


Dimensional Stabilization through Heat Treatment of Thermally Compressed Wood of Korean Pine¹

Jeong Min Lee² · Won Hee Lee ^{3,†}

ABSTRACT

Post-heat treatment experiments were carried out for complete dimensional stabilization of thermally compressed wood (*Pinus koraiensis*). An absorption test was carried out to evaluate the dimensional stability. The specific gravity increased from 0.43 to 0.79 by thermal compression at a compression ratio of 50% thickness. Through the post-heat treatment of compressed wood, the water absorption and thickness swelling decreased with increasing the heat treatment temperature and time. In the case of the thickness recovery rate, when the heat treatment was performed for 24 hours at 120 °C, 140 °C and 160 °C, the thickness recovery was less than 1%. Therefore, it can be confirmed that the method of dimensional stabilization method of the thermal compression wood can be carried out very effectively through post heat treatment process.

Keywords: thermally compressed wood, dimensional stabilization, swelling, water absorption, post-heat treatment

1. INTRODUCTION

Wood is the most in-demand construction material worldwide and widely used in various areas from civil engineering to landscaping, furniture and flooring materials. Its demand is on the rise. According to the forest industry statistics by Korea Forest Service (2018), wood self-sufficiency has been maintained at around 16% for the last three years. While it depends on the economy or the price of import materials, wood self-sufficiency is expected to gradually increase as various measures are actively promoted to activate the use of domestic wood materials, including forest green

policies. Accordingly, it is necessary to efficiently use wood and promote high value addition. However, the universal use of wood as industrial materials is limited, and the main reason is the change of physical and dynamic properties caused by moisture. If problems caused by the contact with moisture are solved, the value of wood can be highly improved, and in terms of the material use, it can be used instead of plastic, inorganic materials, or metals. In addition to physical properties, the dynamic properties of wood limit the use of wood as materials. Still, wood is known to be as useful as other materials thanks to its lightweight and high strength while its absolute strength is weak.

¹ Date Received May 23, 2018, