



LATVIJAS LAUKSAIMNIECĪBAS UNIVERSITĀTE
MEŽA FAKULTĀTE
KOKAPSTRĀDES KATEDRA

LATVIA UNIVERSITY OF AGRICULTURE
FOREST FACULTY
DEPARTMENT OF WOOD PROCESSING

Mg.sc.ing. RAMŪNAS TUPČIAUSKAS

**TVAIKA SPRĀDZIENĀ IEGŪTO PAŠSAISTOŠO
KOKSNES DAĻIŅU PLĀTNES**

**SELF-BINDING BOARDS
OF STEAM-EXPLODED WOOD PARTICLES**

PROMOCIJAS DARBA KOPSAVILKUMS
Inženierzinātņu doktora (Dr.sc.ing.) zinātniskā grāda iegūšanai
Materiālzinātņu nozarē
Koksnes materiālu un tehnoloģiju apakšnozarē

SUMMARY OF THE THESIS
for the scientific degree Dr.sc.ing. in Materials Science
Wood Materials and Technology

Jelgava 2013

Promocijas darba zinātniskie vadītāji / *Academical supervisors:*
prof., Dr.habil.sc.ing., Dr.h.c.silv. **Henn Tuhern**, LLU/LUA;
prof., Dr.habil.chem. **Jānis Grāvītis**, LVKĶI/LSIWC.

Promocijas darbs izstrādāts Latvijas Lauksaimniecības universitātes (LLU) Kokapstrādes katedrā, eksperimentālos darbus veicot Koksnes ķīmijas institūtā (LVKĶI), Biomasas eko-efektīvas konversijas laboratorijā, kā arī Meža un koksnes produktu pētniecības un attīstības institūta Testēšanas laboratorijā. Pētījumi veikti laika posmā no 2009. līdz 2012. gadam.

The study is made at the department of Wood Processing of the LUA, the experiments being performed at the laboratory of Biomass Eco-efficient Conversion of the Latvian State Institute of Wood Chemistry (LSIWC) and at the Testing laboratory of the Institute of Research and Development of Forest and Wood Products. The research is done in period from 2009 to 2012.

Oficiālie recenzenti / *Official reviewers:*

asoc. prof., Dr.chem. **Andris Morozovs**, LLU Ķīmijas katedra /
Department of Chemistry of the LUA;

prof., Dr.habil.sc.ing. **Arnis Treimanis**, LVKĶI / LSIWC;

asoc. prof., Dr.sc.ing. **Antanas Baltrušaistis**, Kauņas Tehnoloģijas universitāte, Kokapstrādes katedras vadītājs / *Head of the Wood Technology Department of the Kaunas University of Technology.*

Promocijas darbs izstrādāts ESF projekta „Atbalsts LLU doktora studiju īstenošanai” ietvaros.

The research is worked out by support of ESF project “The Support for implementation of LUA doctoral studies”.

Vienošāns Nr. / *Contract No.* 2009/0180/1DP/1.1.2.1.2/09/IPIA/VIAA/017.



IEGULDĪJUMS TAVĀ NĀKOTNĒ



Promocijas darba aizstāvēšana notiks LLU Mežzinātņu nozares un Materiālzinātņu nozares promocijas padomes atklātajā sēdē 2013.gada 24.maijā plkst. 12:00 LLU Kokapstrādes katedrā, Jelgavā, Dobeles ielā 41.

The Doctoral thesis will be presented for public criticism in an open session of the Promotion Council of Forest Sciences and Material Sciences of LUA held on May 24, 2013 at 12:00 in Jelgava, Dobeles street 41.

Ar promocijas darbu var iepazīties LLU Fundamentālajā bibliotēkā / *The thesis are available at the Fundamental Library of LUA: Lielā iela 2, Jelgava, vai / or: <http://llufb.llulv/llu-theses.htm>.*

Atsauksmes sūtīt Promocijas padomes sekretāram Dr.sc.ing. A.Drēskam / *References are welcome to be sent to Dr.sc.ing. A.Dreska, the Secretary of the Promotion Council: Akadēmijas iela 11, Jelgava, LV-3001, Latvija, vai / or: mfmmezizm@llu.lv.*

ISBN 978-9984-861-39-5 (online)

SATURS

ZINĀTNISKĀ DARBA APROBĀCIJA	4
<i>APPROBATION OF THE SCIENTIFIC WORK</i>	<i>4</i>
PROMOCIJAS DARBA VISPĀRĒJS RAKSTUROJUMS	7
MATERIĀLI UN METODIKA	10
Izejmateriāla raksturojums un apstrāde	10
Pašsaistošo daļiņu plātņu izgatavošana	11
PĒTĪJUMU REZULTĀTI.....	13
Tvaika sprādzienā apstrādāto materiālu raksturojums	13
Plātņu paraugu fizikāli mehāniskās īpašības	18
Izgatavoto plātņu izmantošanas iespējas	26
Izgatavoto plātņu iespējamā ražošanas shēma	29
SECINĀJUMI	31
REKOMENDĀCIJAS	32
<i>GENERAL DESCRIPTION OF THE STUDY</i>	<i>33</i>
<i>MATERIALS AND METHODS.....</i>	<i>36</i>
<i>Characterisation and pre-treatment of raw material</i>	<i>36</i>
<i>Obtaining the self-binding boards</i>	<i>37</i>
<i>RESULTS.....</i>	<i>38</i>
<i>Characterization of steam exploded materials</i>	<i>38</i>
<i>Physical-mechanical properties of self-binding boards</i>	<i>40</i>
<i>Possible uses of the developed boards.....</i>	<i>43</i>
<i>Potential production scheme of the developed boards</i>	<i>45</i>
<i>CONCLUSIONS</i>	<i>46</i>
<i>RECOMMENDATIONS</i>	<i>47</i>

ZINĀTNISKĀ DARBA APROBĀCIJA

APPROBATION OF THE SCIENTIFIC WORK

Publikācijas par promocijas darba tēmu

Publications associated to the theme of the thesis

1. Gravitis J., Abolins J., Dobeles G., Tupciauskas R., Veveris A., Andzs M., Putnina A., Kukle S. Composites of steam exploded biomass. Proceedings of the International conference “*Annual meeting of IAWS. Wood the Best Material for Mankind*”, September 26-28, 2012, Technical University in Zvolen, Slovakia, p. 8. (In print).
2. Tupciauskas R., Veveris A., Belkova L., Gravitis J., Tuherm H. (2012) Grey alder pretreatment by steam explosion for self adhesive composites. In: Baltrusaistis A., Ukvalbergiene K. (eds.). Proceedings of the 8th meeting of the *Northern European Network for Wood Science and Engineering*, September 13-14, Kaunas, Lithuania, pp. 214 – 220.
3. Tupciauskas R., Veveris A., Gravitis J. (2011) Self-binding Fiberboard Made of Steam Exploded Wood: the Case of Medium Density. In: Larnoy E. and Alfredsen G. (eds.). Proceedings of the 7th meeting of the *Nordic Baltic Network in Wood Material Science & Engineering*, October 27-28, Oslo, Norway, pp. 179 – 184.
4. Gravitis J., Tupciauskas R., Abolins J., Veveris A. (2010) Self-binding Boards and Lignin Adhesives from Steam-exploded Wood Biomass. In: Proceedings of the 11th *European workshop on lignocellulosics and pulp*, August 16-19, Hamburg, Germany, pp. 49-52.
5. Tupciauskas R., Gravitis J., Belkova L., Tuherm H. (2010) Grey Alder Fibreboard Processed by Modified Steam Explosion Unit. In: Proceedings of the 16th international conference „*Research for rural development*”, May 20-22, LUA, Jelgava, Latvia, 1:248-254.
6. Gravitis J., Abolins J., Tupciauskas R., Veveris A., Alksnis B. (2010) Substitution of Phenolic Components by Steam-exploded Lignin in Plywood and Self binding Boards with Account of Energy Necessary for Steam Explosion Treatment. *Scientific Journal of Riga Technical University, Material Science and Applied Chemistry*, RTU, Riga, Latvia, 21:7-11.
7. Gravitis J., Abolins J., Tupciauskas R., Veveris A. (2010) Lignin from Steam-exploded Wood as Binder in Wood Composites. *Journal of Environmental Engineering and Landscape Management*, Technika, Vilnius, Lithuania, 18(2): 75-84.

8. Grāvītis J., Tupčiauskas R., Āboļoņš J., Vēveris A., Alksnis B. (2009) Biomassas bezatkritumu biorafinēšana/Zero emissions biorefinery. Rakstu krājums „*Lapu koku audzēšanas un racionālas izmantošanas pamatojums, jauni produkti un tehnoloģijas. Valsts pētījumu programma, 2005 - 2009*”, Latvijas Valsts koksnes ķīmijas institūts, Rīga, 135 – 139. (paper in Latvian, abstract in english)
9. Tupčiauskas R., Gravitis J., Veveris A., Tuherm H. (2009) Self-binding Fiberboard Made of Steam Exploded Wood. In: Bergstedt A (ed.). Proceedings of the 5th meeting of the *Nordic Baltic Network in Wood Material Science & Engineering*, October 1-2, Copenhagen, Denmark, Forest & Landscape Working Papers 43: 141 – 146.
10. Gravitis J., Tupčiauskas R., Abolins J. (2011) Applied and structural aspects of lignin in novel wood composites and plywood. Proceedings of annual meeting of IAWS, August 31 – September 2, Stockholm, Sweden, pp. 116 – 117.

Nolasīti referāti zinātniskajās konferencēs par promocijas darba tēmu

Oral presentations associated to the thesis theme at the scientific conferences

1. Gravitis J., Tupčiauskas R., Veveris A., Abolins J., Alksnis B. 2009. Substitution of Phenolic Components by Steam-exploded Lignin in Plywood and Self-binding Boards. Steam Explosion Energy Evaluation. *Baltic Polymer Symposium*, September 22-25, Ventspils, Latvia.
2. Tupčiauskas R., Gravitis J., Veveris A., Tuherm H. 2009. Self-binding fiberboard made of steam exploded wood. *Nordic Baltic Network in Wood Material Science & Engineering (WSE)*, October 1-2, Copenhagen, Denmark.
3. Tupčiauskas R., Gravitis J., Tuherm H. 2010. Grey alder (*Alnus incana* L. Moench) binder-less hardboard. *Hardwood Science and Technology*, May 17-18, Sopron, Hungary.
4. Tupčiauskas R., Grāvītis J., Beļkova L., Tuherm H. 2010. Experimental grey alder fibreboard processed by steam explosion. *Research for Rural Development*, May 19-21, LUA, Jelgava, Latvia.
5. Tupčiauskas R., Gravitis J. 2010. Some properties of self-binding harboard from grey alder steam-exploded fibres. *Mechanics of Composite Materials*, May 24-28, Riga.
6. Tupčiauskas R., Belkova L., Gravitis J. 2010. Studies of steam exploded fibres. *Nordic Baltic Network in Wood Material Science & Engineering (WSE)*, October 21-22, Tallinn, Estonia.

7. Tupčiauskas R., Grāvītis J., Tuherms H. 2010. Tvaika sprādziena iespējamā izmantošana plātņu ražošanai. *Zinātne un prakse nozares attīstībai*, 25. marts, LLU Meža fakultāte.
8. Tupčiauskas R., Veveris, A., Gravitis, J. 2011. Self-binding Fiberboard Made of Steam Exploded Wood: the Case of Medium Density. *Nordic Baltic Network in Wood Material Science & Engineering (WSE)*, October 27-28, Oslo, Norway.
9. Tupčiauskas R., Veveris A., Belkova L., Gravitis J., Tuherm H. 2012. Grey alder pretreatment by steam explosion for self adhesive composites. *Northern European Network for Wood Science and Engineering (WSE)*, September 13-14, Kaunas, Lithuania.

Citas aktivitātes saistībā ar doktorantūras studijām

Other activities associated to the doctoral studies

- Apgūts doktorantu kurss „Koksnes ķīmija, biokompozīti un celtniecības materiāli” (7.5 ECTS), 3.–11. aprīlis, 2012. Zviedrijas tehniskā universitāte, Stokholma, Zviedrija.
- Apgūts NOVA doktorantu kurss “Koksnes struktūra, īpašības un bioloģiskā noārdīšanās” (3 ECTS), 23. –28. maijā, 2011. Zviedrijas Lauksaimniecības zinātņu universitātē, Koksnes produktu un zinātnes katedrā, Upsalā, Zviedrijā.
- Apgūts mācību kurss „Training School on Chemometrics” (3 ECP) (COST action FP0901), Rakverē, Igaunijā, 23. –27. februārī, 2011.

PROMOCIJAS DARBA VISPĀRĒJS RAKSTUROJUMS

Tēmas aktualitāte

Eiropas Savienībā koksnes kompozītmateriālu (KKM) ražošana ieņem nozīmīgu vietu kopējā kokrūpniecībā, IKP un eksportā. Eiropā kokšķiedru plātne (KŠP) aizņem 25 %, bet kokskaidu plātne (KSP) – ap 60 % no visiem ražotajiem plātņu veida materiāliem. 2007. gadā atjaunotā KŠP rūpnīca Latvijā liecina par to, ka šī produkcija ir pieprasīta.

Pašlaik rūpnieciski ražotie KKM satur sintētiskās saistvielas (SS), kas ir iegūtas no naftas resursiem. KKM SS aizņem aptuveni 10 % no kopējās absolūti sausās masas. Tas, savukārt, sastāda līdz pat 50 % no visa materiāla izmaksām. Bez tam, KKM, kas satur SS, ir nedraudzīgi videi un veselībai, kā arī rada utilizācijas problēmas. Naftas cenām pasaules tirgū ir tendence pieaugt, tāpēc ekonomiski lielu nozīmi iegūst KKM izmaksu samazināšana.

Latvijas un Eiropas koksnes materiālu tirgū nav tādu plātņu, kas iegūtas bez SS. Šajā promocijas darbā tiek analizēti KKM plātņu veidi, kurus ir iespējams iegūt bez SS, izmantojot tvaika sprādziena apstrādi (TSA). TSA procesā koksnes šķeldas vai skaidas dažas minūtes tiek apstrādātas ar piesātinātu tvaiku slēgtā reaktorā pie augstas temperatūras un liela spiediena. Pēc noteikta apstrādes laika reaktors tiek atvērts un spiediena krituma dēļ koksnes daļiņas tiek „izšautas” un daļēji sašķīdrotas. Tādā veidā apstrādātajai koksnes masai piemīt pašsaistošās īpašības.

Atšķirībā no ķīmiski pārstrādātas koksnes masas TSA masa nesatur sēru un uz šķiedru virsmām nogulsņēties lignīns ir ar augstu ķīmisko reaģētspēju. Turpmāk, iegūto masu presējot augstā temperatūrā, tiek iegūts KKM bez SS. Tādā veidā iegūtie KKM tiek dēvēti kā pašsaistošie (angl. – self-binding) vai pat bezsaistvielu (angl. – binder-less) materiāli, jo sintētisko saistvielu vietā darbojas TSA procesā modificētās lignocelulozes kompleksa aktīvās vielas (piem., lignīna, hemiceluložu un ekstraktvielu modificētie produkti). Līdz ar to tiek uzskatīts, ka pašsaistošo daļiņu KKM priekšrocības ir iegūts videi draudzīgs produkts, atrisināts utilizācijas jautājums un panākta konkurētspējīga cena.

KŠP ražošanā bez SS būtisks faktors ir izejmateriāla izvēle. Parasti izmanto skujkokus, kam rotācijas cikls ir vismaz 70 gadi. Šajā pētījumā par izejmateriālu ir izvēlēts ātri augošs baltalksnis (*Alnus incana* L. Moench), kam rotācijas cikls nav noteikts. Ir konstatēts, ka 20 gadu laikā baltalkšņa koksnes krāja pieaug apmēram divas reizes vairāk, nekā citiem mīkstajiem lapu kokiem. Līdz ar to baltalkšņa koksne varētu būt potenciāls izejmateriāls pašsaistošo koksnes daļiņu plātņu ražošanai.

Mērķis

Tvaika sprādzienā iegūto pašaistošo baltalkšņa koksnes daļiņu plātņu izgatavošanas tehnoloģisko parametru izstrāde un iegūto plātņu fizikāli mehānisko īpašību izpēte.

Pētnieciskie uzdevumi

1. Noskaidrot tvaika sprādziena apstrādes tehnoloģisko parametru ietekmi uz baltalkšņa koksnī.
2. Izpētīt tehnoloģisko parametru ietekmi, izgatavojot plātnes no baltalkšņa koksnes daļiņām pēc tvaika sprādziena apstrādes.
3. Izpētīt iegūto plātņu fizikāli mehāniskās īpašības.
4. Atrast izpētīto īpašību un plātņu izgatavošanas parametru savstarpējās likumsakarības.
1. Salīdzināt pētāmo plātņu īpašības ar ES ražoto un standartizēto kokšķiedru un kokskaidu plātņu attiecīgām īpašībām; noteikt izstrādāto plātņu izmantošanas iespējas saskaņā ar plātņu standarta prasībām.

Izmantotie materiāli un metodes

Promocijas darba eksperimentu veikšanai ir izmantota laboratorijas periodiskās darbības tvaika sprādziena (TS) iekārta (KĶI) un pusrūpnieciskā prese JOOS (Vācija) (MeKA).

Baltalkšņa koksnes daļiņu raksturošanai pirms un pēc TSA izmantoto moderno aparatūru un pētnieciskās metodes pārstāv: skanējošais elektronu mikroskops (SEM) Vega TS 5136; digitālais šķiedru dimensiju mērītājs Lorentzen&Wettre „FiberTester”; materiāla termisko īpašību analizatori METLER TOLEDO DSC un TGA/SDTA (KĶI).

Baltalkšņa galveno ķīmisko komponentu noteikšanai pēc TSA ir izmantota vienkārša laboratorijas metode (KĶI, BEEK lab.), materiālu secīgi ekstrahējot ar ūdeni masas vienībās 1:4, 0.4 % nātrija sārma šķīdumu masas vienībās 1:4, lignīnu no sārma šķīduma izgulsnējot ar 34 % sālskābi tilpuma vienībās 100:1.

Plātņu mehānisko īpašību noteikšanai ir izmantota materiālu stiprības pārbaudes iekārta ZWICK/Z100 (MeKA). Plātņu fizikāli mehānisko īpašību noteikšanai ir izmantotas Eiropas standartos noteiktās metodes: mitrums – LVS EN 322,1993; blīvums – LVS EN 323, 2000; uzbriešana biežumā pēc 24 h izturēšanas ūdenī – LVS EN 317, 2000; elastības modulis un robežstiprība statiskajā liecē – LVS EN 310, 2001; stiepes robežstiprība perpendikulāri plātnes plaknei – LVS EN 319, 2000; mitrumizturība – LVS EN 1087-1, 2002. Iegūto datu apstrādei un analizēšanai ir lietotas datorprogrammu MS Excel un SPSS paketes.

Izvirzītā hipotēze

Baltalkšņa koksnes izejmateriālu apstrādājot TS, ir iespējams iegūt kvalitatīvu, jaunu plātņu veida materiālu bez sintētiskām saistvielām.

Zinātniskā novitāte

- TSA baltalkšņa koksnei ir veikti paplašināti pētījumi, iegūstot tādas raksturojošus lielumus, kā masas zudumi, galveno komponentu saturs, šķiedru izmēri, tilpumblīvums, termiskās īpašības.
- Pirmo reizi Latvijā ir veikti pētījumi plātņu izgatavošanai no TSA iegūtajām pašsaistošām baltalkšņa koksnes daļiņām.
- Ir noteiktas baltalkšņa koksnes pašsaistošo daļiņu plātņu fizikāli mehāniskās īpašības.
- Ir atklātas pašsaistošo daļiņu plātņu īpašības ietekmējošo faktoru likumsakarības.

Praktiskā nozīme

- Pamatojoties uz promocijas darba rezultātiem, ir iesniegts un piešķirts Latvijas Valsts patents Nr. 14119 B „Iekārta šķiedrveida pusfabrikātu iegūšanai”.
- Baltalkšņa koksni apstrādājot TSA, ir iegūti pašsaistošie materiāli plātņu izgatavošanai bez sintētiskām saistvielām.
- Izgatavotās pašsaistošo baltalkšņa koksnes daļiņu plātnes atbilst EN standartiem, kas paredz plātņu vispārējo izmantošanu sausos un mitros apstākļos ar visu kategoriju noslogojumu.
- Veikto pētījumu dati ir publicēti starptautiski pieejamos izdevumos. Tādējādi iegūtos rezultātus var izmantot KKM tālākai attīstībai nacionālā un starptautiskā mērogā.

Darba struktūra

1. Koksnes daļiņu kompozītmateriāli.
2. Materiāli un metodika.
3. Pētījumu rezultāti.
4. Priekšlikumi pašsaistošo daļiņu plātņu izgatavošanai.
5. Secinājumi.
6. Rekomendācijas.

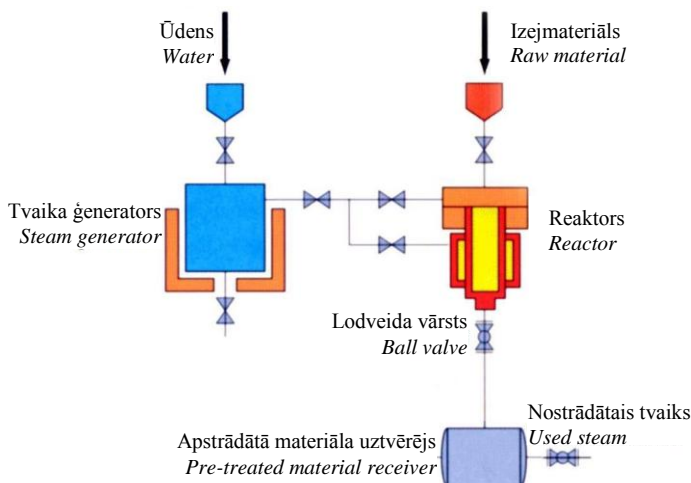
Kopumā promocijas darba 126 lpp. tekstā ar 53 formulām ir iekļauti 56 attēli, 15 tabulas un 152 norādes uz izmantotajiem literatūras avotiem.

MATERIĀLI UN METODIKA

Izejmateriāla raksturojums un apstrāde

Pētījumiem izmantotais izejmateriāls baltalksnis ir iegūts no ilglaicīgas augšanas gaitas parauglaukumiem Skrundas mežsaimniecībā. Svaigi cirsta baltalkšņa koksne sasmalcināta ar zviedru firmas „Bruks” šķeldotāju. Šķeldas sijātas caur sietu ar 20 mm acīm, iegūstot 5...20 mm frakciju bez mizas, zariem un trupes.

Viena daļa no šķeldām ir samalta firmas „Retsch” iekārtā, izmantojot sietu ar 2 mm acīm. Izvairoties no pētnieciskās TS iekārtas aizsprostošanās, no samaltām skaidām ir atsijāti smalkumi, tā iegūstot 0.4...2 mm frakciju.



1.att. Tvaika sprādziena apstrādes shēma.

Fig. 1. Block diagram of steam explosion treatment.

Sagatavotās šķeldas un skaidas, ar mitrumu $W \sim 10\%$, apstrādātas TS iekārtā, kuras principiālā shēma ir parādīta 1.att. TSA procesam nepieciešamais piesātinātais tvaiks tiek iegūts karsējot ūdeni. Temperatūrai (T) paceļoties līdz $250\text{ }^{\circ}\text{C}$, tvaika spiediens (p) sasniedz 4 MPa. Paralēli tvaika ražošanai tiek uzsildīts reaktors. Pēc nominālo parametru sasniegšanas, reaktorā ielādē sagatavoto izejmateriālu un aizver vāku, kas hermētiski noslēdz reaktoru. Saražoto tvaiku ielaiž reaktorā, kur $\leq 15\text{ s}$ laikā

tiek sasniegti TSA parametri. TSA laiks (τ) tiek skaitīts no nominālo parametru sasniegšanas brīža reaktorā. Pēc izturētā apstrādes τ atver reaktora apakšā ierīkoto lodveida krānu un, spiedienam strauji samazinoties, apstrādātais materiāls tiek „izšauts” (sašķīdrots) uztvērējā.

Izejmateriālu apstrādei pārsvarā izmantots 1 uztvērējs kā parādīts 1.att., taču sakarā ar Latvijas Republikas patenta pieteikumu Nr. P-10-03, daļa eksperimentu veikta izmantojot savstarpēji savienotus 2 uztvērējus.

TSA procesā piesātinātā tvaika (p 2...4 MPa) un augstas temperatūras ietekmē (T 160...250 °C) koksnes komponenti hidrolizējas. Šajos apstākļos no koksnes komponentiem atšķēlas skābās grupas, veidojot skābes, kas sāk darboties kā autokatalizatori. Rezultātā notiek celulozes amorfās daļas un hemiceluložu autohidrolīze, kā arī lignīna destrukcija. Dekompresijas brīdī notiek mehāniska materiāla sašķīdēšana un autohidrolīzes ķīmiskās reakcijas pārstāj darboties (tiek iesaldētas). TS procesā mainās ne tikai koksnes ķīmiskā struktūra, bet arī virsmolekulārā un ultrastruktūra, jo galvenie koksnes polimērie komponenti nodalās atsevišķās fāzēs. TSA procesā izejmateriālu apstrādā ņemot vērā T un τ atkarību, jeb tā dēvēto bāguma faktoru R_0 :

$$R_0 = \tau \cdot \exp \left[\frac{T - 100}{14.75} \right]. \quad (1)$$

Dažādi kombinējot T un τ , TSA procesā panāc vienu un to pašu R_0 , kas raksturo izejmateriāla apstrādes kvalitāti. R_0 logaritmisko izteiksmi izmanto kā autohidrolīzes procesa ātruma nosacītās funkcijas vērtību. Līdz ar to eksperimenti veikti pie konstantas T 235 °C, mainot apstrādes τ – 0.5, 1, 2 un 3 min ar $\log R_0$ vērtībām attiecīgi 3.67 (TS05), 3.97 (TS1), 4.28 (TS2) un 4.45 (TS3). Paraugu salīdzināšanai pie vienāda R_0 izvēlēts papildus TS režīms, pie T 200 °C un τ 10 min ($\log R_0$ 3.94, TS10).

Izejmateriālu raksturošanai pirms un pēc TSA noteikts mitrums (W) un tilpumblīvums (D) atbilstoši ES standartizētām metodēm (LVS CEN/TS 14774-2, 2010; LVS CEN/TS 15103, 2005), kā arī paraugu novērošana ar elektronisko mikroskopu.

Pašsaistošo daļiņu plātņu izgatavošana

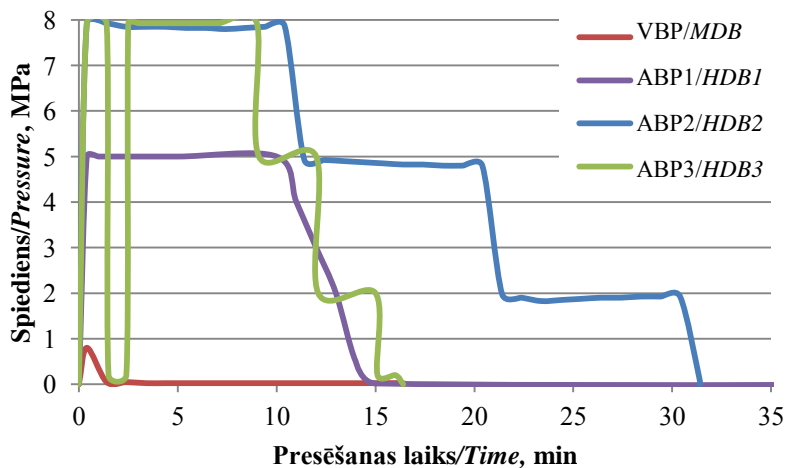
Pašsaistošo daļiņu plātņu izgatavošanu veido trīs pamatoperācijas: 1) izejmateriāla TSA; 2) apstrādātā (TSA) materiāla žāvēšanas un homogenizēšanas; 3) karstās presēšanas un sekojošās dzesēšanas presē.

Ievērojot literatūrā atrastus atzinumus, izejmateriāls pēc TSA (TSA materiāls) tika žāvēts līdz W 5...20 %. Daļa no TSA materiāliem samalti

dzirnavās izmantojot sietu ar 2 mm acīm, tā iegūstot viendabīgu frakciju. Plātņu paraugu presēšanai sagatavotas 6 veidu TSA materiālu frakcijas:

- **TSA šķeldas** – šķeldas (5...20 mm) pēc TSA;
- **TSA skaidas** – skaidas (0.4...2 mm) pēc TSA;
- **TSA šķeldas ≤ 2 mm** – šķeldas pēc TSA homogenizētas dzirnavās;
- **TSA šķeldas ≤ 2 mm (u)** – šķeldas pēc TSA homogenizētas dzirnavās un ekstrahētas ūdenī;
- **TSA skaidas 1...2 mm** – TSA skaidu frakcija pēc sijāšanas caur sietiem ar acu izmēriem 2 un 1 mm;
- **TSA skaidas ≤ 0.4 mm** – TSA skaidas sijātas caur sietu ar 0.4 mm acīm.

Plātņu paraugi presēti izšķirot 2 blīvuma kategorijas: **vidēja blīvuma paraugi (VBP)** ar blīvumu $\rho < 800 \text{ kg m}^{-3}$ un **augsta blīvuma paraugi (ABP)** ar $\rho > 1200 \text{ kg m}^{-3}$. Kopumā izmēģināti 38 režīmi (17 VBP un 21 ABP) dažādi kombinējot plātņu izgatavošanas tehnoloģiskos parametrus (faktorus): TSA barguma faktoru $\log R_0$, TSA materiāla frakciju un tās mitrumu (W_{pr} 5...20 %), presēšanas temperatūru (T_{pr} 150...190 °C) un spiedienu (p 0.1...8 MPa). Presēšanas laiks (τ) tika sadalīts atkarībā no presēšanas ciklogrammas (sk. 2.att.). VBP paraugkopas (Pk) presētas 16...23 min (sk. 2.att. VBP), ABP Pk izmantotas 3 ciklogrammas ar kopējo τ 16, 31 un ≥ 70 min (sk. 2.att. ABP1, 2, 3).



2.att. Plātņu paraugu presēšanas ciklogrammas.

Fig. 2. Time-cycle diagrams of pressure at pressing board samples.

Katra presēšanas ciklogramma iekļauj izturēšanu pie noteiktas T un p . Karstā presēšana turpinās 6...10 min, pēc tam preses sildīšanu atslēdz un dzesē līdz $T \leq 80$ °C. ABP1 ciklogramma (sk. 2.att.) izmantota paraugus presējot manuālā presē pusslēgtā veidā, formēšanas rāmī iebērtam TSA materiālam virsū uzliekot uzkaršēto puansonu. Pēc 10 min karstās presēšanas atslēdz sildīšanu paraugu atstājot presē dzesēties līdz kopējam $\tau \geq 70$ min.

Izgatavotie plātņu paraugi kondicionēti standarta apstākļos ($T 20 \pm 2$ °C, $H 65 \pm 5$ %) līdz nemainīgai masai, tad sazāģēti vajadzīgos izmēros, atbilstoši noteicamo īpašību (mitrums, blīvums, uzbriešana biežumā pēc iegremdēšanas ūdenī uz 24 h, robežstiprība un elastības modulis liecē, robežstiprība stiepē, mitrumizturība) prasībām (sk. „izmantotie materiāli un metodes”). Katrai no paraugkopas īpašībām vidēji veikti 8 atkārtojumi.

Noteikto plātņu paraugu īpašību izmaiņas atkarībā no izgatavošanas parametriem pētītas izmantojot korelācijas, regresijas un kovariācijas analīzes. Faktoru sakarību hipotēzes pārbaudītas ar varbūtību $P = 95$ %. Paraugkopu vidējo vērtību salīdzināšanai izmantota vienfaktora dispersijas analīze un t -tests ar būtiskuma līmeni $\alpha = 0.05$.

PĒTĪJUMU REZULTĀTI

Tvaika sprādzienā apstrādāto materiālu raksturojums

Pēc TSA izejmateriāls pārvēršas šķiedru kūļos, kas ietver sevī gan atsevišķas šķiedras, gan to fragmentus, gan smalkākas daļiņas. Šie šķiedru kūļi uzreiz pēc TSA ir elastīgi, viegli sagraujami un atgādina satrudējušu koksni. Pēc žāvēšanas šķiedru kūļi sacietē un atgādina sausa māla gabalus, kas raksturo materiāla pašadhēziju.

TSA procesā zūd noteikta daļa no apstrādājamā izejmateriāla absolūti sausas (a.s.) masas, kas ir gaistošu savienojumu veidā sašķeltās hemicelulozes. Palielinoties TSA barguma faktoram R_0 , būtiski palielinās apstrādājamā materiāla **masas zudumi** (m_{loss} , %), ko apraksta lineārais modelis:

$$m_{\text{loss}} = 20.09 \cdot \log R_0 - 69.58. \quad (2)$$

Modelis (2) izskaidro 86.4 % no izejmateriāla masas zudumiem atkarībā no R_0 izmaiņām: $\log R_0$ palielinoties par 1 vienību, TSA materiāla masas zudumi vidēji palielinās par 20 %. Izejmateriālus apstrādājot pie $\log R_0$ 3.94 un 3.97, to masas zudumu starpība nav būtiska. Tas apstiprina apgalvojumu, ka dažādi kombinējot TSA parametrus, kas raksturojas ar

vienādu R_0 , var panākt vienu un to pašu apstrādes kvalitāti. Pētījumi rāda, ka izejmateriāla mitrumam mainoties 6...12 %, TSA materiāla masas zudumi būtiski samazinās 12...6 % (pie $\log R_0$ 3.97).

Baltalkšņa ķīmisko komponentu sastāvs pēc TSA svārstās atkarībā no R_0 . TSA materiālu ekstrahējot ar ūdeni, tajā izšķīst 4...18 % no a.s. izejmateriāla masas, ko sastāda hemicelulozes, kā arī niecīgos daudzumos hidrolizētā celuloze un mazmolekulārie fenoli. Atlikušo materiālu ekstrahējot ar 0.4 % sārmu, tajā izšķīst 17...32 % no a.s. izejmateriāla masas, ko sastāda šķīstošais lignīns un ūdenī nešķīstošās hemicelulozes. TS lignīnu (TSL) izdala no sāрма šķīduma pēc neitralizācijas ar sālskābi.

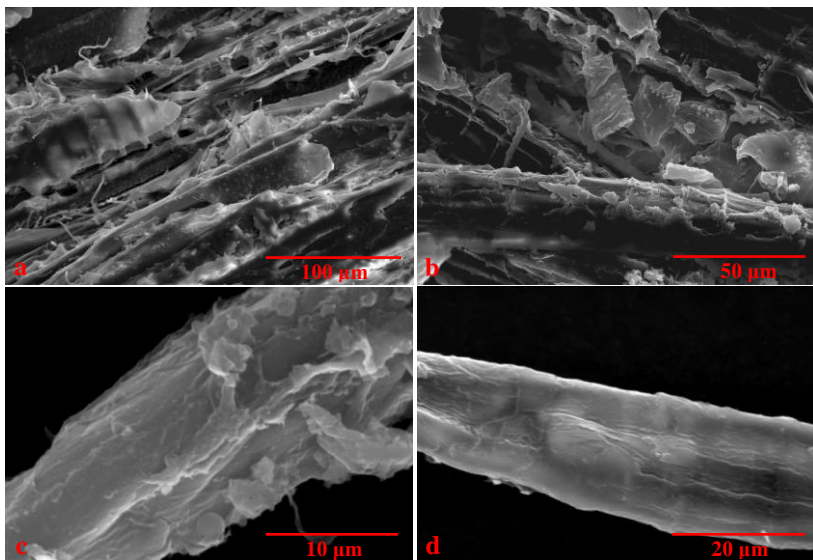
Pēc TSA pie $\log R_0$ 3.97 izdalītais lignīns (TSL1) sastāda 15 %, pie $\log R_0$ 4.28 (TSL2) – 22 %, un pie $\log R_0$ 4.45 (TSL3) – 21 %. Pēdējie divi rezultāti ir salīdzināmi ar lignīna saturu, kāds ir noteikts neapstrādātai baltalkšņa koksnei – 22.9 %. No tā var secināt, ka pēc TS1 materiālu ekstrahējot ūdenī šķīst ne tikai hemicelulozes, bet arī lignīna destruktijas produkti. Tāpēc lignīnu izdalot no TS1 materiāla, tiek iegūti 15 % no a.s. izejmateriāla masas. Savukārt lignīnu izdalot no TS2 materiāla iegūst 22 %, kas ir ap 95 % no baltalkšņa izejmateriālā esošā lignīna.

Pēc TSA materiāla ekstrakcijas ar ūdeni un sārmu paliek cietais atlikums ko dēvē par TS celulozi. Pēc TS1 cietais atlikums sastāda 54 % no izejmateriāla a.s. masas. Ir zināms, ka neapstrādātā baltalkšņa koksne satur 45 % celulozes. Tas nozīmē, ka TS1 celuloze vēl satur lignīnu, kas nešķīst sāрма šķīdumā. TS2 un TS3 celuloze sastāda 47 %, kas būtiski neatšķiras no izejmateriāla celulozes satura. Pēc TSA materiālu ķīmisko komponentu frakcionēšanas var secināt, ka pieaugot R_0 hemiceluložu saturs samazinās, bet celuloze un lignīns kvantitatīvi saglabājas.

SEM analīze parāda, ka šķeldas apstrādājot TS veidojas kūļi ar lielāku veselu šķiedru saturu ne kā skaidu gadījumā. Iespējams, tas notiek tāpēc, ka šķeldu paraugi vairāk satur serdes staru šūnu, kas perpendikulāri sašuvušās ar vertikālām libriforma šūnām.

Izejmateriālu novērojot ar SEM, redzama mehāniski sagrauta koksnes virsmas struktūra ar paralēlām šķiedrām un labi saskatāmiem traukiem (sk. 3.att. a). Pēc TSA šis komplekss tiek destrugēts daudz dziļākā līmenī, jo saskatāmas sašķeltas atsevišķas šķiedras un trauki ar karamelveidīgo klājumu uz virsmām (sk. 3.att. b un c).

TSA paraugus ekstrahējot ar ūdeni un sāрма šķīdumu, šķiedru virsmas kļūst gludas, ar izteiktu mikrofibrilu strukturējumu (sk. 3.att. d). Šis novērojums apstiprina apgalvojumu, ka karamelveida klājumu uz šķiedru virsmām sastāda TS lignīns (precīzāk – lignīna destruktijas produkti) un hemicelulozes, kas kopā karstās presēšanas laikā darbojas kā adhezīvi.



3.att. Baltalkšņa šķiedru SEM attēli:

a – pirms TSA; **b** – pēc TS1; **c** – pēc TS3;
d – pēc TS2 un ekstrahēšanas ar ūdeni un sārmu.

Fig. 3. SEM micrographs of grey alder fibres:

*a – before SEA; b – after SE1; c – after SE3;
d – after SE2 and extraction with water and alkali solution.*

Izejmateriālu TSA sašķiedrošanas pakāpe noteikta paraugus frakcionējot sietu kolonā ar acu izmēriem 0.2, 0.4, 0.63, 0.8, 1 un 2 mm. TSA šķeldu frakcija satur 73 % kūļu, kas palika uz sieta ar 2 mm acīm. Sietu frakcionēšana atklāja, ka būtiska šķeldu daļa netiek sašķiedrota TSA. Tam par iemeslu ir serdes staru šūnas, kas traucē parauga fizikālo sadalīšanu TSA procesā. No citas puses TSA šķeldas satur vairāk kā 25 % daļiņu frakciju \leq 2 mm, atsevišķu šķiedru un nelielu kūlīšu veidā.

TSA skaidu lielāko frakciju sastāda 1...2 mm daļiņas (32%). Šī parauga frakcija $>$ 2 mm sastāda gandrīz 23 %, kas liecina par TSA materiāla salipšanu žāvēšanas procesā (pašadhēzija).

Pēc TSA skaidu samalšanas, paraugs sadalās visās starpsietu frakcijās, ar lielāku daļiņu saturu (22.8 %) 0.8...1 mm izmēros. Šī parauga frakcija \leq 0.2 mm satur gandrīz 10 %. Savukārt ar defibratoru iegūto šķiedru frakcija \leq 0.2 mm satur gandrīz 80 %, kas norāda uz būtiskām atšķirībām ar TSA šķiedrām.

TSA šķiedru paraugus raksturojot ar šķiedru analizatoru, vidējais garums ir lielāks TSA šķeldu paraugiem (0.83...1.18 mm), bet platums – lielāks paraugiem no TSA skaidām (0.031...0.048 mm). Šis novērojums sakrīt ar SEM analīzi, kas parāda lielāku atsevišķo šķiedru saturu TSA šķeldu paraugiem. Savukārt TSA skaidu šķiedru garumu ierobežo mehāniskā malšana pirms TSA.

Garākās šķiedras konstatētas paraugiem no 0.4...0.2 mm daļiņu frakcijas (1.18 mm), kas nedaudz īsākas par lapu koku garākām šķiedrām (1.28 mm). Sietu kolonā fracionēto TSA paraugu šķiedru platums ir lielāks par vidējo lapu koku šķiedru platumu (attiecīgi 0.048 un 0.033 mm). Šo novērojumu varētu izskaidrot ar to, ka TSA šķiedru virsmas ir noklātas ar lignīna destruktijas produktiem, kas palielina īsto šķiedru platumu. To apstiprina paraugu analīze pēc ekstrakcijām ar ūdeni un sārna šķīdumu, kas būtiski samazina paraugu šķiedru platumu. Šķiedru analīze arī apstiprina, ka paaugstinot TSA barguma faktoru R_0 , šķiedru garums samazinās.

Salīdzinot paraugus iegūtus ar 2 TSA uztvērējiem, atklājas būtiskas atšķirības smalko daļiņu (< 0.2 mm) saturā: 2. tvertnē to ir par 10 % vairāk nekā 1. TS tvertnē. Tas liecina par to, ka atkarībā no TS tvertņu daudzuma, apstrādājamais materiāls tiek sadalīts noteiktās frakcijās, katrā nākamā tvertnē daļiņu izmēriem būtiski samazinoties.

Paraugu šķiedru garuma–platuma attiecība raksturo šķiedru tehnoloģisko kvalitāti. Mīksto lapu koku neapstrādātai koksnei šis rādītājs svārstās 36...51, bet rūpnieciskām defibratora šķiedrām – 37...92. Baltalkšņa šķiedrām pēc TSA šis rādītājs ir 12...30, kas norāda uz to nelabvēlīgām īpatnībām. Taču jāņem vērā, ka šo rezultātu ietekmē neadekvāts TSA šķiedru platums.

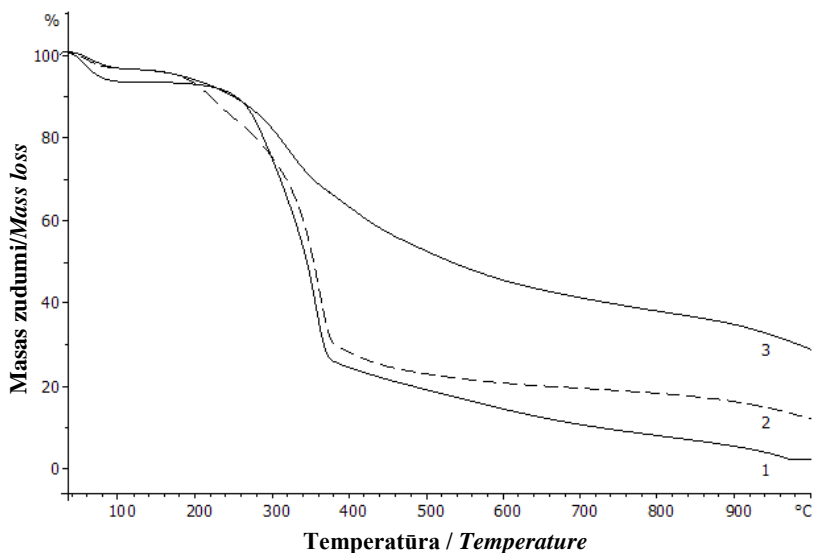
Izejmateriāls pēc TSA šķiedrošanās rezultātā izplešas, tāpēc tā **tilpumbūvums D** būtiski samazinās: šķeldām > 1.5 reizes (156→100 kg m⁻³), skaidām ~1.2 reizes (189→150 kg m⁻³, pie $\log R_0$ 3.97). Pēc TSA pie $\log R_0$ 3.94, šķeldu D samazinās gandrīz 1.7 reizes (līdz 93 kg m⁻³), bet skaidu – 1.45 reizes (līdz 130 kg m⁻³). Tas norāda, ka pie $\log R_0$ 3.94 izejmateriāls sašķiedrojas vairāk nekā pie $\log R_0$ 3.97. No citas puses, pie $\log R_0$ 3.94 izejmateriāls masu zaudē nedaudz vairāk nekā pie $\log R_0$ 3.97. Tātad, TSA materiāla D pie $\log R_0$ 3.94 ir zemāks uz zemākas masas rēķina.

TSA paraugu malšanai un fracionēšanai sietu kolonā ir būtiska ietekme uz D . Pēc TSA šķeldu malšanas D būtiski paaugstinās, bet TSA skaidām – samazinās, tā abām frakcijām sasniedzot būtiski neatšķirīgas vērtības. Samazinoties fracionēšanas sietu acu izmēriem (2 – 1 – 0.4 mm) attiecīgi samazinās paraugu D : 138 – 133 – 121 kg m⁻³. Šie rezultāti ir grūti interpretējami, jo parasti, ja materiāls sastāv no smalkākām daļiņām, tā blīvums ir lielāks. TSA materiālu gadījumā smalkākās daļiņas ir vieglākas,

kas apstiprinās arī testējot šķiedru raupjumu paraugiem ≤ 0.16 mm no 1. un 2. TS tvertnēm (attiecīgi 499 un $384 \mu\text{g m}^{-1}$).

Tilpumbūvuma D noteikšana apstiprina, ka TSA procesā izejmateriāls tiek sašķiedrots neefektīvi, salīdzinot ar defibratorā iegūtām šķiedrām, kam D ir vismaz 3 reizes mazāks (33 kg m^{-3}). Tas norāda uz TSA materiālu relatīvi lielo D , kas būtiski atšķiras no rūpnieciskām šķiedrām.

