'humidité, avec de bonnes propriétés physico-mécaniques et d'une résistance à la dégradation thermique acceptable.

Recommandations

- Caractériser chimiquement les extractibles du bois principalement le sapin baumier qui a causé un retard dans l'hydratation du gypse.
- Analyser les produits d'hydratation du gypse et du mélange gypse-ciment en présence d'extractibles du bois. La microscopie électronique et la diffraction par rayons X pourraient servir à cette fin.
- Observer par microscopie électronique le liant entre le bois et le gypse ou le gypseciment.
- Étudier l'effet de la géométrie des particules sur ces types de panneaux.
- Tests d'exposition au feu (ASTM E84, ASTM 119)
- Tests acoustiques (absorption et isolation acoustique)
- Tests à l'échelle industrielle

Bibliographie

- Adeola, F.J.; Olajide, A. 1993. Bending strength and dimensional stability of tropical wood-cement particleboard. Bioresource Technol 44(1):77-79.
- Ahn, W.Y.; Moslemi, A.A. 1980. SEM examination of wood-portland cement bonds. Wood Sci. 13(2): 77-82.
- Alarcon-Ruiz, L.; Platret, G.; Massieu, E; Ehrlacher, A. 2005. The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. Cem. Concr. Res. 35(3):609-613.
- Alberto, M.M.; Mougel, E.; Zoulalian, A. 2000. Compatibility of some tropical hardwoods species with Portland cement using isothermal calorimetry. Forest Prod. J. 50(9): 83-88.
- ASTM C 518-98. Standard test method for steady-state thermal transmission properties by means of the heat flow meter apparatus. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA.
- ASTM D 1037-93. Standard test method for evaluating properties of wood-base fiber and particle panel materials. American Society for Testing and Materials. Philadelphia. PA.
- ASTM D 1110-84. Standard test methods for water solubility of wood. American Society for Testing and Materials. West Conshohocken, PA.
- ASTM E 84-81. Surface burning characteristics of building materials. American Society for Testing and Materials.
- ASTM E 119-81. Fire tests of building construction and materials. American Society for Testing and Materials.

- Avramidis; S.; Lau, P. 1992. Thermal coefficients of wood particles by a transient heatflow method. Holzforschung 46(5):449-453.
- Bahner, F.; Kirsten L. 1988. New equipment for forming gypsum and cement fiberboards from an aqueous slurry. pp 94-97, Dans: Moslemi A.A. et M. P. Hamel (éds) 1989.
 International Conferance on Fiber and Particleboard Bonded with Inorganic Binder. Idaho, USA.
- Barbará Z., F. 1977. Materiales y procedimientos de construcción. Sexta edición. Tome I et II. Ed. Herrera. UNAM México, D.F. 340 p. et 596 p.
- Barnes, H.M.; D. Farrell. 1978. Hidrated alumina as a medium-density-fiberboard fire retardant. Forest Prod. J. 28(6): 36-37.
- Bekhta, P.; Dobrowolska, E. 2006. Thermal properties of wood-gypsum boards. Holz Roh Werkst. 64(5):427-428.
- Benites, R.R.F.; Romero J. R.R. 1985. Resistencia al fuego de elementos estructurales de madera de pino, usados en la construcción. Tesis profesional. Facultad de Ingeniería en Tecnología de la Madera. Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo. Morelia, Mich., México. 106 pp.
- Biblis, E.J.; Lo, C.F. 1968. Effect on the setting of southern pine-cement mixtures. Forest Prod. J. 18(8): 28-34.

CAN/CSA-A5-98. National Standars of Canada. Specification of cements.

- Castro, M.A.; Gordaliza, M.; Miguel Del Corral, J.M.; San Feliciano, A. 1996. The distribution of lignanoids in the order Coniferae. Phytochemistry 41 (4): 995-1011.
- CEAC. 1984. Enciclopedia CEAC del delineante Materiales y elementos de construcción. Ed. CEAC. Barcelona. 329 p.

- Chang, H.; Huang, P.J.; Hou, S.C. 1999. Application of thermo-Raman spectroscopy to study dehydration of CaSO₄. 2 H₂O and CaSO₄ . 0.5 H₂O. Mater. Chem.Phys. 58(1):12-19.
- Cramer, S.M.; Friday, O.M.; White, R..; Sriprutkiat, G. 2003. Mechanical properties of gypsum board at elevated temperatures. pp 33-42. Dans: Fire and materials 8th International Conference, January 27-38, San Francisco, CA, London : Interscience Communications Limited.
- Defo, M.; Cloutier, A.; Riedl, B. 2004. Wood-cement compatibility of some Eastern Canadian woods by isothermal calorimetry. Forest Prod. J. 54 (10): 49-56.
- Deschênes, H. 1986. Utilisation et transformation des bois. Collège de Sainte-Foy, Ministère de l'Education du Québec, Ministère de l'Enseignement Supérieur de la Science. 134 pp.
- Deng, Y.; Furuno, T. 2001. Properties of gypsum particleboard reinforced with polypropylene fiber. J. Wood Sci. 47(4):445-450.
- Deng, Y.; Furuno, T. 2002. Study on gypsum-bonded particleboard reinforced with jute fibers. Holzforschung 56(4):440-445.
- Deng, Y.; Xuan, L.; Feng, Q. 2006. Effect of waterproof agent on gypsum particleboard properties. Holzforschung 60(3):318-321.
- English, B.; Youngquist, J.A.; Krzysik, A.M. 1994. Composites lignocelulósicos. Dans: Gilbert D., (ed) Polímero celulósico, mezclas y composites. New York: Hanser publisher 115-130; chapitre 6.
- Espinoza-Herrera, R.; Cloutier, A. 2008. Compatibility of four eastern Canadian woods with gypsum and gypsum-cement binders by isothermal calorimetry. Maderas: Ciencia y tecnologia 10(3):275-288.

- Falk, R.H. 1994. Building products from recyled wood waste. Dans: Proceedings, 12th annual Excellence in housing conference and exposition; 1994 February 23-26; Dallas, TX: Wausau, WI: Energy Efficient Building Association: E1-E6.
- Fengel, D.; Wegener, G. 1983. Wood chemistry, ultrastructure, reactions. Walter of Gruyter, New York. 613 pp.
- Forest Products Laboratory 1999. Wood handbook- Wood as an engineering material. Gen. Tech. Rep. FPL-GTR-113. Madison, WI:U.S. Department of Agriculture. Forest Service, Forest Products Laboratory. 463p.
- Frick, E. 1988. The bison system for the production of wood gypsum particleboards. pp 98-102. Dans: Moslemi AA, Hamel MP (ed) (1989) International Conferance on Fiber and Particleboard Bonded with Inorganic Binder. Idaho, USA.
- Gao, M.; Niu, J.; Yang, R. 2006. Synergism of gup and boric acid characterized by cone calorimetry and thermogravimetry. J. Fire Sci. 24(6):499-511.
- Guerrero, A.; Goñi, S.; Hernandez, M.S. 2000. Thermodynamic solubility of Ca(OH)₂ in simulated radioactive sulphate liquid waste. J. Am. Ceram. Soc. 83(4):882-888.
- Grigoriev, M.A. 1985. Study of materials for carpenters. Mir, Moscow, URSS. 247 pp.
- Hachmi, M.; Moslemi, A.A. 1989. Correlation between wood-cement compatibility and wood extractives. Forest Prod. J. 39(6): 55-58.
- Hachmi, M.; Moslemi, A.A. 1990. Effect of wood pH and buffering capacity on wood cement compatibility. Holzforschung 44(6): 425-430.
- Hachmi, M.; Moslemi, A.A.; Campbell, A.G. 1990. A new technique to classify the compatibility of wood with cement. Wood Sci. Technol. 24(4):345-354.
- Hidalgo, C.A.; Molina, G.G. 1991. Efecto de la razon particula/yeso en las propiedades fisico-mécanicas del tablero a base de *Pinus radaita*. Tesis profesional. Facultad de

Ingenieria. Dpto. Ing. en Maderas. Universidad del Bio-Bio. Concepcion, Chile. 66 pp.

- Hofstrand, A.D.; Moslemi, A.A; Garcia, J.F. 1984. Curing characteristics of wood particles from nine northern Rocky mountain species mixes with Portland cement. Forest Prod. J. 34(2): 57-61.
- Holmes, C.A. 1972. Methods of evaluating fire-retardant treatments for wood shingles. Forest Prod. J. 22(3): 45-50.
- Huang, C.; Cooper, P.A. 2000. Cement-bonded particleboard using CCA-treated wood removed from service. Forest Prod. J. 50(6): 49-56.
- Jurazs, P.E.; Paszner, L. 1978. Fire-retardant treatment of hardboard Mechanical and physical properties of slurry brominated hardboard. Wood Sci. 10(3): 128-138.
- Kamke, F.A.; Zylkowski, S.C. 1989. Effects of wood-based panel characteristics on thermal conductivity. Forest prod. J. 39(5): 19-24.
- Keyser, C.A. 1972. Ciencia de materiales para ingeniería. Ed. Limusa wiley. México, D.F. 460 p.
- Kollmann, F.; Côté, W. 1968. Principles of wood science and technology, I. Solid wood. Springer Verlag, New York. Inc. 592 p.
- Kollmann, F.P.F; Kuenzi, E.W.; Stamm A.J. 1975. Principles of wood science and technology II. Wood based materials. Springer-Verlag New York. Heidelberg Berlin. 703 p.
- Konkola, J. 1988. Rauma-repola onoda gypsum flakeboard technology. pp 107. Dans : Moslemi A.A. et M. P. Hamel (éds) 1989. International Conferance on Fiber and Particleboard Bonded with Inorganic Binder. Idaho, USA.
- Kosmatka, S.H.; Panarese, W.C. 1992. Diseño y control de mezclas de concreto. Instituto Mexicano del Cemento y del Concreto, A.C. México D.F. 230 p.

- Kraemer, E.F.; Lempfer, K.H. 1990. Gypsum fiberboard hystory and outlook. pp 77-84. Dans: Moslemi, A, 1991 (éd). Inorganic bonded wood and fiber composite materials: Proceeding of the 2d international inorganic bonded wood and fiber composite materials conference. Idaho, USA.
- Kurpiel, F.T. 1998. Rapid growth of cement-cellulose fiberboard. pp 55-60. Dans Moslemi,
 A, 1999 (éd). Inorganic bonded wood and fiber composite materials: Proceeding of
 the 6th international inorganic bonded wood and fiber composite materials
 conference. Idaho, USA.
- Lee, A.W.C. 1984. Physical and mechanical properties of cement bonded southern pine excelsior board. Forest Prod. J. 34 (4): 30-34.
- Lee, A.W.C. 1985. Bending and thermal insulation properties of cement-bonded cypress excelsior board. Forest Prod. J. 35(11/12):57-58.
- Lee, A.W.C.; Hse, C.Y. 1993. Evaluation of cement-excelsior boards made from yellowpoplar and sweetgum. Forest Prod. J. 43(4): 50-52
- Lee, A.W.C.; Short, P.H. 1989. Pretreating hardwood for cement-bonded excelsior board. Forest Prod. J. 39 (10): 68-70.
- Lempfer, K.; Hilbert, T.; Günzerodt, H. 1990. Development of gypsum-bonded particleboard manufacture in Europe. Forest Prod. J. 40 (6): 37-40.
- Maloney, T.M. 1991. Nuevas tecnologias de los productos compuestos derivados de la madera. Composites. En: Asociación de la investigación técnica de las industrias de la madera y corcho. AITIM Boletín de información Técnica. Madrid. 41-50.

Maya, G.G. 1974. Materiales de construcción. McGraw-Hill. México, D.F. 212 p.

Mehaffey, J.R.; Cuerrier, P.; Carisse, G. 1994. A model for predicting heat transfer through gypsum-board/wood-stud walls exposed to fire. Fire Mater. 18(5):297-305.

- Miller, R. 1988. The wüter system for gypsum fiberboard. pp 103-106. Dans: Moslemi A.A. et M. P. Hamel (éds) 1989. International Conferance on Fiber and Particleboard Bonded with Inorganic Binder. Idaho, USA.
- Miller, P.; Lynn, M. 1998. Development and scale up of USG's gypsum fiberboard technology. pp 4-12. Dans Moslemi, A, 1999 (éd). Inorganic bonded wood and fiber composite materials: Proceeding of the 6th international inorganic bonded wood and fiber composite materials conference. Idaho, USA.
- Miller, D.P.; Moslemi, A.A. 1991. Wood-cement composites: Species and heartwoodsapwood effects on hydration and tensile strength. Forest Prod. J. 41(3):9-14.
- Miller, P.; Moslemi, A.A; Short, P. 1989. The use of fly ash in wood-cement composites. Forest Prod. J. 39(9): 34-38.
- Minard, H.; Garrault, S.; Regnaud, L.; Nonat, A. 2007. Mechanisms and parameters controlling the tricalcium aluminate reactivity in the presence of gypsum. Cem. Concr. Res. 37(10):1418-1426.
- Mindess, S; Young, J.F. 1981. Concrete. Prentice-Hall, Inc. Englewood Cliffs, New York. 671 pp.
- Moslemi, A.A. 1974. Particleboard. I Materials. Southern Illinois University Press Carbondale and Edwardsville. Feffer & Simons. Inc. London et Amsterdan. 239p.
- Moslemi, A.A. 1988. Wood-cement panel products: coming of age. pp 12-18. Dans: Moslemi A.A. et M. P. Hamel (éds). 1989. International Conferance on Fiber and Particleboard Bonded with Inorganic Binder. Idaho, USA.
- Moslemi, A.A.; Lim, Y.T. 1984. Compatibility of southern hardwoods with Portland cement. Forest Prod. J. 34(7/8): 22-26.
- Moslemi, A.A.; Garcia, J.F.; Hofstrand, A.D. 1983. Effect of various treatments and additives on wood- Portland cement- water systems. Wood Fiber Sci. 15(2): 164-176.

- Mougel, E.; Beraldo, A.L.; Zoulalian, A. 1995. Controlled dimensional variations of a wood-cement composite. Holzforschung 49(5): 471-477.
- Myers, G.C.; Holmes, C.A. 1975. Fire retardant treatments for dry-formed hardboard. Forest Prod. J. 25 (1): 20-28.
- Nanassy, A.J.; Szabo, T. 1978. Thermal properties of waferboards as determined by transient method. Wood Sci. 11(1): 17-22.
- Natus, G. 1990. Gypsum fiberboard production in Nova Scotia, Canada. pp 85-87. Dans: Moslemi, A, 1991 (éd). Inorganic bonded wood and fiber composite materials: Proceeding of the 2d international inorganic bonded wood and fiber composite materials conference. Idaho, USA.
- Okino, E.Y.A.; de Souza, M.R.; Santana, M.A.E.; da Alves, M.V.; de Sousa, M.E.; Teixeira, D.E. 2004. Cement-bonded wood particleboard with a mixture of eucalypt and rubberwood. Cem. Concr. Comp. 26(6):729-734.
- Okino, E.Y.A.; de Souza, M.R.; Santana, M.A.E.; da Alves, M.V.; de Sousa, M.E.; Teixeira, D.E. 2005. Physico-mechanical properties and decay resistance of *Cupressus spp.* cement-bonded particleboards. Cem. Concr. Comp. 27(3):333-338.
- Orús, A. F. 1981. Materiales de construcción. Ed. Dossat. Madrid. 703 p.
- Ozawa, S.; Sasaya, T. 1988. Extractives of todomatsu *Abies sachalinensis* Masters IV. New cyclolignans containing a lactol ring from the wood of *Abies sachalinensis*. Mokuzai Gakkaishi 34(2): 169-175.
- Ramiah, M.V. 1970. Thermogravimetric and differential thermal analysis of cellulose, hemicellulose, and lignin. J. Appl. Polym. Sci. 14(5):1323-1337.
- Ricalde, C.M.; Bárcenas, P.G.1989. 1.3 Propiedades físicas de la madera. Manual para diseño de estructuras de madera. Instituto de ecología. A.C. Laboratorio de ciencia y tecnología de la madera. Xalapa, Ver. 38 p.

Robles, F.V.; Echenique, R.M. 1991. Estructuras de madera. Ed. Limusa. México, D.F. 367 p.

Salvat. 1979. Enciplopedia cultural junior. Salvat, S.A. de ediciones Pamplona. Madrid.

- Sandermann, W.; Kohler, R. 1964. Studies on mineral-bonded wood materials. IV. A short test of the aptitudes of woods for cement-bonded materials. Holzforschung. 18 (12): 53-59.
- Sandermann, W.; Preusser, H.J.; Schweers, W. 1960. Studien uber mineralgebundene holzwerkstoffe. Holzforschung. 14(3): 70-77.
- Sauvat, N.; Sell, R.; Mougel, E.; Zoulalian, A. 1999. A study of ordinary Portland cement hydration with wood by isothermal calorimetry. Holzforschung 53(1): 104-108.
- Schniewind, A.P. 1989. Concice encyclopedia of wood and wood-based materials. University of California. Berkeley, C.A, USA. 354 pp.
- Schwarz, H.G. 1988. Experience in the manufacture of gypsum-bonded boards. pp 108-109. Dans: Moslemi A.A. et M. P. Hamel (éds) 1989. International Conferance on Fiber and Particleboard Bonded with Inorganic Binder. Idaho, USA.
- Semple, K.E.; Cunningham, R.B.; Evans, P.D. 1999. Cement hydration tests using wood flour may not predict the suitability of *Acacia mangium* and *Eucalyptus pellita* for the manufacture of wood-wool cement board. Holzforchung 53(3): 327-332.
- Sha, W.; O'Neill, E.A.; Guo, Z. 1999. Differential scanning calorimetry study of ordinary Portland cement. Cem. Concr. Res. 29(9): 1487-1489.
- Shen, K.C.; Fung, D.P.C. 1972. A new method for making particleboard fire-retardant. Forest Prod. J. 22 (8): 46-52.
- Shukla, K.S. 1979. Effect of wood preservatives on the setting of wood (CHIR) cement mixtures. J. Timber Development Assoc. (India) 23(2): 16-18.

- Simatupang, M.H. 1989. Mineral-bonded wood composites. Dans : Concise encyclopedia of wood and wood-based materials. Pergamon, Oxford. 374p.
- Simatupang, M.H.; Kasim, A.; Sedding, N.; Smid, M. 1990a. Improving the bond between wood and gypsum. pp 61-69. Dans: Moslemi, A, 1991 (éd). Inorganic bonded wood and fiber composite materials: Proceeding of the 2d international inorganic bonded wood and fiber composite materials conference. Idaho, USA.
- Simatupang, M.H.; Lange, H; Kasim, A. 1992. Semimicro electrical conductivity method to trace the hydratation of β -gypsum hemihydrate in the presence of wood extractives of some tropical wood species. Holzforschung 46(4): 357-359.
- Simatupang, M.H., Lange, H.; Kasim, A.; Seddig, N. 1988. Influence of wood species on the setting of cement and gypsum. pp. 33-42. Dans: Moslemi, A.A.; Hamel, M. P. 1989 (éds). International Conferance on Fiber and Particleboard Bonded with Inorganic Binder. Idaho, USA.
- Simatupang, M.H.; Sedding, N.; Habighorst, C.; Geimer, R.L. 1990b. Technologies for rapid production of mineral-bonded wood composite boards. pp. 18-22. Dans: Moslemi, A.A. 1991 (éd). Inorganic bonded wood and fiber composite materials: Proceeding of the 2nd International inorganic bonded wood and fiber composite materials conference. Idaho, USA.
- Solorzano, G.A.1988. Experience of manufacturing wood-cement particleboard in Mexico. pp 84-87. Dans: Moslemi A.A. et M. P. Hamel (éds) 1989. International Conferance on Fiber and Particleboard Bonded with Inorganic Binder. Idaho, USA.
- Suleiman, B.M.; Larfeldt, J.; Leckner, B.; Gustavsson, M. 1999. Thermal conductivity and diffusivity of wood. Wood Sci. Technol. 33(6):465-473.
- Topf, P. 1988. Combustion behavior of cement-, magnesia-, and gypsum-bonded board. pp 133-137. Dans: Moslemi A.A. et M. P. Hamel (éds) 1989. International Conferance on Fiber and Particleboard Bonded with Inorganic Binder. Idaho, USA.

- Tsoumis, G. 1991. Science and technology of wood. Structure, properties, utilization. Van Nostrand Reinhold, New York, U.S.A. 494 pp.
- Young, R.A. 1991. Introducción a las ciencias forestales. Ed. Limusa-Noriega, México, D.F. 632 pp.
- Wangaard, F.F. 1969. Heat transmissivity of souther pine wood, plywood, fiberboard and particleboard. Wood Sci. 2(1): 54-60.
- Weatherwax, R.C.; Tarkow, A. 1964. Effect of wood on setting of portland cement. Forest Prod. J. 14 (12): 567-570.
- Wei, Y.; Zhou, Y.; Tomita, B. 2000. Hydration behavior of wood cement-based compositeI: Evaluation of wood species effects on compatibility and strength with ordinaryPortland cement. J. Wood Sci. 46(4):296-302.
- Wilkins, E.; Murray, F. 1980. Toxicity of emissions from combustion and pyrolysis of wood. Wood Sci. Technol. 14(4): 281-288.
- Willför, S.; Nisula, L.; Hemming, J.; Reunanen, M.; Holmbom, B. 2004. Bioactive phenolic substances in industrially important tree species. Part 2: Knots and stemwood of fir species. Holzforschung 58(6): 650-659.
- Wolfe, R.W.; Gjinolli, A. 1999. Durability and strength of cement-bonded wood particle composites made from construction waste. Forest Prod. J. 49(2): 24-31.
- Zhengtian, L.; Moslemi, A.A. 1985. Influence of chemical additives on the hydration characteristics of western larch wood-cement-water mixtures. Forest Prod. J. 35(7/8): 33-43.

Annexe A : Matériel et méthodes (complément)

A1 : Tests préliminaires

On a réalisé plusieurs tests préliminaires d'hydratation et de proportions des différentes composantes pour arriver aux paramètres de fabrication de panneaux. On a utilisé la masse volumique et l'apparence visuelle comme facteur de réponse.

On a utilisé cinq niveaux de ciment Portland pour la mélange gypse-ciment en observant la masse volumique la mélange (Figure A1 et tableau A1). On a utilisé trois masses volumiques théoriques pour la fabrication de panneaux préliminaires de bois-gypse et bois-gypse-ciment (tableau A1).



Figure A1 Pourcentage de ciment en fonction de masse volumique du mélange gypseciment

Mélanges inorganiques				Panneaux préliminaires			
	Proportion inorganique	oportion Masse organique volumique		Masse volumique théorique	Bois gypse	Bois gypse-ciment (70/30)	
		kg/m³		kg/m³	kg/m³	kg/m³	
Gypse	100	1330		700	753	769	
Gypse-ciment	85/15	1420		800	854	965	
Gypse-ciment	70/30	1480		900	987	997	
Gypse-ciment	55/45	1520					
Ciment	100	1690					

Tableau A1 Masses volumiques des mélanges inorganiques et des panneaux préliminaires

A2 Compatibilité du bois avec le gypse et le mélange gypseciment.

A2.1 Extraction de substances solubles à l'eau chaude

La compatibilité du bois avec le gypse et le mélange gypse-ciment a été fait sur quatre espèces québécoises utilisées normalement pour la fabrication des panneaux: le pin gris, le sapin baumier, le bouleau blanc et le peuplier faux-tremble (tableau A2 et figure A2). Le bois a été broyé pour les tests d'hydratation et pour la détermination des extractibles à l'eau chaude (figure A3)

PEUPLIER FAUX TREMBLE	BOULEAU A PAPIER BETILLA PARY ANTERA	MIN GRIS PINUS BANKBIANA	SARIN SAUMIER ARIER BALRAMEA
	104.28		
新 和金融			

Figure A2 Espèces utilisées pour les tests de compatibilité

	Tableau A2 Densité	basale des es	pèces utilisées i	pour les tests de	compatibilité
--	--------------------	---------------	-------------------	-------------------	---------------

Espèce de bois	Densité basale (kg/m ³)
Pin gris (Pinus banksiana)	400
Sapin baumier (Abies balsamea)	330
Bouleau blanc (Betula papyrifera)	510
Peuplier faux – tremble (Populus tremuloides)	370



Figure A3 Équipement pour la détermination des substances solubles à l'eau chaude.

A2.2 Les tests d'hydratation

Les tests d'hydratation on été déterminés dans un calorimètre à conduction à 30° C, (le DSC20 de METTLER TOLEDO, illustré à la figure A4). La cellule de mesure est munie d'une sonde en verre avec pile thermoélectrique quintuple or-nickel, placé sur un disque de saphir. Le disque de saphir est en contact direct avec un plateau chauffé au moyen d'un circuit de chauffage commandé par un contrôleur, le TC15 TA. La sonde chauffe deux creusets identiques, un vide servant de référence et un contenant l'échantillon (figure A5). Deux creusets haute pression en or et d'une capacité de 30 µl ont été utilisés (figure A5). Durant l'essai, le signal thermique, qui est une mesure de la réaction exothermique dans le creuset contenant l'échantillon est converti en flux électrique qui est transféré à un ordinateur personnel pour être visualisé sous forme de courbe (figure A6) et être enregistré. On mesure le flux de chaleur et le temps pour arriver a ce flux (on analyse le flux maximal de chaleur et le temps pour arriver a ce flux) (figure A6). On a calculé le facteur de compatibilité (F_C) en fonction de la quantité de chaleur produite par le mélange bois-gypse ou bois-gypse-ciment (Selon le cas) (Q_C) et la quantité de chaleur produite par l'hydratation du gypse ou du gypse-ciment (Q_P).

$$F_{c} = \frac{Q_{c}}{Q_{p}} \times 100$$



Figure A4 Coupe transversale de la cellule du calorimètre DSC20.



Figure A5 Creusets en or utilisés pour les tests d'hydratation.



Figure A6 Courbe typique d'hydratation du gypse ou gypse-ciment.

A3 Fabrication de panneaux

Les panneaux on été fabriqués à 22% de particules de pin gris à une teneur en humidité de 10%, 53% de gypse ou gypse-ciment en proportion 70:30 et de 25% d'eau. On a utilisé de 5 à 7 MPa de pression, pendant 30 min à une température de 60°C (figure A7).



Figure A7 Fabrication de panneaux bois-gypse et bois-gypse-ciment.

A4 Analyses thermogravimétriques

La dégradation thermique a été faite par analyses thermogravimétriques (TGA en anglais). On a utilisé une Thermo balance Mettler Toledo (TGA/SDTA851^e) (figure A8), cette technique enregistre la masse de l'échantillon pendant qu'elle est soumis à un incrément de température. On a utilisé une température de 25 à 800°C à une vitesse de 10°C/min dans une atmosphère d'azote ou d'air (tableau A3)



Figure A8 Thermo balance Mettler Toledo TGA/SDTA851^e

Tableau A3 Matériaux analysés par TGA	
--	--

Traitement		Atmosphère	
	air	azote	
Gypse		Х	3
Ciment		Х	3
Gypse-ciment		Х	3
Panneau en gypse et particules de bois	Х	Х	6
Panneau en gypse-ciment et particules de bois	Х	Х	6
Panneau en gypse commercial (placôplatre)	X	Х	6
Particules de bois (pin gris)	Х	Х	6

A5 Essais de conductivité thermique (ASTM C518)

On a déterminé la conductivité thermique des panneaux à travers de l'épaisseur. Les panneaux ont été placés entre deux plateaux à différentes températures (figure A9). Le gradient de température a provoqué un flux de chaleur du plateau chaud vers le plateau froid. Le flux de chaleur a permis le calcul de la conductivité thermique de la manière suivante:

$$\lambda = \frac{QL}{A^{\Delta}T}$$

Où :

 λ = Conductivité thermique (W·m⁻¹·°C⁻¹)

Q = Flux de chaleur (W)

L =Épaisseur du panneau (m)

A = Surface du panneau (m²)

 $\Delta T = Différence de température (°C)$



Panneaux de 15 x 15 cm

Figure A9 Tests de conductivité thermique.

A6 Propriétés physiques

Nous avons utilisé des éprouvettes de 50 mm x 50 mm pour la détermination de l'absorption d'eau, du gonflement en épaisseur et de la dilatation linéaire à 2 et 24 heures d'immersion dans l'eau et on a analysé la perte de masse par immersion dans l'eau pendant une semaine. L'équipement utilisé pour l'immersion dans l'eau est présenté à la figure A10.



Figure A10 Équipement pour l'immersion dans l'eau des éprouvettes.

A7 Tests Mécaniques (ASTM D1037)

Pour les propriétés mécaniques, on a déterminé la flexion (figure A11) et la dureté Janka (Figure A12) en conditions sèches et en conditions de saturation après 24 heures d'immersion dans l'eau. On a évalué la cohésion interne (figure A13) et l'arrachement des vis (figure A14) en conditions sèches

Pour les propriétés mécaniques mais aussi pour les propriétés physiques, on a déterminé l'effet de l'addition du ciment aux panneaux (soit un incrément de la résistance ou une réduction du gonflement, de la dilatation linéaire ou de l'absorption d'eau) en accord avec l'équation suivante :

$$K = \left| \frac{Z_x}{Z_i} - 1 \right| \times 100 \quad (\%)$$

Où

K= incrément ou réduction relative (%)

Zx = valeur de la propriété du panneau sans ciment

Zx = valeur de la propriété du panneau avec ciment

On a utilisé un panneau en gypse commercial (un placoplâtre) comme matériel témoin dans tous les tests. Le placoplâtre est composé de gypse au centre du panneau et de papier sur chaque coté.



Figure A11 Tests de flexion



Figure A12 Tests de dureté Janka



Figure A13 Tests de cohésion interne



Figure A14 Tests de l'arrachement des vis

Annexe B. Résultats de compatibilité du bois exprimés par masse de gypse ou masse de gypse-ciment

Une autre manière de voir les résultats de compatibilité du bois avec le gypse et le mélange gypse-ciment est d'exprimer la chaleur d'hydratation par masse de matière inorganique. Le tableau B1 présente l'énergie d'hydratation et le facteur de compatibilité du bois avec le gypse et le mélange gypse-ciment respectivement. Par ailleurs, les figures B1, B2, B3 et B4 présentent le flux de chaleur d'hydratation en mW/mg de gypse et mW/mg de gypse-ciment respectivement.

 Tableau B1 Énergie d'hydratation et classification du bois en accord au facteur de compatibilité avec le gypse et le mélange gypse-ciment.

Mélange bois-gypse			Mélange bo	Mélange bois-gypse-ciment				
Traitement	Énergie	FC		Traitement	Énergie	FC		
	d'hydrat.				d'hydrat.			
	(J/g de G)	%			(J/g de GC)	%		
G	66,9	100	AB	GC + Bouleau	56,9	100	А	
G + Peuplier	68,2	100	А	GC	53,6	100	А	
G + Pin	62,9	94	AB	GC + Peuplier	52,4	98	А	
G + Bouleau	60,6	91	AB	GC + Pin (be)	43,4	81	В	
G + Peuplier (be)	60,1	90	AB	GC + Bouleau (be)	41,9	78	В	
G + Pin (be)	59,5	89	AB	GC + Sapin (be)	38,8	72	В	
G + Sapin (be)	59,2	88	AB	GC + Sapin	36,9	69	BC	
G + Sapin	59,0	88	AB	GC + Peuplier (be)	35,4	66	BC	
G + Bouleau (be)	56,8	85	А	GC + Pin	28,4	53	С	

Les moyennes indiquées avec une lettre différente sont statistiquement différentés (p=0,05)

be : bois extrait



Figure B1 Courbes du flux de chaleur d'hydratation du gypse et mélanges gypse-bois (Courbes exprimés en mW/mg de gypse).



Figure B2 Courbes du flux de chaleur d'hydratation du gypse et mélanges gypse-bois extrait (Courbes exprimés en mW/mg de gypse).



Figure B3 Courbes du flux de chaleur d'hydratation du gypse-ciment et des mélanges gypse-ciment-bois (Courbes exprimés en mW/mg de gypse-ciment).



