

# Détermination des phénomènes de transfert dans les ébauches de fibres de bois

Thèse

Pamela Elizabeth Rebolledo Valenzuela

Doctorat en sciences du bois Philosophiæ doctor (Ph. D.)

Québec, Canada

© Pamela Elizabeth Rebolledo Valenzuela, 2019

# Détermination des phénomènes de transfert dans les ébauches de fibres de bois

Thèse

Pamela Rebolledo

Sous la direction de:

Alain Cloutier, directeur de recherche

Martin-Claude Yemele, codirecteur de recherche

## Résumé

Dans la fabrication de panneaux de fibres, le pressage à chaud est une étape fondamentale, car elle a une haute influence sur la performance du panneau fini. La modélisation du pressage permet de prédire les principales variables qui ont un effet direct sur le développement du profil de masse volumique selon l'épaisseur pendant le pressage, soit la température, la teneur en humidité et la pression de la vapeur. L'interaction des mécanismes de transfert chaleur- masse ainsi que le changement des conditions internes de l'ébauche de fibres rend souvent leur étude complexe. Établir et bien caractériser les relations entre les propriétés physiques de l'ébauche de fibres pendant le pressage permet d'acroître la précision des prédictions faites par les modèles mathématiques. Ce projet de recherche a été consacré à l'étude des phénomènes de transfert de la chaleur et de la masse dans les ébauches de fibres de bois. Ainsi, la perméabilité au gaz, la conductivité thermique et la porosité ont été déterminées à cinq niveaux de masse volumique pour trois différentes tailles des fibres afin d'évaluer la relation entre ces propriétés et le niveau de densité locale de l'ébauche de fibres durant le pressage. En plus, l'effet de la taille des fibres sur les propriétés déjà mentionnées a été d'ailleurs évalué.

La perméabilité au gaz a été déterminée à quatre niveaux de pression d'entrée : 50 kPa, 100 kPa, 150 kPa et 200 kPa sur d'échantillons conditionnés à 65% d'humidité relative et une température de 21°C. Le débit d'air à travers l'épaisseur de l'échantillon a montré de glissement moléculaire. La conductivité thermique a été mesurée par la méthode du steady-state thermal resistance, en utilisant un gradient de 1,6°C mm<sup>-1</sup> sur d'échantillons avec une teneur en humidité de 7,6% (s=0,3). La porosité a été calculée par analyse d'image de coupes minces par la méthode du contraste de la couleur noir et blanc. Cette méthode utilise des images obtenues à partir de coupes minces extraites de panneaux de fibres fabriqués sans profil de masse volumique selon l'épaisseur.

La perméabilité au gaz, la conductivité thermique et la porosité obtenues dans ce travail de recherche ont été entre  $2,16 \times 10^{-13}$  et  $5,96 \times 10^{-12}$  m<sup>2</sup>; 0,05 et 0,15 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup> et 0,44 et 0,93 respectivement, dans un intervalle de masse volumique de 198 kg m<sup>-3</sup> et 987 kg m<sup>-3</sup>. Les résultats indiquent que la masse volumique est, en effet, une variable significative par

rapport aux propriétés physiques de l'ébauche étudiées. Une chute importante de la perméabilité au gaz a été observée autour de 598 kg m<sup>-3</sup> de masse volumique. Ceci a un impact important lors du pressage à chaud lorsque la densité locale de l'ébauche des fibres est autour de cette valeur. En outre, la taille des fibres est un facteur dominant sur la conduction de la chaleur et la structure poreuse de l'ébauche. Étant donné les résultats actuels, l'impact de la taille des fibres sur la conductivité thermique et la porosité a été significatif. Cependant, la taille des fibres n'a pas eu un effet statistiquement significatif sur la perméabilité au gaz. En conséquence, il n'y a pas eu d'éléments suffisants dans cette étude pour affirmer que la taille des fibres a un impact significatif sur la pression de la vapeur de gaz produite lors du pressage.

## Abstract

In panel manufacturing, the hot-pressing process is a fundamental step because it has a great influence on final product quality. Hot-pressing modeling allows predicting the main variables that it has a direct effect on the development of density profile through the thickness during hot pressing, namely temperature, moisture content and vapour pressure. The study of the heat and mass transfer and mat internal conditions is complex owing to their interaction and changing conditions. Establish and characterize properly the relations between fiber mat physics properties during hot-pressing process it allows to increase the accuracy of predictions made by mathematic model. This research project was conducted in order to study the mass and heat transfer phenomena in fiber mat. Thereby the gas permeability, thermal conductivity and porosity were determined to five density levels and three different fiber sizes in order to evaluate the relationship of these properties and densification level representing the local density though the fiber mat thickness during the hot-pressing process. Furthermore, fiber size effect on these properties already mentioned has been evaluated.

Gas permeability was determined to four-inlet pressure: 50 kPa, 100 kPa, 150 kPa et 200 kPa on specimens conditioned to 65% of relative humidity and 21C of temperature. During gas permeability measurements, the air flux though the disk thickness showed slip flow. Thermal conductivity was measured using a gradient of  $1,6^{\circ}$ C mm<sup>-1</sup> on specimens with a moisture content of 7.6% (s=0,3). Mat porosity measurements were performed using the white-black color contrast method. This procedure use images taken from layers impregnated with acrylic resin, which were extracted previously from panels with homogeneous density, profile through the thickness.

Gas permeability, thermal conductivity and porosity obtained in this research work were between  $5.96 \times 10^{-12}$  and  $2.16 \times 10^{-13} \text{ m}^2$ ;  $0.05 - 0.15 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$  and 0.44 - 0.93 respectively in a range of 198 kg m<sup>-3</sup> and 987 kg m<sup>-3</sup> of density. The results indicated that the mat density was, in fact, a significate variable in relation to the physical properties of fiber mat considered in this study. Additionally, the fiber size was a dominant factor on heat conduction and porous structure of the fiber mat. Given these results, the fiber size had anoticeable effect on both mat properties thermal conductivity and porosity. Conversely, the fiber sizes studied had no significant effect on gas permeability. Hence, there was not enough evidence to affirm that the fiber size has a significant impact on vapour pressure produced during the hot-pressing process.

# Table de matières

Résumé	iii
Abstract	v
Table de ma	atières vii
Liste de tab	leaux x
Liste de fig	ures xi
Remerciem	ents xv
Avant-prop	osxvi
Introduction	n1
CHAPITRE	E I: Revue de la littérature 4
1.1. Pa	nneaux de fibres de densité moyenne (MDF) 4
1.1.1.	Production et demande mondiale de panneauxagglomérés à base de bois 5
1.1.2.	Matière première
1.1.3.	La fibre de bois et la paroi cellulaire8
1.1.4.	Taille des fibres11
1.1.5.	Procédé de fabrication de panneaux de fibres de masse volumique moyenne 16
1.2. Pr	ofil de masse volumique à travers de l'épaisseur du panneau de fibres 18
1.3. Pr	essage à chaud dans la fabrication de panneaux MDF 20
1.4. M	écanismes de transfert masse-chaleur pendant le pressage à chaud 23
1.5. Pa	ramètres fondamentaux de la modélisation pour la simulation du pressage 29
1.5.1.	Conductivité thermique
1.5.2.	Perméabilité au gaz
1.5.3.	Porosité de l'ébauche de fibres
1.6. Ol	pjectifs et hypothèse de recherche
CHAPITRE	E II : Rétrospective méthodologique 42
2.1. Strat homogèn modélisa	égie de fabrication des panneaux de fibres avec profil de masse volumique e à travers de l'épaisseur pour l'étude des paramètres fondamentaux de la tion du pressage à chaud par rapport à la densité locale
2.2. Fabr	ication de panneaux de fibres
2.3. Le di	spositif expérimental
2.4. Éval fibres	uation des propriétés de transfert de la masse et de la chaleur dans l'ébauche de 

2.4.1. Détermination de la perméabilité au gaz de l'ébauche de fibres en fonction de la masse volumique et la taille des fibres		
2.4.2. Mesure de la conductivité thermique à travers de l'épaisseur de l'ébauche de fibres à différents niveaux de masse volumique et de taille des fibres		
2.4.3. Caractérisation de la porosité de l'ébauche de fibres en fonction de la masse volumique et la taille des fibres		
CHAPITRE III: Gas permeability of fiberboard mats as a function of density and fiber size		
3.1. Résumé		
3.2. Abstract		
3.3. Introduction		
3.4. Material and Methods		
3.4.1. Material		
3.4.2. Fiber refining		
3.4.3. Panel manufacturing		
3.4.4. Specimen Preparation		
3.4.5. Fibers characteristics		
3.4.6. Density Profile Measurements		
3.4.7. Gas Permeability Measurement		
3.4.8. Statistical Analysis		
3.5. Results and Discussion		
3.5.1. Effect of density and fiber size on the intrinsic permeability		
3.5.2. Intrinsic gas permeability – mat density relationship		
3.6. Conclusions		
CHAPITRE IV: Effect of density and fiber size on porosity and thermal conductivity of fiberboard mats		
4.1. Résumé		
4.2. Abstract		
4.3. Introduction		
4.4. Materials and Methods		
4.4.1. Refining and characterization of fiber size		
4.4.2. Homogeneous density profile approach and density profile measurements75		
4.4.3. Mat anhydrous density determination		
4.4.4. Specimen preparation for porosity and thermal conductivity determination 77		
4.4.5. Porosity determination		
4.4.6. Thermal conductivity determination		

4.4.7.	Experimental design	
4.5. Res	ults	
4.5.1.	Mat porosity and fiber bundles	
4.5.2.	Effect of fiber size and density on mat porosity	
4.5.3.	Effect of fiber size and density on thermal conductivity of the ma	at 85
4.5.4.	Thermal conductivity in relation to mat porosity	
4.6. Dise	cussion	
4.7. Cor	clusions	
CHAPITRE	V: Relation among mat porosity, fiber size and gas permeability.	
5.1. Résun	né	
5.2. Abstra	let	
5.3. Introd	uction	
5.4. Experi	mental	
5.4.1. U	niform density profile approach	
5.4.2. La	boratory panel manufacturing	
5.4.3. Sa	mpling and specimen preparation	
5.4.4. De	etermination of mat oven-dry density	
5.4.5. M	at porosity measurements	
5.4.6. G	as permeability measurements	
5.4.7. Da	ata analysis	
5.5. Result	s and discussion	
5.5.1. M	at porosity	
5.5.2. G	as permeability-porosity relationship	
5.6. Conclu	usions	
Conclusion générale et recommandations 11		
Bibliographie		

# Liste de tableaux

<b>Tableau 1-1</b> Coefficients de régression pour calculer la perméabilité perpendiculaire àl'axe de compression de l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud35
<b>Tableau 2-1</b> Dispositif expérimental et panneaux fabriqués dans cette étude
<b>Table 3-1</b> Refining parameters used to produce the white spruce fibers.      55
<b>Table 3-2</b> Parameters used to calculate the apparent gas permeability $k_g^*$ (Eq. 1) 61
<b>Table 3-3</b> Analysis of variance for intrinsic permeability at different levels of mat density and fiber sizes.      63
<b>Table 3-4</b> Intrinsic permeability results. 64
<b>Table 4-1</b> Refining parameters for white spruce chips
<b>Table 4-2</b> Analysis of variance performed for the mat porosity at different density levels and fiber sizes.      85
<b>Tableau 4-3</b> Analysis of variance for thermal conductivity at different levels of mat density and fiber sizes.
<b>Table 4-4</b> Regression equation coefficients to calculate the thermal conductivity of thefiber mat as a function of mat anhydrous density (Equation 3)
<b>Table 5-1</b> Fiber refining parameters for white spruce chips      98
<b>Table 5-2</b> Analysis of variance performed for the mat porosity at different density levels and fiber sizes.      106
<b>Table 5-3</b> Constants for regression equation to calculate the mat porosity as a function of over-dry density (Equation 5)
<b>Table 5-4</b> Analysis of variance for intrinsic permeability at different levels of mat density and fiber sizes.      109

# Liste de figures

Figure 1-1 Panneau de fibres de densité moyenne
Figure 1-2 Production mondiale de panneaux de fibres (adapté de FAO 2016)5
Figure 1-3 Exportations de panneaux à base de bois (adapté de FAO 2016)
Figure 1-4 Copeaux d'épinette blanche ( <i>Picea glauca</i> (Moench)) à l'état vert7
<b>Figure 1-5</b> Schéma d'une molécule de cellulose par rapport à une microfibrille (d'après Trouy 2015)
Figure 1-6 Représentation schématique de la paroi cellulaire (adapté de Trouy 2015) 10
Figure 1-7 Représentation schématique d'une fibre de bois (adapté de Neagu <i>et al.</i> 2006)
<b>Figure 1-8</b> Tailles des fibres résultantes après du raffinage : a) Fine; b) Moyenne; c) Grossière (d'après Benthien <i>et al.</i> 2013)
<b>Figure 1-9</b> Distribution de fibres à partir de la caractérisation de la fibre de peuplier par tamisage (adapté de Xing <i>et al.</i> 2006)
<b>Figure 1-10</b> Profil de masse volumique typique obtenu après de la fabrication d'un panneau de fibres de 16 mm d'épaisseur dans une presse type batch
<b>Figure 1-11</b> Les différents étapes de la formation du profil de masse volumique lors du pressage à chaud selon Wang et Winistorfer (2000 a, b) (d'après Vidal Bastias 2006) 23
Figure 1-12    Transfert de la chaleur lors du pressage à chaud par conduction (adapté de Stokke <i>et al.</i> 2014)      25
Figure 1-13    Transfert de la chaleur par convection lors du pressage à chaud (adapté de Stokke <i>et al.</i> 2014)
<b>Figure 1-14</b> Modélisation du transfert de la chaleur et la masse dans l'ébauche de fibres lors du pressage réalisée par Humphrey (1982) (adapté de von Haas 1998)
<b>Figure 1-15</b> Graphique typique qui représente les conditions internes de l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud (température et pression de la vapeur) et ainsi que la pression hydraulique de la presse
<b>Figure 1-16</b> Conduction de la chaleur lors du pressage à chaud des plaques chaudes vers l'ébauche de fibres
<b>Figure 1-17</b> Résultats des images (100X) en utilisent la méthode d'imagerie afin de calculer la porosité de panneaux de fibres : a) 400 kg m <sup>-3</sup> , porosité=0,8 et petite fibre; b) 600 kg m <sup>-3</sup> , porosité=0,6 et petite fibre; c) 800 kg m <sup>-3</sup> , porosité=0,5 et grosse fibre (d'après Belley 2009)
Figure 2-1 Presse utilisée dans la procédure de pressage à froid (marque Dieff enbacher, 862 mm x 862 mm)
Figure 2-2 Plan de découpe des échantillons
<b>Figure 2-3</b> Mesure de la masse volumique des ébauches de fibres à travers l'épaisseur : a) mesure de la masse volumique par rayons X (Quintek Measurements Systems model QDP-

01X, Knoxville, TN, USA); b) profil de masse volumique à travers de l'épaisseur de l'ébauche de fibres
Figure 2-4 Représentation schématique de la mesure de perméabilité au gaz dans les ébauches de fibres
Figure 2-5 Représentation schématique de la mesure de conductivité thermique des ébauches de fibres
<b>Figure 2.6</b> Images obtenues à partir des couches imprégnées avec la résine acrylique dans le contexte de la procédure de mesure de la porosité des ébauches de fibres a) Image obtenue à partir d'une coupe mince; b) Application du contraste de couleur noir-blanc sur l'image par Wincell
Figure 3-1 Dieffenbacher (862 mm by 862 mm) hot-press used to produce panels with homogeneous density.    57
Figure 3-2 Sampling pattern for gas permeability measurement
<b>Figure 3-3</b> Fiber size distribution according to the mesh opening (a) Fine fibers, (b) Medium fibers, (c) Coarse fibers
<b>Figure 3-4</b> Typical homogeneous density profile across the thickness of fiber board with average densities of (a) 193 kg m <sup><math>-3</math></sup> , (b) 415 kg m <sup><math>-3</math></sup> , (c) 598 kg m <sup><math>-3</math></sup> , (d) 810 kg m <sup><math>-3</math></sup> and (e) 987 kg m <sup><math>-3</math></sup>
<b>Figure 3-5</b> Gas permeability measurement apparatus: a. Gas permeability apparatus (Lihra <i>et al.</i> 2000) b. Schematic representation of the specimen holder
<b>Figure 3-6</b> A typical plot of apparent gas permeability against the reciprocal average pressure in fiberboard showing the presence of slip flow. The y-intercept is $k_g$ , the gas permeability corrected for slip flow
Figure 3-7Results of intrinsic permeability as a function of: a. Mat density and b. Fiber size
<b>Figure 3-8</b> Intrinsic permeability as a function of mat density: a. The current study, b. Current study and von Haas model, c. Current study and results from Belley (2009) 68
<b>Figure 4-1</b> Fiber size distribution of white spruce according to the mesh opening: a. Fine fiber size, b. Medium fiber size, c. Coarse fiber size
Figure 4-2 Probes for mat temperature measurements. 77
Figure 4-3 Specimen cutting scheme in each laboratory panel
<b>Figure 4-4</b> Impregnation procedure of the fiberboard specimens for porosity determination: a. Cutting a fiberboard cube of $1 \text{ m m}^3$ , b. Submersion of fiberboard specimen in acrylic resin, c. Fiberboard specimen in polymerized resin, d. microtomed slices obtained from impregnated specimens
Figure 4-5 Setup used to measure mat porosity by image analysis: Optical microscope, camera, and Wincell software
<b>Figure 4-6</b> Four images were taken in one fiberboard slice for analyses with the Wincell software. The arrows indicate the measurements sequence
Figure 4-7 Equipment for thermal conductivity measurements

<b>Figure 4-8</b> Images (40x) used to calculate mat porosity by the black and white contrast method at different density levels: a. 198 kg m <sup>-3</sup> b. 415 kg m <sup>-3</sup> c. 598 kg m <sup>-3</sup> d. 810 kg m <sup>-3</sup> e. 987 kg m <sup>-3</sup> . White is fibrous material, and black is void spaces
<b>Figure 4-9</b> Images of mat porosity at 810 kg m <sup>-3</sup> with the same fiber bundle at different magnifications: a. 20X , b. 40X
Figure 4-10 Interaction of mat porosity versus density at different fiber sizes
Figure 4-11 Interaction of thermal conductivity of the mat versus density at different fiber sizes
<b>Figure 4-12</b> Thermal conductivity versus mat anhydrous density for different fiber sizes: a. Fine size b. Medium size c. Coarse size. Vertical lines show error bar
Figure 4-13 Effect of porosity on the thermal conductivity of the mat for all fiber sizes
<b>Figure 5-1</b> 3D schematic geometry of a fiber mat a. Representative conditions of porosity and density of the fiber mat during hot pressing. b. Laboratory panels (with homogeneous density profile) depicting local density in fiber mat
<b>Figure 5-2</b> Mesh opening groups according to the fiber size. a) fine fiber size b) medium fiber size c) coarse fiber size (Rebolledo <i>et al.</i> 2018a)
Figure 5-3 Cutting scheme of laboratory panel manufactured
<b>Figure 5-4</b> Specimen preparation for porosity test. a) Cube cutting; b) cube impregnated with resin; c) slice microtomed form impregnated cube
<b>Figure 5-5</b> Porosity measurements by color contrast method a) measurements sequence of void spaces on images taken from specimen slice microtomed of fiberboard mat at 803 kg m <sup>-3</sup> of density; b) Applying white-black color contrast to microtomed slice images of fiberboard mat at 590 kg m <sup>-3</sup> of density
<b>Figure 5-6</b> Procedure of gas permeability measurement a) Gas permeability device; b) Typical plot of apparent gas permeability versus the reciprocal average pressure depicting the presence of slip flow
<b>Figure 5-7</b> Porosity against oven-dry density as a function of fiber size: a. Fine fiber, b. Medium fiber, c. Coarse fiber. Vertical lines indicate standard deviation
<b>Figure 5-8</b> Gas permeability against mat porosity as a function of fiber size : a. Fine fiber, b. Medium fiber, c. Coarse fiber Vertical lines indicate standard deviation

« Un voyage de mille lieues commence toujours par un premier pas » Qao-Tseu

Je dédie cette thèse avec toute mon affection à l'âme de mon grand-père Jean-Baptiste et toute ma famille

# Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier à mon directeur de recherche M. Alain Cloutier d'avoir accepté de diriger mon travail de recherche et pour sa rigueur scientifique si inspirante. Je le remercie, d'ailleurs, de son soutien, de ses conseils, de sa patience et de m'avoir donné l'opportunité de réaliser mes études de doctorat dans de bonnes conditions. Merci Alain de me faire confiance.

J'aimerais adresser mes remerciements à mon co-directeur M. Martin-Claude Yemele pour ses encouragements et pour ses contributions destinées à la correction des articles scientifiques.

J'aimerais exprimer mes remerciements aux membres du jury : M. Fortin, Mme Delisée et M. Laghdir pour leurs commentaires et leur précieuse contribution pour améliorer notre travail de recherche.

Je remercie au Conseil de recherche en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) dont le soutien financier a permis d'effectuer ce travail de recherche.

Mes sincères remerciements vont également à tous les enseignants-chercheurs, le personnel administratif et les techniciens du Centre de recherche des matériaux renouvelables pour leur aide et leur gentillesse. Vous avez été une source d'inspiration et d'apprentissage pour moi au cours de toutes ces années d'étude. Un remerciement particulier à Mme. Guylaine Bélanger pour son efficace et précieuse aide dans toutes les démarches de gestion administrative.

J'exprime également mes remerciements à mes collègues : Qilan Fu, Lei Hu, Quy Nam Nguyen, Doan Trang Hoang, Flor Robles, Bruna Ugulino, Jedi Rosero, Mariana Hassegawa, Nataliia Gerzhova, Sagar Bhatta, Cassandra Lafond, Claude Durocher, et Damien Mathis pour leur aide, leurs encouragements et les bons moments.

Finalement, j'aimerais remercier ma famille pour son amour et son soutien dans cette étape et toutes les étapes importantes de ma vie.

## **Avant-propos**

La présente thèse a été réalisée sous la direction de M. Alain Cloutier, professeur et directeur du Département des Sciences du Bois et de la Forêt de l'Université Laval et aussi sous la codirection de M. Martin-Claude Yemele, Conseiller en développement industriel, Direction de la modernisation de l'industrie des produits forestiers, Ministère des Forêts, de la Faune et des Parcs.

Ce document est présenté sous la forme d'une thèse de publications et conçu selon les critères de présentation adoptés par le comité du programme de 2ème et 3ème cycles en Sciences du bois de l'Université Laval. Cette thèse comprend trois articles écrits en langue anglaise dont leurs titres sont les suivants :

Chapitre 3: Rebolledo, P., Cloutier, A., Yemele, M-C. 2018. Gas permeability of fiberboard mats as a function of density and fiber size. Wood material science and engineering 1-8.DOI: 10.1080/17480272.2018.1513070.

Chapitre 4: Rebolledo, P., Cloutier, A., Yemele, M-C. 2018. Effect of density and fiber size on porosity and thermal conductivity of fiberboard mats. Fibers 6(4): 81.

Chapitre 5: Rebolledo, P., Yemele, M-C., Cloutier, A. 2019. Relation among mat porosity, fiber size and gas permeability. À être soumis dans Bioresources.

L'auteure de ce travail de recherche, Pamela Rebolledo était responsable de la planification du travail, de la préparation des échantillons, des essais de laboratoire, de l'analyse statistique des données ainsi que de la rédaction de la première version des articles. Le professeur Alain Cloutier, directeur de recherche et co-auteur des publications, m'a encadré et guidé pendant toutes les étapes de ce projet de recherche et a fait des corrections nécessaires aux articles scientifiques. M. Martin-Claude Yemele, co-directeur de recherche et aussi co-auteur des publications, a collaboré à la révision des articles.

Les résultats issus de cette étude ont également fait l'objet de présentations orales et d'affiches techniques lors de congrès scientifiques suivants :

Rebolledo, P., Cloutier, A. (2014). Comportement mécanique de l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud. Présentation par affiche à: Colloque annuel du Centre de Recherche sur les Matériaux Renouvelables (CRMR). Université du Québec à Trois-Rivières, Québec, Canada, 14 mai 2014.

Rebolledo, P., Cloutier, A., Yemele, M-C. (2015). Gas permeability and porosity of fiberboard mats as a function of density. Présentation orale à: 58th International Convention of Society of Wood Science and Technology, Moran, United States; June 10-14, 2015.

Rebolledo, P., Cloutier, A., Yemele, M-C. (2015). Résultats préliminaires de perméabilité au gaz et conductivité thermique des panneaux de fibres. Présentation par affiche à: Colloque annuel du Centre de Recherche sur les Matériaux Renouvelables (CRMR). Université Laval, Québec, Canada, le 28 octobre 2015.

Rebolledo, P., Cloutier, A., Yemele, M-C. (2016). Porosité et perméabilité intrinsèque des ébauches de fibres de bois en fonction de la densité. Présentation orale à : Colloque annuel du Centre de Recherche sur les Matériaux Renouvelables (CRMR). Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Rouyn-Noranda, Canada, le 1 juin 2016.

Rebolledo, P., Cloutier, A., Yemele, M-C. (2017). Relationship between thermal conductivity, gas permeability and porosity of the fiberboard mat during hot-pressing process. Présentation orale à: 60th International Convention of Society of Wood Science and Technology, Vancouver, Canada, June 12-16, 2017.

Cette thèse de doctorat est composée de cinq chapitres basés sur des résultats rapportés dans trois articles scientifiques. Ces publications sont présentées dans les chapitres III, IV et V. Le chapitre I présente la revue de littérature et, d'ailleurs, vise sur les objectifs du projet. Le chapitre II fournit de l'information sur la rétrospective méthodologique, le matériel et les méthodes utilisées dans cette recherche. Le chapitre III porte sur la perméabilité au gaz des ébauches de fibres en fonction de la masse volumique et la taille de fibre. Le chapitre IV traite sur l'effet de la masse volumique et la taille de fibre sur la porosité et la conductivité thermique. Le chapitre V vise à analyser les phénomènes de

transfert de la masse et de la chaleur liés à la masse volumique et à la taille des fibres des ébauches de fibres.

Ce projet de recherche a été financé par le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (CRSNG).

## Introduction

L'industrie de panneaux à base de bois, en particulier les panneaux de fibres de bois, a eu une croissance soutenue ces dernières années en termes de production et de demande mondiale. En effet, le secteur de panneaux agglomérés innove constamment dans le développement de nouveaux produits conformes aux demandes actuelles par rapport aux changements climatiques.

Les panneaux de fibre de densité moyenne (MDF) sont des produits qui se distinguent par leur excellente qualité de surface, leur facilité d'usinage et leurs bonnes propriétés de finition. La principale application des panneaux de fibres de bois est les produits d'intérieur incluant le mobilier, les revêtements de planchers et les armoires de cuisine et de salle de bain. En plus, les propriétés mécaniques du panneau de fibres de bois sont supérieures à celles du panneau de particules, son compétiteur le plus proche.

La composition d'un panneau de fibres inclut des fibres lignocellulosiques, de l'adhésif, de petites quantités de cire et du catalyseur (si l'urée formaldéhyde est utilisée comme adhésif). Par la suite, la chaleur et la pression sont appliquées sur une ébauche de ce mélange jusqu'à une masse volumique d'environ 750 kg m<sup>-3</sup>. Dans la fabrication du panneau de fibres de bois, le pressage à chaud est une étape cruciale car elle a un effet direct sur la productivité de l'usine et est l'étape consommant le plus d'énergie. En outre, le profil de masse volumique selon l'épaisseur est formé pendant le pressage à chaud. À cet égard, ce profil de masse volumique est une caractéristique clé déterminant la performance du panneau final car ses propriétés physiques et mécaniques en dépendent.

La modélisation mathématique du pressage à chaud est un outil puissant, lequel permet de réaliser des prédictions sur les variables qui ont un effet direct sur la formation du profil de masse volumique, soit l'évolution de la température, la teneur en humidité et la pression de vapeur dans l'ébauche de fibres de bois. Cependant, l'étude des phénomènes de transfert de chaleur et de masse sont assez complexes à cause de leur interaction dans l'espace et le temps. Au début du pressage, l'ébauche de fibres est comprimée d'une masse volumique d'environ 48 kg m<sup>-3</sup> jusqu'à une masse volumique cible commerciale d'environ 750 kg m<sup>-3</sup>, le tout en quelques secondes. Le changement soudain de la masse volumique de

l'ébauche dans une courte période de temps provoque une rapide variation des propriétés physiques de l'ébauche dont les effets ont un fort impact sur le développement du profil de masse volumique dans les étapes suivantes. Subséquemment, les plateaux chauds commencent à densifier l'ébauche couche par couche de l'extérieur vers l'intérieur. La chaleur est transmise, au début, par conduction entre les couches perpendiculaires à l'axe de compression. L'augmentation de la température des fibres produit en même temps une croissance de la température de l'eau contenue dans les fibres qui composent l'ébauche. Lorsque la température dans l'ébauche s'approche du point d'ébullition, l'eau liée dans les parois cellulaires des fibres commence à s'évaporer. Le transfert de la chaleur par convection ainsi que le transfert de l'humidité commencent alors. La vapeur d'eau voyage vers le centre de l'ébauche, dont la température est encore en dessous du point d'ébullition, provoquant la condensation de la vapeur. Dès alors, la température commence à monter et dépasser 100°C ce qui produit l'évaporation d'eau liée dans les fibres au centre de l'ébauche, en générant une croissance de la pression de la vapeur et le mouvement de la vapeur vers l'air ambiant par les bords de l'ébauche.

Le transfert conductif de la chaleur se produit dans la phase solide, c'est-à-dire, les fibres de bois. Le transfert de la masse d'humidité et de la chaleur est produit par convection. Le transfert convectif de la chaleur des plateaux chauds vers les couches de surface et le centre de l'ébauche se produit dans les espaces vides de l'ébauche dans la phase gazeuse. La génération de vapeur d'eau durant le processus d'évaporation de l'eau liée dans les fibres a besoin de la chaleur latente de désorption et de vaporisation. Cette énergie est apportée par les plateaux chauds de la presse. À l'inverse, le processus de condensation produit au centre de l'ébauche de fibres, agit comme une source d'énergie laquelle libère de la chaleur latente d'absorption et de condensation.

L'étude de la conductivité thermique de l'ébauche de fibres de bois dans le contexte du pressage à chaud permet de connaître à quelle intensité le transfert de chaleur par conduction se produit à travers l'épaisseur de l'ébauche de fibres ainsi que les variables qui l'affectent. La perméabilité de l'ébauche de fibres a un impact sur la pression de la vapeur et aussi sur le stress de relaxation. La porosité de l'ébauche est impliquée dans tous les processus de transfert convectif de masse et de chaleur. Le niveau de densification

durant tout le temps de pressage a un effet sur les propriétés et les conditions internes de l'ébauche de fibres. L'effet de la taille des lamelles sur les propriétés du panneau de lamelles orientées est bien documenté, mais les résultats des études publiées sur l'impact de la taille des fibres sur les propriétés de l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud ne sont pas tout à fait concluants. La masse volumique selon l'épaisseur de l'ébauche de fibres liée à la formation du profil de masse volumique à un moment donné lors du pressage à chaud est appelée densité locale. Conséquemment, le comportement des propriétés physiques de l'ébauche de fibres pendant le pressage peut être étudié en observent l'évolution de la conductivité thermique, de la perméabilité au gaz et de la porosité à différents niveaux de masse volumique (où chaque niveau de masse volumique représenterait une densité locale particulière dans l'ébauche de fibres) et taille de fibres.

Ce travail de recherche porte sur l'étude des propriétés de transfert de la masse et de la chaleur. Dans ce contexte, l'objectif général de cette étude fut d'évaluer la conductivité thermique, la perméabilité au gaz et la porosité à différentes tailles de fibres et niveaux de masse volumique. En particulier, le premier article montre l'effet de la masse volumique et la taille de fibres sur la perméabilité au gaz. Le deuxième article vise à présenter les résultats de la conductivité thermique et la porosité par rapport à la masse volumique et la taille de fibres. Finalement, le troisième article analyse la relation entre la perméabilité au gaz et la porosité par rapport à la masse volumique et la taille des fibres.

# **CHAPITRE I: Revue de la littérature**

### 1.1. Panneaux de fibres de densité moyenne (MDF)

Les panneaux de fibres de bois sont des matériaux composites qui appartiennent à la famille des panneaux agglomérés. Leur fabrication a commencé au début du 20<sup>e</sup> siècle, mais ils ont connu un plus grand développement à l'échelle industrielle à partir de la Seconde Guerre Mondiale. Les panneaux de fibres de bois se distinguent principalement par leur masse volumique : les panneaux de fibres de basse densité (LDF) ont une masse volumique inférieure à 500 kg m<sup>-3</sup>, les panneaux de fibres de densité moyenne (MDF) ont une masse volumique qui varie entre 500 et 800 kg m<sup>-3</sup> et les panneaux de fibres de haute densité (HDF) ont une masse volumique supérieure à 800 kg m<sup>-3</sup> (Suchsland et Woodson, 1991).



Figure 1-1Panneau de fibres de densité moyenne

Les MDF (Figure 1-1) se composent d'un mélange de fibres lignocellulosiques et d'un liant organique ou de tout liant approprié à partir d'un procédé à sec. Ce mélange est soumis à la pression et à la chaleur jusqu'à ce qu'il atteigne la densité désirée. La norme ANSI A208-2-2009 considère des éléments tels que le module de rupture, le module d'élasticité, la traction, la résistance à l'arrachement des vis et le gonflement pour classifier les MDF à différents niveaux : 110, 120, 130, 140, 150 et 160. Les MDF sont principalement utilisés dans les domaines de l'ameublement, de l'agencement, du design, de l'aménagement intérieur, du mobilier et des parements muraux intérieurs. Lors de la fabrication des MDF, les copeaux, les planures, les déligneurs, la bagasse et les sciures sont généralement utilisés comme matière première. L'urée-formaldéhyde est utilisée pour l'encollage des fibres. Cette colle appartient au groupe des adhésifs thermodurcissable du sous-groupe de colles à base de résine synthétique thermodurcissable. Elle se polymérise grâce à l'action de la chaleur. L'ajout d'un acide faible tel que le chlorure d'ammonium (catalyseur) permet d'accélérer la réaction de polymérisation. Le temps de polymérisation dépendra de la concentration du catalyseur et de la température. Ces valeurs varient entre 1 heure et 3 heures pour des températures de 20 à 30 °C et entre 22 et 89 secondes pour des températures de 70 à 110 °C.

#### 1.1.1. Production et demande mondiale de panneaux agglomérés à base de bois

L'industrie des panneaux de fibres de bois approvisionne principalement le secteur de l'ameublement. La demande de panneaux agglomérés a généralement connu une bonne croissance depuis 1975. Les données publiées par l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) montrent que la production mondiale de panneaux de fibres de bois a connu une croissance soutenue entre les années 2012 et 2016 (Figure 1-2). Les données indiquent que 85 % des panneaux de fibres fabriqués pendant l'année 2016 sont des panneaux de moyenne et de haute densité. La production de panneaux de fibres a augmenté en moyenne de 4 % par an.



**Figure1-2** Production mondiale de panneaux de fibres (adapté de FAO 2016)

Les principaux pays exportateurs de panneaux à base de bois sont le Canada, la Chine, l'Allemagne, la Russie et la Thaïlande, avec un total de 40 millions de m<sup>3</sup> pour l'année 2016, ce qui correspond à 44 % des exportations mondiales. Le Canada a enregistré une hausse totale de ses exportations de 59 % par rapport l'année 2012. Les pays importateurs les plus importants sont les États-Unis, l'Allemagne, le Japon, le Royaume-Uni et le Canada. Ces cinq pays ont déclaré un total d'importations de 29 millions de m<sup>3</sup> en 2016 (Figure 1-3).



**Figure 1-3** Exportations de panneaux à base de bois (adapté de FAO 2016)

#### 1.1.2. Matière première

L'industrie des panneaux agglomérés utilise principalement des produits tels que de la sciure, des billes et du bois de déconstruction fragmenté comme matières premières. La matière première utilisée varie beaucoup en raison de la variabilité inhérente du bois. Cette variabilité est souvent contrôlée par l'industrie, car les caractéristiques de la matière première ont d'importantes conséquences sur le procédé de fabrication ainsi que sur les propriétés du produit final. En effet, les propriétés physiques, mécaniques et morphologiques des fibres affectent les propriétés physiques et mécaniques du panneau. Le grand défi de l'industrie des panneaux agglomérés est de fabriquer un produit concurrentiel à partir de matières premières résiduelles (Suchsland et Woodson, 1991).

Le bois rond est le plus intéressant pour l'industrie des panneaux, car il permet d'obtenir une taille de particules plus adéquate. Cependant, les résidus d'autres usines de transformation sont la principale source de matière première pour la fabrication de panneaux agglomérés en raison de leur bonne disponibilité. Pourtant, l'industrie est souvent limitée par les caractéristiques des particules reçues d'autres industries de transformation. Il est possible de trouver, parmi les principales sources de matière première, des billes de bois vert, des cœurs de déroulage, du bois de feu, des délignures, des éboutures vertes, des rabotures, des résidus de placage et des copeaux (Figure 1-4), de la sciure, des résidus secs d'usines de seconde transformation, des délignures de contreplaqué, des poussières de sablage, de la bagasse, de la paille, de lin et autres fibres agricoles(Cloutier, 2018). L'écorce pourrait également être utilisée comme matière première.

Une étude réalisée par Ngueho Yemele (2008) a montré des résultats performants en ce qui a trait au module d'élasticité, au module de rupture et à la cohésion interne pour des panneaux faits à partir d'écorce d'épinette noire et de peuplier faux-tremble. Les procédés les plus utilisés afin de transformer la matière première ligneuse en particules dotées des caractéristiques appropriées selon le type de panneau sont la fragmentation des gaufres et des lamelles, le déroulage, le tranchage, la fragmentation, le broyage et le défibrage.



**Figure 1-4** Copeaux d'épinette blanche (*Picea glauca* (Moench)) à l'état vert

#### **1.1.3.** La fibre de bois et la paroi cellulaire

La fibre est un terme utilisé pour décrire des cellules allongées d'origine animale ou végétale. En ce qui concerne les cellules d'origine végétale, lorsque la différenciation cellulaire commence au niveau du cambium, les fibres des feuillus et les trachéides des résineux s'allongent en un tissu encore plastique. Les fibres et les trachéides et, en particulier, les caractéristiques de leur paroi cellulaire déterminent la masse volumique du bois. Les principaux éléments de soutien mécanique sont les trachéides et les fibres. Les trachéides sont des cellules conductrices, tandis que les fibres assument uniquement la fonction de soutien mécanique. Dans le cas des feuillus, la proportion de fibres détermine souvent la masse volumique du bois d'une espèce en particulier (Nair, 1998). En effet, si la fibre contient plus de paroi cellulaire et moins de lumen, elle sera plus dense et de meilleure qualité, à l'instar du matériau ligneux.

Il existe deux types de fibres : les fibres libriformes et les fibres-trachéides. Les fibres libriformes ont des ponctuations simples dont la taille de chambre des ponctuations est égale ou inférieure à 3  $\mu$ m. Les fibres-trachéides, pour leur part, ont des ponctuations aréolées et ont une taille de chambre des ponctuations supérieure à 3  $\mu$ m (Trouy, 2015).

Pendant la formation de l'arbre, la paroi cellulaire évolue constamment, de la naissance jusqu'à la mort de la cellule. La membrane cellulaire s'épaissit et devient rigide en raison de l'adjonction de couches de cellulose et de lignine. Le cytoplasme et le noyau disparaissent; il ne reste alors que la paroi cellulaire et la cavité centrale remplie de substances organiques, de sels minéraux et d'eau. Dans la tige de l'arbre, l'endroit où les cellules du parenchyme sont vivantes s'appelle l'aubier et celui où les cellules sont déjà mortes s'appelle le duramen. La seule différence entre les cellules du duramen et de l'aubier est le dépôt de substances extractibles dans le duramen. En plus, les cellules qui composent le duramen ont terminé leur évolution (sauf la zone cambiale) et assument une fonction de soutien mécanique. Conséquemment, le duramen est considéré comme le véritable bois, puisque les cellules dont il est constitué ont terminé leur évolution; il n'est d'ailleurs constitué que de cellules mortes (parois cellulaires).

Les cellules du bois prennent naissance dans le cambium. La majorité des cellules sont finalement transformées en fibres dont la fonction est de fournir de la rigidité et du soutien

mécanique à l'arbre. Les fibres constituent de 60 à 80 % de la masse ligneuse de l'arbre, selon qu'il s'agit d'un feuillu ou d'un résineux. Dans le cas des résineux, les trachéides longitudinales sont également utilisées par l'arbre pour le transport de la sève des racines jusqu'aux feuilles (Guillemette, 1982).

La paroi cellulaire est constituée principalement de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine. Ces constituants contiennent des groupes hydroxyles, qui adsorbent l'humidité. La dimension de la paroi cellulaire est modifiée lorsque la cellule absorbe de l'eau ou en désorbe. Les éléments responsables de la nature hydrophile de la paroi cellulaire sont les hémicelluloses, la cellulose accessible, la cellulose non cristalline, la surface de la cellulose cristalline et la lignine (Nair, 1998). La cellulose a une basse propension à la dégradation par rayons UV et la lignine contribue au processus de carbonisation lorsque le bois est brûlé (Nair, 1998).

Dans les résineux, les pourcentages de cellulose, d'hémicellulose et de lignine dans la paroi cellulaire sont d'environ 42 %, 26 % et 30 % respectivement. Dans le cas des feuillus, les pourcentages de ces éléments dans la paroi cellulaire sont de 42 %, 25 % et 22 % respectivement (Kollman et Coté, 1968).

La cellulose est formée d'atomes de carbone, d'hydrogène et d'oxygène. En fait, la cellulose est un polymère de glucose dont la formule chimique est  $C_6H_{10}O_5$ . Dans le bois, la cellulose est groupée en fils très petits appelés microfibrilles (Figure 1-5). Subséquemment, les microfibrilles sont disposées en couches (Trouy, 2015).



**Figure 1-5** Schéma d'une molécule de cellulose par rapport à une microfibrille (d'après Trouy 2015)

La paroi d'une cellule de bois (Figure 1-6) est formée de la lamelle moyenne, de la paroi primaire et de la paroi secondaire. La lamelle moyenne n'a pas de cellulose et elle est

composée principalement de lignine. Sa fonction est de coller les cellules voisines entre elles. La paroi primaire est la paroi avec laquelle la cellule nait. Dans cette paroi, les microfibrilles constituent un réseau flexible qui permet la croissance cellulaire. Lorsque le développement cellulaire est terminé, la paroi primaire et la paroi secondaire sont complétement lignifiées (Guillemette, 1982; Nair, 1998).



**Figure 1-6** Représentation schématique de la paroi cellulaire (adapté de Trouy 2015)

La formation de la paroi secondaire commence lorsque la cellule atteint sa dimension finale. Dans la paroi secondaire, chaque couche est unique et dépend de l'angle des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule. Il existe trois différentes couches :  $S_1$ ,  $S_2$  et  $S_3$ . Les microfibrilles de la couche  $S_1$  forment un angle entre 50 et 70° avec l'axe de la cellule. Dans la couche  $S_2$ , les microfibrilles ont un angle entre 10 et 30° par rapport à l'axe de la cellule. Pour leur part, les microfibrilles de la couche  $S_3$  présentent un angle entre 60 et 90°. La couche  $S_2$  est la plus épaisse de toutes et les microfibrilles qui la constituent sont presque parallèles à l'axe de la cellule. D'ailleurs, cette couche a un grand effet sur les propriétés physiques et mécaniques du bois puisque les microfibrilles y sont plus ordonnées en comparaison avec la lamelle moyenne et la paroi primaire. De plus, cette couche présente un plus faible niveau de lignification (Trouy, 2015).

La lignine est le deuxième constituant principal de la paroi cellulaire. Cette substance est un polymère à base d'alcool qui imprègne les couches de cellulose. La lignine est dure et cassante contrairement à la cellulose, qui est souple. Ceci s'explique par les différences de polymérisation entre les deux composites. La polymérisation de la cellulose est linéaire, ce qui lui confère une texture filamenteuse, tandis que la lignine est polymérisée en trois dimensions, ce qui lui donne une texture amorphe et au début visqueuse. Elle devient cependant plus dure avec le temps. En fait, la lignine donne de la rigidité aux cellules du bois en permettant à l'arbre de se tenir debout (Guillemette, 1982; Trouy, 2015).

Chez les résineux, le soutien mécanique est obtenu grâce aux trachéides longitudinales; le stockage, la réserve et l'élaboration de substances nutritives sont effectués dans les cellules du parenchyme de rayon. Les cellules de parenchyme radial ligneux sont utilisées pour la conduction radiale. Dans le cas des feuillus, la conduction longitudinale est effectuée par les éléments de vaisseaux; les fibres assurent le soutien mécanique de l'arbre et la conduction radiale est assurée par les cellules de parenchyme de rayon (Nair, 1998; Trouy, 2015).

Le bois est considéré comme un matériau assez résistant en comparaison à son poids. Cette résistance s'explique par la forme tubulaire des cellules et à la composition de la paroi cellulaire, laquelle est constituée de cellulose imprégnée d'une substance dure comme la lignine. Ces caractéristiques fournissent une bonne résistance mécanique.

#### 1.1.4. Taille des fibres

Jadis l'industrie des panneaux de fibres obtenait les fibres grâce à un processus de raffinage mécanique de copeaux de bois verts, mais elles pourraient aussi être produites à partir de bagasse, de paille, de lin et d'autres fibres agricoles. Actuellement, l'industrie utilise des résidus de transformation primaire et secondaire du bois. La taille de la fibre, déterminée lors du processus de raffinage, est un élément essentiel pour prédire la performance du panneau final et les phénomènes de transfert de chaleur et de masse lors du pressage à chaud.

La longueur des lamelles et des fibres est particulièrement importante pour les panneaux de lamelles orientées (OSB) et les panneaux de fibres de densité moyenne (MDF), car les particules allongées confèrent une haute résistance à la flexion lorsqu'elles sont mises en surface. Par ailleurs, il est souhaitable que des particules courtes et épaisses soient au centre du panneau, puisqu'elles permettent une meilleure cohésion interne entre les

particules. Bien que la taille des fibres soit une variable cruciale pour la production et le contrôle de la qualité des panneaux de fibres de bois, il y a peu d'information technique sur leur caractérisation en raison de la faible disponibilité de systèmes de mesure adéquats.

Conceptuellement, le coefficient d'élancement est un indicateur de la surface disponible d'une particule de bois pour le contact avec l'adhésif et les autres particules (Moslemi, 1974). Ce coefficient est habituellement calculé lors de la fabrication des panneaux de lamelles orientées. Il est décrit par le rapport suivant :

$$C_e = \frac{l}{e} \tag{1-1}$$

- *C* : coefficient d'élancement
- *l* : longueur de la particule
- *e* : épaisseur de la particule

Benthien *et al.* (2014) ont démontré que les paramètres de raffinage de la fibre, la qualité de la fibre et les propriétés du panneau de fibres sont liés. Ils affirment qu'une augmentation de la longueur de la fibre peut considérablement accroître le module d'élasticité et de rupture, mais aussi le gonflement en épaisseur et l'absorption d'eau. Bouafif *et al.* (2009) ont obtenu une amélioration de la rigidité et de la résistance des panneaux fabriqués grâce à un mélange de fibres et de plastique. Une proportion élevée de grosses fibres diminue le module de rupture et d'élasticité (Xing *et al.* 2006).

Ayrilmis *et al.* (2017) ont examiné l'effet de la taille des fibres sur les propriétés mécaniques du panneau de fibres. Ils ont conclu que la stabilité dimensionnelle et les propriétés de flexion peuvent être améliorées lorsque la longueur et l'épaisseur des fibres sont augmentées à 11,5 et 0,73 mm respectivement. La cohésion interne peut aussi être augmentée si la longueur est augmentée à 17,8 mm et si l'épaisseur monte à 0,79 mm dans la couche médiane (appelée aussi couche centrale) du panneau. Une augmentation de la longueur de la fibre peut aussi faire augmenter le module d'élasticité des composites bois-plastique (Bouafif *et al.*, 2009).

Dans le contexte du transfert de la chaleur et de l'humidité pendant le pressage à chaud, l'effet de la taille des particules a été étudié pour les panneaux de lamelles orientées ainsi que pour les panneaux de fibres. Étant donné que le débit de la vapeur lors du pressage à chaud se produit dans les espaces vides dans l'ébauche de fibres, il est évident que la taille des fibres influence d'une certaine manière le transfert d'humidité (Bolton et Humphrey, 1994). Par exemple, des études réalisées sur des panneaux de particules ont montré que la taille a autant d'effet sur les espaces vides de l'ébauche de fibres que sur leur distribution (German, 1989; Yu *et al.* 1992). Toutefois, il est hautement probable que cette caractéristique de la fibre a un effet plus prononcé sur la conduction de la chaleur par les fibres de l'ébauche que sur le réseau poreux. Thoemen et Klueppel (2008) ont démontré que, dans le panneau de fibres, les particules de plus petite taille ont un effet particulièrement important sur la structure interne du panneau.

Bowen (1970), Denisov *et al.* (1975) et Zuban (1969) ont suggéré un effet combiné de la taille des particules et de la masse volumique sur la perméabilité au gaz des panneaux à base de bois. Thoemen et Klueppel (2008) ont trouvé une haute perméabilité dans les ébauches faites de grosses particules et avec une basse masse volumique. Cependant, si la masse volumique augmente dans les mêmes conditions de taille des fibres, la perméabilité au gaz diminue. Par rapport à la géométrie des particules, il a été démontré qu'une augmentation de l'épaisseur pourrait grandement faciliter le débit de vapeur lors du pressage. Cependant, les particules les plus longues diminueraient le passage de la vapeur dans l'ébauche de particules (Hata, 1993). Thoemen et Klueppel (2008) affirment que les plus petites particules peuvent contrôler le débit d'air à l'intérieur de l'ébauche de particules, car elles ont la capacité de remplir les espaces laissés par les grosses particules. Cet effet est plus perceptible pour les masses volumiques inférieures à 600 kg m<sup>-3</sup> (von Haas, 1998). Par conséquent, une ébauche faite de petites particules aura généralement une basse perméabilité.

Une étude réalisée par Dai *et al.* (2005) sur des panneaux de lamelles orientées a montré que l'épaisseur des lamelles a une grande influence sur la température maximale, la pression de la vapeur et la teneur en humidité finale au centre de l'ébauche de lamelles lors du pressage à chaud. Dans le cas du panneau de fibres, la taille de la fibre ainsi que

la masse volumique ont un effet sur la structure fibreuse de l'ébauche (Thoemen *et al.*2008). Ainsi, la taille de la fibre pourrait avoir un effet sur la structure poreuse et, par conséquent, sur le débit de la vapeur pendant le pressage à chaud. Pendant la fermeture de la presse dans le pressage à chaud des panneaux de fibres et de lamelles orientées, les particules de l'ébauche sont soumises à la compression et à la flexion. Dai et Steiner (1993) ont indiqué que l'épaisseur des lamelles lors du pressage à chaud des panneaux de lamelles orientées a un effet important sur la réponse à la compression de l'ébauche de lamelles. La masse volumique est le paramètre qui a le plus d'influence sur la perméabilité et la porosité de l'ébauche de lamelles, tandis que la taille des lamelles, un paramètre tout aussi important, arrive en deuxième place (Dai *et al.* 2005). La longueur de la fibre est particulièrement importante pour le pressage des ébauches de fibres, car une longue fibre peut mieux s'entrelacer avec d'autres fibres, en plus de mieux répondre à la flexion (Figure 1-7).



Figure 1-7 Représentation schématique d'une fibre de bois (adapté de Neagu et al. 2006)

Par rapport au procédé de raffinage de la fibre, les paramètres importants sont le temps de rétention et la pression appliquée (Benthien *et al.* 2013). Par exemple, il est possible d'obtenir une taille de fibre entre 0 et 3 mm avec un temps de rétention de 8 minutes. Avec une pression de 1,6 MPa, 59 % des fibres pourraient atteindre ces dimensions. Si on utilise un temps de rétention de 4 minutes et 0,8 MPa de pression, on obtient 54 % de fibres dans le même intervalle et, avec un temps de rétention de 1 minute et 0,4 MPa de pression, on atteint 47 % de fibres avec ces dimensions (Figure 1-8).



**Figure 1-8**Tailles des fibres résultantes après du raffinage : a) Fine; b) Moyenne; c) Grossière (d'après Benthien *et al.* 2013)

La caractérisation de la taille de la fibre est un avantageux outil de contrôle dans le procédé de fabrication des panneaux de fibres et probablement aussi pour le pressage à chaud. L'information sur la variabilité naturelle des dimensions de la fibre est nécessaire pour examiner comment cette propriété peut affecter d'autres variables. La variabilité de la fibre est en grande partie attribuable aux conditions environnementales de la croissance de l'arbre, à son âge, à la position de la fibre dans l'arbre et aux effets génétiques. Par exemple, la fibre courte provenant de feuillus est souvent utilisée pour la fabrication de pâtes et papiers d'écriture et papiers hygiéniques. En effet, ses propriétés de haute diffusion de la lumière en font un matériau idéal pour une bonne impression papier (Lundqvist, 2002).

Les systèmes de caractérisation de la fibre peuvent être catégorisés en quatre groupes (Benthien *et al.* 2014) : fractionnement par tamisage humide (Bauer McNett, Birkenau, Allemagne), fractionnement par tamisage sec (*air-jet screening*), analyse d'image de fibres humides (*Fiber Quality Analyser*, Hawkesburg, Canada) et analyse d'image de fibres sèches (QIC-PIC, Haan, Allemagne). La caractérisation des fibres pour l'industrie des MDF est complexe, car leur taille varie considérablement, allant de la dimension d'un grain de poussière à quelques centimètres dans le cas des faisceaux de fibres. Celles-ci bloquent le débit des cellules dans le système de mesure de la taille des fibres, ce qui rend difficile

leur caractérisation. Le plus souvent, les fibres sont caractérisées de façon visuelle par l'opérateur. La deuxième méthode de caractérisation la plus fréquente est le tamisage (Figure 1-9). En plus, la morphologie des fibres (longueur, largeur et épaisseur) peut être caractérisé par l'analyseur des fibres MorFi, une technologie utilisée souvent dans l'industrie des pâtes et papiers.



Ouverture de maille du tamis (mm)

**Figure 1-9** Distribution de fibres à partir de la caractérisation de la fibre de peuplier par tamisage (adapté de Xing *et al.* 2006)

#### 1.1.5. Procédé de fabrication de panneaux de fibres de masse volumique moyenne

L'industrie des panneaux de fibres de densité moyenne peut être également caractérisée, comme l'industrie des panneaux agglomérés en général, par son niveau de technologie (Cloutier, 2018) : industrie hautement automatisée, industrie mécanisée avec intervention humaine limitée et usines avec peu de personnel sur la ligne de production, mais beaucoup de personnel hautement qualifié.

Les matériaux composites à base de bois, comme les panneaux de fibres, présentent des avantages par rapport au bois massif, car la déconstruction du bois permet de réduire la variabilité inhérente de ses propriétés physiques et mécaniques, dont l'anisotropie est le facteur principal.

Pendant leur fabrication, les panneaux de fibres sont souvent dimensionnés selon les spécifications du client. Toutefois, la taille de fabrication standard pour les panneaux à base

de bois est généralement de 1,22 x 2,44 m. Le procédé de fabrication des panneaux de fibres de masse volumique moyenne est semblable à celui d'autres panneaux à base de bois : préparation des particules, séchage, classification des particules, encollage, feutrage, pressage, refroidissement, délignage-ponçage, post-traitement et finition-classement (Maloney, 1977). Ces étapes sont décrites ci-dessous pour les panneaux composites à base de bois en général (Cloutier, 2018).

- Préparation des particules : cette étape comprend l'entreposage de rabotures, de sciures, de délignures, de bois rond et de copeaux, la fragmentation des particules réalisée par un moulin à marteaux, un raffineur à anneaux ou un gaufrier à disque et la classification des particules en fonction de leur taille, ce qui peut se faire au début du procédé ou lors du feutrage (cette classification permet de former la couche couvrante et la couche médiane).
- Séchage : l'objectif principal de cette étape est de diminuer la teneur en humidité des particules entre 2 et 4 %. Les séchoirs à tambour rotatif sont les plus utilisés pour le séchage des particules (panneaux de particules) et des lamelles (panneaux de lamelles orientées). On utilise des séchoirs tube pour les fibres de bois (panneaux MDF).
- Classification des particules : bien que la classification des particules selon leur taille puisse être faite au début du procédé, comme mentionné ci-dessus, il est souvent préférable de réaliser cette étape après le séchage, car les particules humides ont tendance à s'agglomérer.
- Encollage : ce procédé est fait dans un mélangeur. Les particules sont mises dans le mélangeur et, ensuite, l'adhésif est injecté dans le tube de soufflerie, à la sortie des raffineurs à disque. Par ailleurs, il est souvent nécessaire d'ajouter un catalyseur dans le but de réguler le pH de la colle urée-formaldéhyde. Par exemple, pour l'encollage de panneaux de fibres et des panneaux de particules, l'ajout du catalyseur de chlorure d'ammonium (NH<sub>4</sub>CL) permet de diminuer le pH de l'adhésif à 5.
- Feutrage : l'étape du feutrage correspond à la formation de l'ébauche de particules, dont l'épaisseur varie généralement entre 25 et 300 mm en fonction du type de panneau. Dans le cas du panneau de fibres, un pré-pressage à température ambiante

après le feutrage est souhaitable, puisque cela permet de consolider l'ébauche avant le pressage à chaud.

- Pressage : le pressage de l'ébauche de particules est fait dans une presse multiouvertures, une presse simple ou une presse en continu en fonction du type de panneaux. Le temps de pressage varie habituellement de 4 à 6 minutes si une température de 160-180°C est utilisée.
- Refroidissement : l'effet de cette étape sur la performance finale du panneau dépend du type de colle utilisé pendant sa fabrication. La mise à froid du panneau après le pressage à chaud est hautement conseillée car si le panneau de fibres est empilé à chaud, cela peut détériorer l'action adhésive de l'urée-formaldéhyde sur les particules. Inversement, si un panneau de lamelles orientées est empilé à chaud après le pressage à chaud, l'efficacité du phénol-formaldéhyde peut être améliorée.
- Délignage-ponçage : ces deux procédés visent à augmenter la qualité de la surface du panneau. Le délignage est fait en fonction des besoins du client. À l'étape du ponçage, la couche de faible densité est enlevée de la surface du panneau. L'épaisseur de cette couche est généralement de 0,5 mm.
- Post-traitement (optionnel): à cette étape, des traitements sont appliqués sur le panneau pour augmenter sa stabilité dimensionnelle et améliorer sa résistance dans diverses conditions (feu, attaque biologique, etc.).
- Finition-classement : la finition fait référence au degré de terminaison du panneau, par exemple, panneau simple ou panneau avec mélamine à sa surface. La classification dans l'usine peut être réalisée en fonction du marché, du type de produit ou de sa taille.

#### **1.2.** Profil de masse volumique à travers de l'épaisseur du panneau de fibres

Le profil de masse volumique selon l'épaisseur du panneau (Figure 1-10) est formé pendant le pressage à chaud. La qualité de performance en service du panneau de fibres est sans doute liée à la formation du profil de masse volumique selon l'épaisseur du panneau. Des panneaux avec un profil de masse volumique accentué sont souvent préférables à cause de leurs propriétés de résistance mécanique supérieures, en particulier en flexion. De plus, la masse volumique du centre du panneau est plutôt homogène. Un panneau avec un profil de
masse volumique aplatie est cependant approprié pour l'usinage. Les caractéristiques recherchées et la qualité d'un panneau sont intrinsèquement liées à l'utilisation qui en sera faite. Le type de particules utilisées pour la formation de l'ébauche, la structure de l'ébauche et le pressage affectent la formation du profil de masse volumique du panneau. De plus, d'autres facteurs ont un effet direct sur la formation du profil de masse volumique : la température interne de l'ébauche, la distribution de la teneur en humidité dans l'ébauche, la pression de la vapeur, la masse volumique des couches qui composent l'ébauche et la pression appliquée par les plateaux de la presse. Par conséquent, la formation du profil de masse volumique est le résultat de l'interaction de nombreux mécanismes, de la période de consolidation jusqu'à la fin du processus de pressage à chaud (Wang *et al.*, 2001; Zambori et al. 2004; Kavazovic et al. 2012). D'importantes recherches relatives à la formation du profil de masse volumique dans les panneaux de fibres et de lamelles orientées ont été réalisées par Wang *et al.* (2001). Les résultats de leur étude ont montré que la fermeture de la presse a une influence sur le niveau de densification selon l'épaisseur. D'ailleurs, bien qu'ils aient utilisé le même programme de pressage pour la fabrication de panneaux de fibres et de lamelles orientées, les profils de masse volumique des deux panneaux n'étaient pas les mêmes. Les couches de surface d'une ébauche de fibres peuvent être densifiées plus facilement que celles d'une ébauche de lamelles orientées (Wang et al. 2004).

La formation du profil de masse volumique peut d'abord être expliquée par l'effet de la température et de la teneur en humidité sur la plasticité du matériau, c'est-à-dire, les fibres de bois. En effet, la densité des couches de surface augmente plus rapidement que celle des couches situées au centre de l'ébauche (Wang et Winistorfer 2000).



**Figure 1-10** Profil de masse volumique typique obtenu après la fabrication d'un panneau de fibres de 16 mm d'épaisseur dans une presse type batch

## 1.3. Pressage à chaud dans la fabrication de panneaux MDF

Le pressage à chaud de panneaux de fibres est un procédé au cours duquel une chaleur et une pression sont appliquées sur l'ébauche afin de produire un panneau densifié (Stokke *et al.* 2014). Cette ébauche est composée principalement de fibres, de produits chimiques (adhésif, cire et catalyseur) et d'eau. Bien que toutes les étapes de fabrication du panneau MDF soient importantes, le pressage à chaud est une étape cruciale en raison de son effet sur la productivité et la qualité du produit final et de l'importante consommation d'énergie qu'elle nécessite. Maloney (1993) a indiqué que le type d'adhésif, la température de pressage, le type de catalyseur, l'essence, la taille des particules et la teneur en humidité de l'ébauche de particules sont des variables qui affectent le pressage à chaud et qui ont une influence sur la qualité et les propriétés du produit final. Le pressage à chaud se décline en trois étapes : la consolidation, la relaxation transitive et la relaxation asymptotique. Ces étapes sont décrites ci-dessous (Wolcott 1989).

- Consolidation : cette étape correspond à la fermeture de la presse. Le plateau supérieur commence à toucher la face supérieure de l'ébauche. Les espaces vides à l'intérieur de l'ébauche sont éliminés rapidement tandis que la pression augmente avec le temps ainsi que la masse volumique des couches les plus externes de l'ébauche vers les couches plus centrales. L'étape de consolidation prend fin lorsque l'ébauche atteint son épaisseur finale.
- Relaxation transitive : à cette étape, une pression maximale, qui diminue ensuite graduellement, est appliquée sur l'ébauche. De plus, c'est au cours de cette période que la polymérisation de l'adhésif se produit.
- Relaxation asymptotique : à cette étape, la pression sur l'ébauche de fibres diminue de façon constante, bien que le plateau supérieur soit encore en contact avec la face supérieure de l'ébauche. Le cycle de pressage prend fin lorsque les plateaux de la presse s'ouvrent complètement.

Un profil de masse volumique à travers l'épaisseur est formé durant le pressage à chaud. Ce profil commence à se former pendant la fermeture de la presse et il continue sa formation jusqu'à la fin du cycle de pressage (Wang et Winistorfer 2000). Pendant la fermeture de la presse, la masse volumique des couches de la surface de l'ébauche augmente plus rapidement que celle des couches centrales. Le profil de masse volumique à travers l'épaisseur du panneau de fibres a un effet important sur les propriétés physiques et mécaniques du panneau final (Stokke *et al.* 2014). Une haute masse volumique des couches de la surface du panneau va lui conférer une meilleure résistance à la flexion et une meilleure rigidité. Dans la formation du profil de masse volumique lors du pressage à chaud, on peut observer la période de consolidation et la période d'ajustement (Figure 1-11). Ces deux périodes se déclinent elles-mêmes en étapes (Wang et Winistorfer 2000; Vidal Bastias 2006).

 Période de consolidation : la consolidation est amorcée à partir du moment où le plateau supérieur touche la surface de l'ébauche de fibres et se poursuit jusqu'à ce que l'ébauche atteigne son épaisseur finale. Cette période se décline en deux étapes.

- Étape 1 : c'est au cours de cette étape que sont observées une densification de l'ébauche uniforme à travers l'épaisseur et une diminution importante des espaces vides dans l'ébauche de fibres. Les plateaux sont fermés rapidement et le profil de masse volumique dans l'épaisseur de l'ébauche n'est pas encore formé.

- Étape 2 : à cette étape, une densification de l'ébauche non uniforme commence à se produire jusqu'à ce qu'elle atteigne l'épaisseur cible, selon le programme de pressage. Les couches extérieures présentent une masse volumique plus élevée que les couches du centre et la vitesse de fermeture de la presse n'est pas encore très élevée. Chaque couche de fibres située près de la surface est soumise à une consolidation, à une compression et à une flexion en raison, principalement, de la température des plateaux et de changements dans la teneur en humidité de l'ébauche. Ainsi, à la fin de cette période, on peut observer une haute masse volumique des couches de surface, mais une masse volumique plus basse au centre du panneau.

- Période d'ajustement : cette période commence quand la presse arrive à sa position finale et elle se termine à la fin du cycle de pressage à chaud. Elle comporte trois étapes différentes, qui sont expliquées ci-dessous.
  - Étape 3 : la microstructure des fibres est déformée à cause du gradient de température dans l'ébauche et de la pression exercée par les plateaux de la presse. Au moment où la pression sur l'ébauche diminue, des contraintes de

relaxation se manifestent dans les couches extérieures de l'ébauche. Au même moment, étant donné que la température des couches centrales de l'ébauche est plus basse que celle des couches près de la surface, les couches centrales agissent comme un ressort dans l'ébauche. Par conséquent, le profil de masse volumique à travers l'épaisseur est formé entre les étapes 2 et 3. Cependant, si la vitesse de fermeture de la presse est plus basse, ce profil commencera à se former à partir de l'étape 2 (lors de la période de consolidation). Dans ces conditions, si la vitesse du ressort augmente, la vitesse de compression des couches extérieures augmente aussi. L'étape 3 se termine quand la différence entre la température des couches centrales et des couches de surface atteint son maximum.

- Étape 4 : il s'agit de l'étape où la température et l'humidité augmentent dans les couches centrales, tandis que ces paramètres diminuent dans les couches près de la surface. En raison de ce phénomène et de la diminution de la pression des plateaux sur l'ébauche, la masse volumique des couches de surface diminue, tandis qu'elle augmente dans les couches centrales.
- Étape 5 : à cette étape, l'ébauche fait un retour élastique (ou *spring-back*), ce qui se traduit par une augmentation de l'épaisseur du panneau immédiatement quand le plateau supérieur quitte la surface du panneau produit. Évidemment, étant donné que ce retour-élastique n'est pas homogène au sein de l'ébauche, il existe des différences de masse volumique, de température et d'humidité dans le panneau.



**Figure 1-11** Les différentes étapes de la formation du profil de masse volumique lors du pressage à chaud selon Wang et Winistorfer (2000 a, b) (d'après Vidal Bastias 2006)

### 1.4. Mécanismes de transfert masse-chaleur pendant le pressage à chaud

Lors du pressage à chaud, on assiste à l'absorption et à la libération d'eau contenue dans les fibres de bois. Chaque fois que les fibres absorbent ou libèrent de l'humidité, deux types de chaleur sont en cause, soit la chaleur latente de sorption et la chaleur latente de vaporisation. Lorsque la vapeur est conduite du chaud vers le froid et la condensation est produite, de la chaleur sensible est libérée.

Les processus les plus importants dans le pressage à chaud sont le transfert de la chaleur et de la masse d'humidité ainsi que le comportement rhéologique de l'ébauche de fibres (Von Haas 1998, Humphrey 1982). La pression dans l'ébauche de fibres est produite par

l'application d'une pression mécanique sur les plateaux de la presse et l'évaporation de l'humidité contenue dans l'ébauche. À cause de ces processus, l'ébauche de fibres est soumise à des conditions de température, d'humidité et de pression qui changent avec le temps. Pour l'étude des mécanismes produits durant le pressage à chaud, l'ébauche est considérée comme un matériel naturel et polymérique, lequel est soumis au compactage. L'application de la chaleur sur l'ébauche de fibres est fondamentale, puisque la polymérisation de l'adhésif a besoin d'une certaine quantité de chaleur (Stokke *et al.* 2014).

Souvent, l'étude des phénomènes physiques de transfert de la chaleur et de la masse est complexe, car les propriétés physiques des particules, l'ébauche de fibres, l'humidité, le système bois-eau et la quantité d'eau et de vapeur disponible pour le transfert sont dépendants de la température, de l'humidité et de la pression de la vapeur d'eau (Humphrey et Bolton, 1989). Les principaux mécanismes liés au transfert de la chaleur lors du pressage sont la conduction et la convection. Le transfert de la masse est lié au mouvement de l'humidité dans l'ébauche de fibres.

- Conduction : il s'agit du processus grâce auquel la chaleur est transmise d'une substance à une autre substance adjacente par une molécule ou un atome qui cède son énergie cinétique à la molécule voisine (Figure 1-12). Les solides, les liquides et les gaz peuvent transmettre de la chaleur, bien que chaque matériau ait sa propre conductivité thermique. La conduction de la chaleur décrit le transfert de l'énergie d'un élément à un autre. Le débit de chaleur est proportionnel au gradient de température selon la loi de Fourier :

$$q = \frac{Q}{A} = -k_l \frac{\Delta T}{\Delta x} \tag{1-2}$$

où

- q : débit de chaleur par conduction (J s<sup>-1</sup> m<sup>-2</sup>)
- Q : flux de chaleur par conduction (J s<sup>-1</sup>)
- A : surface perpendiculaire à la direction du flux  $(m^2)$
- k : conductivité thermique du matériau (W m K<sup>-1</sup>)
- $\Delta T$  : différence de température entre les deux faces (T<sub>2</sub>-T<sub>1</sub>) (K)
- $\Delta x$  : épaisseur de matériau (m)



**Figure 1-12** Transfert de la chaleur lors du pressage à chaud par conduction (adapté de Stokke *et al.* 2014)

Lors du pressage à chaud, la chaleur est transmise des plateaux chauds vers la surface de l'ébauche de fibres par conduction. En effet, les plateaux de la presse constituent une importante source d'énergie nécessaire à la fabrication du panneau, mais le compactage du panneau final et la polymérisation de l'adhésif ont besoin de la chaleur interne. Les conditions internes de l'ébauche changent immédiatement à partir du moment où les plateaux touchent la surface de l'ébauche (Kamke, 2003). La température au centre de l'ébauche est basse au début du pressage et elle commence à augmenter par la suite en raison de la conductivité thermique de l'ébauche de fibres. Comme l'illustre la Figure 1-12, étant donné que la conductivité thermique de l'ébauche de l'ébauche de fibres est affectée principalement par l'espèce de bois utilisée, la teneur en humidité, la taille des particules et la porosité.

 Convection : il s'agit du mécanisme correspondant au transfert de la chaleur entre un solide et un gaz, ou entre un liquide en mouvement adjacent et un solide (Figure 1-13). Le transfert de la chaleur implique des mouvements de fluides et, dans le cas du pressage à chaud, de débit d'humidité. Il existe deux types de convection : la convection naturelle, qui est le transfert de la chaleur produite par la chaleur ellemême, et la convection forcée, qui est le transfert de la chaleur produite par le mouvement d'un élément externe.



**Figure 1-13** Transfert de la chaleur par convection lors du pressage à chaud (adapté de Stokke *et al.* 2014)

Maku et al. (1959) et Kamke (2003) affirment que, pendant le pressage à chaud, le processus de convection commence lorsque les particules à la surface de l'ébauche entrent en contact avec les plateaux chauds de la presse. L'humidité contenue dans les particules de l'ébauche change de phase, de sorte que les particules d'eau s'évaporent, puis voyagent à travers les espaces vides dans l'ébauche vers le gradient de pression décroissant, c'est-àdire, vers le centre de l'ébauche. Au moment où la vapeur arrive au centre de l'ébauche, elle est condensée lorsqu'elle touche les fibres à plus basse température. Cette vapeur contient de la chaleur latente de vaporisation et de la chaleur sensible. La chaleur latente de vaporisation donne l'énergie nécessaire pour la vaporisation de l'humidité dans la paroi cellulaire. La vapeur chaude arrive au centre de l'ébauche de particules et, ensuite, cette humidité est condensée car les particules (les fibres de bois, par exemple) sont plus froides que la vapeur. La chaleur latente apportée par la vapeur chaude libère de l'énergie sensible, ce qui fait augmenter la température et l'humidité du centre de l'ébauche de particules vers les plateaux de la presse. Alors, la chaleur au centre de l'ébauche augmente et vaporise l'humidité, générant ainsi une augmentation de la pression au centre de l'ébauche, laquelle s'échappera par les bords de l'ébauche. De cette façon, un transfert de masse est produit à partir de l'énergie des plateaux chauds de la presse.

Humphrey (1982) a modélisé la convection de l'humidité dans l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud en considérant deux aspects : le matériau fibreux et les espaces vides. Dans ce modèle, tout commence lorsque l'humidité est transférée, sous forme de vapeur,

des fibres de bois vers les espaces vides. Ensuite, une partie de cette vapeur s'échappe par les bords de l'ébauche. La vapeur restante est absorbée par les particules de bois (Figure 1-14).



**Figure 1-14** Modélisation du transfert de la chaleur et la masse dans l'ébauche de fibres lors du pressage réalisée par Humphrey (1982) (adapté de von Haas 1998)

Les conditions internes de l'ébauche, comme la température ainsi que la pression du gaz, sont des paramètres importants pour la modélisation du procédé de consolidation et l'optimisation des paramètres de fabrication du panneau de fibres. Lors du pressage à chaud, la température et la pression du gaz peuvent être mesurées par un thermocouple placé à l'intérieur de l'ébauche de fibres. Ce dispositif permet de mesurer la pression du gaz et la température interne de l'ébauche en temps réel durant le pressage à chaud. Les thermocouples sont connectés au système de contrôle PressMAN, développé par la société Alberta Innovates.

L'évolution de la température dans l'ébauche de fibres pendant le pressage à chaud dépend principalement de la teneur en humidité, de la température des plateaux de la presse, du type d'ébauche, du temps de fermeture de la presse et de la pression exercée par les plateaux sur l'ébauche. La Figure 1-15 présente des courbes typiques de la pression du gaz et la température de l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud. L'évolution de la température à la surface de l'ébauche commence à augmenter rapidement, puisque la couche de surface est en contact direct avec le plateau chauffant, transmettant la chaleur par conduction. Étant donné que les fibres de bois ne sont pas un bon conducteur de la chaleur et que les espaces vides de l'ébauche produisent une résistance thermique, la température monte plus lentement et elle est toujours plus basse que la température de la surface de l'ébauche. La courbe de température au centre de l'ébauche de fibres commence à être presque constante entre 200 et 260 s. En effet, lorsque le temps de pressage arrive à 200 s, l'eau au centre de l'ébauche de fibres commence à s'évaporer et à se condenser. Ce comportement de la courbe de température au centre de l'ébauche est typique de la fabrication d'un panneau de fibres de petite taille dans un laboratoire. Un haut gradient de pression entre la couche centrale et les couches de surface de l'ébauche de fibres provoquera un débit de gaz, de sorte que la vapeur d'eau s'échappera par les bords de l'ébauche. Dans ces conditions, la teneur en humidité diminue au centre de l'ébauche, la température interne augmente et l'adhésif peut terminer sa polymérisation. La pression hydraulique à laquelle est soumise l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud doit être appliquée avec prudence, car une pression excessive pourrait provoquer la délamination du panneau.



**Figure 1-15** Graphique typique qui représente les conditions internes de l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud (température et pression de la vapeur) et ainsi que la pression hydraulique de la presse

## 1.5. Paramètres fondamentaux de la modélisation pour la simulation du pressage

La modélisation du pressage à chaud permet de bien contrôler les paramètres qui ont un effet direct sur le développement du profil de masse volumique et, ainsi, sur la qualité de performance du panneau fini. Les paramètres qui ont un effet important sur les propriétés physiques et mécaniques finales du panneau sont les conditions internes de température, l'humidité et la pression de la vapeur dans l'ébauche de fibres lors du pressage. Durant le pressage, il y a un transfert de la masse et de la chaleur, de sorte qu'une variation d'humidité se produit à cause de la chaleur fournie par les plateaux de la presse à la surface de l'ébauche. Alors, il est important d'analyser les propriétés qui ont une influence sur les mécanismes de transfert de la masse et de la chaleur (Zambori *et al.*, 2004; Bolton et Humphrey 1988). Les variables *input*, les plus importantes pour la simulation du pressage à chaud, sont la perméabilité au gaz, la conductivité thermique et la prosité. En effet, la précision des résultats prédictifs de la simulation dépend de ces variables, dont la description est présentée ci-dessous.

### 1.5.1. Conductivité thermique

La conductivité thermique est une propriété physique qui permet de mesurer la capacité d'un matériau à conduire la chaleur. Elle a été étudiée en profondeur par Siau (1995), qui a développé une expression (1-3) pour représenter mathématiquement la relation entre la teneur en humidité du bois, la densité et la conduction de la chaleur.

$$CT = G(B + CM) + A \tag{1-3}$$

où

CT : conductivité thermique (W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)

$$G$$
 : densité basale (kg m<sup>-3</sup>)

- M : teneur en humidité (%)
- A : 0,024
- *B* : 0,2002

Bowen (1970) a distingué trois principales sources d'apport en énergie lors du processus de pressage à chaud : les plaques chaudes de la presse, la polymérisation exothermique de l'adhésif et l'énergie libérée lors de la compression de l'ébauche de particules. Cependant, Humphrey et Bolton (1989) ont suggéré une surestimation de la chaleur apportée par la polymérisation de la colle, bien que la modélisation du pressage à chaud doive considérer la polymérisation de la résine (Wei *et al.*, 2016). Afin de faciliter les calculs lors de la modélisation du pressage à chaud, les plaques chaudes sont actuellement considérées comme la principale source d'apport en énergie (Kavazovic et al. 2011; Shi 2011). Par conséquent, la conduction de la chaleur à partir des plaques chaudes vers l'ébauche de fibres (Figure 1-16) est considérée comme le principal mécanisme de transfert de la chaleur lors du pressage à chaud (Bolton et Humphrey 1988; Zamboriet al. 2004; Yu et al. 2007; Kavazovic et al. 2010). De plus, dans un contexte de simulation du pressage, la conductivité thermique de l'ébauche de fibres est la propriété physique la plus importante, puisqu'elle permet de déterminer le comportement du système en matière de transfert de la chaleur et de la masse, tout comme le coefficient de transfert de masse convectif (Kavazovic et al. 2010).



**Figure 1-16** Conduction de la chaleur lors du pressage à chaud des plaques chaudes vers l'ébauche de fibres

Des études réalisées par Kamke et Zylkowski (1989) et Suleiman *et al.* (1999) ont indiqué que la conductivité thermique de l'ébauche de particules est plus basse en comparaison avec le bois massif. À cet égard, la structure irrégulière des ébauches de particules et des

panneaux composites à base de bois pourrait être une cause directe. (Morlier *et al.* 1999). Bourai *et al.* (2013) ont conclu que si la proportion de fibres de bois est augmentée dans un composite bois-plastique, la conductivité thermique du composite complet augmente également. Par ailleurs, plusieurs études ont montré que la température, la teneur en humidité et la masse volumique pourraient affecter la conductivité thermique de l'ébauche de fibres ainsi que celle du bois massif. En fait, la conductivité thermique de l'ébauche de fibres augmente lorsque la température, la teneur en humidité et la masse volumique augmentent (Hunt et Gu, 2006; Belley 2009; Sonderegger *et al.* 2009).

Pour sa part, Shao (1989) a démontré que la conduction de la chaleur de l'ébauche est liée à la capacité de conduction des fibres qui la composent. Cet auteur a conclu que la conductivité thermique augmente de manière linéaire avec la masse volumique de l'ébauche et que les effets de la teneur en humidité et de la masse volumique sur la conductivité thermique ne sont pas interdépendants. Étant donné que la conduction de la chaleur est effectuée principalement par les fibres de l'ébauche, la taille des fibres et la masse volumique pourraient avoir des répercussions sur la conduction de la chaleur (Rofii *et al.* 2014). En effet, la taille des particules est importante pour déterminer la performance du panneau, mais aussi pour les mécanismes de transfert de masse-chaleur qui se produisent dans l'ébauche de particules lorsque la pression et la chaleur sont appliquées lors du pressage à chaud. En dépit de son importance, l'effet de la taille de la fibre sur le processus de pressage à chaud n'a pas été étudié de manière exhaustive. Des travaux faits par Rofii *et al.* (2014) ont conclu que la taille des particules est une variable importante pour la conduction de la chaleur dans l'ébauche de particules.

Des travaux réalisés par von Haas (1998) et Haselein (1998) ont montré les liens étroits qui unissent la conductivité thermique de l'ébauche de fibres, la masse volumique et la teneur en humidité (Équations 1-4 et 1-5). Par la suite, Thoemen et Humphrey (2006) ont utilisé ces deux équations pour proposer une formulation visant à évaluer la conductivité thermique de l'ébauche de fibres en fonction de la masse volumique et de la teneur en humidité (Équation 1-6).

$$k_t^{0,30} = 4,86 \times 10^{-8}\rho^2 + 4,63 \times 10^{-5}\rho + 4,38 \times 10^{-2}$$
(1-4)

$$\Delta k_t = 4.9 \times 10^{-3} u + (1.1 \times 10^{-4} + 4.3 \times 10^{-5} u) (T - T_{exp}) \quad (1-5)$$

$$k_t = k_t^{0,30} + \Delta k_t \tag{1-6}$$

où

*u* : teneur en humidité (base anhydre) de l'ébauche de particules (%)

 $\Delta k_t$  : conductivité thermique (W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)

T : température (°C)

 $T_{exp}$  : température moyenne pendant l'essai (°C)

 $k_t^{0,30}$  : conductivité thermique à 30 °C et à 30 % de teneur en humidité (W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)

 $k_t$  : conductivité thermique (W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)

## 1.5.2. Perméabilité au gaz

Cette propriété physique a été définie par Siau (1995) comme la facilité avec laquelle un fluide traverse un milieu poreux sous l'influence d'un gradient de pression. La perméabilité peut, en plus, être décrite par la loi de Darcy pour le flux du gaz en milieu poreux. Celle-ci définit la perméabilité comme la relation entre le débit volumétrique et la section d'écoulement de ce débit (Équation 1-7).

$$q = \frac{Q}{A} = -k_g^* \frac{\Delta P\bar{P}}{LP} \qquad (1-7)$$

où

q : flux (m<sup>3</sup>gaz m<sup>-2</sup>bois s<sup>-1</sup>)

$$Q$$
 : débit (m<sup>3</sup>gaz s<sup>-1</sup>)

A : section d'écoulement  $(m^2)$ 

 $k_g^*$ : perméabilité superficielle au gaz incluant le glissement moléculaire (m<sup>3</sup><sub>gaz</sub> m<sup>-1</sup><sub>bois</sub> s<sup>-1</sup> Pa<sup>-1</sup>)

 $\Delta P$  : différence de pression (Pa)

*P* : pression moyenne dans l'échantillon (Pa)

- *L* : longueur de l'échantillon (m)
- *P* : pression à laquelle le débit est mesuré (Pa)

Sur le plan conceptuel, toujours par rapport au pressage à chaud des panneaux de fibres, la perméabilité de l'ébauche de fibres peut être comprise comme une propriété physique qui représente la relation entre leur structure interne, le débit d'air et la vapeur (Bolton et Humphrey 1994; Thoemen 2000). Pendant le pressage à chaud, la structure interne de l'ébauche de fibres varie dans le temps et l'espace, donc la masse volumique augmente de plus en plus à cause de la densification provoquée par le pressage. Étant donné que la perméabilité est affectée directement par la structure poreuse de l'ébauche, le niveau de la masse volumique influence aussi la perméabilité de l'ébauche de fibres. Par conséquent, la perméabilité intrinsèque de l'ébauche changera aussi lors du pressage.

Dans le contexte du pressage à chaud, la perméabilité de l'ébauche de fibres, proportionnelle au de flux de la vapeur, contrôle le stress de relaxation. Ainsi, cette propriété est aussi un paramètre *input* fondamental à la simulation numérique du pressage à chaud, laquelle doit être connue avec un bon niveau de précision, puisqu'elle détermine le débit convectif de masse d'humidité (Zambori *et al.* 2004; Thoemen *et al.* 2006; Kavazovic *et al.* 2010). L'équation de Darcy pour le flux convectif de masse d'un gaz peut être décrite comme suit :

$$j^{c} = \frac{k_{p}}{\eta} \frac{M}{RT_{abs}} p \frac{dp}{dl}$$
(1-8)

où

- $j^c$  : flux convectif de masse (m<sup>2</sup>s)
- $k_p$  : coefficient de perméabilité (m<sup>2</sup>)
- $\eta$  : viscosité dynamique du gaz (Pa s)
- M : pression de gaz (Pa)
- *R* : constant des gaz ( $J \mod^{-1} K^{-1}$ )

*T* : température absolue (K)

- p : masse moléculaire (kg mol<sup>-1</sup>)
- dp/dl : gradient de pression de gaz (Pa m<sup>-1</sup>)

Au sujet de la teneur en humidité, von Haas (1998) a observé l'effet de cette variable sur la perméabilité au-dessus de 900 kg m<sup>-3</sup> de masse volumique. D'ailleurs, plusieurs études ont montré l'effet de la masse volumique sur la perméabilité de l'ébauche de particules. Bolton et Humphrey (1994) ont indiqué que la perméabilité pourrait être déterminée en fonction de la masse volumique, de la direction du débit et du type de matériau. En plus, des recherches réalisées par Denisov (1975) ont montré une diminution importante des niveaux de perméabilité lorsque la masse volumique augmente de 300 kg m<sup>-3</sup> à 600 kg m<sup>-3</sup>. Des travaux réalisés par Perré et Agoua (2001) et Garcia et Cloutier (2005) ont conclu que la perméabilité des ébauches de particules de bois diminue considérablement avec une augmentation de la masse volumique. Von Haas *et al.* (1998) ont mesuré la perméabilité de panneaux faits avec un profil homogène à travers l'épaisseur et une teneur en résine de 11 %. À partir des résultats obtenus, ils ont développé une expression (1-9) pour calculer la perméabilité au gaz de l'ébauche de fibres en fonction de la masse volumique.

$$k_p = e^{\frac{1}{a+b\rho + \frac{c}{Ln\rho}}} \tag{1-9}$$

où

 $k_p$  : perméabilité au gaz (unités)

 $\rho$  : masse volumique (unités)

*a*, *b*, *c* : coefficients de régression

Haselein (1998) a mesuré la perméabilité à différents niveaux de masse volumique et dans les directions parallèle et perpendiculaire au plan des ébauches fabriquées sans adhésif en vue d'obtenir les coefficients de régression. Les coefficients de régression dans la direction perpendiculaire à l'axe de compression obtenus par Haselein (1998) et von Haas *et al.* (1998) sont présentés au tableau 1.1. Ces coefficients ont été utilisés par Thoemen (2000) qui, dans son étude de simulation du pressage à chaud, s'est appuyé sur l'équation de von Haas *et al.* (1998) (Équation 1-9).

Étude	а	b	С
Haselein (1998)	-0,026	4,98 x 10 <sup>-6</sup>	-0,074
Von Haas et al. (1998)	-0,037	1,10 x 10 <sup>-5</sup>	-0,037

**Tableau 1-1** Coefficients de régression pour calculer la perméabilité perpendiculaire à

 l'axe de compression de l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud

Dans son étude, Belley (2009) a fabriqué des panneaux de fibres de bois avec un profil de masse volumique uniforme à travers l'épaisseur en déterminant la perméabilité au gaz pour chaque niveau de masse volumique. Il a conclu que la perméabilité au gaz est considérablement réduite lorsque la masse volumique de l'ébauche est augmentée. De plus, il a mis au point une équation polynomiale de degré 3 pour calculer la perméabilité au gaz de l'ébauche en fonction de la masse volumique (Équation 1-10).

$$Log_{10}K = -0.3351 + 0.02108x - 0.00005x^2 + 2.24 \times 10^{-8}x^3$$
(1-10)

où

x : masse volumique (kg m<sup>-3</sup>)

*K* : perméabilité au gaz de l'ébauche de fibres  $(m^2)$ 

Garcia et Cloutier (2005) ont examiné l'effet de la masse volumique de l'ébauche de fibres sur la perméabilité. Les résultats indiquent que la perméabilité au gaz diminue rapidement entre 400 kg m<sup>-3</sup> et 1150 kg m<sup>-3</sup>. Les auteurs de l'étude ont également proposé une expression quadratique pour déterminer la perméabilité en fonction de la masse volumique (équation 1-11).

$$Log_{10}K = -6 \times 10^{-6}\rho^2 + 0,0048\rho - 12,93$$
(1-11)

où

*K* : perméabilité au gaz de l'ébauche de fibres  $(m^2)$ 

 $\rho$  : masse volumique (kg m<sup>-3</sup>)

En dépit de la relation bien établie entre la perméabilité au gaz dans l'ébauche de fibres et la masse volumique, il n'y a pas encore de consensus mathématique définitif sur la relation qu'entretiennent la masse volumique et la perméabilité au gaz. Comme déjà mentionné, bien connaitre cette relation a pour objectif central de rendre les prédictions des modèles de simulation de pressage à chaud plus précises. Toutefois, les résultats exposés dans les paragraphes précédents montrent qu'il existe une forte probabilité que la relation entre la perméabilité et la masse volumique des ébauches de fibres soit de type logarithmique (Équations 1-9, 1-10 et 1-11).

En ce qui concerne la taille des fibres, Dai et al. (2005) ont indiqué, dans leur étude sur le pressage à chaud de panneaux de lamelles orientées, que l'épaisseur des lamelles a un effet important sur la température, la pression du gaz et la teneur en humidité des couches centrales de l'ébauche de lamelles. En outre, une étude réalisée sur des panneaux de particules par Hata (1993) a montré que la géométrie des particules a un effet sur le débit de la vapeur pendant le pressage à chaud. Dans le cas des panneaux de fibres, les résultats des études sur l'effet de la taille des fibres sur la perméabilité des ébauches ne sont pas encore concluants. Bolton et Humphrey (1994) ont suggéré que la taille des particules pouvait avoir un effet sur le débit de la vapeur dans l'ébauche de fibres lors du pressage à chaud. Ainsi, les particules de petite taille pourraient remplir les espaces laissés par les particules plus grosses en obstruant le passage de la vapeur à travers les espaces vides (Sackey et Smith 2010). Une étude réalisée sur des ébauches de particules et de fibres par Thoemen et Klueppel (2008) a montré que la perméabilité de l'ébauche peut être associée à la masse volumique et aux caractéristiques des particules. Cependant, Belley (2009) a conclu que la taille des fibres n'a pas beaucoup d'influence sur la perméabilité au gaz de l'ébauche. Pour sa part, Bolton et Humphrey (1994) ont indiqué que l'effet de la taille des particules sur la perméabilité au gaz serait probablement indirect et que la structure poreuse de l'ébauche de fibres serait la variable dominante du débit de la vapeur. Voulant étudier l'effet du type de particules sur la perméabilité, Thoemen et Klueppel (2008) ont constaté que la perméabilité des ébauches de fibres à différents niveaux de masse volumique semble plus homogène en comparaison avec les ébauches de particules. Cette différence est sans doute attribuable à la structure des fibres, qui est plus homogène que celle des particules.

#### 1.5.3. Porosité de l'ébauche de fibres

En général, la porosité d'un matériau est évaluée en fonction de la quantité d'espaces vides par rapport à la quantité d'un matériau déterminé. Siau (1995) a développé une équation pour décrire la proportion d'espaces vides dans le bois par rapport à la masse volumique anhydre (Équation 1-12). Ensuite, Belley (2009), en s'appuyant sur cette expression rapportée par Siau (1995), a ajouté un facteur de correction pour calculer la porosité dans une ébauche de fibres (Équation 1-13).

$$Porosit\acute{e} = \left(1 - \frac{\rho_{OD}}{1530}\right) \qquad (1-12)$$

*Porosité* = 1,1 
$$\left(1 - \frac{\rho_{OD}}{1530}\right)$$
 (1-13)

où

 $\rho_{OD}$  : masse volumique anhydre (kg m<sup>-3</sup>)

1530 : masse volumique anhydre de la paroi cellulaire (Siau 1995) (kg m<sup>-3</sup>)

#### *1,1* : facteur de correction ajouté par Belley (2009)

L'étude de la porosité de l'ébauche de fibres est fondamentale, car l'un des mécanismes les plus importants pour le transfert de la masse et de la chaleur est le passage de la vapeur chaude provenant des couches de surface vers le centre de l'ébauche de particules (Humphrey et Bolton 1989; Zambori *et al.* 2004; Kavazović *et al.* 2012). En particulier, les espaces vides ont un rôle essentiel sur le débit de l'humidité (Sun *et al.*, 2017). D'ailleurs, la porosité locale de l'ébauche de fibres influence grandement la manière dont l'ébauche est déformée par la pression des plateaux chauds (Tran *et al.* 2013). La structure poreuse est un réseau complexe dont la géométrie est en mouvement constant. La structure de l'ébauche de fibres est semblable à la structure de l'ébauche de lamelles orientées, à l'exception du fait que, en général, la structure fibreuse est moins sensible à la taille en épaisseur en comparaison avec la structure faite par les lamelles orientées.

Dans leur étude sur la simulation de la variation des espaces vides dans les composites de la melles orientées lors de la compression, Li *et al.* (2009) ont indiqué que la réduction des espaces vides avec la diminution de la masse volumique est presque linéaire. Ces auteurs

ont aussi suggéré que la géométrie des particules peur avoir un effet notable sur la taille des espaces vides en augmentant la taille des espaces poreux avec une croissance de l'épaisseur des lamelles. En effet, les résultats expérimentaux ont montré une relation non linéaire entre les espaces vides dans l'ébauche et l'épaisseur des lamelles. Dans le cas du panneau de lamelles orientées, la relation entre la porosité et la masse volumique ne serait pas linéaire. La porosité de l'ébauche de lamelles, selon cette étude, serait plus affectée par la masse volumique et la dimension des lamelles, dont l'effet serait plus prononcé lorsque l'ébauche présente une masse volumique inférieure à 500 kg m<sup>-3</sup>. Ainsi, les espaces vides seraient contrôlés par la taille et le nombre de pores dans l'ébauche de lamelles.

Drolet et Dai (2010) ont analysé et modélisé la formation de la structure et le processus de consolidation de panneaux de lamelles orientées. Ils ont ainsi observé que, durant les premiers instants de la compression, les espaces vides disparaissent rapidement entre les lamelles avant que l'ébauche atteigne la masse volumique originale du bois. Alors, les espaces vides contenus dans les lamelles commencent à être éliminés plus lentement, d'une manière asymptotique. Dans ce cas, la masse volumique de l'ébauche de lamelles serait une variable dominante de la structure de l'ébauche. Ces auteurs soulignent la nécessité d'approfondir les connaissances relatives à l'effet de la structure de l'ébauche sur la perméabilité.

Des études liées aux panneaux isolants sont assez intéressantes afin de comprendre le comportement de la structure poreuse sous compression, car ces produits ont souvent une haute porosité. Delisée *et al.* (2008) ont examiné la déformation interne des ébauches de fibres à basse densité soumises à une sollicitation de compression. Ce travail a été réalisé en mesurant la déformation de l'ébauche par couches parallèles à l'axe de compression. Ils ont conclu que la diminution de la porosité globale de l'ébauche de fibres pendant la compression est principalement attribuable à la réduction des espaces entre les fibres et que la porosité interne des fibres n'aurait aucun effet sur la réduction de la porosité. Contrairement à ce qui se produit lors de la compression de l'ébauche, les fibres se réorganisent, tandis que les espaces entre elles diminuent. Ils ont aussi observé que les fibres se déplacent vers les endroits où leur densité est faible.

Dans une étude réalisée en 2007, Thoemen *et al.* ont analysé les propriétés de transfert de la masse et de la chaleur à partir de la microstructure d'un réseau de fibres de bois. Les résultats de cette étude ont montré que la taille des pores pourrait avoir une grande influence sur la perméabilité lorsque la masse volumique de l'ébauche de fibres reste constante. De plus, les différences entre la perméabilité horizontale et transversale de l'ébauche de fibres n'étaient pas statistiquement significatives. Cela pourrait suggérer qu'il n'existe pas de différences importantes entre la structure poreuse dans ces deux directions. Thoemen et al. (2007) ont aussi montré que les petites structures irrégulières et les faisceaux de fibres pourraient aussi affecter le transport de l'humidité et de la chaleur et, conséquemment, que ces variables devraient être considérées dans la simulation des propriétés physiques de l'ébauche de fibres. En outre, les auteurs mentionnent l'importance de contrôler la géométrie des particules ainsi que l'organisation des fibres dans la structure de l'ébauche dans le but d'optimiser le transfert de la chaleur et de la masse d'humidité dans l'ébauche lors du pressage et, ainsi, d'améliorer la performance du panneau en service. Ces propriétés comprennent, en plus de la perméabilité au gaz et la conductivité thermique, le coefficient de diffusion du gaz, la conductivité électrique et les propriétés acoustiques.

Belley (2009) a étudié l'effet de la taille des fibres et de la masse volumique sur la porosité de panneaux de fibres à une teneur en humidité de 0 %. Il a calculé la porosité des ébauches de fibres à différents niveaux de masse volumique par la méthode d'imagerie en utilisant le logiciel IRIS (Figure 1-17). Bien que l'échantillonnage n'était pas assez important pour établir des différences statistiquement significatives, il a observé des espaces vides larges à 400 kg m<sup>-3</sup> de masse volumique en comparaison avec des niveaux de masse volumique plus élevés comme 600 kg m<sup>-3</sup> et 800 kg m<sup>-3</sup>. La porosité d'un panneau de fibres semble plus élevée que celle du bois massif au même niveau de masse volumique, comme d'autres auteurs l'ont rapporté (Kamke et Zylkowsky, 1989; Suleiman *et al.* 2009). Les résultats de cette étude laissent croire que la masse volumique peut avoir un effet considérable sur les espaces vides de l'ébauche de fibres et, par conséquent, que la porosité pourrait être calculée comme une fonction de la masse volumique. En ce qui concerne la taille des fibres, l'auteur recommande de réaliser un échantillonnage plus grand pour évaluer les différences ainsi que leurs interactions.



**Figure 1-17** Résultats des images (100X) en utilisent la méthode d'imagerie afin de calculer la porosité de panneaux de fibres : a) 400 kg m<sup>-3</sup>, porosité=0,8 et petite fibre; b) 600 kg m<sup>-3</sup>, porosité=0,6 et petite fibre; c) 800 kg m<sup>-3</sup>, porosité=0,5 et grosse fibre (d'après Belley 2009)

## 1.6. Objectifs et hypothèse de recherche

L'objectif général de ce travail de recherche a été d'étudier les mécanismes fondamentaux de transfert de la masse et de la chaleur afin d'améliorer la précision des résultats prédictifs obtenus à partir de la simulation du pressage à chaud de panneaux de fibres.

Les objectifs spécifiques de ce projet de recherche sont :

- 1. Déterminer la perméabilité au gaz de l'ébauche de fibres à différents niveaux de masse volumique et de taille des fibres.
- 2. Caractériser la porosité de l'ébauche de fibres comme une fonction de la masse volumique et la taille des fibres.
- 3. Établir la conductivité thermique de l'ébauche de fibres en fonction de la masse volumique et la taille des fibres.
- 4. Évaluer l'effet de la masse volumique et la taille des fibres sur les propriétés physiques de l'ébauche de fibres.

Les hypothèses de cette thèse de recherche sont les suivantes :

- 1. La perméabilité est une propriété qui peut être déterminée comme une fonction de la masse volumique et la taille des fibres.
- 2. Il est faisable établir la porosité comme une fonction de la masse volumique et de la taille des fibres.
- 3. La conductivité thermique est une fonction de la taille des fibres et la masse volumique
- 4. La taille des fibres et la masse volumique ont un effet significatif sur la perméabilité au gaz, la porosité et la conductivité thermique de l'ébauche de fibres.

## **CHAPITRE II : Rétrospective méthodologique**

2.1. Stratégie de fabrication des panneaux de fibres avec profil de masse volumique homogène à travers de l'épaisseur pour l'étude des paramètres fondamentaux de la modélisation du pressage à chaud par rapport à la densité locale

Pendant le développement du pressage à chaud des ébauches de fibres, le niveau de densification augmente des couches de surface vers les couches centrales de l'ébauche. Théoriquement, la masse volumique change d'une couche à l'autre (couche perpendiculaire à l'axe de compression). La masse volumique de chaque couche est appelée par plusieurs chercheurs « densité locale » (local density) (Haselein 1998; von Haas 1998; Kavazovic et al. 2012). Alors, les propriétés de l'ébauche qui ont un impact significatif sur la modélisation du pressage à chaud peuvent être associées à un certain niveau de densité locale. Afin d'étudier le comportement des paramètres fondamentaux pour la modélisation du pressage à chaud, comme la conductivité thermique, la perméabilité au gaz et la porosité de l'ébauche de fibres, quarante-cinq panneaux ont été fabriqués à cinq niveaux de masse volumique cible: 200 kg m<sup>-3</sup>, 400 kg m<sup>-3</sup>, 600 kg m<sup>-3</sup>, 800 kg m<sup>-3</sup> et 1000 kg m<sup>-3</sup>. Un profil de masse volumique homogène à travers l'épaisseur du panneau permet d'enlever la différence de masse volumique des mesures de perméabilité, conductivité thermique et porosité. L'effet de la taille des fibres a aussi été exploré. Trois différentes distributions de taille de fibres ont été étudiées : fine, moyenne et grosse.

### 2.2. Fabrication de panneaux de fibres

Le matériel utilisé pour la fabrication de panneaux de fibres a consisté en copeaux à l'état vert d'épinette blanche provenant d'arbres récoltés à la Forêt expérimentale de Petawawa, Chalk River, Ontario, Canada. Ces copeaux ont été entreposés dans un congélateur au Centre de recherche sur les matériaux renouvelables (CRMR), Université Laval, Québec, Canada, afin d'en conserver l'humidité. Une masse de 200 kg de copeaux a été transportée au laboratoire de FPInnovations, Québec, Canada afin de procéder au raffinage. Pour

produire les trois distributions de taille de fibres, une pression de vapeur de 0,8 MPa et un temps de rétention de 3 minutes ont été utilisés. En particulier, dans la production de fibre fine et grossière, des vitesses de rotation des plaques du raffineur de 2750 rpm et 2000 rpm respectivement ont été utilisées. L'espacement des plaques pour la production de fibre fine était de 0,10 mm; 0,25 mm pour la fibre moyenne et 0,60 mm pour la fibre grossière.

Les fibres raffinées ont été mises dans des sacs de plastiques et transportées aux CRMR, Québec, Canada. Ensuite, les fibres ont été séchées à une teneur en humidité entre 2% et 3%. Les panneaux ont été fabriqués à 460 mm x 560 mm x 16 mm de dimension cible. Les produits chimiques suivants ont été appliqués sur la masse de fibres de bois à 2%-3% de teneur en humidité : résine urée formaldéhyde 14% de la masse anhydre de fibres et 70% de teneur en solides; cire à 1% de la masse anhydre de fibres et 58% de teneur en solides; 14% sur la masse anhydre de fibres et 0,2% de chlorure d'ammonium a une concentration de 25% afin de diminuer le pH de l'urée-formaldéhyde à 5. Par la suite, tous les produits chimiques et la masse de fibres ont été mélangés pendant quinze minutes dans le mélangeur à tambour rotatif du laboratoire de pressage du CRMR. L'ébauche de fibres a été formée à la main. Un pré-pressage a été appliqué pour diminuer l'épaisseur de l'ébauche à 120 mm approximativement.

Les panneaux de fibres ont été pressés dans une presse Dieffenbacher (Pressman, Alberta Innovates) présentée à la Figure 2-1. La procédure a consisté à un pressage à froid jusqu'à une température maximale de 103°C dans le but d'obtenir un profil de masse volumique homogène à travers l'épaisseur du panneau. Le programme de pressage a été le suivant : une température des plaques de 80°C était appliquée sur l'ébauche au début du pressage jusqu'à l'atteinte de cette température au centre de l'ébauche pour un temps d'attente de 15 minutes. Ensuite, la température était augmentée de 5°C chaque quinze minutes lorsque la température cible était atteinte au centre du panneau. Au moment où la température de l'ébauche a atteint 100°C au centre du panneau, la température cible était augmentée à 103°C. Lorsque la température de 103°C était atteinte au centre du panneau pour trois minutes, le programme de pressage était terminé. Cette procédure a permis de fabriquer des panneaux de fibres à cinq niveaux de masse volumique homogène à travers l'épaisseur et trois tailles de fibres différentes comme déjà mentionné. Une haute proportion de fibres à 0,71 mm a été observée dans la distribution de la fibre grossière. Ceci est probablement dû à la tendance des fibres grossières à se briser pendant le processus de raffinage.



**Figure 2-1** Presse utilisée dans la procédure de pressage à froid (marque Dieffenbacher, 862 mm x 862 mm)

Les échantillons de conductivité thermique, perméabilité au gaz et porosité ont été obtenus de chaque panneau comme le présente la figure 2-2. Six disques de 50 mm de diamètre par 16 mm d'épaisseur ont été extraits de chaque panneau pour l'essai de perméabilité au gaz. Pour le test de conductivité thermique, quatre échantillons carrés de 152,4 mm x 152,4 mm x 16 mm ont été coupés par panneau. Six cubes de 1 mm x 1 mm x 1 mm ont été obtenus par panneau. L'essai de perméabilité au gaz a été réalisé sur 270 échantillons au total. Pour l'essai de conductivité thermique, 180 échantillons ont été obtenus et l'essai de porosité a été réalisé sur 810 observations.



Figure 2-2 Plan de découpe des échantillons

## 2.3. Le dispositif expérimental

Les facteurs étudiés dans ce travail de recherche étaient l'impact de la masse volumique et de la taille des fibres avec cinq et trois niveaux respectivement. L'impact de ces facteurs a été étudié pour la perméabilité au gaz, la porosité et la conductivité thermique. Ce dispositif expérimental est présenté au Tableau 2-1. Un dispositif factoriel général a été utilisé pour l'analyse des données, dans le but d'observer des différences significatives dans les niveaux des variables d'intérêt. Deux variables avec trois et cinq niveaux ont donné comme résultats quinze traitements au total avec trois répétitions.

Tableau 2-1 Dispositif expérimental et panneaux fabriqués dans cette étude.

Taille des fibres	Masse volumique	Quantité de panneaux
	200	3
	400	3
Fines	600	3
	800	3
	1000	3
	200	3

	400	3
Moyennes	600	3
	800	3
	1000	3
	200	3
	400	3
Grossières	600	3
	800	3
	1000	3
Total de panneaux fabriqués		45

# 2.4. Évaluation des propriétés de transfert dela masse et de la chaleur dans l'ébauche de fibres

Les panneaux fabriqués ont été conditionnés dans une chambre de conditionnement à une température de 21°C et une d'humidité relative de 65% et pendant 14 jours. Les échantillons pour les essais de perméabilité, porosité et conductivité thermique étaient extraits de chaque panneau. Les échantillons de perméabilité étaient soumis à la densitométrie par rayons X afin de s'assurer d'un profil de masse volumique uniforme à travers de l'épaisseur tel qu'attendu. Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un dispositif de densitométrie tel qu'illustré à la Figure 2.3a (Quintek Measurement Systems Inc., model QDP-01X). Les échantillons ont présenté un profil de masse volumique aplati (Figure 2.3b). Par la suite, les échantillons pour tous les essais étaient encore une fois conditionnés pour 21 jours dans le but de s'assurer d'avoir une teneur en humidité d'environ 8%.



**Figure 2-3** Mesure de la masse volumique des ébauches de fibres à travers l'épaisseur : a) mesure de la masse volumique par rayons X(Quintek Measurements Systems model QDP-01X, Knoxville, TN, USA); b) profil de masse volumique à travers de l'épaisseur de l'ébauche de fibres.

Les essais de perméabilité, conductivité thermique et porosité étaient réalisés sur les échantillons extraits de chaque panneau. En fonction de la masse volumique à laquelle la propriété est mesurée, les résultats décriront le débit d'air, la conduction de la chaleur ou les espaces vides à un certain niveau de densité locale correspondant à la masse volumique de l'ébauche de fibres. Par exemple, les résultats de perméabilité au gaz ainsi observés sur un panneau de masse volumique de 198 kg m<sup>-3</sup> représentent la facilité avec laquelle le débit d'air passe à travers de l'épaisseur de l'ébauche au début du cycle de pressage. Si la masse volumique est 987 kg m<sup>-3</sup>, les résultats de perméabilité au gaz correspondent à la fin du cycle de pressage.

La taille des fibres était une variable considérée dans cette étude afin de déterminer si ce facteur a un effet significatif sur la perméabilité au gaz, la conductivité thermique et la porosité de l'ébauche de fibres. En plus, une possible interaction entre les deux variables étaient explorée. De cette manière, en connaissant l'effet de la taille des fibres sur les propriétés étudiées, il est possible d'optimiser le procède de pressage à chaud en termes de pression de vapeur, conduction de la chaleur et espaces vides dans l'ébauche de fibres.

## 2.4.1. Détermination de la perméabilité au gaz de l'ébauche de fibres en fonction de la masse volumique et la taille des fibres

L'essai de perméabilité au gaz a été réalisée à l'aide d'un appareil développé à cet effet par Lihra *et al.* (2000) dans nos laboratoires (CRMR) en utilisant des disques de 50 mm de diamètre x 16 mm d'épaisseur. Le gaz utilisé dans les mesures de perméabilité était l'air à quatre niveaux de pression, soit 50 kPa, 100 kPa, 150 kPa et 200 kPa. Les mesures ont été réalisées sur les disques obtenus des panneaux de fibres avec un profil de masse volumique homogène à travers l'épaisseur avec les masses volumiques ciblées de 200 kg m<sup>-3</sup>, 400 kg m<sup>-3</sup>, 600 kg m<sup>-3</sup>, 800 kg m<sup>-3</sup> et 1000 kg m<sup>-3</sup> et trois différentes tailles de fibre, soit fines, moyennes et grossières.

Les mesures de perméabilité au gaz étaient réalisées comme suit : l'air passe à travers l'entrée de l'appareil de perméabilité, vers la chambre de perméabilité (Figure 2-4). Par la suite, l'air passe à travers l'épaisseur de l'échantillon vers les rotamètres à partir desquels le débit d'air peut être mesuré. Lorsque les mesures de perméabilité ont été obtenues aux quatre niveaux de pression d'entrée, une seule valeur la perméabilité superficielle a été calculé selon l'équation 1-7 présentée auparavant dont le résultat a été multiplié par la viscosité de l'air (1,8 x10<sup>-5</sup> Pa s) afin d'obtenir la valeur de perméabilité intrinsèque du disque car les observations de perméabilité ont montré du glissement moléculaire comme il a été observé dans des études sur la perméabilité au gaz de bois massif et matériaux composites par d'autres auteurs (Siau 1995; Lihra *et al.* 2000; Garcia et Cloutier 2005; Belley 2009; Leandro 2010; Rebolledo 2013).



**Figure 2-4** Représentation schématique de la mesure de perméabilité au gaz dans les ébauches de fibres.

## 2.4.2. Mesure de la conductivité thermique à travers de l'épaisseur de l'ébauche de fibres à différents niveaux de masse volumique et de taille des fibres

La conductivité thermique a été mesurée sur les échantillons carrés conditionnés à 8% de teneur en humidité et dimensionnés à 152,4 mm x 152,4 mm x 16 mm. L'équipement employé était un LaserComp Fox 314 (TA instruments, New Castle, DE, USA). La température des deux plaques chauffantes était de 10°C et 35°C (plaque supérieure et inférieure respectivement) avec un gradient de 1,6°C mm<sup>-1</sup>.

Pendant les mesures de conductivité thermique (Figure 2-5), la différence de la température des deux plaques produit un débit de chaleur à travers l'épaisseur de l'échantillon. L'appareil enregistre la mesure de ce débit lorsque le flux de la chaleur est déjà stabilisé. Pour les échantillons de 198 kg m<sup>-3</sup> le temps de stabilisation du flux était autour de six heures à cause de la plus haute proportion d'air dans l'échantillon avec ce niveau de masse volumique. Contrairement, les échantillons avec une masse volumique plus élevée telle que 987 kg m<sup>-3</sup>, le temps de stabilisation était seulement d'environ une heure. À cause de nombre d'échantillons (180 au total), l'obtention des résultats de conductivité thermique a pris plusieurs semaines.



**Figure 2-5** Représentation schématique de la mesure de conductivité thermique des ébauches de fibres.

# 2.4.3. Caractérisation de la porosité de l'ébauche de fibres en fonction de la masse volumique et la taille des fibres

Afin de calculer la porosité de l'ébauche de fibres, les cubes de 1-2 mm<sup>3</sup> ont été imprégnés avec de la résine acrylique (LR White medium grade, modèle 14381, fabriquée par Electron Microscopy Sciences). Cette technique a été choisie car de cette manière le cube reste rigide et la coupe des lamelles peut être faite nettement. Les couches ont été coupés avec un microtome (Reichert-Jung modèle ultracut E.) à 3 μm d'épaisseur. La dimension moyenne finale de la couche était de 1,44 mm x 1,83 mm x 3 μm. Par la suite, ces couches ont été imprégnées avec un mélange de 1% bleu méthylène, de 1% bleu méthylène azur II et d'eau à pH neutre. Les images des couches imprégnées ont été prises avec l'aide d'un microscope (Nikon, modèle Eclipse E600) muni d'un appareil photo (Pixelink, model PL-A686C).

Les résultats de porosité de l'ébauche de fibres ont été obtenus par un procédé d'analyse d'image par contraste de la couleur noir-blanc développé dans nos laboratoires (CRMR). Les images ont été traitées avec le logiciel Adobe Photoshop (version CS6 Extended) dans le but de nettoyer les impuretés sur l'image. Le calcul du pourcentage des espaces vides dans l'image a été effectué à l'aide du logiciel Wincell (version v2004a, Regent Instruments Inc.). Le pourcentage des espaces noirs dans l'image en noir et blanc représente les espaces vides dans l'image (Figure 2-6).



**Figure 2.6** Images obtenues à partir des couches imprégnées avec la résine acrylique dans le contexte de la procédure de mesure de la porosité des ébauches de fibres a) Image obtenue à partir d'une coupe mince; b) Application du contraste de couleur noir-blanc sur l'image par Wincell

## CHAPITRE III: Gas permeability of fiberboard mats as a function of density and fiber size

### 3.1. Résumé

La perméabilité au gaz et la structure de l'ébauche de fibres de bois sont de propriétés essentielles à cause de leur impact sur la pression gazeuse interne, la teneur en humidité et l'évolution de la température pendant le pressage à chaud. Les objectifs de ce travail ont été de déterminer l'effet de la taille des fibres et de la masse volumique de l'ébauche sur la perméabilité intrinsèque de l'ébauche de fibres. Afin d'étudier ces propriétés, des panneaux avec un profil de masse volumique homogène selon l'épaisseur ont été fabriqués à cinq niveaux de masse volumique (200, 400, 600, 800 and 1000 kg m<sup>-3</sup>) pour trois différentes tailles des fibres. Le raffinage des fibres a été réalisé dans un raffineur de disque à trois différents espacements des plaques. La perméabilité au gaz a été mesurée dans un appareil développé dans nos laboratoires. Les résultats ont montré que les tailles defibres étudiées n'avaient pas d'effet significatif sur la perméabilité intrinsèque. Ceci était probablement dû à un impact plus significatif de la structure poreuse interne de l'ébauche comparativement à celui de la taille des fibres. D'ailleurs, la perméabilité intrinsèque a diminué significativement lorsque la masse volumique du panneau a augmenté de 198 kg m<sup>-3</sup> à 810 kg m<sup>-3</sup>. Ceci suggère que la diminution de la perméabilité intrinsèque au gaz pendant les dernières secondes de la fermeture de la presse joue un rôle essentiel dans le transfert de masse d'humidité dans l'ébauche de fibres.

## **3.2.** Abstract

Gas permeability and structure of fiberboard mats are essential properties because of their impact on mat internal gas pressure, moisture content and temperature evolution during the hot-pressing process. The objectives of this work were to determine the effect of fiber size and mat density on the intrinsic gas permeability of the mat. For the study of these mat properties, panels with a homogeneous density profile through the thickness were manufactured at five density levels (200, 400, 600, 800 and 1000 kg m<sup>-3</sup>) for three different fiber sizes. Fiber refining was performed in a disk refiner at three plate spacings. Gas

permeability was measured with an in-house built apparatus. The results showed that the fiber sizes studied had no significant effect on the intrinsic permeability. This was likely due to a more significant impact of the internal porous structure of the mat compared to fiber size. Besides, the intrinsic permeability decreased significantly when the panel density increased from 198 kg m<sup>-3</sup> to 810 kg m<sup>-3</sup>. This suggests that the decrease of the intrinsic gas permeability during the last seconds of press closure plays an essential role in the bulk moisture mass transfer through the fiberboard mat.

#### **3.3. Introduction**

The hot-pressing process is critical in the manufacturing of medium density fiberboard (MDF) because of the energy costs involved and the impact of pressing time on productivity. Moreover, this process has a substantialimpact on the final product quality (dimensional stability, internal bonding, bending properties) (Geng *et al.* 2006).

During the hot-pressing process, heat and pressure are applied to the fiber mat. As a result, heat and mass transfer takes place in the mat, its density increases as the press closes and the thermoset resin polymerizes. All these physical phenomena interact with each other, which makes this process complex. Thermal conductivity and gas permeability are fundamental properties of the fiber mat because they mainly determine heat and mass transfer by conduction and convection during hot pressing (Thoemen and Kluepper 2000; Dai and Yu 2004; Thoemen *et al.*2006; Kavazovic *et al.* 2010).

Medium density fiberboard is made of wood fibers, adhesive, wax and void space. The bulk flow of gas (mainly air and water vapor) takes place in the void space during hot pressing. Gas permeability is a physical property of the mat which reflects the connection between the gas flow and the pressure gradient within the mat structure. This property is defined as the measurement of the ease with which a fluid moves within a porous material under the effect of a pressure gradient. It can be described by Darcy's law of gas flow (Siau 1984):

$$q = \frac{Q}{A} = -k_g^* \frac{\Delta P \bar{P}}{LP} \qquad (3-1)$$

where q is the flux  $(m_{gas}^3/m_{wood}^2 s)$ , Q is the volumetric flow rate  $(m_{gas}^3 s^{-1})$ , A is the cross sectional area of the sample  $(m_{gas}^2)$ ,  $k_g^*$  is the apparent gas permeability with slip flow  $(m_{gas}^3 m_{wood}^{-1} Pa^{-1})$ ,  $\Delta P$  is the pressure differential across the sample (Pa), P is the pressure at which Q is measured (Pa), L is the sample length in the flow direction  $(m_{wood})$ and  $\overline{P}$  is the average pressure across the sample (Pa).

The apparent gas permeability is a function of the reciprocal pressure. It is possible to obtain the gas permeability corrected for slip flow  $(k_g)$  from the y-intercept of a linear regression of  $k_g^*$  against  $\overline{P}^{-1}$ . With the gas permeability corrected for slip flow and the gas viscosity, the intrinsic gas permeability can be calculated as follows:

$$K = k_g \mu \tag{3-2}$$

where  $k_g$  is the gas permeability corrected for slip flow (m<sub>gas</sub><sup>3</sup> m<sub>wood</sub><sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> Pa<sup>-1</sup>), *K* is the intrinsic permeability (m<sup>2</sup>) and  $\mu$  (Pa s) is the viscosity of the fluid used in the sample. The intrinsic permeability (*K*) is independent of the fluid used.

Bolton and Humphrey (1994) have proposed that the gas permeability of the wood fiber mat could depend on its density, the material type and flow direction. A few studies were performed on these aspects including Hata (1993), Perré and Agoua (2001) and Garcia and Cloutier (2005). These authors found that the intrinsic gas permeability decreases when the mat density increases. They suggested that this behavior was due to a decrease in the void space between the particles following an increase in mat density. Bowen (1970), Lehmann (1972), Bolton and Humphrey (1994), Danisov *et al.* (1967), Haselein (1998), Garcia and Cloutier (2005) and Belley (2009) studied the relationship between mat density and gas permeability within a wide range of densities. They observed a curvilinear response of log<sub>10</sub> K with an increase of mat density. Haselein (1998) and von Haas (1998) proposed the following equation to describe the intrinsic permeability of the fiber mat as a function of density:

$$K = \frac{1}{e^{a+b*\rho + \frac{c}{Ln\rho}}}$$
(3-3)

where a, b and c are regression coefficients depending on flow direction and $\rho$  (kg m<sup>-3</sup>) is the mat density. Belley (2009) proposed a third degree polynomial relationship for intrinsic transverse permeability of wood fiber mats (m<sup>2</sup>):

$$K_{pz} = e^{0.3351 + 0.02108*\rho - 0.00005*\rho^2 + 2.24*10^{-8}\rho^3}$$
(3-4)

Some researchers have shown that the structure of the mat and the size of the wood fibers could affect the gas permeability of the mat (Thoemen and Klueppel 2008, Belley 2009, Tran *et al.* 2012). Nevertheless, the results of these investigations have not been conclusive. Studies devoted to composites made from aspen bark and plastic showed an effect of particle size on their mechanical performance (Zaini *et al.* 1996, Stark and Berger 1997, Dikobe and Luyt 2007, Yemele *et al.* 2008, Bouafif *et al.* 2009, Benthien *et al.* 2014). These findings suggest that particles size could affect the mat densification process and consequently its structure. Thoemen and Klueppel (2008) have proposed that the small size particles control the porous structure at densities above 600 kg m<sup>-3</sup>. Therefore, a significant amount of fine fibers inside the mat produces a higher number of pores of small size, which results in a low gas permeability because the small pores impede the flow of gas (Thoemen *et al.* 2007).

The deformation that occurs during compression is mostly due to the decrease in the void space between fibers. Indeed, this changes the mat structure resulting probably in a progressive reduction of the intrinsic gas permeability throughout the compression process. (Dai *et al.* 2005, Thoemen *et al.* 2007, Delisée *et al.* 2008).

The objective of this research was to determine the effects of mat density and fiber size on the intrinsic gas permeability experimentally. This work is part of a broader research project to characterize the transfer phenomena in the fiberboard mat to improve the quality and reliability of a hot-pressing simulation model.
Fiber size	Disks rotation speed (rpm)	Steam Pressure (bars)	Holding time (s)	Disks spacing (mm)	Temperat ure (°C)
Fine	2750	8	120	0.10	170
Medium	2000	8	120	0.25	170
Coarse	2000	8	120	0.60	170

**Table 3-1** Refining parameters used to produce the white spruce fibers.

# **3.4. Material and Methods**

#### 3.4.1. Material

Air dried wood chips obtained from white spruce (*Picea glauca* (Moench) Voss) trees harvested at the Petawawa Research Forest, Mattawa, Ontario, Canada were used to manufacture laboratory panels with homogeneous density profile through their thickness. Urea formaldehyde adhesive manufactured by Arclin Canada Ltd., waxproduced by Momentive Specialty Chemicals Inc. and ammonium chloride manufactured by VWR International Ltd were also used.

#### 3.4.2. Fiber refining

The chips were refined with an Andritz disk refiner with a disk diameter of 55.9 cm located at FPInnovations, Québec City, Québec, Canada. Two hundred kg of air-dried white spruce chips were used to produce 150 kg of refined fibers. For the manufacturing of the panels, an average of 2 to 3 kg of fiberswere used for each panel. Therefore, we used a total of 135 kg of refined fibers. The same refining temperature and pressure were applied to produce the three fiber size groups, but the spacing and speed of the refiner disks were changed. This information is summarized in Table 3-1.

#### 3.4.3. Panel manufacturing

We have manufactured a total of 45 fiberboards with uniform vertical density profiles through the thickness at five density levels and three different fiber sizes. Each density

group depicts a different state of mat compression. For example, the panels with a uniform vertical density profile of 198 kg m<sup>-3</sup> represents an early state of mat compression during hot pressing. Conversely, a uniform vertical density of 810 kg m<sup>-3</sup> depicts a later state of mat compression during hot pressing. This approach allows investigating the relationship between the mat gas permeability and local mat density at a given time during hot pressing.

The refined fibers were shipped to the Renewable Materials Research Center, Laval University, Québec, Canada. The fibers were put in trays and dried at a temperature of 60°C and a relative humidity of 17% until a final moisture content of 2 to 3% in a Cathild model VS3 LM laboratory lumber dryer with a capacity of 3 m<sup>3</sup>. The dried fibers were stored in plastic bags to prevent any moisture uptake. Dried fibers were blended with 14% UF adhesive (based on wood oven-dry mass) at 70% solid content, 1% wax (based on wood oven-dry mass) at 58% solid content, 14% distilled water (based on wood oven-dry mass) and 0.2% liquid UF adhesive basis of ammonium chloride at a concentration of 25% to reduce the pH to 5. The fibers and chemicals were blended for about 15 minutes in an inhouse built drum blender equipped with pneumatic atomizers. After blending, the fibershad the tendency to aggregate in the form of balls. They were then processed through a screen refiner (Pallman, Model SI-MAG1MM 46990) to break these aggregates. Next, the mat was hand-formed and pre-pressed at room temperature. Before hot pressing, the mat was pre-pressed at room temperature to decrease its thickness to 120 mm with an in-house built cold pre-press. Subsequently, a Pressman (Alberta Research Council) temperature probe was located at the center of the mat to measure temperature and vapor pressure. Fiber mats of 560 x 460 mm were pressed with the press platens temperature set between 80°C to 103°C to obtain flat vertical density profiles. The press was closed to the target thickness of 16 mm in about 20 seconds with an initial platens temperature of 80°C. Once this temperature was reached in the core of the mat, the press platens temperature was increased by 5°C steps every 15 minutes. The panel was maintained in the press until 103°C was reached in the core of the mat. The panelwas then kept into the hot press (Figure 3-1) at 103°C for 3 minutes. Using this procedure, we obtained panels with homogeneous density across thickness in order to remove the effect of the panels vertical density profile in the gas permeability measurements. The panels with uniform densitywere produced at five target density levels: 200, 400, 600, 800 and 1000 kg  $m^{-3}$ .



**Figure 3-1**Dieffenbacher (862 mm by 862 mm) hotpress used to produce panels with homogeneous density.

# 3.4.4. Specimen Preparation

In each panel, six sample disks of 50 mm in diameter and 16 mm in thickness were cut for the measurement of gas permeability (Figure 3-2). These samples were cut across the thickness direction for measuring gas flow in the perpendicular direction to the panel plane. Once the samples were cut, a silicone sealant was applied on the edge of the disk to provide a tight seal with the sample holder and the rubber sleeve of the gas permeability specimen holder. The fiberboard specimens were conditioned for 21 days at 21°C and 65% relative humidity for an equilibrium moisture content of about 8% before the gas permeability measurements.



**Figure 3-2**Sampling pattern for gas permeability measurement.

### 3.4.5. Fibers characteristics

The size distribution of the refined fibers was characterized. The fibers were sieved using a US Electrical Motors sieving machine model F844-SMA with seven different mesh openings for each fiber size group according to Figure 3-3. Samples of 500 g of each fiber size were sieved using mesh openings between 0.044 mm and 3.00 mm. The fiber sizes showing a higher percentage within each group were 0.14 mm, 0.71 mm and 3 mm for fine, medium and coarse fiber groups respectively. However, a highportion of fibers of size 0.71 to 0.85 mm was observed in the coarse fiber size group. This may be due to a higher tendency of coarse fibers to break during the refining process and the screening performed after blending, changing their size distribution towards the smaller mesh opening group.



**Figure 3-3**Fiber size distribution according to the mesh opening (a) Fine fibers, (b) Medium fibers, (c) Coarse fibers.

#### 3.4.6. Density Profile Measurements

The vertical density profile of the manufactured panels was measured using an X-ray densitometer (Quintek Measurement Systems Inc., model QDP-01X) for each permeability sample disk. These measurements were made at intervals of 0.04 mm through the thickness direction of the sample. The disks were conditioned to 8% moisture content for 21 days as already mentioned. The weight and dimensions of all samples were measured to calculate their apparent overall density and to calibrate the X-ray densitometer. The density profile of all the samples was then measured. The fiberboards were hot-pressed following the pressing strategy described above resulting in homogeneous vertical density profiles as expected (Figure 3-4). These homogeneous vertical density profiles enabled to discard the effect of density differences through panel thickness on gas permeability measurement.



**Figure 3-4**Typical homogeneous density profile across the thickness of fiber board with average densities of (a) 193 kg m<sup>-3</sup>, (b) 415 kg m<sup>-3</sup>, (c) 598 kg m<sup>-3</sup>, (d) 810 kg m<sup>-3</sup> and (e) 987 kg m<sup>-3</sup>.

## 3.4.7. Gas Permeability Measurement

A gas permeability measurement apparatus developed by Lihra *et al.* (2000) was used (Figure 3-5a). The apparent gas permeability was measured with medical air at four inlet pressure levels: 50, 100, 150 and 200 kPa. The gas flows from the cylinder towards the specimen holder inlet. Next, the air passes through the fiberboard disk and then leaves by the specimen holder outlet through the gas rotameters where the gas flow is measured (Figure 3-5b). The parameters of Eq. 1 required to calculate the apparent gas permeability are listed in Table 3-2.



**Figure 3-5**Gas permeability measurement apparatus: a. Gas permeability apparatus (Lihra *et al.* 2000) b. Schematic representation of the specimen holder.

Parameter	Value	Units
Air viscosity (v)	1.80 x 10 <sup>-5</sup>	Pa s
Pressure (P)	variable	Pa
Mean Pressure $(\overline{P})$	variable	Pa
Length (L)	0.016	m
Surface (A)	0.00196	$m^2$
Pressure differential ( $\Delta P$ )	variable	Pa
Volumetric Flow (Q)	variable	$m^3 s^{-1}$

**Table 3-2** Parameters used to calculate the apparent gas permeability  $k_g^*$  (Eq. 1).

The gas permeability measurements showed the presence of slip flow as observed in other studies on solid wood (Lihra *et al.* 2000, Salvo 2002, Leandro 2010, Rebolledo 2013) and MDF gas permeability (Garcia and Cloutier 2005, Belley 2009). The gas permeability corrected for slip flow  $k_g$  was obtained graphically from the intercept of the plot of apparent gas permeability ( $k_g^*$ ) against  $\bar{P}^{-1}$  (Figure 3-6). The intrinsic permeability (K) was calculated by multiplying  $k_g$  by air viscosity (Table 2) as described in Eq. 2.



**Figure 3-6**A typical plot of apparent gas permeability against the reciprocal average pressure in fiberboard showing the presence of slip flow. The y-intercept is  $k_g$ , the gas permeability corrected for slip flow.

#### 3.4.8. Statistical Analysis

A full factorial design was used for data analysis. The independent variables were fiber size and density. Five target density levels were considered: 200 kg m<sup>-3</sup>, 400 kg m<sup>-3</sup>, 600 kg m<sup>-3</sup>, 800 kg m<sup>-3</sup> and 1000 kg m<sup>-3</sup> and three fiber sizes: fine, medium and coarse, for a total of fifteen treatments with three replicates for each treatment. Therefore, we had 45 fiberboards in total, with six observations for each panel. Thus, we had 270 observations in total for all the experiment. An analysis of variance was performed on the results to detect significant differences between treatments at the 95% confidence level. The hypotheses of normality and homoscedasticity of the data necessary to validate the analysis of variance were verified. The PROC GLM procedure of the Statistical Analysis System (SAS) software version 9.1 was used for the analysis of variance and the Duncan multiple comparison test.

#### **3.5. Results and Discussion**

#### 3.5.1. Effect of density and fiber size on the intrinsic permeability

An analysis of variance was performed to evaluate the effect of density and fiber size on the gas permeability (Table 3-3). The gas permeability data met the normality and homoscedasticity requirements for the analysis of variance at a confidence level of 95%. The source of significant variation was the density with a p-value <0.0001. This indicated that the density was a very significant variable. Conversely, the effect of fiber size on intrinsic gas permeability was not significant as well as the interaction between density and fiber size.

**Table 3-3**Analysis of variance for intrinsic permeability at different levels of mat density and fiber sizes.

Source	DF	Sum o	of	Mean square	F Value	Pr>F
		squares				
Mat density	4	1.86x10 <sup>-21</sup>	1	4.65x10 <sup>-22</sup>	1437.42	<.0001
Fiber size	2	1.42x10 <sup>-24</sup>	4	7.10x10 <sup>-25</sup>	2.20	0.1134
Mat density x fiber size	8	3.71x10 <sup>-24</sup>	4	4.64 x10 <sup>-25</sup>	1.44	0.1821

As presented in Table 3-4, the variability and average value of intrinsic gas permeability decreased drastically from the 598 kg m<sup>-3</sup> mat density group to the 810 kg m<sup>-3</sup> mat density group (Figure 3-7a). This could be due to drastic changes in the internal structure of the fiber mat as it has been proposed in the literature (Bolton and Humphrey 1994, Thoemen and Klueppel 2008, Sun *et al.* 2017). Additionally, a higher variability was noted in density treatments compared to the variability observed in fiber size treatments as presented in Figures 3-7b.

As already mentioned, there was a significant effect of mat density on the intrinsic gas permeability. This indicates that the mat density is a significant factor controlling the intrinsic permeability. Previous works realized by Bolton and Humphrey (1994), Garcia and Cloutier (2005), Thoemen *et al.* (2007), Thoemen and Klueppel (2008), and Belley (2009) have proposed that mat density could have an impact on gas permeability, which is

in agreement with the current results. Moreover, no significant effect of fiber size on intrinsic permeability was observed as well as no interaction between density and fiber size as shown in Table 3. Bolton and Humphrey (1994) have suggested an interaction effect of mat density-fiber size on the gas permeability in fiberboard. However, in the current study, this interaction was not significant. The gas permeability did not increase significantly with fiber size as expected. These results also suggest that heat and mass transfer by convection inside the mat during hot pressing might not be affected by fiber size for the range considered in the current study. Thoemen and Klueppel (2008) also concluded that the porous internal structure determines mat permeability more significantly than fiber size.

**Table 3-4** Intrinsic permeability results.

Mat density		
(kg m <sup>-3</sup> )	Average (m <sup>2</sup> )	Standard deviation (m <sup>2</sup> )
193 (s=17)	5.96x10 <sup>-12</sup>	7.11 x10 <sup>-13</sup>
415 (s=22)	5.61x10 <sup>-12</sup>	6.36 x10 <sup>-13</sup>
598 (s=21)	5.23x10 <sup>-12</sup>	8.35 x10 <sup>-13</sup>
810 (s=29)	3.14x10 <sup>-13</sup>	1.84 x10 <sup>-13</sup>
987 (s=30)	2.16x10 <sup>-13</sup>	1.10 x10 <sup>-13</sup>

Duncan multiple comparison tests indicated significant differences between gas permeability levels in four of the five mat densities studied (Figure 3-7a). This indicates that gas permeability of the surface layers decreases significantly during mat hot-pressing of industrial MDF panels for which the overall density of the final panels is about 750 kg m<sup>-3</sup> with surface layers density close to 1000 kg m<sup>-3</sup>. There were no significant differences in gas permeability between the 810 and 987 kg m<sup>-3</sup> mat density groups. This indicates that when the mat is compressed from 810 kg m<sup>-3</sup> to 987 kg m<sup>-3</sup>, the gas permeability did not decrease significantly. This finding suggests that the void spaces do not change significantly from 810 kg m<sup>-3</sup> to 987 kg m<sup>-3</sup> (Delisée *et al.* 2008, Tran *et al.* 2012).

A significant reduction of the gas permeability can be observed from the 193 to 810 kg m<sup>-</sup>  $^{3}$  mat density groups with a notable decrease of permeability between the 598 and 810 kg m<sup>-3</sup> mat density groups. Kamke and Casey (1988) have suggested that density could affect the heat conduction of the wood composite panels. In that study, they also found that thermal conductivity increased significantly when the panel density increased beyond 600 kg m<sup>-3</sup>. Given that heat conduction occurs mainly through the wood fibers, a change in the thermal conductivity of the mat could indicate a substantial variation in its internal structure. This may also involve a change in the porosity of the mat where heat and mass transfer by convection takes place. Moreover, Zhou et al. (2008) have proposed that the dominant mechanism in compression below 650 kg m<sup>-3</sup> of mat density was fiber bending, emphasizing the impact of the mat structure on its properties. The drastic decrease of gas permeability between 598 and 810 kg m<sup>-3</sup> mentioned above suggests that a mat density around 600 kg m<sup>-3</sup> is an important transition point of the porous structure of the mat. Pettersson *et al.* (2005) have proposed that at high porosities, the fibers inside the mat may have a random distribution, but when the mat is compressed, these fibers acquire a principal direction oriented in panel plane. According to Delisée (2008), a dimensional change in the mat during compression can result in a decrease of the void spaces. Hence, the drastic reduction in intrinsic permeability between 700 and 800 kg m<sup>-3</sup> could be attributed to a substantial reduction of space between fibers. This also suggests that mat porosity is a dominant variable on mat gas permeability compared to fiber size owing to gas flows through void spaces.

The higher permeability value was obtained at 193 kg m<sup>-3</sup> as expected. However, the lower value of gas permeability was at 810 kg m<sup>-3</sup>. This was in agreement with the Duncan multiple comparison test because this test showed no significant differences in gas permeability between 810 m<sup>-3</sup> and 987 m<sup>-3</sup>. From a gas permeability point of view, these two density levels were part of the same homogeneous group (Figure 3-7a,b).



**Figure 3-7**Results of intrinsic permeability as a function of: a. Mat density and b. Fiber size.

## 3.5.2. Intrinsic gas permeability – mat density relationship

The results of the intrinsic gas permeability - mat density relationship are illustrated in Figure 3-8a. The intrinsic gas permeability decreased with an increase in mat density as mentioned above. The density levels studied depict different compression states during hot pressing. The results indicated that the intrinsic gas permeability was significantly reduced during mat densification but more importantly during the last seconds of the press closure.

Tran *et al.* (2012) have proposed that in the development of a network of fibers during compression, the fibers begin to align in the panel plane. Hence, the drastic decrease of the gas permeability is likely determined by the particular configuration of the fibers at each density levels considered in this investigation.

The theoretical model of von Haas (1998) (Eq. 3) is presented against the current experimental data points of intrinsic gas permeability in Figure 3-8b. A good fit was noted between the current experimental data and the von Haas model between 400 kg m<sup>-3</sup> and 800 kg m<sup>-3</sup>, but some discrepancies can be observed at about 200 kg m<sup>-3</sup> and 1000 kg m<sup>-3</sup>. The von Haas model predicted a higher gas permeability at 200 kg m<sup>-3</sup> and a lower gas permeability at 1000 kg m<sup>-3</sup>. Moreover, the steep decrease of gas permeability observed between 700 and 800 kg m<sup>-3</sup> in the current study is not captured by the von Haas model. Nevertheless, a study realized by Sun *et al.* (2017)suggested that the size of the void spaces within the structure of a porous material could be related to their constituent elements. Given that no significant effect of fiber size on gas permeability was found (Table 3), the wood fibers configuration in the fiber network could have a dominant effect on gas permeability in comparison to fiber size. The intrinsic gas permeability values obtained in the current study were higher than the results reported by Garcia and Cloutier (2005) but in agreement with the results reported by Haselein (1998), Belley (2009) (Eq. 4) and Ai *et al.* (2017) as presented in Figure 3-8c.



**Figure 3-8**Intrinsic permeability as a function of mat density: a. The current study, b. Currentstudy and von Haas model, c. Currentstudy and results from Belley (2009).

# **3.6.** Conclusions

- The intrinsic gas permeability was affected significantly by mat density. It increased substantiallyfrom 193 kg m<sup>-3</sup> to 810 kg m<sup>-3</sup>. As a result of the mat density increase, the intrinsic gas permeability decreased significantly. However, no significant differences were observed in intrinsic gas permeability between 810 kg m<sup>-3</sup> and 987 kg m<sup>-3</sup> of density.
- 2. A higher intrinsic permeability variability was found between 193 kg m<sup>-3</sup> to 598 kg m<sup>-3</sup> of density. This indicates that at these density levels the internal porous structure is more variable than the porous structure of fiberboard mats with a density above 650 kg m<sup>-3</sup>.
- 3. A steep decrease of intrinsic permeability was observed when the density increased from 700 to 800 kg m<sup>-3</sup>. This suggests that a drastic reduction of void spaces in the mat occurs in this density range.
- 4. No significant effect of fiber size on the intrinsic gas permeability was observed in this work. It is likely that the internal structure of the mat had a dominant effect on the intrinsic gas permeability in comparison to fiber size.

# **CHAPITRE IV: Effect of density and fiber size on porosity and thermal conductivity of fiberboard mats**

#### 4.1. Résumé

La conductivité thermique et la porosité de l'ébauche de fibres sont des paramètres cruciaux par rapport à la consommation énergétique du procédé de pressage à chaud et la qualité finale du panneau. Dans ce travail, l'effet de la taille des fibres et la masse volumique de l'ébauche de fibres sur la porosité et la conductivité thermique de l'ébauche ont été étudiés. La taille des fibres a été caractérisée comme fine, moyenne et grossière. La porosité de l'ébauche de fibres a été mesurée par l'analyse d'images en utilisant la méthode du contraste noir et blanc. La conductivité thermique a été déterminée à différents niveaux de masse volumique avec un gradient de température de 1.6°C mm<sup>-1</sup> et une teneur en humidité de 7.6% (e.-t.=0.3). Les résultats ont montré que la taille des fibres a été une variable dominante sur la conduction de la chaleur et la porosité. Les ébauches de fibres faites avec la taille des fibres moyenne ont montré une haute résistance à la compression. La conductivité thermique des ébauches de fibres grossières a diminué abruptement entre 700 kg m<sup>-3</sup> et 810 kg m<sup>-3</sup>. Ceci a été probablement dû à une plus haute fréquence de fractures observée dans les fibres grossières en comparaison avec les autres tailles des fibres étudiées. Par conséquent, les fibres fines et moyennes ont conduit la chaleur plus efficacement. De plus, des agglomérats de fibres et des fibres fracturées ont été observés lors des mesures de la porosité, principalement dans les ébauches fabriquées avec des fibres fines.

# 4.2. Abstract

The thermal conductivity and porosity of fiberboard mats are crucial parameters for efficient energy consumption of the hot-pressing process and for panel final quality. In this work, the effect of fiber size and mat density on porosity and thermal conductivity of the mat were investigated. The fiber size was characterized as fine, medium and coarse. The mat porosity was measured by image analysis using the black and white contrast method. The thermal conductivity was determined at different density levels with a temperature gradient of  $1.6^{\circ}$ C mm-1 and 7.6% (s=0.3) moisture content. The results showed that fiber

size was a dominant variable governing heat conduction and mat porosity. The mats made with medium size fibers showed a higher resistance to compression. The thermal conductivity of coarse fiber mats decreased drastically between 700 kg m<sup>-3</sup> and 810 kg m<sup>-3</sup>. This was likely due to a higher fracture frequency observed for coarse fibers in comparison to the other fiber sizes studied. Hence, the fine and medium fibers conducted heat more efficiently. Moreover, fiber bundles and fractured fibers were observed during the mat porosity measurements, principally in mats made with fine fiber size.

## 4.3. Introduction

Medium density fiberboard (MDF) is a wood-based composite widely used in residential applications and recognized for its easy machining, excellent surface properties and finishing quality. In the industrial manufacture of MDF, hot pressing is a key step due to its impact on the performance of the final panel and the plant productivity. Hot pressing is a complex process because the thickness, density and internal structure of the fiberboard mat change during compression. There is a common agreement that hot pressing of fiber mats involves two different mechanisms: heat and mass transfer and mat rheological behavior (von Haas 1998; Thoemen and Humphrey 2006; Thoemen et al. 2006; Kavazovic et al. 2012a; Kavazovic et al. 2012b). During hot pressing, heat and mass transfer take place in the fibrous material and in the void spaces of the fiber mat. This heat is transferred from press platens to the fiber mat by conduction. The heated fibers generate vapor due to the evaporation of the moisture contained in the fibers. The vapor migrates through void spaces due to a vapor pressure differential between the fibers and the void spaces. Then, part of this vapor is condensed and absorbed partially by the fibers and the remaining vapor flows through the void network by convection and migrates to the environment (von Haas 1998; Humphrey 1982; Kayihan 1982). Therefore, mat porosity may affect this moisture transfer and the mechanical behavior of the fiber mat during the development of the density profile through the mat thickness.

The characterization of the mat thermal conductivity and porosity is fundamental because these mat properties are needed in hot-pressing simulation models. An important issue for heat and mass transfer is the behavior of the mat internal structure during hot pressing. The dominant mechanisms of heat and mass transfer during hot pressing are convection of water vapor and heat conduction (von Haas 1998; Kavazovic *et al.* 2012a; Zambori *et al.* 2004). Thermal conductivity determines the conductive heat transfer from the press platens to the mat core and the edges of the fiber mat (Zambori *et al.* 2004; Kavazovic *et al.* 2010). Besides, convective heat and vapor transfer take place mainly within the void network in the fiber mat (Sun *et al.* 2010).

Thermal conductivity is a physical property characterizing the ability of a material to conduct heat. Siau (1995) has described thermal conductivity as a relation between heat flux and the temperature gradient. Later, von Haas (1998) has defined the thermal conductivity of MDF as a function of density as follows:

$$k_t^{0.30} = 4.86x10^{-8}\rho^2 + 4.63x10^{-5}\rho + 4.38x10^{-2}$$
(4-1)

where  $\rho$  is mat density (kg m<sup>-3</sup>)

Given that during hot pressing, heat flows by conduction in the fiber mat, fiber size may have a significant impact. The characterization of the effect of particle size on heat conduction through mat thickness is essential to improve the energy efficiency of hot pressing. Previous works performed by Kavazović *et al.* (2010) and Hata *et al.* (1993) have shown that particle size could affect the physical mechanisms involved during hot pressing and also the quality of simulation models predictions.

Mat porosity is related to transfer mechanisms and to the density profile development. A closer look at the effect of fiber size and density on mat porosity could help to determine the optimal conditions for the vertical density profile development, improving the final properties of fiberboard. However, few studies have been devoted to this topic. Kamke and Zylkowski (1989) have proposed that the void network of the fiberboard mat is more homogeneous than other wood-based composite materials such as oriented strandboard (OSB) and particleboard mats because of a more homogeneous particle size. Delisée *et al.* (2008) have proposed that during the first stages of mat compression, the reduction of the void space between fibers could explain the reduced volume of the mat. Inside this network, fiber bundles produce irregular structures in the mat. Moreover, in fiberboard

manufacturing, long fibers are often desirable because they favor a better contact between fibers. This allows increasing the heat conduction during hot pressing. Nevertheless, small fibers may have an impact on the structure of the fiberboard mat, improving its compression efficiency (Thoemen and Klueppel 2008; Sackey and Smith 2017).

Some studies have suggested that the fibrous structure of the panelaffects its thermal conductivity. For instance, Kamke and Zylkowski (1989) have found that at the same density, wood-based panels have a lower thermal conductivity than solid wood most likely due to the more continuous structure of solid wood. Suleiman *et al.* (1999) proposed that the dominant factors for thermal conductivity of the mat could be mat porosity and thermal conductivity of the particles. Belley (2009) suggested that mat density and fiber size effects may interact with the thermal conductivity of the mat.

The objective of this study was to evaluate the effect of fiber size and mat density on porosity and thermal conductivity of the mat. The relationship between mat porosity and heat conduction was also investigated. Accordingly, this study contributes to characterize the relationship between various levels of mat compression and fiber size on the evolution of controlling properties of the temperature and internal gas pressure of the mat during hot pressing. This work is included in a broader research project aimed at characterizing the heat and mass transfer phenomena involved in the hot pressing process of fiberboard for use in a simulation model.

## 4.4. Materials and Methods

White spruce (*Picea glauca* (Moench) Voss) fibers obtained from wood chips at greenstate of trees harvested at the Petawawa Research Forest, Mattawa, Ontario, Canada were used for fiberboard manufacturing.

# 4.4.1. Refining and characterization of fiber size

Fiber refining was performed at FPInnovations, Québec City, Québec, Canada. For this process, an Andritz disk refiner with a disk diameter of 55.9 cm was used. Thus, 200 kg of air-dried white spruce chips were used to produce 150 kg of refined fibers. For panel

manufacturing, an average of 2 to 3 kg of fiberswas used for each panel. Accordingly, we used a total of 135 kg of refined fibers. The same refining temperature and pressure were applied to produce different fiber sizes, but the spacing and speed of the refiner disks were changed as presented in Table 1. The refined fibers were shipped to the Renewable Materials Research Center, Laval University, Québec, Canada.

The fiber sizes were characterized. The fibers were sieved using a US Electrical Motors sieving machine model F844-SMA with a set of seven mesh openings, different for each fiber size according to Figure 4-1. Samples of 0.500 kg of each fiber size were sieved. Mesh openings between 0.044 mm and 3.00 mm were used. During the fiber characterization, the screens were ordered from smallest to largest. A higher proportion of the total fiber weight was obtained in sieves with a large mesh opening for the three fiber sizes. However, for coarse fibers, a higher proportion of the total fiber weight was noticed in the smallest sieve (fiber size lower than 0.710 mm). For medium fibers, the highest percentage of weight was observed for mesh openings between 0.60 and 0.71 mm. For the fine fibers, the higher fiber weight was obtained for mesh openings between 0.13 and 0.14 mm. Therefore, a fiber size of 0.13 mm for fine fiber size, 0.71 mm for medium fiber size and 3.00 mm for coarse fiber size was considered to manufacture the fiberboards used in this work.

Fiber size	Plates Rotation Speed (rpm)	Pressure (bars)	Holding Time (s)	Plate Spacing (mm)	Temperature ( <sup>0</sup> C)
Fine	2750	8	120	0.10	170
Medium	2000	8	120	0.25	170
Coarse	2000	8	120	0.60	170

 Table 4-1 Refining parameters for white spruce chips



**Figure 4-1** Fiber size distribution of white spruce according to the mesh opening: a. Fine fiber size, b. Medium fiber size, c. Coarse fiber size.

#### 4.4.2. Homogeneous density profile approach and density profile measurements

In the present work, laboratory panels with homogeneous or uniform density profile through their thickness were manufactured. This method allows to remove the effect of density variation through the panel thickness. Hence, a total of 45 fiberboards were manufactured with this method at three different fiber sizes and five density levels: 200 kg m<sup>-3</sup>, 400 kg m<sup>-3</sup>, 600 kg m<sup>-3</sup>, 800 kg m<sup>-3</sup> and 1000 kg m<sup>-3</sup>. Thus, each density level corresponded to a specific level of mat compression depicting the mat localdensity produced during hot pressing. The laboratory panels were prepared as follows: first, the fibers were dried to a final moisture content of 2 to 3% in a lumber dryer with a capacity of 2.5 m<sup>3</sup> at a temperature of 60°C and a relative humidity of 17%. The dried fibers were stored in plastic bags to prevent any moisture uptake. Dried fibers were blended with 14% formaldehyde urea adhesive (UF) based on wood oven-dry mass at 70% solid content, 1% wax based on wood oven-dry mass at 58% solid content, 14% distilled water based on oven-dry mass and 0.2% liquid UF adhesive basis of ammonium chloride at a concentration of 25% to reduce the pH to 5. The equipment used for blending was an in-house built drum

blender equipped with pneumatic atomizers. After blending, the fibers tended to form small balls. They were then passed through a screen refiner (Pallman, Model No SI-MAG1MM 46990) to eliminate these balls. After this process, the fine and medium fiber sizes have maintained their distribution. However, the coarse fiber showed a higher distribution through the different mesh opening. Next, 560 x 460 mm mats were hand-formed in a mold and pre-pressed to a thickness of 120 mm at room temperature using an in-house built cold press. The pre-pressing was performed to reduce the closure time in the hot-pressing process. A Pressman (Alberta Innovates) temperature probe was located at the center of the mat to monitor core temperature and vapor pressure (Figure 4-2). The pre-pressed mats were then hot-pressed with the press platens temperature increasing from 86°C to 103°C to obtain the flat vertical density profiles desired. The mats were pressed to a target thickness of 16 mm in about 75 minutes. Once the target temperature of 86°C was reached in the core of the mat, the temperature was increased by 5°C steps every 15 minutes until 103°C was reached in the core of the mat because the polimeritazion temperature of urea formaldehyde is 100 °C (with catalyst NH<sub>4</sub>CL). The panel was then kept into the hot press at 103°C for 3 minutes. The total manufacturing duration for each panel was 1 hour approximately. Next, the laboratory panels were conditioned for 14 days to 65% relative humidity and 21 °C temperature.

The density profile was determined for each specimen extracted from each laboratory panel. Six specimens of 16 mm thickness and 50 mm diameter were extracted from each panel and conditioned to 65% relative humidity and 21°C temperature. An X-ray densitometer (Quintek Measurement Systems Inc., model QDP-01X) was used to measure the vertical density profile of all the specimens. These measurements were made at intervals of 0.02 mm through the specimen thickness. The density profiles obtained revealed a homogeneous density profile through the mat thickness as expected.



Figure 4-2 Probes for mat temperature measurements.

# 4.4.3. Mat anhydrous density determination

The mat density is a function of oven-dry density and moisture content (Kavazovic *et al.* 2012b; Kayihan 1982). In the present investigation, the oven-dry or anhydrous density was obtained from Equation (4-2):

$$\rho_{OD} = \frac{\rho_{mat}}{(1+M)} \tag{4-2}$$

where  $\rho_{mat}$  is mat density (kg m<sup>-3</sup>), and M is mat moisture content (dimensionless). The anhydrous density was determined for fiber mats made with fine, medium and coarse fiber sizes. A second-degree polynomial equation for thermal conductivity as a function of the anhydrous determined for fine, medium and coarse fiber mats.

## 4.4.4. Specimen preparation for porosity and thermal conductivity determination

In the current study, samples for thermal conductivity and porosity determination were sawn from each panel as presented in Figure 4-3. For porosity determination, cubes of 1-2 mm<sup>3</sup>were extracted from each laboratory panel of densities 198 kg m<sup>-3</sup>, 415 kg m<sup>-3</sup>, 598 kg m<sup>-3</sup>, 810 kg m<sup>-3</sup> and 987 kg m<sup>-3</sup> and fine, medium and coarse fiber sizes (Figure 4-4a). Eighteen observations were obtained from each treatment (15 treatments in total). This gave a total of 270 cubes for the whole experiment. The cubes were dried to anhydrous

conditions and impregnated with LR White medium grade, acrylic resin, model 14381, manufactured by Electron Microscopy Sciences Ltd. (Figure 4-4b). The following procedure was developed in our laboratory. The dried cubes were submerged in acrylic resin. After one hour, the resin was purged. This treatment was applied three times. Subsequently, the cubes were submerged again in the acrylic resin for 24 hours. The resin was purged and each cube was placed inside a clear gelatine capsule, 2 oz. size, model 7, manufactured by Galenova Inc. and filled with resin. Then, each capsule was covered with a gel cover and immediately placed inside an oven at 60°C for 24 hours to polymerize the resin. Later, these capsules were submerged in cold water for 10 min for gel softening. Next, the gel was retired entirely from the resin capsule surface already hardened (Figure 4-4c). Afterward, three thin slices of 3  $\mu$ m in thickness were cut with a microtome from each impregnated cube. A total of 810 thin slices were obtained for porosity measurement. Each slice was stained with a solution of methylene-blue at 1%, blue-methyl azur II at 1% and water at neutral pH. Next, each slicewas put on a microscope slide forming a microtomed sample. The final dimension of each microtomed specimen was about 1.44 mm x 1.83 mm x 3 µm (Figure 4-4d).

Specimens of 152.4 x 152.4 x 16 mm for thermal conductivity determination were conditioned to 65% relative humidity and 21°C temperature in 21 days. Average moisture content of these specimens was 7.6% (s=0.3) which was determined by anhydrous mass method Twelve observations were considered for each of the 15 treatments, which gave a total of 180 observations in total for this test.



Figure 4-3Specimen cutting scheme in each laboratory panel



**Figure 4-4**Impregnation procedure of the fiberboard specimens for porosity determination: a.Cutting a fiberboard cube of 1 mm<sup>3</sup>, b. Submersion of fiberboard specimen in acrylic resin, c. Fiberboard specimen in polymerized resin, d. microtomed slices obtained from impregnated specimens.

## 4.4.5. Porosity determination

The porosity determination was performed using an image analysis method. This procedure consisted in measuring void spaces on an image taken from each microtomed sample (Figure 4d) using black and white contrast. Each image displayed on the screen was divided into four zones (Chaffey 2002) during optical microscope observation (Nikon, model eclipse E600) with a magnification of 40x. This equipment is presented in Figure 4-5. One image was taken for each of these zones with a Pixelink, model PL-A686C camera, with a resolution of 2208 x 3000 pixels and an image size of 7.7 x 10.5 mm. Due to some noise and impurities, the images were corrected and improved with the Adobe Photoshop program, version CS6 Extended, manufactured by Adobe Systems Incorporated. For each microtomed sample, four images were obtained, which gave a total of 3240 images. The porosity measurements were made for each of these images. Four imageswere taken for each microtomed sample according to Figure 4-6. The average value of these four images was considered as the porosity of the sample. When all the imageswere obtained, the porosity was calculated by black and white contrast with the Wincell program, version

v2004a, manufactured by Regent Instruments Inc. This software calculated the percentage of black pixels in the image.



**Figure 4-5**Setup used to measure mat porosity by image analysis: Optical microscope, camera, and Wincell software.



**Figure 4-6** Four images were taken in one fiberboard slice for analyses with the Wincell software. The arrows indicate the measurements sequence.

#### 4.4.6 Thermal conductivity determination

The thermal conductivity of 180 specimens was measured. The specimens were previously conditioned to 65% relative humidity and 21 °C temperature for 21 days. The measurements of thermal conductivity were determined according to the steady-state thermal resistance procedure decribed in ISO standard (2013). This test was performed with a LaserComp Fox 314 (TA instruments, New Castle, DE, USA)apparatus as shown in Figure 4-7. Each 16 mm thick specimen of was placed inside of this equipment. The upper and lower plates of the thermal conductivity equipment were heated at 10°C and 35°C respectively, corresponding to a temperature gradient of 1.6°C mm<sup>-1</sup>. The measurement duration increased when the density level of the specimen decreased. For instance, with a low-density specimen (198 kg m<sup>-3</sup> and 415 kg m<sup>-3</sup>) the measurements stabilization took 5 to 6 h compared to 1 h for a higher density specimen.



Figure 4-7 Equipment for thermal conductivity measurements.

#### 4.4.7 Experimental design

A full factorial design was used. The effects of two sources of variation, namely mat density and fiber size on thermal conductivity and mat porosity were examined. Tests of normality and variance homogeneity were performed to validate the hypotheses of the analysis of variance. Five density levels (198 kg m<sup>-3</sup>, 415 kg m<sup>-3</sup>, 598 kg m<sup>-3</sup>, 810 kg m<sup>-3</sup> and 987 kg m<sup>-3</sup>) and three fiber sizes (fine, medium and coarse) were studied for a total of 15 treatments. Each treatment was replicatedthree times. Additionally, a regression analysis was performed to investigate the porosity – thermal conductivity relationship. Statistical analyses were performed in the SAS 9.4 (Cary, NC, USA) software. Regression

analyses were made in the MATLAB (Natick, Massachusetts, U.S.A.) numerical analysis software.

# 4.5 Results

# 4.5.1 Mat porosity and fiber bundles

The evolution of porosity and thermal conductivity of the mat during compression was analyzed as a function of mat density. For this, it should be kept in mind that during hot pressing, a vertical density profile through the mat thickness is developed. Therefore, the local density evolution can be linked to local mat thermal conductivity and porosity. Hence, the knowledge of how mat density is related to these mat properties could help to understand how the vertical density profile is formed and improve simulation models predictions.

Figure 4-8 shows the black and white images used to calculate mat porosity. The porosity measurements were made with a magnification of 40x as mentioned. The black and white pixels in the images correspond to void spaces and fibrous material respectively.



**Figure 4-8** Images (40x) used to calculate mat porosity by the black and white contrast method at different density levels: a. 198 kg m<sup>-3</sup> b. 415 kg m<sup>-3</sup> c. 598 kg m<sup>-3</sup> d. 810 kg m<sup>-3</sup> e. 987 kg m<sup>-3</sup>. White is fibrous material, and black is void spaces.

Most of the porosity images presented fiber bundles or shives, as shown in Figures 4-9a and 9b. Thiswas observed at 20X and 40X magnifications.



Figure 4-9 Images of mat porosity at 810 kg m<sup>-3</sup> with the same fiber bundle at different magnifications: a. 20X, b. 40X.

# 4.5.2 Effect of fiber size and density on mat porosity

Table 4-2 shows the analysis of variance performed to evaluate the influence of density and fiber size on mat porosity. The p-value indicated a significant interaction between the effects of mat density and fiber size (p-value < 0.0001) on porosity. Figure 4-10 shows that the curves of fine, medium and coarse fiber sizes were not parallel. This demonstrates the interaction between variables fiber size and mat porosity, presented in table 4-2, which indicates that the effect of density on mat porosity varies with fiber size.

Source	DF	Sum of squares	Mean square	F Value	Pr > F
Mat density	4	670202	167550	3907.4	<.0001
Fiber size	2	10660	5330	124.3	<.0001
Mat density x fiber size	8	4515	564	13.2	<.0001

**Table 4-2**Analysis of variance performed for the mat porosity at different density levels and fiber sizes.

As expected, mat porosity decreased from 198 kg m<sup>-3</sup> to 987 kg m<sup>-3</sup> (Figure 4-10). However, the porosity decreased more quickly in mats made with fine fibers. This suggested that the mats made with fine fibers presented a lower resistance to compression. The mats made with medium and coarse fibers presented a higher resistance to compression.



**Figure 4-10** Interaction of mat porosity versus density at different fiber sizes.

#### **4.5.3** Effect of fiber size and density on thermal conductivity of the mat

An analysis of variance was also performed to investigate the effect of mat density and fiber size on mat thermal conductivity (Table 4-3). The results showed a very significant interaction between mat density and fiber size. The interaction between the variables mat density and fiber size is illustrated in Figure 4-11 by the curves obtained for fine, medium and coarse fibers, which are not parallel. This indicated that heat conduction during mat compression is dependent on mat density and fiber size.

Source	DF	Sum of squares	Mean square	F Value	Pr > F
Mat density	4	0.25554	0.06388	5292.1	<.0001
Fiber size	2	0.00016	0.00008	6.7	0.0020
Mat density x fiber size	8	0.00041	0.00005	4.28	0.0001

**Tableau4-3**Analysis of variance for thermal conductivity at different levels of mat density and fiber sizes.

Coarse fibers thermal conductivity is higher than for medium and fine fibers according to Figure 4-11. At higher matdensities up to 810 kg m<sup>-3</sup>, thermal conductivity continued to increase but more slowly for coarse fiber mats. A low difference of heat conduction through the mat thickness was observed at low densities (around 200 kg m<sup>-3</sup>).



Figure 4-11 Interaction of thermal conductivity of the mat versus density at different fiber sizes

Figure 4-12 shows the thermal conductivity obtained for fine, medium and coarse fiber sizes against anhydrous mat density calculated from Equation (4-2). In the fine fiber size group, the highest variability of heat conduction was observed around 600 kg m<sup>-3</sup>. The variability in medium fiber size group increased with anhydrous density as well. In the case of the coarse fiber group, a higher variability can be noticed at 1000 kg m<sup>-3</sup>.



**Figure 4-12** Thermal conductivity versus mat anhydrous density for different fiber sizes: a. Fine size b. Medium size c. Coarse size. Vertical lines show error bar.

A second-degree polynomial expression was fitted to the experimental data of thermal conductivity as a function of oven-dry density for each fiber size studied (Equation 3).

$$TC = \alpha_1 \rho_{0D}^2 + \alpha_2 \rho_{0D} + \alpha_3 \tag{4-3}$$

where TC is thermal conductivity of the fiber mat (W  $m^{-1}K^{-1}$ ),  $\rho_{OD}$  is anhydrous density of the fiber mat (kg m<sup>-3</sup>) and a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub> and a<sub>3</sub> are coefficients depending on the fiber size. These coefficients are presented in Table 4 for the three fiber sizes considered. The coefficient of determination R<sup>2</sup> of the three expressions was 0.98-0.99, which indicated that only 1%-2% of the total thermal conductivity variation observed could not be explained by these models.

Fiber size	$\alpha_1$	α2	α3	$\mathbb{R}^2$
Fine	8.13 x10 <sup>-8</sup>	5.28 x10 <sup>-5</sup>	0.03	0.98
Medium	7.81 x10 <sup>-8</sup>	6.22 x10 <sup>-5</sup>	0.03	0.99
Coarse	6.27 x10 <sup>-8</sup>	7.25 x10 <sup>-5</sup>	0.03	0.99

**Table 4-4** Regression equation coefficients to calculate the thermal conductivity of the fiber mat as a function of mat anhydrous density (Equation 3)

# 4.5.4 Thermal conductivity in relation to mat porosity

Figure 4-13 presents the thermal conductivity against mat porosity. A second-degree polynomial equation was fitted to the thermal conductivity porosity experimental data. The determination coefficient  $R^2$  obtained was 0.97, which indicated that 97% of the total variation of thermal conductivity observed was explained by this model



Figure 4-13Effect of porosity on the thermal conductivity of the mat for all fiber sizes.

# 4.6 Discussion

Figure 4-9 presents images used in the mat porosity measurements by the black and white contrast method. Collapse and fracture in latewood, as well as in earlywood cells were observed, principally between 810 kg m<sup>-3</sup> and 987 kg m<sup>-3</sup> of density. However, latewood

cells have preserved their shape much more than earlywood cells. This higher deformation in earlywood cells is most likely due to its thinner cell wall thickness proposed by Dogu*et al.* (2010)and Budakci *et al.* (2016) Furthermore, a progressive reduction of the void spaces between fibers from 198 kg m-<sup>3</sup> to 987 kg m<sup>-3</sup> was observed as well as the tendency of fibers to preserve their shapes. These findings are in agreement with works performed by Delisée *et al.* (2008) and Tran *et al.* (2012) on low-density insulation panels. When the densification level of fiber mats increased, the fibers orientation in one direction also seemed to increase (Figure 4-7e). A notable change from a random orientation towards a better orientation of fibers also seems to occur from 598 kg m<sup>-3</sup> to 987 kg m<sup>-3</sup>. Pettersson*et al*(2006), Zhou *et al.*(2008), Dogu*et al.* (2010) have suggested a similar behavior when the oriented strand board (OSB) mat is compressed, and the strands begin to align themselves in the same direction. The images at 810 kg m<sup>-3</sup> and 987 kg m<sup>-3</sup> (Figures 4-7d and 7e) exhibited a more homogeneous and oriented structure in comparison to lower densities.

According to Thoemen*et al.* (2008) and Sliseris *et al* (2017), the presence of fiber bundles in the mat produces void spaces in its surrounding areas, which could affect the mat response to compression. Although the latewood and earlywood cells were scattered randomly inside the mat, the inhomogeneities found in the images were due principally to fiber bundles. This could have a significant effect on the physical properties of the mat during compression. A considerable deformation of fiber bundle cells compared to the surrounding cells was also observed (Figure 4-9b). According to Delisée *et al.* (2010), these differences in the fibrous network could influence the mat response to compression due to the highest level of fiber orientation of bundles in comparison to the individual fibers.

Figure 4-10 showed the porosity results in relation to mat density. These resultats are in agreement with findings reported by Siau (1995) and Belley (2009). Regarding the effect of mat density and fiber size on mat porosity, the results revealed a significant combined effect of density and fiber size (Table 4-2) as proposed by Bolton and Humphrey (1994) and Dai *et al.* (2007). The mat porosity decreased significantly when the mat density increased. These results are in agreement with studies performed on wood-based composite materials by Dai *et al.* (2005), Belley (2009), Li *et al.* (2009) and Ai *et al.* (2017). The impact of mat density on porosity was dependent on fiber size (Figure 4-10). Additionally,

it was observed that when the mat density increased from 198 kg m<sup>-3</sup> to 415 kg m<sup>-3</sup> the porosity decreased faster in mats made with fine fibers in comparison with medium and coarse fiber mats. Then, when the mat density increased towards 598 kg m<sup>-3</sup>, the porosity of mats made with medium fibers decreased faster than the mats made with fine and coarse fibers. Next, at higher densities, the porosity decreased in a similar manner for mats made with fine and coarsefibers. The porosity of the mats made with medium fibers decreased more slowly when the density increased towards 810 kg m<sup>-3</sup> and later it decreased quickly as the mat density reached 987 kg m<sup>-3</sup>. This showed that the medium fiber mats offered a higher resistance to compression when the matwas compressed from 598 kg m<sup>-3</sup> to 810 kg m<sup>-3</sup>. Furthermore, the porosity decreases differently in mats made with fine, medium and coarse fibers due to the high impact of fiber size on the porousstructure of the mat. Previous works performed by Bolton and Humphrey (1994), Thoemen and Klueppel (2008), Sliseris et al. (2017) have suggested a particle size effect on the mat structure. This is in agreement with the current results which indicated that fiber size had an impact on void spaces. The fine fibers could tend to agglomerate more easily forming fiber bundles, thus decreasing the voids spaces between fibers.

Fiber size and mat density are fundamental variables for the thermal conductivity of the mat because heat conduction iscarried out principally through fibers as mentioned above. The results of the analysis of variance (Table4-3) showed a high interaction between density and fiber size on heat conduction through mat thickness. Figure 4-11 presents this interaction. Thermal conductivity observed in coarse fiber mats was significantly higher than in mats made with fine and medium fibers between 198 kg m<sup>-3</sup> and 598 kg m<sup>-3</sup>. Nonetheless, between 598 kg m<sup>-3</sup> and 987 kg m<sup>-3</sup> the thermal conductivity of coarse fiber mats decreased unexpectedly. This was probably due to the fracture of the fibers cell wall as mentioned above (see Figure 4-8d and 4-8e), when the matwas compressed to about 810 kg m<sup>-3</sup> and its structure became more discontinuous for heat conduction. These fiber fractures could cause a significant change of the fibrous network structure when the mat density changes from 598 kg m<sup>-3</sup> to around 810 kg m<sup>-3</sup> as proposed by Bolton and Humphrey (1994), Sun *et al.* (2017). Hence, the mat structure could be more affected in the case of coarse fibers because of their tendency to break, impacting more strongly heat conduction through mat thickness.
Figures 4-12a, b and c present the thermal conductivity of mats made with fine, medium and coarse fiber against anhydrous density respectively. As already mentioned, the variability pattern of the three fiber sizes considered in this investigation was different. The thermal conductivity variability in fine and coarse fiber sizes was higher at 600 kg m<sup>-3</sup> and 1000 kg m<sup>-3</sup> respectively while the variability of thermal conductivity in medium fiber sizes increased with density overall. This also suggested that fiber size had a significant impact on the internal structure of the mat. The quadratic parameter of the regression equations indicates the grade of the parabola curvature. A larger magnitude shows a higher increment of thermal conductivity with a sustained increase in density. The quadratic coefficient corresponding to thermal conductivity in mats made with fine fibers was higher than for mats made with medium and coarse fiber sizes. This indicated that the fine fibers conducted heat more efficiently than medium and coarse fibers most likely due to the lower void spaces. Furthermore, a higher frequency of cell wall rupture of coarsefibers in comparison to fine and medium size fibers could have caused a reduction in the heat conduction capacity of coarsefiber mats, as mentioned above. Additionally, it was found that thermal conductivity increased with an increase of mat densification levels as proposed by Kamke and Zylkowski (1989), Zamboriet al. (2004), Belley (2009), Sonderegger and Niemz (2009), Suleiman et al. (2009), Haselein (1998) and Thoemen and Humphrey (2006) (Equation 4-1) in studies performed on wood and wood-based composites.