Termogravimetrijas (TG) analīze atklāja, ka neapstrādātās baltalkšņa skaidas pēc mitruma iztvaikošanas masu sāk zaudēt pie T 200 °C, ar vienu ātruma posmu. Savukārt TSA skaidas masu sāk zaudēt pie T 140 °C, ar diviem ātruma posmiem. Tas norāda, ka TSA materiāls ir termiski mazāk izturīgs līdz T 300 °C (sk. 4.att. 1, 2). Taču šie paraugi vienādi zaudē 25 % no masas pie T 300 °C. Skaidu paraugu pirms un pēc TS1 straujie masas zudumi beidzas pie $T \sim 370$ °C, termiski izturīgākām paliekot TS1 skaidām (sk. 4.att. 1, 2).



4.att. Baltalkšņa koksnes paraugu termogravimetrijas līknes:

1 – skaidas pirms TSA; 2 – TS1 skaidas; 3 – no TS1 materiāla izdalītais lignīns.

Fig. 4. Thermo-gravimetric curves of grey alder wood samples:

1 – particles before SEA; 2 – particles after SE1;

3 – lignin isolated of SE1 material.

Termiskās sadalīšanās ietekmē lignīnam (TSL) straujie masas zudumi sākas pie T 140 °C, līdzīgi kā TS1 skaidām (sk. 4.att. 2, 3). Pie

T 140 °C TSL1 masas zudumi sastāda ~4 %, bet TSL2 un TSL3 – ~5 % atkarībā no paraugu mitruma. Temperatūrai paaugstinoties līdz T 240 °C, termiski izturīgāks ir TSL1 paraugs.

Pie T 300 °C TSL1 masas zudumi sastāda 18 %, TSL2 – 17 %, bet TSL3 – ~16 %. Tas norāda uz nelielām atšķirībām starp TSL paraugiem atkarībā no R_0 un uz šo paraugu būtiski lielāku termisko izturību pie $T > 280$ °C, salīdzinot ar skaidām pirms un pēc TSA (sk. 4.att.).

Diferenciālās skanējošās kalorimetrijas (DSC) analīze parāda paraugu fizikālo pārēju no stiklveida uz augsti elastisko stāvokli, ko definē par stiklošanās temperatūru (T_g). Tas ir ļoti svarīgs faktors presējot TSA materiālus. Ar instalētu DSC analīzes programmu tika aprēķināts, ka minētā pārēja TSL1 paraugiem notiek pie $T \sim 130$ °C, TSL2 – $T \sim 150$ °C, un TSL3 – $T \sim 155$ °C.

No TG un DSC analīzēm var secināt, ka baltalkšņa pašsaistošo daļiņu plātņu paraugu presēšanai izmantotās temperatūras (T 150...190 °C) atbilst lignīna augsti elastiskā stāvokļa sasniegšanai, lai tas darbotos kā saistviela.

Plātņu paraugu fizikāli mehāniskās īpašības

Vidēja blīvuma plātņu (VBP) paraugu **blīvums** ρ variē 475...930 kg m⁻³. Augsta blīvuma plātņu (ABP) paraugu blīvums variē 1242...1415 kg m⁻³. Izmantojot daudzparametru lineārās regresijas analīzi, iegūts statistiski nozīmīgs modelis, kas izskaidro 87.3 % no plātņu blīvuma (ρ , kg m⁻³) izmaiņām atkarībā no presēšanas temperatūras (T_{pr}), spiediena (p) un laika (τ):

$$\rho = 1651.9 - 5.869 \cdot T_{pr} + 79.982 \cdot p + 2.514 \cdot \tau. \quad (3)$$

Modeļa (3) koeficienti norāda: T_{pr} paaugstinot par 1 °C, ρ vidēji samazinās par 5.9 kg m⁻³; p paaugstinot par 1 MPa, ρ vidēji paaugstinās par 80 kg m⁻³; τ turpinot ilgāk par 1 min, ρ vidēji paaugstinās par 2.5 kg m⁻³.

Plātņu paraugus analizējot pa blīvuma kategorijām, tie dažādi korelē ar izgatavošanas parametriem. VBP ρ korelē vienīgi ar biezumu s , kam paaugstinoties par 1 mm, ρ vidēji samazinās par 80 kg m⁻³. To var izskaidrot ar to, ka visu paraugu presējamā masa (svars) ir vienāda, bet iegūto plātņu biezums atšķiras. Līdz ar to svārstās arī plātņu blīvums.

ABP ρ izmaiņas statistiski nozīmīgi korelē ar p , T_{pr} , s un presējamā materiāla tilpumblīvumu D . Šo sakarību izsaka statistiski nozīmīgs lineārās regresijas modelis:

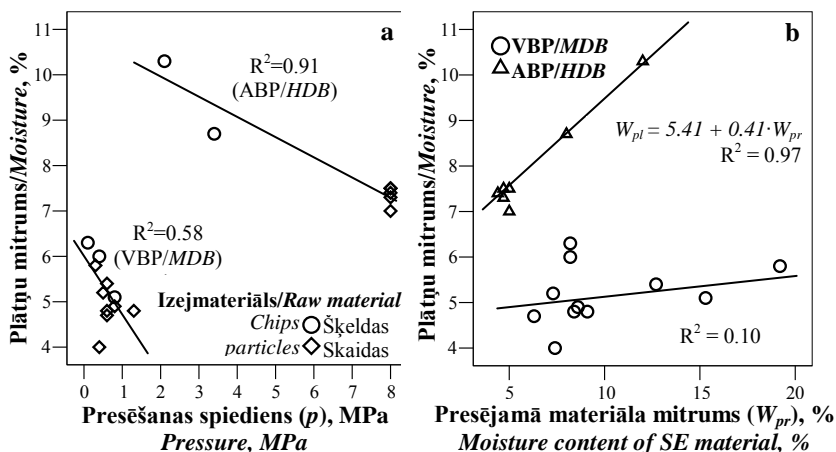
$$\rho = 1512.6 + 0.9 \cdot D + 14.3 \cdot p - 29.1 \cdot s - 1.1 \cdot T_{pr}. \quad (4)$$

Modelis (4) izskaidro 84.5 % no ABP blīvuma izmaiņām: D , p , s un

T_{pr} paaugstinot par 1 vienību, ρ attiecīgi vidēji paaugstinās par 0.9, 14.3 un samazinās par 29.1 un 1.1 kg m⁻³.

Pašsaistošo daļiņu **plātņu mitrums** W_{pl} variē 4.0...10.3 %. VBP paraugu vidējais W_{pl} 5.2 %, ABP – 8 % un šī starpība ir statistiski būtiska. Šīs atšķirības ir saistītas ar mitruma iztvaikošanu paraugu presēšanas laikā. Presējot VBP mitrums iztvaiko pilnīgi, savukārt ABP presēšanas laikā noteikta mitruma daļa (līdz 7 %) saglabājas. Spriežot pēc VBP mitruma (W_{pl} 5...6 %) pieņemts, ka tas ir maksimālais daudzums kādu var uzsūkt pašsaistošo daļiņu plātnes pēc presēšanas. Tātad, ja pēc presēšanas kondicionējot paraugus ABP turpina uzsūkt mitrumu, tā vidējais rādītājs kļūst augstāks nekā VBP paraugiem.

No TSA šķeldām iegūto plātņu mitrums ir lielāks vidēji par 1.4 % salīdzinājumā ar plātnēm, kas iegūtas no TSA skaidām (sk. 5.att. a). Iespējams TSA šķeldu materiāls uzsūc mitrumu vairāk tāpēc, ka tas ir papildus samalts. Taču dispersijas analīze apstiprina, ka VBP un ABP mitruma starpība atkarībā no materiāla frakcijas nav būtiska.



5.att. Plātņu mitruma atkarība no presēšanas spiediena (a) un presējamā materiāla mitruma (b).

Fig. 5. Correlation between the moisture of pressed boards and pressure (a) and moisture content of the SE material (b).

Kā redzams no 5.att. (a), gan VBP, gan ABP mitrums būtiski samazinās, palielinot presēšanas spiedienu. Kovariācijas analīze apstiprina, ka mitruma samazināšanās starpība ir būtiska starp VBP (1.3 %) un ABP (0.43 %) paraugiem, spiedienu palielinot par 1 MPa.

Plātņu mitruma W_{pl} atkarība no presējamā materiāla mitruma W_{pr} ir parādīta 5.att. (b): palielinoties W_{pr} , palielinās arī W_{pl} . VBP gadījumā šī sakarība nav būtiska pārāk lielas plātņu mitruma variācijas dēļ. ABP gadījumā lineārās regresijas modelis statistiski nozīmīgi izskaidro 97 % no plātņu mitruma izmaiņām: W_{pr} palielinot par 1 %, W_{pl} vidēji palielinās par 0.41 % (sk. 5.att. b – ABP).

Korelācijas analīze rāda, ka ABP mitrums būtiski ir atkarīgs arī no presējamā materiāla tilpumblīvuma D un presēšanas spiediena p . Taču kopā šie faktori nespēj izskaidrot ABP mitruma izmaiņas ar lineāro modeli, jo tā koeficienti nav būtiski. Regresijas analīze apstiprina, ka D palielinoties par 1 kg m^{-3} , ABP W_{pl} būtiski samazinās par 0.09 %.

Savukārt, VBP mitrums W_{pl} būtiski ir atkarīgs no p un D , ko izsaka statistiski nozīmīgs lineārās regresijas modelis:

$$W_{pl} = 8.57 - 0.02 \cdot D - 1.07 \cdot p. \quad (5)$$

No modeļa (5) izriet: TSA materiāla D palielinoties par 1 kg m^{-3} , VBP W_{pl} samazinās par 0.02 % (kas būtiski neatšķiras no ABP mitruma samazināšanos atkarībā no D); ja spiedienu p palielina par 1 MPa, VBP W_{pl} samazinās par 1.07 %.

Plātņu uzbriešanas biezumā (G_t) vērtības variē 3...19 %: VBP – 6...19 %, ABP – 3...11 %. Dispersijas analīze apstiprina, ka VBP un ABP uzbriešanas biezumā vidējo vērtību atšķirība statistiski nav būtiska.

Visvairāk uzbriest VBP paraugi izgatavoti no TSA materiāla pēc ūdens ekstrakcijas. Šis materiāls nesatur ūdenī šķīstošas hemicelulozes, kas norāda, ka noteikta hemiceluložu daļa ir nepieciešama, lai panāktu labāku pašsaistošo daļiņu plātņu formas stabilitāti.

TSA barguma faktors R_0 statistiski būtiski izskaidro 62 % no plātņu uzbriešanas biezumā izmaiņām ar lineārās regresijas modeli:

$$G_t = 57.05 - 12.02 \cdot \log R_0. \quad (6)$$

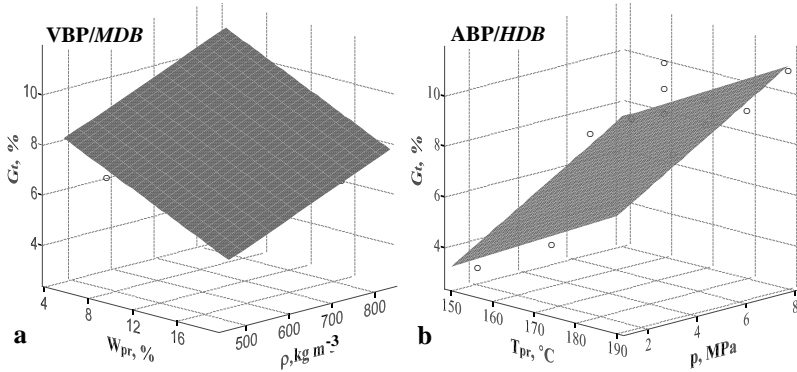
No sakarības (6) izriet: $\log R_0$ pieaugot par 1 vienību, plātņu uzbriešana biezumā vidēji samazinās par 12 %.

Pie $\log R_0$ 3.67 baltalkšņa koksne nav pietiekami modificēta un restrukturizēta, lai nodrošinātu nepieciešamo pašadhēziju un formas noturību, kas būtiski uzlabojas pie $\log R_0$ 3.97. Barguma faktoram pieaugot līdz vērtībai $\log R_0$ 4.45, plātņu uzbriešana biezumā vēl nedaudz samazinās, taču atšķirība nav būtiska. Līdz ar to var apgalvot, ka TS1 režīms (T 235 °C; τ 1 min; $\log R_0$ 3.97) ir optimāls plātņu iegūšanai ar zemo uzbriešanu.

VBP uzbriešanas biezumā $G_{t(VBP)}$ variēšanu statistiski būtiski nosaka presējamā materiāla mitrums W_{pr} un plātņu blīvums ρ pēc lineārās sakarības:

$$G_{t(VBP)} = 5.64 - 0.214 \cdot W_{pr} + 0.007 \cdot \rho. \quad (7)$$

Modelis (7) būtiski izskaidro 82.1 % no VBP G_t vērtībām: W_{pr} palielinot par 1 %, $G_{t(ABP)}$ vidēji samazinās par 0.2 %; ρ palielinot par 1 kg m^{-3} , $G_{t(ABP)}$ vidēji palielinās par 0.007 %. Kaut arī modeļa (7) blīvuma koeficienta ρ skaitliskā izteiksme varētu likties ļoti zema (0.007), taču tā ir būtiska, kas ir pamanāms arī grafiski (sk. 6.att. a).



6.att. VBP G_t atkarībā no W_{pr} un ρ (a) un ABP G_t atkarībā no T_{pr} un p (b).

Fig. 6. Correlation of MDB G_t with W_{pr} and ρ (a) and correlation of HDB G_t with T_{pr} and p (b).

ABP uzbriešanas biezumā $G_{t(ABP)}$ izmaiņas statistiski būtiski izskaidro presēšanas mitrums W_{pr} un laiks τ pēc lineārās sakarības:

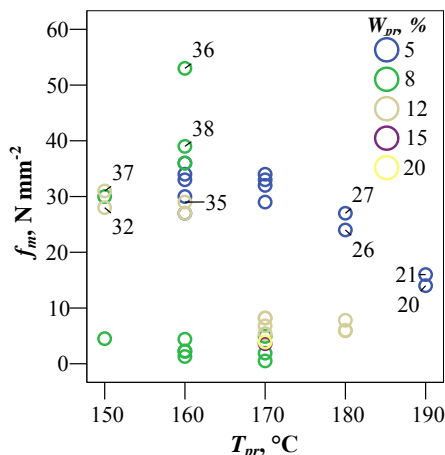
$$G_{t(ABP)} = 10.20 - 0.69 \cdot W_{pr} + 0.033 \cdot \tau. \quad (8)$$

Modelis (8) izskaidro 82 % no $G_{t(ABP)}$ izmaiņām: ja W_{pr} palielina par 1 %, $G_{t(ABP)}$ vidēji samazinās par 0.7 %; ja τ turpinās par 1 min ilgāk, $G_{t(ABP)}$ vidēji palielinās par 0.03 %. Sakarību (7) un (8) W_{pr} koeficienti norāda, ka W_{pr} palielinoties par 1 %, VBP un ABP G_t samazinās atšķirīgi.

ABP uzbriešana biezumā atkarībā no presēšanas temperatūras T_{pr} un spiediena p ir parādīta 7.att. (b). Šie faktori būtiski izskaidro 72.5 % no ABP G_t izmaiņām, norādot, ka T_{pr} paceļot par 1°C , ABP G_t vidēji paaugstinās par 0.1 %; ja p palielina par 1 MPa, ABP G_t vidēji paaugstinās par 0.6 %.

Plātņu robežstiprība statistiskajā liecē (f_m) variē $1...53 \text{ N mm}^{-2}$ robežās: VBP – $1...8 \text{ N mm}^{-2}$, ABP – $14...53 \text{ N mm}^{-2}$. Plātņu f_m rādītāju variēšana būtiski atkarīga no presēšanas temperatūras T_{pr} , TSA materiāla daļiņu izmēriem (frakcijas) un to mitruma W_{pr} , un plātņu blīvuma ρ .

Augstāki VBP f_m rādītāji ir sasniegti paraugiem no smalkākām TSA skaidu frakcijām ar W_{pr} 12 %. Paaugstinot W_{pr} 12...20 %, VBP f_m vērtības pazeminās. VBP gadījumā paaugstinot T_{pr} 150...170 °C, pie W_{pr} 8 %, f_m vērtības vidēji pazeminās. Savukārt pie T_{pr} 170 un 180 °C (W_{pr} 12 %) VBP paraugu f_m rādītāji būtiski neatšķiras (sk. 7.att.).



7.att. Plātņu robežstiprība liecē f_m atkarībā no presēšanas temperatūras T_{pr} ievērojot presējamā materiāla mitrumu W_{pr} .

Fig. 7. Correlation between board bending strength f_m and pressing temperature T_{pr} with account of MC of the SE material W_{pr} .

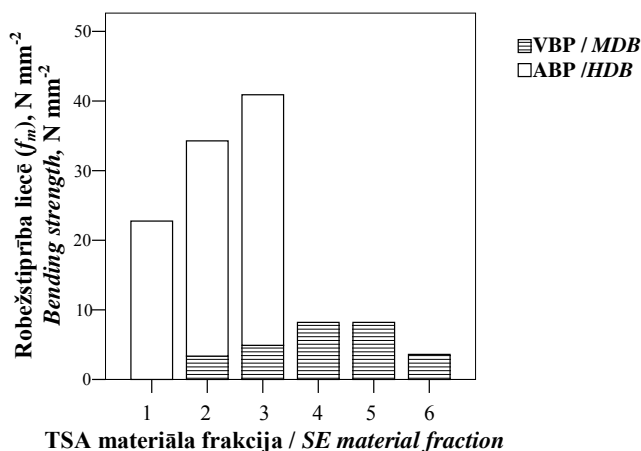
ABP gadījumā pie T_{pr} 160 °C f_m rādītāji variē 27...53 N mm⁻² robežās, ko ietekmē W_{pr} (sk. 7.att.). Paraugiem ar W_{pr} 8 %, paaugstinot T_{pr} 150...160 °C, f_m vērtības būtiski paaugstinās. Savukārt paraugiem ar W_{pr} 12 %, paaugstinot T_{pr} 150...160 °C f_m vērtības pazeminās. Tātad, presējot ABP optimālais W_{pr} ir 8 %. Paaugstinot T_{pr} 160...190 °C, ABP f_m vērtības lineāri būtiski samazinās (sk. 7.att., 38., 26., 27., 20., 21.Pk). Tas apliecina, ka T_{pr} 180...190 °C negatīvi ietekmē pašsaistošo daļiņu plātņu mehāniskās īpašības.

VBP zemos lieces rādītājus, visticamāk, ietekmē TSA materiālu augstais tilpumblīvums D . TSA procesā koksnes struktūra būtiski pārveidojas, izjaucas polimēru – hemiceluložu, celulozes un lignīna matrica. Iespējams tāpēc TSA materiāli raksturojas ar augsto D . Sakarā ar to, presējot VBP ar ρ 700 kg m⁻³, nepieciešams zems spiediens – p 0.2 MPa. Pie šāda spiediena izveidojas nepietiekami daudz kontaktu starp presējamā materiāla

daļiņu virsmām, kas rezultātā negatīvi ietekmē presētā parauga mehāniskās īpašības.

ABP presēšanas gadījumā lielāks spiediens nodrošina maksimālo daļiņu sablīvēšanu, kā rezultātā starp tām rodas pietiekami daudz kontaktu. Sakarā ar šiem apsvērumiem, jāpieņem, ka tas ir galvenais iemesls zemajiem VBP f_m rādītājiem.

Par TSA materiālu frakcijas būtisko ietekmi uz f_m rādītājiem liecina 8.att. parādīta sakarība. No tās skaidri redzams, ka VBP gadījumā labākos f_m rezultātus sasniedz paraugi no TSA materiāla frakcijas ≤ 0.4 mm. VBP paraugi no TSA materiāla frakcijas 1...2 mm, augstu f_m vērtību sasniedz augsta blīvuma dēļ (ρ 930 kg m⁻³). Savukārt ABP gadījumā, labākie f_m rezultāti sasniegti plātnēm no TSA materiāla frakcijas ≤ 2 mm.



8.att. Plātņu robežstiprība liecē f_m atkarībā no TSA materiāla frakcijas:

1 – TSA šķeldas; 2 – TSA skaidas; 3 – maltas TSA šķeldas ≤ 2 mm; 4 – TSA skaidas 1...2 mm;
5 – TSA skaidas ≤ 0.4 mm; 6 – maltas TSA šķeldas pēc ūdens ekstrakcijas.

Fig. 8. Boards bending strength dependence on SE material fraction:

1 – SE chips; 2 – SE particles; 3 – ground SE chips ≤ 2 mm; 4 – SE particles 1...2 mm;
5 – SE particles ≤ 0.4 mm; 6 – ground SE chips after water extraction.

Plātņu robežstiprības liecē f_m izmaiņas vislabāk izskaidro plātņu blīvums ρ , ko apraksta lineārās regresijas modelis:

$$f_m = 0.039 \cdot \rho - 22.8. \quad (9)$$

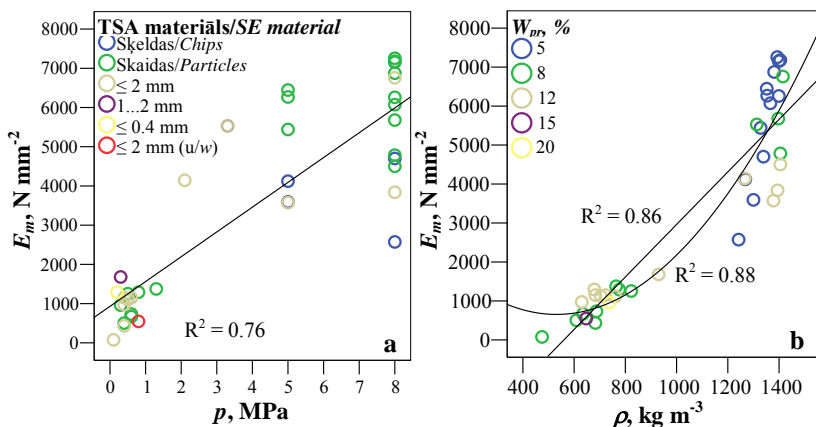
Modelis (9) izskaidro 84.7 % no f_m izmaiņām sekojoši: ρ palielinoties par 1 kg m⁻³, f_m vērtība vidēji pieaug par 0.04 N mm⁻².

Izvērtējot maksimālos f_m rādītājus, optimālie plātņu iegūšanas apstākļi atšķiras atkarībā no blīvuma. VBP gadījumā: TS1 materiāla frakcija ≤ 0.4 mm, W_{pr} 12 %, T_{pr} 170 °C, p 0.2 MPa, τ 16 min; ABP – TS1 materiāla frakcija ≤ 2 mm, W_{pr} 8 %, T_{pr} 160 °C, p 3...8 MPa, τ 16 min.

Pašsaistošo daļiņu **plātņu elastības modulis statistiskajā liecē (E_m)** variē 76...7256 N mm⁻² robežās: VBP – 76...1679 N mm⁻², ABP – 2573...7256 N mm⁻². Plātņu E_m rādītāji mainās līdzīgi kā f_m gadījumā. Neskatoties uz lielu rezultātu izkliedi, 76 % no E_m rādītāju izmaiņām statistiski būtiski izskaidro presēšanas spiediens p pēc lineārās sakarības:

$$E_m = 930 + 632.36 \cdot p. \quad (10)$$

Balstoties uz sakarību (10) var pamatoti apgalvot: p palielinoties par 1 MPa, E_m vērtība vidēji palielinās par 632.4 N mm⁻². Šī sakarība ir parādīta 9.att. (a), iekļaujot presējamā materiāla frakcijas ietekmi.



9.att. Plātņu E_m izmaiņas atkarībā no spiediena p (a) un blīvuma ρ (b).

Fig. 9. Modulus of elasticity vs. pressure p (a) and density ρ (b).

Paraugu E_m izmaiņas atkarībā no blīvuma ρ parādīta 9.att. (b), no kā redzams, ka sakarība nav vienozīmīga. Otrās kārtas polinoms izskaidro tikai par 2 % vairāk no E_m izmaiņām, nekā lineārais modelis:

$$E_m = 6.74 \cdot \rho - 3775.16. \quad (11)$$

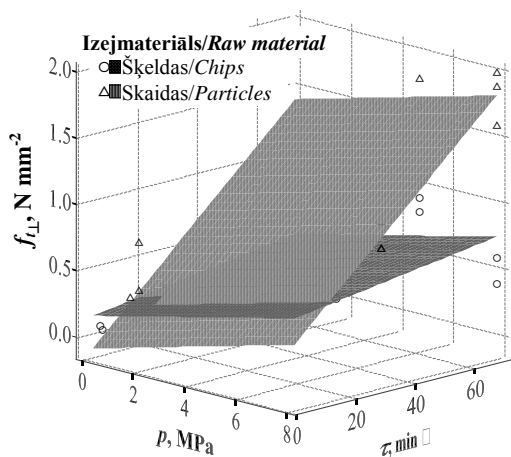
No modeļa (11) izriet: ρ palielinoties par 1 kg m⁻³, E_m vērtība vidēji palielinās par 6.74 N mm⁻². Izvērtējot maksimālos E_m rezultātus, optimālie plātņu iegūšanas apstākļi atšķiras atkarībā no blīvuma. VBP gadījumā –

TSA materiāla frakcija ≤ 0.4 mm, W_{pr} 12 %, T_{pr} 170 °C, p 0.2 MPa; ABP – TSA skaidu frakcija, T_{pr} 150...180 °C, W_{pr} 5...8 %, p 2...8 MPa.

Pašsaistošo daļiņu **plātņu robežstiprība stiepē perpendikulāri plātnes plaknei** ($f_{i\perp}$) variē 0.03...2.0 N mm⁻² robežās. VBP paraugu $f_{i\perp}$ rādītāji variē 0.03...0.65 N mm⁻², ABP – 0.4...2 N mm⁻². Starpība starp VBP un ABP $f_{i\perp}$ rādītājiem ir statistiski būtiska.

Plātņu $f_{i\perp}$ vērtību izmaiņas ir atkarīgas no presēšanas spiediena p , laika τ un izejmateriāla frakcijas (šķeldas vai skaidas), ko apraksta statistiski nozīmīgs lineārais modelis:

$$f_{i\perp} = 0.051 \cdot p + 0.022 \cdot \tau + 0.283(\text{šķeldas/chips}) - 0.019 \cdot \tau(\text{šķeldas/chips}) - 0.135. \quad (12)$$



10.att. Plātņu $f_{i\perp}$ atkarība no p un τ , ievērojot izejmateriāla frakciju.

Fig. 10. Dependence of internal bond on p and τ with account of raw material.

Modelis (12) izskaidro 91.4 % no $f_{i\perp}$ vērtību izmaiņām, kas grafiski ir parādīts 10.att. No tā redzams, ka pastāv būtiska faktora τ mijiedarbība atkarībā no izejmateriāla. Līdz ar to modeli (12) var sadalīt divos vienādojumos, atkarībā no izejmateriāla frakcijas.

Plātnes presējot no TSA šķeldām, $f_{i\perp}$ variē pēc sakarības:

$$f_{i\perp} = 0.148 + 0.051 \cdot p + 0.003 \cdot \tau. \quad (12 \text{ a})$$

No modeļa (12 a) koeficientiem izriet: p palielinot par 1 MPa, $f_{i\perp}$

vērtība vidēji paaugstinās par 0.051 N mm^{-2} ; τ palielinot par 1 min, $f_{t\perp}$ vērtība vidēji palielinās par 0.003 N mm^{-2} .

Savukārt plātnes presējot no TSA skaidām, $f_{t\perp}$ vērtības izmainās pēc šādas sakarības:

$$f_{t\perp} = 0.051 \cdot p + 0.022 \cdot \tau - 0.135. \quad (12 \text{ b})$$

No 10.att. var redzēt, ka maksimālās $f_{t\perp}$ vērtības tiek sasniegtas paraugiem no izejmateriāla skaidu frakcijas, kas parāda būtiski lielāku priekšrocību nekā izejmateriālam no šķeldu frakcijas.

No izpētītām sakarībām var secināt, ka plātņu $f_{t\perp}$ vērtību izmaiņas ir atkarīgas no izejmateriāla frakcijas, presēšanas laika, spiediena un plātņu blīvuma. Jāatzīmē, ka presēšanas laiks, šajā gadījumā, nozīmē arī presēšanas ciklu, sevišķi ABP gadījumā. Izejot no veiktām analizēm, maksimālās $f_{t\perp}$ vērtības ir iegūtas pie τ 70 min (ABP gadījumā). Taču plātņu ražošanā šāds presēšanas laiks nav pieņemams. Tāpēc izejot no pārējiem $f_{t\perp}$ rezultātiem, optimālie pašaistošo daļiņu plātņu iegūšanas apstākļi ir: ABP – TS1 skaidas, W_{pr} 5...8 %, T_{pr} 160 °C, p 2...8 MPa, τ 16 min; VBP – TS1, TS2 skaidas, W_{pr} 8...12 %, T_{pr} 160...170 °C, p 0.3...0.8 MPa, τ 16 min.

Izgatavoto plātņu izmantošanas iespējas

Izgatavotie pašaistošo daļiņu plātņu paraugi būtiski atšķiras no rūpnieciski ražotajām koksnes daļiņu plātnēm, jo netiek izmantotas sintētiskās saistvielas. Līdz ar to, pašaistošo daļiņu plātnes ir jauns plātņu veids, pēc struktūras līdzīgs kokšķiedru un kokskaidu plātnēm.

Lai noteikt promocijas darba ietvaros izgatavoto plātņu izmantošanas iespējas, tās ir salīdzinātas ar standartizētām kokšķiedru un kokskaidu plātnēm veicot noteikto īpašību 5 procentīļu aprēķinus, atbilstoši izvēlētiem plātņu tipiem:

- mitrā paņēmiena vidēja blīvuma kokšķiedru plātnes, vispārējai izmantošanai sausos apstākļos bez noslogojuma (LVS EN 622-3, MBH, 2004);
- mitrā paņēmiena augsta blīvuma kokšķiedru plātnes, vispārējai izmantošanai sausos un mitros apstākļos (LVS EN 622-2, HB un HB.H, 2004);
- sausā paņēmiena kokšķiedru plātnes izmantošanai sausos apstākļos ar noslogojumu (LVS EN 622-5, MDF.LA, 2010);
- sausā paņēmiena kokšķiedru plātnes vispārējai izmantošanai mitros apstākļos (LVS EN 622-5, MDF.H, 2010);

- kokskaidu plātnes izmantošanai mitros apstākļos ar noslogojumu (LVS EN 312 P5, 2011).

Salīdzinot VBP paraugu īpašības atbilstoši izvēlēto plātņu tipiem jāsecina, ka tās neatbilst standartizētām plātnēm sakarā ar pārāk vājām mehāniskām īpašībām. Kā redzams no 1.tabulas, pat VBP paraugi ar sasniegtām labākām īpašībām neapmierina MBH plātņu lieces izturības un elastības moduļa prasības.

1.tabula/Table 1

**Izgatavoto VBP īpašību raksturlielumi
salīdzinājumā ar standarta prasībām**

Parameters of self-binding MDB compared to the standard requirements

Paraugi Sample	Galvenie raksturlielumi Values of main parameters			Aprēķinātie raksturlielumi Calculated values			
	s , mm	ρ , kg m ⁻³	W_{pls} , %	G_{t95} (24 h), %	f_{m5} , N mm ⁻²	E_{m5} , N mm ⁻²	$f_{t\perp 5}$, N mm ⁻²
12.	5.9±0.10	722±9	5.4±0.03	10	3.9	984	0.19
14.	6.1±0.06	679±18	—	—	6.9	1025	0.17
15.	4.6±0.04	930±32	—	—	7.1	1503	0.63
17.	6.1±0.07	683±23	—	—	5.7	868	0.07
EN standarta prasības / Requirements of the EN standard							
622-3 MBH	≤ 10	560... 900	4...9	15	15	2000	0.1

ABP paraugu raksturlielumi ar labākām iegūtām īpašībām parādīti 2.tabulā. No tās redzams, ka paraugu īpašības atbilst izvēlēto standartu prasībām, kas norāda konkrētu plātņu izmantošanas veidu.

Pašsaistošo daļiņu plātņu mitrumizturības novērtēšanai veikts paraugu vārīšanas testējums ar sekojošo robežstiprības stiepē perpendikulāri plātnes plaknei pārbaudi (LVS EN 1087-1, 2002). Papildus tam, mitrumizturība noteikta tirgū pieejamām kokšķiedru plātnēm, kas tiek apzīmētas kā mitrumizturīgas. Mitrumizturīgās plātnes paraugs (ρ 846±0.003 kg m⁻³, s 6 mm) iegādāts SIA ATTELS R uzņēmumā Rīgā, kas tirgo dažādus plātņu materiālus.

Mitrumizturības pārbaudes labākie rezultāti ar noteiktām vidējām robežstiprības stiepē $f_{t\perp}$ un aprēķinātām 5 procentīļu ($f_{t\perp 5}$) vērtībām ir parādīti 3.tabulā. Standartizētu kokšķiedru (HB.H un MDF.H) un kokskaidu (P5) plātņu, paredzētu izmantošanai mitros apstākļos, salīdzinotās īpašības dotas tabulas apakšējās rindās. Paraugs MDF.M reprezentē tirgū piedāvāto mitrumizturīgo kokšķiedru plātņu rezultātus.

2.tabula/Table 2

**Izgatavoto ABP īpašību raksturlielumi
salīdzinājumā ar standartu prasībām**

Parameters of self-binding HDB compared to the standard requirements

Paugaus Sample	Galvenie raksturlielumi Values of main parameters			Aprēķinātie raksturlielumi Calculated values			
	s , mm	ρ , kg m ⁻³	W_{pl} , %	$G_{t\ 95}$ (24 h), %	$f_m s$, N mm ⁻²	$E_m s$, N mm ⁻²	f_{t1s} , N mm ⁻²
23.	6.4±0.02	1405±5	—	11	33	6892	1.71
30.	6.5±0.02	1399±2	7.4±0.02	10	30	5549	0.90
32.	5.8±0.07	1378±11	—	—	27	3520	—
36.	5.5±0.05	1415±5	—	—	50	6271	—
38.	6.0±0.04	1313±13	8.7±0.2	5	28	4135	0.50
EN standartu prasības / Requirements of the EN standards							
622-2 HB/HB.H	> 5.5	≥ 900	4...9	25/ 20	25/ 30	2300/ 2900	0.5/ 0.6
622-5 MDF.LA	> 6...9	—	4...11	17	29	3000	0.7
622-5 MDF.H	> 6...9	—	4...11	12	27	2700	0.8
312 P5	> 6...3	—	5...13	11	18	2550	0.45

3.tabula/Table 3

Izgatavoto ABP paraugu mitrumizturība saskaņā ar ES prasībām

Moisture resistance of self-binding HDB compared to EN standards

Paraugs Sample	Vidējā vērtība (f_{t1}) Mean value	Standartklūda Standard error	Aprēķināta vērtība (f_{t1s}) Calculated value
32.	0.25	0.085	0.17
37.	0.25	0.036	0.13
38.	0.34	0.030	0.24
MDF.M/Control	0.02	0.001	0.01
EN standartu prasības / Requirements of the EN standards			
EN 622-2 HB.H ($s > 5.5$ mm)			0.25
EN 622-5 MDF.H ($s > 6...9$ mm)			0.15
EN 312 P5 ($s < 13$ mm)			0.15

Kā var redzēt no 3.tabulas, HB.H plātņu prasībām neatbilst ne viens no izgatavotajiem paraugiem. Plātņu MDF.H un P5 prasībām atbilst 32. un 38.Pk, norādot iespēju izgatavotās plātnes izmantot mitros apstākļos. Savukārt tirgū pieejamo mitrumizturīgo plātņu parauga MDF.M rezultāts

neatbilst izvēlēto standartu prasībām. Šis rezultāts ļoti pārsteidz, taču arī apstiprina, ka promocijas darba ietvaros izgatavotajām pašsaistošo daļiņu plātnēm piemīt ļoti pozitīvas mitrumizturības īpašības.

Potenciālā TSA materiālu izmantošanas sfēra varētu paplašināties, izpētot arī citas to īpašības: siltumvadītspēju (siltumizolācijas materiālos), ugunsizturību, dielektrisko caurlaidību, elektrovadītspēju (elektroizolācijas materiālos), cietību un nodilumizturību (liešanas materiālos). TSA pašsaistošo masu varētu izmantot arī materiālu izgatavošanai ar ekstrūdera paņēmienu, ko pašlaik pielieto sajaucot smalcināto koksni ar dažādiem sintētiskiem polimēriem.

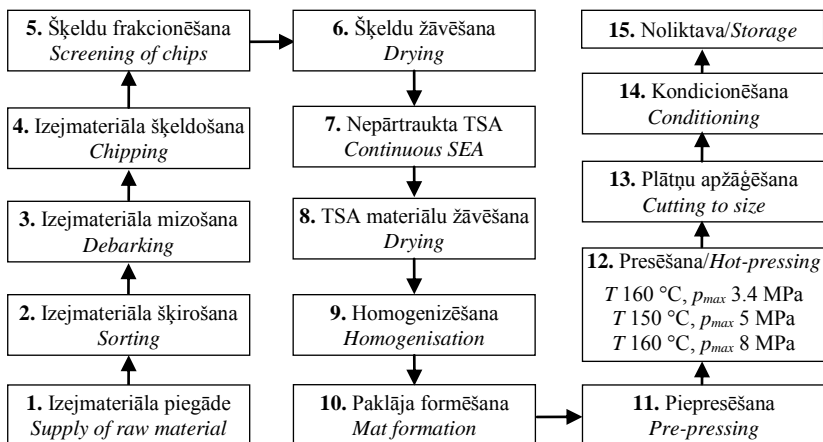
Izgatavoto plātņu iespējamā ražošanas shēma

Pēc promocijas darba ietvaros izgatavoto plātņu salīdzinājuma ar ES normām var redzēt, ka tās varētu izmantot dažādos nolūkos gan sausus, gan mitros apstākļos. Pēc veiktām analīzēm izšķir 3 paraugu grupas (sk. 2. un 3.tabula 32., 36., 38. paraugi), kas ir izgatavotas pie dažādiem presēšanas apstākļiem. Piedāvājot izstrādāto plātņu ieviešanu rūpniecībā, iespējamā ražošanas shēma varētu būt ar trijām presēšanas līnijām (sk. 11.att.).

Potenciālās shēmas 1., 3. un 4. posmi ir tipiskie kokskaidu un kokšķiedru plātņu ražošanā. Jautājums ir par 2. ražošanas posmu. Vienkāršākais izejmateriāls varētu būt baltalkšņa tievkoksne. Bet tā kā izejmateriāls ir nepieciešams šķeldu vai tml. veidā, rūpnieciskā procesā varētu būt izmantojami arī mežizstrādes un kokapstrādes rūpniecības atlikumi. Līdz ar to 2. posms domāts tieši dažādu izejmateriālu šķirošanai tālākai apstrādei.

Šķeldu fracionēšana (sk. 11.att. 5.) domāta mizas, zaru un lielāku gabalu atdalīšanai. Šķeldu žāvēšana līdz $W 10...15 \%$ ir nepieciešama ekonomiskai TSA (sk. 11.att. 6.). Pētījumos noteikts, ka TSA materiālu izmaksas ir cieši saistītas ar apstrādes apjomiem. Līdz ar to pašsaistošo daļiņu plātņu rentabla ražošana varētu būt no 25000 t gadā, kas sastādītu ap 18000 m^{-3} jeb $\sim 300000 \text{ m}^{-2}$ plātņu ar biezumu 6 mm. Salīdzināšanai var pieminēt, ka SIA Bolderāja OSB ražošanas līnijas jauda ir 350000 m^{-3} gadā. Šeit jautājums ir par pieprasījumu.

TSA materiālu žāvēšanai līdz $W 8...12 \%$ var izmantot MDF ražošanā izmantojamās tehnoloģijas (sk. 11.att. 8.). TSA materiāla homogenizēšana (sk. 11.att. 9.) arī ir atklāts izpildīšanas jautājums. Iespējams, ka optimālais variants varētu būt kāds no papīrrūpniecībā vai MDF ražošanā lietojamiem rafinieriem. Kaut gan, kā pētījumā atklāts, baltalkšņa TSA materiāla ūdens ekstrakcija negatīvi ietekmē plātņu mehāniskās īpašības. Kā zināms, rūpniecībā izmantojamie rafinieri strādā tvaika vidē.



11.att. **Baltalkšņa pašsaistošo daļiņu plātņu iespējamā ražošanas shēma.**

Fig. 11. Potential production line of grey alder self-binding boards.

Paklāja formēšanai un piepresēšanai (sk. 11.att. 10. un 11.) varētu izmantot tipiskas kokšķiedru plātņu ražošanas iekārtas. Plātņu presēšanu varētu organizēt trijās atsevišķās daudzstāvu presēs ar nemainīgiem presēšanas parametriem (sk. 11.att. 12.). Presēšanu varētu organizēt arī vienā presē, periodiski mainot režīmus. Presēm obligāti jābūt aprīkotām ar dzesēšanas sistēmām.

Pēc plātņu presēšanas seko tipiskas kokskaidu un kokšķiedru plātņu ražošanas operācijas – apžāģēšana noteiktos formātos un kondicionēšana (sk. 11.att. 13. un 14.). Jautājums ir par kondicionēšanu. Izstrādāto plātņu presēšanas beigu stadijā ir paredzēta dzesēšana, kur, iespējams, tiek novērsta lielākā daļa iekšējo spriegumu. Līdz ar to 14. posms šajā gadījumā varētu atkrist. Pēdējais tehnoloģiskais posms ir gatavo plātņu transportēšana uz noliktavu, no turienes – uz realizēšanas vietām.

SECINĀJUMI

Promocijas darba ietvaros baltalkšņa koksnes apstrādei izmantota tvaika sprādziena (TS) metode. Šajā procesā, piesātinātam tvaikam iedarbojoties uz koksni, notiek autohidrolīze, kā rezultātā atdalās galvenie koksnes komponenti; bet dekompresijas brīdī notiek TS un koksnes šūnas atdalās mehāniski. TS procesā modificētie koksnes komponenti lignīns un hemicelulozes pārkļāj sagrauto šūnu virsmas. Šī parādība rada pašsaistošos efektu un ir galvenā **TS apstrādes priekšrocība**, izgatavojot koksnes daļiņu plātnes bez sintētiskām saistvielām.

Pamatojoties uz veiktajiem pētījumiem, saskaņā ar promocijas darba mērķi un izvirzītiem uzdevumiem var secināt sekojošo:

1. baltalkšņa koksni apstrādājot TS, komponentu lignīna un celulozes saturs nemainās, bet hemiceluložu saturs samazinās neatgriezeniski atkarībā no barguma faktora, pārvēršoties gaistošos savienojumos;
2. baltalkšņa koksnes tilpumblīvums pēc TS apstrādes samazinās 1.2...1.7 reizes atkarībā no izejmateriāla frakcijas (skaidas vai šķeldas) un TS apstrādes laika (1...10 min pie $T \geq 200\text{ }^{\circ}\text{C}$);
3. pēc TS apstrādes baltalkšņa koksnes termiskā izturība samazinās, kas, savukārt, kļuva par priekšrocību presējot plātnes pie pazeminātām temperatūrām ($T\ 150\text{...}170\text{ }^{\circ}\text{C}$);
4. pateicoties lignīna pārkļājumam uz koksnes daļiņu virsmām pēc TSA, iegūtajiem plātņu paraugiem piemīt augsta formas stabilitāte;
5. plātņu blīvumam pieaugot, īpašības pārsvarā būtiski uzlabojas, izņemot mitrumu, kas paaugstinās un uzbriešanu biezumā, kas būtiski neatšķiras;
6. sakarā ar TSA materiālu augsto tilpumblīvumu, vidēja blīvuma plātņu (VBP, $\rho\ 475\text{...}800\text{ kg m}^{-3}$) iegūšanai nepieciešams relatīvi zems spiediens ($p\ 0.1\text{...}0.5\text{ MPa}$), kas ietekmē plātņu zemo lieces izturību ($\leq 8\text{ N mm}^{-2}$);
7. **VBP** paraugi apmierina vairākas attiecīgo EN standartu prasības, kas nosaka tādas plātņu īpašības kā mitrums, uzbriešana biezumā un stiepes izturība perpendikulāri plātnes plaknei; turpretim lieces izturība ir pārāk zema un **neatbilst attiecīgajām normām**;
8. augsta blīvuma plātņu paraugi (**ABP**, $\rho\ 1240\text{...}1415\text{ kg m}^{-3}$) pēc noteiktām īpašībām **atbilst** sekojošiem **standartizēto plātņu tipiem**, kas paredz konkrētu izmantošanu:
 - augsta blīvuma kokšķiedru plātnes vispārējai lietošanai sausos apstākļos (LVS EN 622-2, HB, 2004);

- kokšķiedru plātnes vispārējai lietošanai mitros apstākļos (LVS EN 622-5, MDF.H, 2010);
- kokskaidu plātnes izmantošanai mitros apstākļos ar noslogojumu (LVS EN 312, P5, 2011).

Pamatojoties uz iegūtajiem rezultātiem un izdarītiem secinājumiem, var apgalvot, ka **promocijas darba mērķis ir sasniegts un izvirzītā hipotēze** – baltalkšņa koksnes izejmateriālu apstrādājot TS, iespējams iegūt kvalitatīvu jaunu plātņu veida materiālu bez sintētiskām saistvielām – **ir apstiprinājies**.

REKOMENDĀCIJAS

1. Ieviešot pašsaistošo materiālu iegūšanu no baltalkšņa koksnes ar tvaika sprādziena paņēmieni, ieteicams izmantot šādus tehnoloģiskos parametrus: izejmateriāla mitrums W 10...15 %, apstrādes temperatūra un laiks reaktorā attiecīgi T 235 °C, τ 1 min.
2. Specifiskai apstrādājamā materiāla frakcionēšanai TS procesā var izmantot vairākus uztvērējus, katrā nākamajā tvertnē iegūstot ~10 % vairāk smalkumu frakcijas (≤ 0.2 mm).
3. Ieviešot augsta blīvuma pašsaistošo daļiņu plātņu no baltalkšņa koksnes rūpniecisku ražošanu vai arī turpinot iesāktos pētījumus, ieteicams presēšanu veikt pie šādiem tehnoloģiskiem parametriem: T 160 °C, W_{pr} 5...8 %, maksimālais spiediens p_{max} 3...8 MPa. Īpaši jāņem vērā plātņu presēšanas procesa beigu temperatūra, kura nedrīkst būt augstāka par 80 °C.