As it is known, composites materials such as MDF can be considered as materials with discontinuities in their fibrous structure. Thereby, the thermal conductivity of the fiberboard mat may also be affected by discontinuous structure. Figure 4-13 presents thermal conductivity against mat porosity for all fiber sizes. The mat porosity had a substantial effect on thermal conductivity. This tendency was also reported by Dai *et al.* (2007), Thoemen *et al.* (2008), Sonderegger and Niemz (2009) and Suleiman *et al.*(2009) in investigations on wood-based composite materials. The drastic decrease of thermal conductivity below 65% of mat porosity was evident. Meanwhile, at mat porosities above this percentage, the thermal conductivity reduction was asymptotic. The heat conduction capacity of fiber mats decreased as mat porosity increased as suggested by Kamke and Casey (1989). When mat porosity increased towards 62%, the thermal conductivity decreased rapidly. This indicated that heat conduction was more effective at low porosity

levels when the mat is more compressed and the void spaces is lower. This could also be due to the collapse and fracture of the fibers below a porosity of 62%, producing a drastic decrease of the void spaces as observed in this study. Conversely, thermal conductivity decreased more slowly when the mat porosity increased above 62%. This indicated that the high proportion of void spaces in the fiber mat had a high impact on heat conduction. Thus, a high proportion of the void spaces between fibers could offer higher resistance to heat conduction than the intra-fibers void spaces, which usually predominate at lower porosity levels (Delisée *et al.* 2010; Tran *et al.* 2012).

## 4.7 Conclusions

- 1. Fiber size affected the porosity and thermal conductivity of the mat. This indicates that fiber size should be considered in predictive models.
- 2. The fiber mats made with medium fiber size (between 0.60 and 0.71 mm) showed a higher resistance to compression. The mats made with coarse fibers (3.00 mm) presented a higher level of fracture and collapse which affected their capacity for heat conduction.
- The results of this investigation suggested that heat conduction is more efficient during the compression of mats with fine fibers (0.044 mm - 0.14 mm). This indicated that fine fibers had a lower tendency to produce void spaces in the fiber mat.
- 4. The void space affected heat conduction efficiency through the mat thickness.During the porosity measurements, fiber bundles and fiber cell wall fracture were observed. This had an impact on mat compression and heat conduction of the fiber mats.

## **CHAPITRE V: Relation among mat porosity, fiber size and gas permeability**

## 5.1. Résumé

La qualité du panneau fini est liée aux mécanismes de transfert de la chaleur et la masse pendant le pressage du panneau. En particulier, le débit de gaz dans l'ébauche de fibres a un haut effet sur le ramollissement des particules, la polymérisation de la résine et la formation du profil de masse volumique. L'effet de la taille des fibres et de la masse volumique sur la perméabilité au gaz et la porosité de l'ébauche a été étudié par la stratégie du profil de masse volumique homogène selon l'épaisseur. La relation entre la perméabilité au gaz et la porosité des ébauches de fibres a été aussi explorée. La perméabilité au gaz et la porosité ont été mesurées à cinq niveaux de masse volumique et trois tailles des fibres différentes dont les distributions ont été caractérisées. Les résultats obtenus ont révélé que l'effet de la masse volumique sur la porosité a été contrôlé par la taille des fibres. Ceci a indiqué que la taille des fibres a eu un effet significatif sur la structure poreuse de l'ébauche. La masse volumique a été la variable dominante sur la perméabilité au gaz. La taille des fibres n'a pas eu d'impact significatif sur la perméabilité au gaz. Ce résultat suggère que la perméabilité au gaz des ébauches de fibres n'a pas été sensible aux changements de la taille des fibres. En conséquence, un fort impact de la porosité sur la perméabilité au gaz est fortement probable.

## 5.2. Abstract

Panel final quality is related to heat and mass transfer mechanism during panel pressing. In particular, the gas flow in fiberboard mat has a great impact on particles softening, resin curing and density profile development. The effect of fiber size and density on gas permeability and mat porosity were investigated by uniform density profile strategy. The relationship between gas permeability and porosity of fiberboard mats was also explored. Both properties gas permeability and porosity were measured at five density levels and three fiber sizes which were characterized. The results obtained reveled that the effect of density on porosity was governed by fiber size. This indicated that the fiber size has a significant impact on mat porous structure. Mat density was the dominant variable on gas permeability. Fiber size had no significant effect on gas permeability. This finding suggests that the gas permeability of fiberboard mats was not sensitive to the changes of fiber size. Accordingly, a high impact of mat porosity on gas permeability is highly probable.

## **5.3. Introduction**

The hot-pressing process is the most crucial step in medium density fiberboard manufacturing owing to its considerable impact on the performance of final panel, energy consumption and production cost. Currently, the predictive models of hot pressing are based on physical laws of mass and energy conservation (Zambori *et al.* 2004; Dai and Yu 2004; Thoemen and Humphrey 2006; Kavazović*et al.* 2012). The accuracy of these numerical predictions is dependent on certain mat properties such as permeability and mat porosity. During hot-pressing process, a matrix composed by fibers, adhesive, water, small quantities of wax and void spaces is subdued to heat and pressure conditions. This generate mass and heat transfer phenomena which affect the final panel quality and in particular, the vertical density profile through the thickness. Heat transfer by steam convection is especially important because of this allows the softening of particles and resin polymerization. The mat porosity and permeability are fundamental variables governing the steam total pressure during hot pressing (Zambori *et al.* 2004; Kavazović*et al.* 2010).

The mat porosity is considered as a measure of voids spaces in fiberboard mat and it can be determined through density (Siau 1995). This property is an important parameter owing to the vapour movement taking place in voids spaces (Dai and Yu 2004; Belley 2009; Kavazović*et al.* 2010). However, few studies have been realized especially about this issue Tran *et al.* (2012) have concluded that during the compression of fiber mat, a large part of void space reduction is because of a decrease of void spaces between fibers. Works performed by Siau (1995) have reported porosity values at wood anhydrous conditions of 0.76 - 0.65 for low densities between 350 kg m<sup>-3</sup> to 550 kg m<sup>-3</sup> and 0.58 - 0.44 for high densities between 650 kg m<sup>-3</sup> to 850 kg m<sup>-3</sup>. Belley (2009) have found porosity average-values in fiber mats of 0.80 - 0.73 for low densities between 350 kg m<sup>-3</sup>. Studies on oriented strand 0.64 - 0.55 for high densities between 550 kg m<sup>-3</sup> to 800 kg m<sup>-3</sup>.

board realized by Zhou *et al.* (2008) have concluded that when the mat density is below  $650 \text{ kg m}^{-3}$  the distance of contact points between particles decrease significantly. Results reported by Delisée *et al.* (2008) have proposed that the mat deformation in compression is due mainly to a reorganization of fibers. These findings suggested that during mat pressing, the void spaces between fibers may have a dominant role in moisture transfer rate in fiber mat. Investigations on oriented strand board porosity during pressing realized by Li *et al.* (2009) have suggested that the mat provide show a pronounced decrease from 500 kg m<sup>-3</sup> and less of density.

There is a common agreement that permeability is a mat essential property because it controls the moisture transfer rate during hot pressing (Zambori et al. 2004; Thoemen and Klueppel 2008) and it is closely related to the density (Bolton and Humphrey, 1994). For these reasons, mat permeability has been studied extensively by some authors. Mat permeability is in fact transitory phenomena because it changes from the beginning to the end of hot pressing. Garcia and Cloutier (2005) have reported values of fiber mat permeability of 1.07 x10<sup>-12</sup>, 7.54 x10<sup>-13</sup>, 4.10 x10<sup>-14</sup> and 5.04 x10<sup>-15</sup> for 400, 650, 900 and 1150 kg m<sup>-3</sup> of density respectively. Belley (2009) measured gas permeability in a wide range of densities obtaining average-values from 8.61  $\times 10^{-12}$  to 8.32  $\times 10^{-14}$  for densities between 219 kg m<sup>-3</sup> and 917 kg m<sup>-3</sup>. Von Haas (1998) have obtained values of fiber mat permeability from  $1 \times 10^{-10}$  and  $1 \times 10^{-14}$  for densities between 200 kg m<sup>-3</sup> and 1000 kg m<sup>-3</sup>. In its study on numerical simulation of pressing wood-fiber composites, Haselein (1998) have reported permeability values from 6  $\times 10^{-12}$  to 5  $\times 10^{-14}$  for densities between 200 kg m<sup>-3</sup> and 750 kg m<sup>-3</sup>. These results reveal the need to obtain more accurate values of fiber mat permeability at low densities. This information is crucial to characterize the moisture mass transfer at the beginning of hot pressing, when the density profile through the thickness is forming.

The moisture steam flows through out of void spaces of fiber mat during hot pressing (Humphrey 1982; von Haas 1998). Kavazović*et al.* (2010) have demonstrated that the dominant mechanism during the mass and heat transfer is the moisture convective transfer. Thoemen and Klueppel (2008) reported that the mat permeability could be dependent on density and material characteristics. This suggests a link between structure and properties

of the mat (Kamke and Casey 1988; Thoemen *et al.* 2008). Bolton and Humphrey (1994) have proposed a combined impact of density and particle size on mat permeability. In the same approach, Dai *et al.* (2007) have suggested that the mat density and strand size may have an interactive effect on heat and mass transfer during hot pressing of oriented strand board. In the case of fiber mats, fiber size seems to have no significant effect on mat permeability (Belley 2009; Rebolledo *et al.* 2018). Hence, a study on permeability-porosity relationship and the effect of density and fiber size on both properties porosity and gas permeability may be more appropriate to investigate the impact of fiber size on moisture mass transfer. Hence, the purpose of this work was evaluate the effect of fiber size and density on mat porosity and gas permeability. The relationship between mat porosity and gas permeability was also analyzed. This investigation is part of an overall research to the improvement of hot pressing simulation predictions through the characterization of heat-mass transfer phenomena.

## **5.4.** Experimental

## 5.4.1. Uniform density profile approach

During hot pressing, the press platens are continuously moved from a starting position to the target position and maintained at this position for a time determined. Heat and pressure are applied on the mat which is compressed drastically from a thickness of 70-120 mm to 16 mm in a few seconds. In the hot-pressing study, the matis divided in thin layers parallel to press platens (Figure 5-1a). Homogeneous properties (density, porosity) of mat thin layers are often assumed (Gupta *et al.* 2007; Kavazovic *et al.* 2010). Therefore, the density solely changes from one layer to another. In particular, the evolution of density has a vital importance for transfer phenomena in the mat because it is related to many mat transitory properties (Haselein 1998; von Haas 1998; Thoemen 2006). In order to consider various local densities of the mat, forty-five mats were manufactured at five density levels (198 kg m<sup>-3</sup>, 415 kg m<sup>-3</sup>, 598 kg m<sup>-3</sup>, 810 kg m<sup>-3</sup> and 987 kg m<sup>-3</sup>). Mat porosity was measured for each laboratory panel and it was related to its corresponding density level. Thereby, the mat property observed (for instance, the porosity) from 198 kg m<sup>-3</sup> to 987 kg m<sup>-3</sup> depicts





b

**Figure 5-1** 3D schematic geometry of a fiber mat a. Representative conditions of porosity and density of the fiber mat during hot pressing. b. Laboratory panels (with homogeneous density profile) depicting local density in fiber mat.

## 5.4.2. Laboratory panel manufacturing

Forty-five panels were manufactured for measuring of mat porosity at three different fiber size: fine, medium and coarse. These fibers were obtained from chips of white spruce (Picea glauca (Moench) Voss) trees harvested at Petawawa Research Forest, Mattawa, Ontario, Canada. The chipswere refined at FPInnovations, Québec city, Québec, Canada.

The parameters of refining are listed in Table 1. The fiber sizes obtained of refining process are presented in Figure 5-2.

Fiber size	Plates Rotation Speed (rpm)	Pressure (bars)	Holding Time (s)	Plate Spacing (mm)	Temperature ( <sup>0</sup> C)
Fine	2750	8	120	0.10	170
Medium	2000	8	120	0.25	170
Coarse	2000	8	120	0.60	170

Table 5-1Fiber refining parameters for white spruce chips

Next the fibers were dried at 60°C and 17% of relative humidity to achieve a moisture content of fibers of 2%-3% in a Cathild model VS3 LM laboratory lumber dryer. Later, these fibers were fractionated to characterize the initial material after refining and drying as mentioned above. At once, the dried and characterized fibers were blended with ureaformaldehyde manufactured by Arclin Canada Ltd (14% oven-dry wood basis of UF adhesive at 70% solid content), wax manufactured by Momentive Specialty Chemicals Inc (1% oven-dry wood basis of wax emulsion at 58% solid content), water (14% oven-dry wood basis of distilled water). Further, a catalyzer ammonium chloride manufactured by VWR International Ltd (0.2% oven dry liquid UF adhesive basis of ammonium chloride at 25% of concentration to reduce the pH to 5) was applied. These chemicals were mixed for about 15 minutes in a in-house built drum blender equipped with pneumatic atomizers. Owing to the tendency of the fibers to form balls, they were passed through a screen refiner (Pallman, Model SI-MAG1MM 46990) to break these balls. During the ball refining, only the coarse fiber size showed a change in its distribution resulting in a high dispersion of fibers through mesh opening group for coarsefiber. All this blend was used for the mat formation. The mats were hand-formed (a random mat formation is assumed) and prepressed at room temperature. This pre-pressing of the mat was performed to decrease its thickness to 120 mm with an in-house built pre-press. The laboratory panel moulding was carried out in a Pressman (Alberta Innovates) with platens dimension of 862 mm x 862 mm. The temperature probe was placed at the core of the mat to measure temperature and vapor pressure. The dimension of each fiber mat was of 560 x 460 mm. They were pressed with the press platens temperature set from 80°C to 103°C to obtain homogeneous density profiles. The closing press was adjusted to the target thickness of 16 mm in about 20 seconds with an initial platens temperature of 80°C. When this temperature was reached in the core of the mat, the press platens temperature was increased by 5°C steps every 15 minutes until they reach 103°C. The last conditions were maintained in the press until 103°C was reached in the center of the panel. Then, the panelwas kept into the hot press at 103°C for 3 minutes. All the panels for porosity measurements were manufactured bythis last method to obtain a flat vertical density profile. Thus, the effect of typical density differences between surface and core layers through panel thicknessis eliminated. For each fiber size (fine, medium and coarse) fifteen panels were manufactured with target densities of: 200 kg m<sup>-3</sup>, 400 kg m<sup>-3</sup>, 600 kg m<sup>-3</sup>, 800 kg m<sup>-3</sup> and 1000 kg m<sup>-3</sup> (three panels for each density) which gave 15 panels for each treatment (density x fiber size).



**Figure 5-2** Mesh opening groups according to the fiber size. a) fine fiber size b) medium fiber size c) coarse fiber size (Rebolledo *et al.* 2018a)

## 5.4.3. Sampling and specimen preparation

Six specimens were obtained to perform the porosity and permeability test for each panel which gave a total of 270 observations for each test (Figure 5-3).



Figure 5-3 Cutting scheme of laboratory panel manufactured

A cube of 1-2 mm<sup>3</sup>was extracted from each laboratory panel of densities 198 kg m<sup>-3</sup>, 415 kg m<sup>-3</sup>, 598 kg m<sup>-3</sup>, 810 kg m<sup>-3</sup> and 987 kg m<sup>-3</sup> and fine, medium and coarse fiber sizes (Figure 5-4a). The cubes were dried to anhydrous conditions and impregnated with LR White medium grade, acrylic resin, model 14381, manufactured by Electron Microscopy Sciences Ltd. (Figure 5-4b). The following procedure was developed in our laboratories in order to obtain specimens for porosity measurements. The dried cubes were submerged in acrylic resin. After one hour, the resin was purged. This treatment was applied three times. Subsequently, the cubes were submerged again in the acrylic resin for 24 hours. The resin was purged and each cube was placed inside a clear gelatine capsule, 2 oz. size, model 7, manufactured by Galenova Inc. and filled with resin. Then, each capsule was covered with a gel cover and immediately placed inside an oven at 60°C for 24 hours to polymerize the resin. Later, these capsules were submerged in cold water for 10 min for gel softening. Next, the gel was retired entirely from the resin capsule surface already hardened (Figure 5-4b). Afterward, three thin slices of 3 µm in thickness were cut with a microtome from each impregnated cube. A total of 810 thin slices were obtained for porosity measurement. Each slice was stained with a solution of methylene-blue at 1%, blue-methyl azur II at 1% and water at neutral pH. Next, each slice was put on a microscope slide forming a

microtomed sample (Figure 5-4c). The final dimension of each microtomed specimen was about 1.44 mm x 1.83 mm x 3 μm (Figure 5-4d).



**Figure 5-4** Specimen preparation for porosity test. a) Cube cutting; b) cube impregnated with resin; c) slice microtomed form impregnated cube

Gas permeability specimen dimension was 50 mm diameter and 16 mm thickness (Figure 5-3). These specimens (270 total as already mentioned) were conditioned to 65% relative humidity and 21°C temperature in 21 days in oden to achieve moisture content close to 8%. These specimens were also used to measure the density profile and then verify the homogenous density profile through the thickness. This procedure was performed in an X-ray densitometer (Quintek Measurement Systems Inc., model QDP-01X). The measurements were made at intervals of 0.02 mm the specimen thickness. As expected, the results reveled a homogeneous density profile through the through the mat thickness. Next, the specimens were conditioned at same conditions already. The final moisture content average reached was 7.6 % (s=0.3).

## 5.4.4. Determination of mat oven-dry density

The mat density is a function of oven-dry density (Wang and Winistorfer 1991; Kavazovic *et al.* 2010). In the present work, the oven-dry densitywas obtained from Equation (1):

$$\rho_{OD} = \frac{\rho_{mat}}{(1+M)} \tag{5-1}$$

wherep<sub>mat</sub> is mat density (kg m<sup>-3</sup>) and M is moisture content of the mat (dimensionless). The oven-dry densitywas determined for fiber mats made with fine, medium and coarse fiber sizes. A second order-polynomial equation for mat porosity as a function of oven-dry densitywas established with results reported.

#### 5.4.5. Mat porosity measurements

An image analysis method was used to measure mat porosity (Rebolledo et al. 2018b). With this procedure the void spaces are measured on an image taken from each microtomed sample (Figure 5-4d) using black and white contrast. The images displayed on the screen were divided into four zones during optical microscope observation (Nikon, model eclipse E600) with a magnification of 40x (Chaffey 2002) according Figure 5-5a. Then, one image was taken for each of these zones with a Pixelink, model PL-A686C camera, with a resolution of 2208 x 3000 pixels and an image size of 7.7 x 10.5 mm. The images presented noise and impurities, which were corrected and improved with the Adobe Photoshop program, version CS6 Extended, manufactured by Adobe Systems Incorporated. Four imageswere obtained for each microtomed sample, which gave a total of 3240 images. The porosity measurements were performed for each of these images. Thereby, four imageswere taken for each microtomed sample. The average percentage of void spaces found in these four images was considered as the porosity of the specimen. When all the imageswere taken, the porosity was calculated by black and white contrast (Figure 5-5b) with the Wincell program, version v2004a, manufactured by Regent Instruments Inc. This software calculated the percentage of black pixels in the image. Later, this percentage was divided by 100 in order to get to number factor.



**Figure 5-5** Porosity measurements by color contrast method a) measurements sequence of void spaces on images taken from specimen slice microtomed of fiberboard mat at 803 kg m<sup>-3</sup> of density; b) Applying white-black color contrast to microtomed slice images of fiberboard mat at 590 kg m<sup>-3</sup> of density

## 5.4.6. Gas permeability measurements

Measurements of gas permeability were performed using a gas permeability device developed in our laboratory by Lihra et al. (2000). Figure 5-6a illustrate this apparatus, which is composed mainly of a cylinder of compressed air provided with a pressure regulator in order to regulate the gas flow at pressure required, a specimen holder and five flowmeters arranged in ascending form to measure the gas flow rate. Gas permeability test was performed on two hundred seventy specimens of 50 mm diameter and 16 mm thickness conditioned to 8% moisture content. A silicon seal was applied on the edge of all gas permeability specimens with the purpose of each specimen makes a tight seal in its longitudinal direction with the rubber sleeve surrounding it in specimen holder. Additionally, two basswood (Tilia americana) discs (which has a high longitudinal permeability level) were put one in the inlet and the other in the outlet sides in order of distribute correctly the air flow. During this test, the air flow was measured applying four inlet pressure levels: 50, 100, 150 and 200 kPa. The gas flowed from the cylinder towards the specimen holder inlet. Next, this air passed through the fiberboard disk and then leaves by the specimen holder outlet through the gas flowmeters where the gas flow was measured (Figure 5-6). Applying Darcy's law modified to gas flow (Siau, 1995), it was obtained Eq. 2 to calculate apparent permeability  $k_{g}^{*}$  (m<sup>3</sup><sub>gas</sub> m<sup>-1</sup><sub>wood</sub>s<sup>-1</sup>Pa<sup>-1</sup>) where Q is the volumetric

flow rate measured ( $m_{gas}^3 s^{-1}$ ), L is the sample length in the flow direction ( $m_{wood}$ ), P is the pressure at which Q is measured (Pa), A is the cross sectional area of the sample ( $m_{gas}^2$ ),  $\Delta P$  is the pressure differential across the sample (Pa) and  $\overline{P}$  is the average pressure across the sample (Pa).

$$k_g^* = \frac{QLP}{A\Delta P\bar{P}} \tag{5-2}$$

Plotting the gas permeability apparent  $k_g^*$  versus inverse pressure P<sup>-1</sup> (Figure 5-6b) it was possible obtain the gas permeability corrected by slip flow  $k_g (m_{gas}^3 m_{wood}^{-1} Pa^{-1})$  of each specimen. As presented in Eq. 3, this value was multiplied by air viscosity  $\mu_{air}$  (Pa s) in order to calculate the intrinsic permeability (K) of each specimen. This permeability value is solely a function of material porous structure and independent of gas used.

$$K = k_g \mu_{air} \tag{5-3}$$



а



**Figure 5-6** Procedure of gas permeability measurement a) Gas permeability device; b) Typical plot of apparent gas permeability versus the reciprocal average pressure depicting the presence of slip flow

## 5.4.7. Data analysis

An analysis of variance was made to evaluate the effect of density and fiber size on mat porosity and gas permeability. Besides, a regression analysis was realized to evaluate the relationship between the mat porosity and oven-dry density at fine, medium and coarse fiber size. The relationship between porosity and gas permeability of fiberboard mat was also examined. All analyses were performed with a level significance of 5%. Statistical analysis was realized with in the SAS 9.4 (Cary, NC, USA) program. Regression analysis was carried out in the MATLAB (Natick, Massachusetts, U.S.A.) numerical analysis software.

## 5.5. Results and discussion

## 5.5.1. Mat porosity

An analysis of variance performed to determine the effect of density and fiber size is presented in Table 2. The results showed an interaction between both variables mat density and fiber size highly significant on porosity response variable. Determining value (F value = 3907) for density indicated that this variable had a significant effect on porosity. However, its effect is depending of fiber size used in fiberboard mat forming because the highly significant interaction of both variables, density and fiber size (p-value < .0001). A study realized by Drolet and Dai (2010) have proposed that the mat density govers fiberboard mat structure. Given the resultant interaction of the analysis of variance, the fiber size controls the effect of density on mat porosity.

**Table 5-2**Analysis of variance performed for the mat porosity at different density levels

 and fiber sizes.

Source	DF	Sum of squares	Mean square	F Value	Pr > F
Mat density	4	670202	167550	3907	<.0001
Fiber size	2	10660	5330	124	<.0001
Mat density x fiber size	8	4515	564	13	<.0001

The evolution of porosity against mat density as a function of fiber size is presented in Figure 5-7. As expected, it can be observed that the mat porosity decreased with an increase of density in all fiber sizes. It can be seen that the porosity curve had a higher slope at densities below 600 kg m<sup>-3</sup>. This phenomenon was also observed by Li *et al.* (2009) in experiments realized on oriented strand board. This suggested a fast removal of void spaces between fibers of fiberboard mat at low densities up to 600 kg m<sup>-3</sup>. Moreover, it was found that the mats made with fine size presented a higher variability when the fiber mat had a density level of 400 kg m<sup>-3</sup> approximately. Porosity of medium fiber mats showed a high variability between 400 and 800 kg m<sup>-3</sup>. A higher variability of coarse fiber mat porosity was noticed between 400 kg m<sup>-3</sup> and 800 kg m<sup>-3</sup> de density. This confirmed that

the fiber size had an important impact on mat porous structure which was in agreement with studies on wood-composite panels realized by Thoemen and Klueppel (2008) and Sliseris *et al.* (2017).



**Figure 5-7** Porosity against oven-dry density as a function of fiber size: a. Fine fiber, b. Medium fiber, c. Coarse fiber. Vertical lines indicate standard deviation.

Experimental data of porosity were fitted to a second-degree polynomial equation as a function of oven-dry density (Equation 4) where  $\rho_{OD}$  is oven-dry density and  $\alpha_{1,2,3}$  are coefficients for regression equation of fine, medium and coarse fiber size. The coefficient of determination for three equations (fine, medium and coarse fiber size) was similar  $R^2$ =0.92-0.93. These results pointed out that between 7% and 8% of the total porosity variation could not be explained by these models. The parabola curvature is depicted by quadratic parameter  $\alpha_1$  of the regression equation (Eq.4). The higher magnitude of this value represents a faster removal of void spaces in the fiberboard mat when the mat density increase. As can be observed in Table 3,  $\alpha_1$  corresponding to porosity in mats made with fine fibers was slightly higher than for mats made with medium and coarse fibers. This demonstrated that the porosity decreased faster in mats made with fine fiber size. Hence, a

more efficient compression of mats made with fine fibers (0.044 - 0.14 mm) can be expected.

$$Porosity = \alpha_1 \rho_{OD}^2 + \alpha_2 \rho_{OD} + \alpha_3$$
(4)

**Table 5-3** Constants for regression equation to calculate the mat porosity as a function of oven-dry density (Equation 5)

Fiber size	α1	α <sub>2</sub>	α3	$R^2$
Fine	3.8 x10 <sup>-7</sup>	- 9.10 x 10 <sup>-4</sup>	0.99	0.93
Medium	2.9 x10 <sup>-7</sup>	- 9.43 x 10 <sup>-4</sup>	1.01	0.92
Coarse	3.0 x10 <sup>-7</sup>	- 9.38 x 10 <sup>-4</sup>	1.00	0.93

## 5.5.2. Gas permeability-porosity relationship

Table 5-4 presents the analysis of variance to evaluate the effect of density and fiber size on gas permeability. Mat density showed an effect very significant on gas permeability (pvalue <.0001) which was in agreement with results reported by Dai *et al.* (2005), Garcia and Cloutier (2005), Thoemen *et al* (2008) and Belley (2009). However, the fiber size was not statistically significant in relation to the gas permeability as expected. Works realized by Dai *et al.* (2005) on oriented strand board have proposed that the fiber size have a significant impact on gas pressure during hot pressing. They also demonstrated that the mat gas permeability became less sensitive as the fiber size decreased. Given that in the case of fiberboard small particles are used (fibers) in comparison to oriented strand board, the difference no significant observed of fiber size on gas permeability could be due to the gas flow are no sensitive to the changes of fiber size considered in this investigation, which are usually used in panels manufacturing. Besides, Duncan test evidenced statistically significant differences between all density groups with exception of the density levels 800 kg m<sup>-3</sup> and 1000 kg m<sup>-3</sup> which have composed a single homogeneous group. This indicated that the mat density had an impact on gas permeability when the fiber mat is densified until 800 kg m<sup>-3</sup>, Thereby, the gas permeability of core layers of the mat might change significantly during hot-pressing contrary to the high-density layers near mat surface.

**Table 5-4** Analysis of variance for intrinsic permeability at different levels of mat density and fiber sizes.

Source	DF	Sum of squares	Mean square	F Value	Pr>F
Mat density	4	1.86x10 <sup>-21</sup>	4.65x10 <sup>-22</sup>	1437.42	<.0001
Fiber size	2	$1.42 \times 10^{-24}$	7.10x10 <sup>-25</sup>	2.20	0.1134
Mat density x fiber size	8	3.71x10 <sup>-24</sup>	4.64 x10 <sup>-25</sup>	1.44	0.1821

Results of gas permeability versus mat porosity are illustrated in Figure 5-8. Compared to high porosities when the fiber mats are less compressed, at low porosities can be seen a low permeability and also low variability. This validate the controlling effect of density on gas permeability already mentioned. All fiber sizes showed this last behavior. However, gas permeability in mats made with medium fiber size showed a very high variability in comparison to the others two fiber sizes. These differences in variability could be due to the impact of fiber size mat porous structure as proposed by Bolton and Humphrey (1994) and Dai et al. (2005) and Thoemen et al. (2008). A higher variability of gas permeability was noticed at 0.62 of porosity in mats made with fine and medium fiber sizes. Gas permeability of mats made with coarse fibers had a high variability when the porosity level was 0.74 approximately. This indicated that the fiber size had a significant influence on gas flow in the fiber mats. In particular, it was observed a very high variability of gas permeability when the porosity was of around 0.62 in the fine and medium fiber mats. This could be due to the fine and medium fiber size generated a porous structure more variable in comparison to the coarse fiber size. As a result, the fiberboard mat gas permeability could be dependent on porous structure as suggested in the literature (Bolton and Humphrey 1994, Dai et al. 2005, Thoemen and Klueppel 2008, Li et al. 2009). In relation to fiber size, a similar porous structure at different fiber sizes could likely occur. For this reason, significant differences were not observed in the analysis of variance for gas permeability (Table 5-4).



**Figure 5-8** Gas permeability against mat porosity as a function of fiber size: a. Fine fiber, b. Medium fiber, c. Coarse fiber Vertical lines indicate standard deviation.

## 5.6. Conclusions

- 1. In relation to mat porosity, a significant interaction between the density and fiber size was observed.
- 2. Fiber size had an impact significant of mat porosity. This indicated that the fiber size was a dominant variable on porosity.
- 3. Gas permeability was affected significantly by mat density. Nevertheless, the fiber size did not have an impact on this property.
- 4. A high variability of gas permeability was observed in fine and medium fiber mats with a porosity of around 0.62. This suggested the occurrence of an important transition point from porous structure viewpoint around this porosity level.
- 5. Fiber size was a significant variable controlling the mat porosity. Conversely, this variable did not affect gas permeability. Given these findings, we suggest to consider the mat porosity (instead of fiber size) as an essential variable in the study

of mass and heat transfer during hot pressing. The fiber size should be considered solely in the study of fiberboard mat porosity.

6. Fiber size should be considered in predictive models as in-put variable of mat porosity.

## **Conclusion générale et recommandations**

Les panneaux de fibres de bois sont des produits appréciés à cause de leurs bonnes qualités de surface, de finition et de performance mécanique, bien que ce produit ne soit pas un matériau structural. Pendant la fabrication du panneau de fibres, le pressage à chaud est une étape importante en raison de sa consommation d'énergie et de son impact sur la productivité de l'usine et sur les coûts de production. En outre, lors du pressage à chaud, le profil de masse volumique à travers l'épaisseur du panneau se développe. Cette caractéristique du produit final a un effet significatif sur les propriétés physiques et mécaniques du panneau fini. Les mécanismes de transfert de la masse et de la chaleur dans l'ébauche durant le pressage sont complexes car ils interagissent entre eux et changent dans l'espace etdans le temps. En conséquence, l'étude des propriétés de l'ébauche de fibres est alors justifiée. L'objectif général de ce travail de recherche était d'étudier les mécanismes fondamentaux de transfert de la masse et de la chaleur afin d'améliorer la précision des résultats prédictifs obtenus à partir de la simulation du pressage à chaud de panneaux de fibres.

Quarante-cinq panneaux de fibres avec un profil de masse volumique uniforme selon l'épaisseur ont été fabriqués afin d'enlever l'effet de la différence de masse volumique selon l'épaisseur du panneau sur les propriétés à mesurer. Les ébauches ont été faites de fibres avec trois distributions de taille différentes. Alors, les facteurs choisis ont été la masse volumique et la taille des fibres. Les masses volumiques ciblées étaient 198 kg m<sup>-3</sup>, 415 kg m<sup>-3</sup>, 598 kg m<sup>-3</sup>, 810 kg m<sup>-3</sup> et 987 kg m<sup>-3</sup> et les tailles de fibres considérées étaient fines (0,04-0,14 mm), moyennes (0,15-0,71 mm) et grossières (0,72-3,00 mm). Les niveaux de masse volumique ont été sélectionnés en accord avec la masse volumique locale observée dans le profil de masse volumique d'un panneau commercial (masse volumique moyenne = 750 kg m<sup>-3</sup>). De cette manière, chaque masse volumique ciblée représenta un niveau de masse volumique locale dans l'ébauche de fibres pendant le pressage à chaud. L'effet de la taille des fibres a été aussi évalué. Les plus hautes proportions dans les groupes de taille fine, moyenne et grossière furent 0,14 mm, 0,71 mm et 3,00 mm respectivement. Les variables réponses considérées dans cette recherche furent la perméabilité au gaz, la

conductivité thermique et la porosité. Ainsi, dans le but d'atteindre l'objectif général déjà mentionné ci-dessus, ce projet de recherche a été divisé en trois volets.

Le premier volet a trait à l'évaluation de la perméabilité au gaz des ébauches de fibres à cinq niveaux de masse volumique ciblés et trois tailles de fibres différentes. Les résultats ont indiqué que la masse volumique a un effet très significatif sur la perméabilité au gaz. Cependant, il n'y a pas eu d'effet significatif de la taille des fibres sur la perméabilité au gaz. Les niveaux de perméabilité au gaz observés furent entre 2,16 x10<sup>-13</sup> m<sup>2</sup> et 5,96 x10<sup>-</sup> <sup>12</sup> m<sup>2</sup>. La perméabilité au gaz a diminué significativement avec une augmentation de la masse volumique de l'ébauche. Ce résultat indique que lors du pressage à chaud, la perméabilité des couches du centre de l'ébauche est différente de la perméabilité des couches près de la surface. Cependant, la perméabilité au gaz n'a pas diminué pas significativement entre 810 kg m<sup>-3</sup> et 987 kg m<sup>-3</sup> de masse volumique. Alors, la perméabilité des couches près de la surface n'est pas différente de la perméabilité des couches localisées entre la surface et le centre de l'ébauche. D'ailleurs, une notable diminution du niveau de perméabilité au gaz a été observée lorsque la masse volumique augmente de 598 kg m<sup>-3</sup> vers 810 kg m<sup>-3</sup>. D'ailleurs, la plus haute variabilité (8,35 x10<sup>-13</sup> m<sup>2</sup>) a été observée autour de ce même niveau de masse volumique. Probablement, la masse volumique d'environ 600 kg m<sup>-3</sup> est un point de transition important du point de vue de la structure poreuse de l'ébauche de fibres car le débit de gaz se produit par les espaces vides.

Le deuxième volet vise à déterminer la conductivité thermique et la porosité à différentes masses volumiques et tailles de fibres. La conductivité thermique a été mesurée par la méthode du *steady-state thermal resistance* décrite dans la norme ISO 8302:1991, avec un gradient de 1,6° mm<sup>-1</sup>. La porosité a été calculée par la procédure du contraste de la couleur noir et blanc développée dans ce projet. Cette technique utilise des coupes minces d'échantillons extraits de panneaux de fibres imprégnés avec la résine acrylique. Les résultats de la conductivité thermique ont montré une interaction très significative entre la masse volumique et la taille des fibres. La taille des fibres fut une variable déterminante pour la conductivité thermique. Ceci est particulièrement intéressant car la conduction de la chaleur se produit à travers la phase solide du système, c'est-à-dire les fibres qui composent l'ébauche. La taille moyenne des fibres (où une haute proportion était entre 0,60

et 0,71 mm) a présenté une plus haute résistance à la compression. Les fibres grossières (3,00 mm) ont montré une diminution inattendue de la conductivité thermique lorsque la masse volumique a augmenté de 598 kg m<sup>-3</sup> à 810 kg m<sup>-3</sup> à cause d'un plus haut niveau de fracture des fibres. En effet, la conduction de la chaleur a été plus efficace dans les ébauches faites avec des fibres fines. La taille des fibres fut aussi un facteur dominant sur la porosité de l'ébauche de fibres. Les ébauches faites avec des fibres fines ont une plus faible probabilité de produire des espaces vides.

Le troisième volet a porté sur l'analyse de l'effet de la taille des fibres et de la masse volumique sur la porosité et la perméabilité au gaz en considérant aussi la relation entre la porosité et la perméabilité au gaz. Sur la base des résultats obtenus, la taille des fibres fut une variable significative seulement pour la porosité. La masse volumique a eu un important impact sur la porosité et la perméabilité. La notable diminution du niveau de la perméabilité autour de 600 kg m<sup>-3</sup> a coïncidé avec un niveau de porosité de 0,62. Celle-ci indique que lorsque l'ébauche de fibres atteint ce niveau de porosité, la structure interne de l'ébauche commence à changer plus rapidement pendant la compression de l'ébauche.

Les résultats de ce travail de recherche ont confirmé que la masse volumique est une variable qui affecte la perméabilité au gaz, la conductivité thermique et la porosité de l'ébauche de fibres. Étant donné que la densité locale change durant le procédé de pressage complet, les propriétés physiques de l'ébauche changent significativement. La taille des fibres a eu un grand impact sur la structure poreuse de l'ébauche et sa conductivité thermique. À cet égard, il est fortement recommandé d'incorporer la taille des fibres dans la modélisation du pressage à chaud. La taille des fibres n'a pas eu un effet significatif sur la perméabilité au gaz. Probablement, la taille des fibres. Alors, différentes distributions de fibres pourraient générer des tailles de pores similaires en produisent des débits de gaz aussi similaires. La taille des fibres est un attribut qui affecte la conduction de la chaleur et la structure poreuse de l'ébauche de fibres ait un impact sur la conduction de la chaleur. Cependant, il n'y a pas

eu d'évidence significative dans cette étude pour affirmer que la taille des fibres ait un impact sur la pression de la vapeur.

Tel que mentionné ci-dessus, les résultats de cette étude ont montré l'impact significatif de la masse volumique sur la perméabilité au gaz des ébauches de fibres. Toutefois, une diminution notable de la perméabilité a été observée lorsque la masse volumique des panneaux de fibres augmenta de 598 kg m<sup>-3</sup> à 810 kg m<sup>-3</sup>. Il serait intéressant d'évaluer la perméabilité au gaz dans les ébauches de fibres entre 350 kg m<sup>-3</sup> et 650 kg m<sup>-3</sup> de masse volumique afin de trouver plus précisément le niveau auquel se produit cette diminution remarquable. De plus, la perméabilité au gaz observée entre ces niveaux de masse volumique autour des couches centrales où la pression de la vapeur est plus haute pendant le pressage. La taille des fibres n'a eu aucun effet sur la perméabilité au gaz des ébauche, l'effet de la porosité de l'ébauche de fibres sur la perméabilité au gaz devrait être étudié avec plus de détail, au lieu de la taille des fibres. Par rapport à la conduction de la chaleur selon l'épaisseur de l'ébauche, un point important serait de raffiner l'étude de l'effet de la taille des fibres en considèrent d'autres distributions de taille de fibres.

Dans ce travail de recherche, des paramètres fondamentaux à la modélisation du pressage à chaud (perméabilité, conductivité thermique et porosité) ont été déterminés expérimentalement en relation à la taille des fibres et la masse volumique. Ces résultats peuvent être considérés dans la simulation du pressage des panneaux MDF. En effet, dans la simulation, les valeurs prédictives de l'évolution de la température de l'ébauche de fibres peuvent être estimées à partir des résultats de conductivité thermique observés dans cette étude. Cependant, la conductivité thermique a été déterminée avec un gradient de 1,6 °C mm<sup>-1</sup>, ce qui correspond aux premières étapes de réchauffement des couches de surface et, d'ailleurs, des couches près du centre de l'ébauche de fibres. D'autres gradients de température n'ont pas pu être considérés à cause de la longue durée des mesures de conductivité thermique (entre 4 à 6 heures par échantillon dans les panneaux de masse volumique entre 200 kg m<sup>-3</sup> et 400 kg m<sup>-3</sup>). Pour les travaux futurs, une bonne option serait de diminuer la taille d'échantillonnage ou bien considérer un plus faible nombre de

traitements. Ceci pourrait diminuer considérablement le temps de mesure de la conductivité thermique. Comme déjà mentionné, il serait intéressant de déterminer la perméabilité au gaz à des niveaux de masse volumique autour de 598 kg m<sup>-3</sup>. Ceci permettrait d'observer, en plus, l'évolution de la perméabilité au gaz dans les couches près du centre de l'ébauche de fibres où l'augmentation de la pression de vapeur est plus importante. Les valeurs de porosité obtenues par le procédé d'analyse d'image ont été en accord avec ceux de la littérature. En dépit du fait que ce procédé a l'inconvénient de la longue durée de la préparation des échantillons, en l'absence d'autres méthodes de mesure plus rapides, la détermination de la porosité est une variable qui doit être considérée dans les modèles prédictifs, particulièrement dans la simulation de l'évolution de la pression de vapeur.

# Bibliographie

Ai, W., Duval, H., Pierre, F. et Perré, P. 2017. A novel device to measure gaseous permeability over a wide range of pressures: characterization of slip flow for Norway spruce, European beech, and wood-based materials. Holzforschung 71(2): 147-162.

Ayrilmis, N., Taşdemir, M. et Akbulut, T. 2017. Water absorption and mechanical properties of PP/HIPS hybrid composites filled with wood flour. Polymer Composite 38(5): 863-869.

Belley, D. 2009. Détermination des propriétés de transfert de chaleur et de masse des panneaux de fibres de bois MDF. Thèse de maîtrise en sciences du bois. Université Laval, Ville de Québec. 70 p.

Benthien, J. T. et Thoemen, H. 2013. Effects of agglomeration and pressing process on the properties of flat pressed WPC panels. Applied polymer, article publié on-line le 02 Mars 2013. DOI: 10.1002/APP.39155

Benthien, J. T., Bähnisch, C., Heldner, S. et Ohlmeyer, M. 2014. Effect of fiber size distribution on medium-density fiberboard properties caused by varied steaming time and temperature of defibration process. Wood Fiber Science 46(2): 175-185.

Boles, M. et Çengel, Y. 1998. Thermodynamics engineering approach. McGraw-Hill, 1010 p.

Bolton, A.J. et Humphrey, P.E. 1988. The hot pressing of dry-formed wood-based composites. Part I. A review of the literature, identifying the primary physical process and the nature of their interaction. Holzforshung, 42(6):403–406.

Bolton, A.J., Humphrey, P.E. et Kavvouras, P.K. 1989. The hot pressing of dry-formed wood-based composites. Part III Predicted pressure and temperature variation with time and compared with experimental data for laboratory board. Holzforschung, 43(4):265–274.

Bolton, A. J. et Humphrey, P. E. 1994. The permeability of wood-based composite materials. Holzforschung 48: 95–100.

Bouafif, H., Koubaa, A., Perré, P. et Cloutier, A. 2009. Effects of fiber characteristics on the physical and mechanical properties of wood plastic composites. Composites Part A, 40(12): 1975–1981.

Bourai, K., Riedl, B. et Cloutier, A. 2013. Effect of Temperature on the Thermal Conductivity of Wood-Plastic Composites. Polymers and Polymer composites 21(7): 413-422.

Budakci, M., Pelit, H., Sonmez, A. et Korkmaz, M. 2016. The effects of densification and heat post-treatment on hardness and morphological properties of wood materials. Bioresources 11: 7822–7838.

Bowen, M. 1970. Heat transfer in particleboard during hot pressing. Ph.D. Thesis. Colorado State University. 114 p.

Chaffey, N. 2002. Wood Formation in Trees. Wood microscopical techniques. Taylors and Francis, New York. 364 p.

Cloutier, A. 2018. Notes de cours Panneaux Agglomérés. Université Laval, Ville de Québec. 123 p.

Dai, C. et Steiner, P. 1997. Spatial structure of wood composites in relation to processing and performance characteristics. Wood science and Technology 28(1): 45-51.

Dai, C. et Yu, C. 2004. Heat and mass transfer in wood composite panels during hotpressing: Part 1 A physical-mathematical model. Wood and Fiber Science, 36(4):585-597.

Dai, C., Yu, C. et Zhou, X. 2005. Heat and mass transfer in wood composite panels during hot pressing: Part II Modeling void formation and mat permeability. Wood Fiber Science 37: 242–257.

Dai, C., Yu, C., Xu C. et He, G. 2007. Heat and mass transfer in wood composite panels during hot pressing: Part 4. Experimental investigation and model validation. Holzforschung (61): 83–88.

Denisov, O.B. et Sosnin, M.S. 1967. Characterization of changing temperature and steam pressure inside a particleboard mat during pressing. Derev Prom 16(8):11

Delisée, C., Badel, E., Lux, J. et Malvestio, J. 2008. Caractérisation microstructurale 3D et densification locale d`isolants fibreux cellulosiques sollicites en compression. XXVI Rencontres universitaires de génie civil. Nancy, France. June 4-6. 8 p.

Delisée, C., Lux, J. et Malvestio, J. 2010. 3D Morphology and Permeability of Highly Porous Cellulosic Fibrous Material. Transport Porous Media 83: 623-636.

Dikobe, D. G. et Luyt, A. S. 2007. Effect of poly(ethylene-coglycidyl methacrylate) compatibilizer content on the morphology and physical properties of ethylene vinyl acetate-wood fiber composites. Journal of Applied Polymer Science 104: 3206–3213.

Dogu, D., Tirak, K., Candan, Z. et Unsal, O. 2010. Anatomical investigation of thermally compressed wood panels. Bioresources 5: 2640–2663.

FAO, 2016. Global Forest Products Facts and Figures. Wood-based panels. Disponible à http://www.fao.org/3/I7034EN/i7034en.pdf. (cité le 8 octobre 2018).

Garcia, R.A. et Cloutier, A. 2005. Characterization of heat and mass transfer in the mat during the hot pressing of MDF panels. Wood and Fiber Science 37(1): 23-41.

Geng, X., Deng, J. et Zang, S.Y. 2006. Effects of hot-pressing parameters and wax content on the properties of fiberboard made from paper mill sludge. Wood and Fiber Science. 38(4): 736-741.

German, R.M. 1989. Particle Packing Characteristics. Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey. 443 p.

Gupta, A., Jordan, P. et Pang, S. 2013. Modelling the heat and mass transfer during hot pressing of medium density fiberboard. Chemical Product and Process Modelling (8)1, 27-39.

Guillemette, A. 1982. Éléments de physique du bois. Les éditions FM, Victoriaville. 154 p.

Haselein, C.R. 1998. Numerical simulation of pressing wood-fiber composites. Thèse de doctorat, Oregon State University, Oregon. 244 p.

Hata, T., Kawai, S., Ebihara, T. et Sasaki. H. 1993. Heat Flow in Particle Mat and Properties of Particleboard under Steam-Injection Pressing. Mokuzai Gakkaishi 39(2):161–168.

Humphrey, P.E. 1982. Physical aspects of wood particleboard manufacture, Thèse de doctorat, University of Wales, Wales. 156 p.

Hunt, J.F. et Gu, H.M. 2006. Two–dimensinal finite element heat transfert model of softwood. Part I Effective thermal conductivity. Wood Fiber Sci 38 (4) : 592-598.

ISO 8302: 1991. 2013. Thermal Insulation—Determination of Steady-State Thermal Resistance and Related Properties—Guarded Hot Plate Apparatus; Comité technique ISO/TC 163; Organisation internationale de normalisation. Geneva.

Kamke, F.A. et Casey, L. 1989. Fundamentals of flakeboard manufacture: Internal-mat conditions. Forest. Products Journal. 38: 38–44.

Kamke, F.A. et Zylkowski, S.C. 1989. Effect of wood-based panel characteristics on thermal conductivity. *Forest Products Journal. 39*: 19–24.

Kamke, F.A. 2003. Physical of hot-pressing. Fundamentals of Composite Processing. Madison, Wisconsin. 5-6 November. 126 p.

Kavazović, Z., Deteix, J., Cloutier, A. et Fortin, A. 2010. Sensitivity study of a numerical model of heat and mass transfer involved during the medium-density fiberboard hot pressing process. Wood Fiber Science 42: 130–149.

Kavazović, Z., Deteix, J., Cloutier, A. et Fortin, A. 2012a. Numerical modeling of the medium-density fiberboard hot pressing process, Part I: Coupled heat and mass transfer model. Wood Fiber Science 42: 168–188.

Kavazović, Z., Deteix, J., Fortin, A., et Cloutier, A. 2012b. Numerical modeling of the medium-density fiberboard hot pressing process, Part II: Mechanical and heat and mass transfer models. Wood Fiber Science 44: 1–20.

Kayihan, F. et Johnson, J.A. 1983. Numerical Methods in Heat Transfer. Heat and moisture movement in wood composite materials during the pressing operation—A simplified model. (2nd edition). John Wiley and Sons, New York, New York. 531 p.

Leandro, L. 2010. Propiedades de familias de Eucalyptus nitens relacionadas con el secado. Thèse de doctorat en science et technologie du bois. Universidad del Bío-Bío, Concepción. 126 p.

Lehmann, W.F. 1972. Moisture stability relationships in wood-base composition boards. Forest Products Journal 32(10): 38-46.

Li, P., Dai, C. et Wang, S. 2009. A simulation of void variation in wood-strand composites during consolidation. Holzforschung 63: 357–361.

Lihra, T., Cloutier, A. et Zhang, S-Y. 2000. Longitudinal and transverse permeability of balsam fir wet wood and normal heartwood. Wood Fiber Science 32(2): 64-178.

Maku, T., Hamada, R., et Sasaki, H. 1959. Studies on the particleboard. Report 4: Temperature and moisture distribution in particleboard during hot-pressing. Wood Research Kyoto University. 21: 34-46.

Moslemi, A. A. 1974. Particleboard. Technology (volume 2). Carbondale, I11. Southern Illinois University Press. 245 p.

Nair, M. 1998. Wood anatomy and major uses of wood. Faculty of Forestry, Universiti Putra Malaysia, Selangor. 152 p.

Neagu, R. C., Gamstedt, E. K., Bardage, S. L. et Lindström, M. 2006. Ultrastructural features affecting mechanical properties of wood fibres. Wood Material Science and Engineering 1: 146-170.

Ngueho Yemele, M.C. 2008. Développement de panneaux de particules à base d'écorce d'épinette noire et de peuplier faux-tremble. Thèse de doctorat, Université Laval, Ville de Québec. 174 p.

Perré, P. et Agoua, E. 2001. Propriétés de transfert massique dans les panneaux de MDF: Identification de paramètres morphologiques à partir de mesures de perméabilité et de diffusivité. Les Cahiers Scientifiques du Bois 2:105–117.

Pettersson, P., Staffan Lundström, T. et Wikström, T. 2006. A method to measure the permeability of dry fiber mats. Wood Fiber Science. 38: 417–426.

Rebolledo, P. 2013. Interrelación entre las propiedades anatómicas y físicas con la permeabilidad gaseosa y estudio de la difusión del agua en Eucalyptus nitens. Thèse de maîtrise en science et technologie du bois. Departamento de Ingeniería en Maderas. Universidad del Bío-Bío, Concepción. 157 p.

Rebolledo, P., Cloutier, A. et Yemele, M. C. 2018a. Gas permeability of fiberboard mats as a function of density and fiber size. Wood Material Science and Engineering 1: 1–8. Rebolledo, P., Cloutier, A. et Yemele, M. C. 2018b. Effect of density and fiber size on porosity and thermal conductivity of fiberboard mats. Fibers 6(4): 81.

Sackey, E.K. et Smith, G.D. 2010. Characterizing macro-voids of uncompressed mats and finished particleboard panels using response surface methodology and X-ray CT. Holzforschung 64: 343–352.

Salvo, L. 2004. *Relación de la estructura anatómica con la permeabilidad y tasa de secado de la madera de Pinus radiata D.Don*. Thèse de maîtrise en science et technologie du bois. *Universidad del Bío-Bío, Concepción*. 79 p.

Shi J. L, Zhang S. Y. et Riedl B. 2005. Effect of juvenile wood on strength properties and dimensional stability of black spruce medium density fiberboard panels. Holzforschung 59:1–9

Siau, J. 1984. Transport processes in wood. Springer-Verlag, New York. 245 p.

Siau, J. 1995. Wood: Influence of Moisture on Physical Properties; Department of Wood Science and Forest Products, Virginia polytechnic Institute and State University: Blacksburg, Virginia. 227 p.

Sliseris, J., Handra, H., Kabel, M., Dix, B. et Plinke, B. 2017. Virtual characterization of MDF fiber network. European Journal Wood and Wood Products, 75: 397–407.

Sonderegger, W. et Nienz, P. 2009. Thermal conductivity and water vapour transmission properties of wood-based materials. European Journal Wood and Wood Products 67: 313–321.

Stark, N.M. et Berger, M.J. 1997. Effect of particle size on properties of wood-fiber reinforced polypropylene composites. In Proc. Wood Fiber-Plastic Composites Conference, Forest Products Society, Madison, Wisconsin, USA, May 12-14, pp. 134-143.

Stokke, D., Wu, Q. et Han, G. 2014. Wood and Natural Fiber Composites. John Wiley et Sons Ltd. West Sussex. 297 p.

Suleiman, B.M., Larfeldt, J., Leckner, B. et Gustavsson, M. 1999. Thermal conductivity and diffusivity of wood. Wood Science and Technology 33: 465–473.

Sun, G., Ibach, R., Faillace, M., Gnatowski, M., Glaeser, J. et Haight, J. 2017. Laboratory and exterior decay of wood-plastic composite boards: voids analysis and computed tomography. Wood Material Science et Engineering 12(3): 263-278.

Thoemen, H. 2000. Modeling the physical process in natural fiber composites during batch and continuous pressing. Thèse de doctorat, Oregon State University, Corvallis, Oregon. 187 p.

Thoemen, H. et Humphrey, P.E. 2006. Modeling the physical process relevant during hot pressing of wood-based composites. Part 1. Heat and mass transfer. Holz als Roh-und Werkstoff,64: 1-10.

Thoemen, H., Haselein, C.R. et Humphrey, P.E. 2006. Modeling the physical process relevant during hot pressing of wood-based composites. Part 2. Rheology. Holz als Rohund Werkstoff, 64: 125-133.

Thoemen, H. et Klueppel, A. 2008. An investigation on the permeability of different wood furnish materials. Holzforschung 62, 215–222.

Thoemen, H., Walther, T. et Wiegmann, A. 2008. 3D simulation of macroscopic heat and mass transfer properties from the microstructure of wood fibre networks. Composite Science and Technology 68: 608–616.

Tran, H. 2012. Study of compression behavior of wood-based fiberboard: characterization non-destructive image techniques. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, Bordeaux. 223 p.

Tran, H., Doumalin, P., Delisée, C., Dupre, J.C., Malvestio, J. et Germaneau, 2013. A. 3D mechanical analysis of low-density wood-based fiberboards by X-ray microcomputed tomography and Digital Volume Correlation. Journal Material Science 48: 3198–3212.

Trouy, M. C. 2015. Anatomie du bois. Formation, fonctions et identification. Quae, Paris. 151 p.

Vidal Bastías, M. 2006. Modélisation du pressage à chaud des panneaux de fibres de bois (MDF) par la méthode des éléments finis. Thèse de doctorat, Université Laval, Ville de (Québec) 158p.

Von Haas, G. 1998. Untersuchungen zur Heißpressung von Holzwerkstoffmatten unter besonderer Berücksichtigung des Verdichtungsverhaltens, der Permeabilität, der Temperaturleitfähigkeit und der Sorptionsgeschwindigkeit. Thèse de doctorat, HamburgUniversity, Hamburg. 264p.

Von Haas, G., Steffen, A., Fruhwald, A. 1998. Untersuchungen zur Permeabilitat von Faser-, Span- und OSB-Matten fur Gase. Holz als Roh-und Werkstoff, 56:386-392. Wang, S., et Winistorfer, P.M. 2000. Fundamentals of vertical density profile formation in wood composites. Part 2. Methodology of vertical density formation under dynamic conditions. Wood and Fiber Science 32(2): 220-238.

Wang, S., Winistorfer, P.M., Young, T.M., Helton, C. 2001. Step-closing pressing on medium density fiberboard. Part 1. Influences on the vertical density profile. Holz als Rohund Werkstoff, 2001a. 59:19-26.

Wang, S., Winistorfer, P.M., Young, T.M., Fundamentals of vertical density profile formation in wood composites. Part 3. MDF density formation during hot-pressing. Wood and Fiber Science, 2004. 36(1):17-25.

Wolcott, M.P. 1989. Modeling viscoelastic cellular materials for the pressing of wood composites. Thèse de Doctorat, Faculty of the Virginia Polytechnic Institute. Department of Wood Science and Forest Products. 182 pp.

Yu, A.-B., Zou, R.-P., Standish, N. 1992. Packing of ternary mixtures of non-spherical particles. J. Am. Ceram. Soc. 75: 2765–2772.

Zaini, M.J., Fuad, M.Y., Ismail, Z., Mansor, M.S., Mustafah, J. 1996. The effect of filler content and size on the mechanical properties of polypropylene/oil palm wood flour composites. Polymer International, 40: 51-55.

Zambori, B.G., Kamke, F.A. et Watson, L.T. 2004. Sensibility analysis of internal mat environment during hot pressing. Wood Fiber Science, 36: 195–209.

Zhou, C., Dai, C. et Smith, G. 2008. A generalized mat consolidation model for wood composites. Holzforschung 62: 201–208.

Zuban, P. 1969. Effect of Mat Density and Particle Dimensions on the Gas Permeability of a Chip Mat. (En Russe). *Lesoinzhenemoe delo i mekhanicheskaya tekhnologiya drevesiny*, p. 200-203.