GENERAL DESCRIPTION OF THE STUDY

Topicality of the subject

Production of wood composite materials makes an important share in wood industry, GDP and export of the EU. Fibreboards comprise 25 % of all wood board materials produced in Europe, particleboards – up to 60 %. As a response to demand the fibreboard mill in Latvia has been reconstructed in 2007.

The present technologies of wood composites are well known making use of synthetic adhesives obtained from growing expensive fossil resources and causing health problems. The share of the price of the approximately 10 % of synthetic adhesives in wood composites makes 50% of the total costs of production and increases with the price of the resource.

The study is focused on obtaining composite boards from wood after pre-treatment by steam explosion auto-hydrolysis (SEA) without the use of synthetic adhesives. Wood chips or the like are exposed for some minutes to saturated steam under high-pressure in a closed reactor after which time, by opening the reactor, being decompressed they are instantly ejected – steam-exploded (SE) from the reactor and turned into something like pulp (SE wood mass or SE material). The matrix of main components is partly decomposed into separate fibres lignin and hemicelluloses covering the particle surfaces of the SE mass.

Different from chemically processed wood pulp the SE material does not contain sulphur and lignin has a high chemical reactivity. Further the SE mass is hot-pressed to obtain the wood composite without synthetic adhesives. Such materials are called self-binding or binder-less composites – lignin and hemicelluloses – components of the SE mass act as bonding agents instead of synthetic adhesives during hot-pressing. Therefore, the self-binding composites are environmentally friendly products resolving the utilisation problem at a competitive price.

Another significant factor in board production is the option of raw material. Softwoods of the rotation period of at least 70 years are the usual choice. In the study grey alder (*Alnus incana* L. Moench), a fast-growing reaching the mean annual increment maximum around the age of 20 years, is used as the raw material by which the potential use of grey alder wood for production of self-binding boards would be examined.

The Thesis is aimed at investigation of the technological parameters and properties of the self-binding boards obtained from grey alder wood particles after pre-treatment by steam explosion.

Tasks of the Thesis include

1. Clarifying the impact of steam explosion pre-treatment on the grey alder raw material.
2. Elaboration of the technological process for production of boards from grey alder raw material pre-treated by steam explosion.
3. Examining physical mechanical properties of the obtained board samples.
4. Determining correlations between the studied properties and technological parameters of the board samples.
5. Comparing the properties of the obtained self-binding boards with the features of the standardised fibreboards and particleboards manufactured in the EU; assessment of possible applications of the self-binding boards depending on the explored features.

Materials and methods

A laboratory-scale periodic steam-explosion unit (LSIWC) and a semi-industrial JOOS single pressing machine (IRDFWP) were used to accomplish the experimental tasks.

The selected wood material was characterised before and after SEA by use of a Vega TS 5136 scanning electron microscope (SEM), a Lorentzen & Wettre “Fibre Tester” digital analyser of fibre dimensions, a METTLER TOLEDO DSC and a TGA/SDTA analysers of thermal properties (LSIWC).

Chemical components of the SE material were separated by the method used in the Laboratory of Biomass Eco-efficient Conversion of the LSIWC: first extracting the water-soluble components of the SE material in water solution (1:4), then – components in the residual soluble in 0.4 % alkali solution (1:4), and finally precipitating the lignin components by neutralising the alkali solution with 34 % of hydrochloric acid (100:1).

Mechanical properties of the hot-pressed board samples were studied on a ZWICK/Z100 universal machine for testing the strength of materials (IRDFWP). The properties of the board samples were determined in accordance to the EN standards: EN-323:2000 (density), EN-322:1993 (moisture content), EN-317:2000 (swelling in thickness after immersion in water for 24 h), EN-310:2001 (modulus of elasticity and bending strength), EN-319:2000 (tensile strength perpendicular to the board plane), and EN-1087-1:2002 (resistance to moisture).

MS Excel and SPSS software has been used for processing the obtained data.

Proposed hypothesis

A qualitatively novel self-binding board material without synthetic adhesives can be obtained from grey alder wood by SEA pre-treatment.

Scientific novelty

- The extended research results of SE grey alder wood include mass recovery, content of main components, fibre dimensions, bulk density, and thermal properties.
- The study is the first in Latvia related to development of self-binding boards from SE grey alder wood particles.
- Physical mechanical properties of self-binding boards from SE grey alder wood particles being determined.
- Relationships of impact factors affecting the properties of obtained self-binding board samples.

Practical significance

- Based on the results of the Thesis a Latvian State Patent No. 14119 B “The device for obtaining fibred semi-products” is submitted and accepted.
- A self-binding material for making boards without synthetic adhesives is obtained by means of the SEA technology.
- The obtained self-binding boards meet the requirements of EN standards for all categories of load-bearing boards for general purpose use in dry and humid conditions.
- The research results are published in international journals and available for further development of self-binding wood composites.

The structure of the Thesis

1. Wood particle composites.
2. Materials and Methods.
3. Results.
4. Suggestions for Usage of the Studied Self-binding Boards.
5. Conclusions.
6. Recommendations.

The 126 pages of text include 56 figures, 15 tables, 53 formulas, the list of 9 published papers, and the list of references to 152 sources.

MATERIALS AND METHODS

Characterisation and pre-treatment of raw material

The raw material of grey alder wood species used in the study has been grown on a long-term maintenance sample plot in “Skrunda” forestry (south-west of Latvia). The chips of grey alder round-wood cut by a “Bruks” (Sweden) chipper and screened through a 20 mm mesh were selected to be without bark, knots, and rot.

A part of the prepared chips was farther processed by a “Retsch” crusher to particle size ≤ 2 mm to obtain a 0.4...2 mm fraction after screening out the fines.

The chips and particles containing ~10 % moisture are treated by saturated steam at temperatures up to 235 °C and pressure (p) up to 3.2 MPa in the reactor of the SE unit (Fig. 1). The prepared raw material (chips and particles) being loaded and the reactor closed to let in the generated steam, the pre-set pressure is reached within 15 s the treatment time (τ) being counted from the instant the required pressure is reached. Upon elapse of the due time reactor is opened, the processed material decompressed and ejected into receiver (Fig. 1).

Basically, as shown in Fig. 1, a single receiver is used. However, part of experiments is made with series of two receivers the Latvian Patent No. 14119 B of which was submitted.

During the SEA components of wood or the like are hydrolysed due to high temperature and pressure (T 160...250 °C, p 2...4 MPa) under which conditions acid groups separated from hemicelluloses (pentosans) form acid catalysts. As a result, hemicelluloses and amorphous regions of cellulose are hydrolysed and lignin destructed. Abrupt decompression of the mass halts the chemical reactions of hydrolysis and tears apart the fibrous matter. By SEA treatment the chemical, molecular and ultra-structure of wood or the like is divided into separate phases of the main polymeric components.

The level of the SEA pre-treatment is characterised by severity factor R_0 (expression 1) combining temperature T and time τ . The same severity factor R_0 characterising the quality of the SE material can be achieved at various pre-treatment parameters T and τ . Therefore, maintaining the temperature constant and equal to 235 °C while changing the time of processing to be τ – 0.5, 1, 2, and 3 min the values of the factor of severity $\log R_0$ are equal to 3.67 (SE05), 3.97 (SE1), 4.28 (SE2), and 4.45 (SE3), respectively. For comparison of samples with the same severity factor additional combination of parameters was selected – T 200 °C, τ 10 min, $\log R_0$ 3.94 (SE10).

Materials before and after the SEA treatment were characterised by moisture content and bulk density determined according to the CEN/TS standards (14774-2:2010, 15103:2005) as well as fractionated in the column of meshes 2 – 1 – 0.8 – 0.63 – 0.4 – 0.2 mm and analysed with the methods mentioned above.

Obtaining the self-binding boards

Producing of self-binding board samples consists of three main processes: 1) pre-treatment of the raw material by SEA; 2) drying and homogenising of the SE material; 3) hot-pressing and cooling.

The SE materials as SE chips and SE particles were dried to moisture content W 5...20 % at room conditions. Part of the SE materials is homogenised by crushing (see above). Six fractions of SE materials were prepared to press the board samples:

- **SE chips** – (5...20 mm) chips after SEA;
- **SE particles** – (0.4...2 mm) particles after SEA;
- **SE chips ≤ 2 mm** – (5...20 mm) chips homogenised after SEA;
- **SE chips ≤ 2 mm (w)** – (5...20 mm) chips homogenised after SEA and water extraction;
- **SE particles 1...2 mm** – SE particles after screening through 2 and 1 mm mesh;
- **SE particles ≤ 0.4 mm** – SE particles after screening through 0.4 mm mesh.

The pressed board samples fall into two categories of density (ρ): **medium density boards (MDB, $\rho < 800 \text{ kg m}^{-3}$)** and **high density boards (HDB, $\rho > 1200 \text{ kg m}^{-3}$)**. 38 populations of board samples (17 MDB and 21 HDB) of different parameter combinations were made: severity factor R_0 of SEA, fraction and its moisture content (W_{pr} 5...20 %) of the SE material, pressing temperature (T_{pr} 150...190 °C) and pressure (p 0.1...8 MPa). The pressing time depends on the pressing diagram: for MDB samples – 16...23 min; for HDB samples – 16...70 min (Fig. 2). Each pressing diagram includes hot-pressing time (τ 6...10 min) and time (τ 10...60 min) of cooling down to $T \leq 80$ °C.

After pressing the board samples were conditioned (T 20 \pm 2 °C, H 65 \pm 5 %) before being cut to the size required by the relevant standards for testing specimens (see above). In average each property is repeated in 8 specimens of the sampled population.

The coherences between impact factors and properties of the obtained self-binding boards are assessed by correlation, regression and covariation analyses. Hypothetic correlations between the factors are tested

with statistical probability $P = 95 \%$. Influence of the factors and comparison of sample means are tested by one-way ANOVA analysis and t - test at confidence level $\alpha = 0.05$.

RESULTS

Characterization of steam exploded materials

After the SEA treatment the exploded material has a dark brownish colour, contains a lot of soft fibre bundles of moisture content $\sim 60 \%$ and resembles humus. After drying in air the bundles of fibre become hard and look like pieces of clay – a characteristic of self-adhesion.

A part of hemicelluloses during the treatment is converted by hydrolysis into volatile products resulting in some **loss of mass of the SE material** with respect to the oven-dry (o.d.) mass of the raw material. The amount of the lost mass (m_{loss}) depends on the severity factor $\log R_0$ of SEA that, according to the linear model (2), explains 86.4 % of the total mass loss: increasing the $\log R_0$ value by 1 unit the amount of the lost mass increases in average by 20 %.

There are no significant differences detected in mass loss between the samples pre-treated at different SEA conditions of the same severity factor. However, a significant decrease (from 12 to 6 %) of the loss of mass has been detected at increasing the moisture content of the raw material from 6 to 12 %.

The content of chemical components of the SE material shows a decrease of hemicelluloses with increasing R_0 as mentioned above the content of lignin and cellulose being dependent on the method of isolation. Residual hemicelluloses detected as water-soluble products comprise 4...18 % of the o.d. mass of the raw material.

The content of cellulose detected as a solid residual after separate extractions with water and alkali solution comprises 47...54 %. The cellulose content of untreated grey alder wood is known to be 45 %. It means that the 54 % proportion of the SE1 residue detected as cellulose contains also lignin that has not been removed by alkali solution.

The recovered lignin varies within 15...22 % of the o.d. raw material mass. The lignin content of untreated grey alder wood is known to be 23 %. A part of lignin after SE1 should have been solved in water making the final recovery of lignin as low as 15 % detected by the selected isolation method. However, the lignin content isolated from the SE2 material being 22 % makes up to 95 % of the lignin content of untreated grey alder wood. This way of lignin recovery shows a significant advantage of the SEA

technology.

Observing the SEM image of the raw material (Fig. 3 a) reveals mechanically destructed wood structure of parallel fibres and vessels. Samples of the steam-exploded mass show significantly changed patterns of damaged fibre complexes and surfaces of particles covered by a caramel-like film (Fig. 3, b and c).

After extractions by water and alkali solution the caramel-like coatings of the SE material with disappear exposing a micro-fibril structure on the cleared surfaces (Fig. 3 d). The observations confirm that the caramel-like film presents modified products of lignin and hemicelluloses acting as adhesives during hot-pressing.

The screening of SE materials in the meshes column shows the level of destruction of the raw material. SE chips contain 73 % of the fraction remaining on a 2 mm mesh showing a low level of destruction. The same fraction of SE particles comprises 23 % showing the self-adhesive behaviour of the SE material. The ground SE material contains only 10 % of the fraction ≤ 0.2 mm that significant differs from fibrous material processed by industrial grinders containing up to 80 % of the fraction.

The fibre analysis of SE materials shows that length of fibres of SE chips varies within the 0.83...1.18 mm range depending on the screening fraction and is not significantly exceed that of the SE particles while the fibres of the SE particles are not significantly wider (0.031...0.048 mm) than fibres of the SE chips. The fibre width decreases after extraction with water and alkali solution confirming that lignin coating the fibre surface after SEA makes the fibre wider.

Analysis of fibre size distribution of samples from the two receivers shows that content of fines (< 0.2 mm in length) is significantly higher (by 10 %) in samples from the second receiver confirming fractioning of the SE material by particle size in the series of receivers the smaller particles concentrating at the farther end.

The length to width ratio of fibres characterizes the technological quality of the fibrous material. The ratio in case of raw broadleaves is known to fall within the 36...51 range, in case of industrial ground mass containing 70 % softwood – 37...92. The length to width ratio of grey alder SE fibres is 12...30 depending on the widening caused by lignin coating mentioned above. Thus, the detected ratio shows a significant influence of SEA on the specific shape of grey alder fibres.

The bulk density of chips and particles (156 and 189 kg m⁻³) decreases 1.2...1.7 times after the SEA (to 93...150 kg m⁻³) depending on the type of material (chips or particles) and conditions of SEA. However, the bulk density of ground industrial pulp is at least 3 times lower compared

with the SE material, which means that SEA technology is not effective if low bulk density is preferred for fibreboards.

Bulk density of SE materials slightly decreases with decreasing the screening mesh (2 – 1 – 0.4 mm) – the smaller the particles, the lower the bulk density. This is in agreement with coarseness of SE fibre samples from two receivers: a lower coarseness ($384 \mu\text{g m}^{-1}$) is detected in the sample of the second receiver where content of fines is higher.

The thermo-gravimetric (TG) analysis of the material shows loss of mass at increasing temperature T . Particles before and after SEA start losing mass at about T 200 °C and 140 °C, respectively. This means that thermal strength of the SE material is lower compared with the raw material. However, both the materials appear to have lost 25 % mass at T 300 °C (Fig. 4, curves 1 and 2).

Thermal mass loss of lignin isolated from the SE material starts at T 140 °C as for SE particles and is 16...18 % at T 300 °C depending on severity factor R_0 . Results of TG show that lignin isolated from SE particles resists thermal breakdown up to T 1000 °C (Fig. 4, curve 3).

The differential scanning calorimetric (DSC) analysis detecting heat capacity of a material as a function of temperature reveals transitions displayed as specific features of the DSC curve. The temperature of softening of lignin called the glass transition temperature (T_g , °C) in samples isolated from SE1, SE2, and SE3 materials is found 130, 150 and 155 °C, respectively. This means that depending on the severity factor of SEA the self-binding materials of grey alder wood particles should be hot-pressed at temperatures higher than the detected T_g to activate lignin as the adhesive component.

Physical-mechanical properties of self-binding boards

Density ρ of the obtained medium density boards (MDB) varies within $475...930 \text{ kg m}^{-3}$ and of high density boards (HDB) – within $1242...1415 \text{ kg m}^{-3}$. Pressing temperature T_{pr} , pressure p , and time τ by the evaluated linear model (3) significantly explain ($R^2=87.3$) the variation of density of all the obtained boards. The coefficients of model (3) indicate that increasing T_{pr} by 1 °C, ρ decreases in average by 5.9 kg m^{-3} ; increasing p by 1 MPa increases ρ in average by 80 kg m^{-3} ; increasing τ by 1 min, increases ρ in average by 2.5 kg m^{-3} .

According to linear model (4), bulk density of the SE material D (kg m^{-3}), pressure p (MPa) and temperature T_{pr} (°C) at pressing, and board thickness s (mm) significantly ($R^2=84.5$) explain the variation of HDB density. The coefficients of model (4) indicate that increasing D and p by 1

unit increases the density of HDB ρ in average by 0.9 and 14.3 kg m⁻³, respectively; increasing T_{pr} and s by 1 unit decreases the density of HDB ρ in average by 1.1 and 29.1 kg m⁻³, respectively.

The moisture content of the boards (W_{pl}) varies within 4.0...10.3 % depending on fraction of the raw material, bulk density D and moisture content of the material to be pressed W_{pr} , pressure p , and board density ρ .

The average W_{pl} of MDB is 5.2 % and 8 % of HDB. The reason of such results is specific behaviour of moisture during hot-pressing. The moisture content of pressing material W_{pr} evaporates completely at pressing MDBs and partially – at pressing HDBs. If the amount of moisture absorbed by pressed boards from air does not depend on board density and is about the same in both cases, the total amount finally accumulated in HDB should be higher by the residual moisture not evaporated at pressing.

As seen from Fig. 5 (a), W_{pl} significantly decreases with increasing p . The covariation analysis confirms a significant difference in the decrease of W_{pl} between MDB (1.3 %) and HDB (0.4 %) at increasing the pressure by 1 MPa. As seen in Fig. 5 (a), the samples pressed from raw chips have higher values of W_{pl} . However, as confirmed by analysis of variance, the differences are not significant.

As shown in Fig. 5 (b), the moisture content of boards W_{pl} increases with the increase of moisture content of the material being pressed. In the case of MDB the correlation is not significant. In the case of HDB the linear model significantly explains the changes of W_{pl} dependent on variation of W_{pr} : increasing W_{pr} by 1 % increases the W_{pl} by 0.4 %.

Regression analysis confirms a significant influence of bulk density D of the pressing materials on moisture content of the boards W_{pl} . Increasing D by 1 kg m⁻³ decreases W_{pl} by 0.02 % in the case of MDB (see model (5)) and by 0.09 % in the case of HDB.

The thickness swelling (G_t) of the boards varies 3...19 % depending on various factors. There are no significant detected differences between average G_t values of MDB and HDB. The highest swell is observed in the MDB sample obtained from water extracted SE material containing no hemicelluloses. It means that hemicelluloses modified by SEA are necessary to improve the form stability of self-binding boards.

The variation of G_t values depends on the severity factor $\log R_0$ confirming linear model (6): increasing $\log R_0$ by 1 unit decreases G_t in average by 12 %.

According to linear model (7) the moisture content of pressing material W_{pr} and board density ρ significantly explain the variation of G_t values of MDB samples. The significant coefficients of the model (7) indicate that increasing W_{pr} by 1 % decreases the G_t value of MDB in

average by 0.2 % while increasing ρ by 1 kg m⁻³, increases the G_t value in average by 0.007 % (see also Fig. 6 a).

The moisture content of pressing material W_{pr} , pressing time τ , temperature T_{pr} , and pressure p significantly explain variation of G_t values of HDB samples. Significant coefficients of linear model (8) indicate that increasing W_{pr} by 1 unit decreases the G_t value of HDB in average by 0.7 % while increasing of τ by 1 unit increases the G_t value in average by 0.03 %. The correlation shown in Fig. 6 (b) indicates that increasing T_{pr} and p by 1 unit, the G_t value of HDB increases in average by 0.1 and 0.6 %, respectively.

Bending strength (f_m) of the obtained self-binding boards varies within 1...53 N mm⁻² depending on the pressing temperature T_{pr} , on fraction and moisture content W_{pr} of the SE material, and board density ρ .

The f_m values of MDB samples vary within 1...8 N mm⁻², the maximum values being reached in samples made of SE material fraction ≤ 0.4 mm at W_{pr} 12 % and T_{pr} 170 °C (ρ 680...930 kg m⁻³) (Fig. 7). Probably the lower f_m values of MDB are influenced by the high bulk density of SE materials. Related to this, only p 0.2 MPa pressure is necessary to obtain the board of ρ 700 kg m⁻³. A low pressure does not provide enough contacts (bonds) between the particles of the material resulting in low mechanical performance of the pressed board.

In the case of HDB strong enough bonds between particles of the SE material are provided at pressure of 2.1...8 MPa – at least ten times higher than in case of MDB. Therefore, in the case of HDB very high densities are reached.

As mentioned above, the bulk density of SE material is related to particle size of the fraction. The f_m values of the boards are strongly dependent on the fraction of the SE material as shown in Fig. 8 representing mean values of the boards made of the current SE material fraction. As seen, in both cases of MDB and HDB the f_m values increase with decreasing the size of the fraction.

The f_m values of HDB samples vary in the range of 14...53 N mm⁻², the exceptional maximum value being reached in sample made of the fraction ≤ 2 mm of SE chips at W_{pr} 8 %, p 8 MPa and T_{pr} 160 °C (Fig. 7, sample 36). Increasing the T_{pr} 160...190 °C the f_m values of HDB samples significantly decrease (Fig. 7, samples 38, 26, 27, 20, and 21) showing the SE material being degraded at T_{pr} 180...190 °C, as confirmed by the TG analysis.

In accordance with linear model (9), board density ρ significantly explains 84.7 % of the variation of f_m values ($R^2=84.7$) and indicates that increasing ρ by 1 kg m⁻³ the f_m value increases in average by 0.04 N mm⁻².

The modulus of elasticity at bending (E_m) varies in the range of 76...7256 N mm⁻² depending on the same factors as the bending strength. Despite the wide range of the variation of results, the pressure p significantly explains 76 % of E_m variation by linear model (10) indicating that at increasing p by 1 MPa the E_m value increases in average by 632.4 N mm⁻².

Different from bending strength the higher E_m values of HDB are reached in samples made of SE particles (Fig. 9 a) of moisture content W_{pr} 5 % (Fig. 9 b). However, the values of E_m of the boards made of SE chips of W_{pr} 8 % are also high enough. The lower E_m values of HDB are caused by high pressing temperature (T_{pr} 190 °C) and moisture (W_{pr} 12 %).

As seen from Fig. 9 (b), there is no strict relationship between the E_m and ρ values of the boards. However, the second-order polynomial model explaining only 2 % more than the linear model (11) indicates that as ρ increases by 1 kg m⁻³ the value of E_m increases in average by 6.74 N mm⁻².

The tensile strength perpendicular to surface of the board ($f_{t\perp}$) (internal bond) varies within 0.03...2.0 N mm⁻² depending on pressure p , time τ , and raw material fraction (Fig. 10) in accord with the linear model (12). As seen from Fig.10, there is a significant dependence of factor τ on the raw material. Therefore, model (12) is divided into expressions (12 a) and (12 b) differing by the weight ascribed to factor τ to fit the cases of chips and particles meaning that significantly higher $f_{t\perp}$ values are reached in samples made of SE particles.

It should be noted that pressing time-cycles in this case follow the particular pressing diagram for HDB samples. The higher $f_{t\perp}$ values of HDB are reached in samples pressed by the first diagram (Fig. 2, HDB1) at the total pressing time of 70 min including cooling of the samples. The HDB1 diagram also differs by pressing method – pressing the samples in semi-closed frame most probably has provided superior bonding between particles of the SE material. However, the long pressing time is a disadvantage of the method.

Possible uses of the developed boards

The developed self-binding boards significantly differ from industrial boards by not containing synthetic adhesives. Therefore, they are a new kind of board products similar to industrial fibreboards and particleboards by structure.

In accordance to task 5 of the Thesis the developed board samples are compared to selected standardised board types by evaluating 5 percentile

of the determined properties. Selected standardised board types represent:

- wet process medium density fibreboard for general purpose use in dry conditions (EN 622-3 MBH, 2004);
- wet process high density fibreboards for general purpose use in dry and humid conditions (EN 622-2 HB and HB.H, 2004);
- dry process fibreboard for load-bearing use in dry conditions (EN 622-5 MD.LA, 2010);
- dry process fibreboard for general purpose use in humid conditions (EN 622-5 MDF.H, 2010);
- load-bearing particleboard for use in humid conditions (EN 312 P5).

The properties of the obtained self-binding MDB samples do not satisfy requirements for the selected standardised MBH board type because of too low bending performance as seen in Table 1 (in the table are given values of the best MDB samples).

In Table 2 are shown evaluated properties of the best self-binding HDB samples satisfying requirements for the selected standardised board types by which the developed HDB samples are shown to be usable as the current board type.

To assess moisture resistance of the developed board samples the internal bond ($f_{i\perp}$) is tested after boiling according to EN 1087-1, 2002. The moisture resistance also tested for industrial fibreboard as *control* sample ($\rho 846 \pm 0.003 \text{ kg m}^{-3}$, $s 6 \text{ mm}$) labelled as moisture resistant type of board acquired from ATTELS R Ltd. in Riga.

The best mean value ($f_{i\perp}$) results of moisture resistance tests (samples 32, 37, and 38) and the evaluated 5 percentile values ($f_{i\perp 5}$) are given in Table 3. The *control* sample in Table 3 represents results of the commercial industrial fibreboard type while requirements of the selected standards are presented in the last 3 rows.

As seen from Table 3, no one of the developed board samples satisfies the requirement for standardised HB.H board type. Two board samples (32 and 38) satisfy the moisture resistance requirements of the standardised MDF.H board type and P5 indicating the possible use of the developed self-binding boards under humid conditions.

The industrial board *control* sample shows unexpectedly low moisture resistance that does not satisfy any one of the selected requirements (Table 3). However, it shows that moisture resistance of the obtained self-binding board samples is appropriate to meet the standards.

Potential field of use of the SE materials could be expanded by studying other properties such as thermal conductivity, fire resistance, dielectric permeability, electric conductance, hardness, resistance to

abrasion, etc. Responding to demand the SE materials could be utilised to make extruded products nowadays being produced of crushed wood and synthetic polymers.

Potential production scheme of the developed boards

There are 3 of the developed board samples the properties of which satisfy requirements of the selected board types (Tables 2 and 3, samples 32, 36, and 38). Since the board samples are obtained at different conditions, a potential production scheme could include 15 sections with 3 hot-pressing lines as shown in Fig. 11.

Sections 1 to 5 are typical in production of fibreboards and particleboards. Sorting of the raw material (section 2 in Fig. 11) is included because of possible use of various kinds of raw material such as logs, thinnings and residues from sawmills as chips, particles, etc.

Drying of chips to 10...15 % moisture (see section 6 in Fig. 11) is necessary for economical SE processing. As shown by techno-economic studies of SE pulping, the costs of SE material are closely related to the process volume. Therefore, the cost-effective production of self-binding boards may be from 25000 t per year (18000 m^3 or 300000 m^2 of 6 mm thick boards). For example, the capacity of OSB at Bolderaja Ltd is 350000 m^3 per year. The question is about the demand of the boards.

The question about homogenising the SE material is open. It might be implemented by refiner used at MDF or paper plants. However, the refiner works in steam environment that may have a negative impact on the SE material since water extraction, as detected in the study, decreases the self-binding board properties.

Typical MDF aggregates may be of use at formation and pre-pressing of the mat (see sections 10 and 11 in Fig. 11). Hot-pressing may be organised at separate multistage presses of constant parameters being set up (see section 12. in Fig. 11) as well as at one multistage press and periodically changing regimes. The hot-press must include a cooling system that is necessary for curing of the self-binding board.

The next sections of the potential self-binding board production are typical in production of industrial MDF or particleboards (see sections 13 and 14 in Fig. 11). Conditioning necessary for relaxing inner stresses of the board is not clear. The cooling after hot-pressing of the pressing board possibly eliminates the stresses. More studies related to the question are needed. The last section of the board production line is transporting to the storage and retail sites.

CONCLUSIONS

Within the study the method of steam explosion auto-hydrolysis (SEA) is used for pre-treatment of grey alder wood. Wood components – lignin and hemicelluloses modified by the process cover the surface of particles (fibres) making the stem-exploded fibrous material self-adhesive and being the main advantage of SEA in production of the self-binding particleboards.

According to the proposed aim and tasks of the study on basis of the obtained results the following conclusions are made:

1. by processing of grey alder wood chips by SEA content of the wood components – lignin and cellulose is not changed; the content of hemicelluloses converted into volatile components depending on the severity factor decreases;
2. bulk density of grey alder wood decreases 1.2...1.7 times after SEA depending on fraction of the raw material (chips or particles) and treatment time (1...10 min at $T \geq 200$ °C);
3. the decrease of thermal resistance of the grey alder wood after SEA is the advantage allowing to press the boards at lower temperatures (T 150...170 °C);
4. the obtained self-binding boards have a high form stability due to lignin and hemicelluloses covering the surface of steam-exploded wood particles;
5. with increasing density of the self-binding boards the detected properties in general improve except for increase of moisture content and thickness swelling (insignificant though);
6. related to high bulk density of the SE materials the low pressure (p 0.1...0.5 MPa) necessary for obtaining medium density boards (MDB ρ 475...800 kg m⁻³) causes low bending performance;
7. the obtained MDB samples satisfy various requirements of appropriate EN standards that define such properties as moisture content, thickness swelling, and internal bonding; however, because of low bending performance the self-binding MDB do not comply with EN standards;
8. the obtained high density self-binding board samples (HDB ρ 1240...1415 kg m⁻³) meet the requirements of following EN standardised board types that define current utilisation:
 - wet process high density fibreboards for general purpose use in dry conditions (EN 622-2 HB, 2004);
 - dry process fibreboard for general purpose use in humid conditions (EN 622-5 MDF.H, 2010);

- load-bearing particleboard for use in humid conditions (EN 312 P5, 2011).

Results of the study confirm that **the aim of Thesis is achieved**, and the conclusions confirm that **the proposed hypothesis** – a qualitatively novel self-binding board material without synthetic adhesives can be obtained from grey alder wood by SEA pre-treatment – **is not rejected**.

RECOMMENDATIONS

1. At introducing pre-treatment of grey alder wood by steam explosion auto-hydrolysis it is recommended to use the following technological parameters: moisture content of raw material W 10...15 %, pre-treatment temperature and time T 235 °C and τ 1 min, respectively.
2. For specific fractionation of the pre-treated material during steam explosion series of receivers may be used to concentrate fines (particles of size less than 0.2 mm) in each consecutive receiver.
3. Introducing industrial production of high density self-binding boards of grey alder wood or continuing the studies the recommended pressing conditions are: moisture content of SE material W 5...8 %, T 160 °C, maximum pressure p 3...8 MPa. The final temperature at board pressing must be less than 80 °C.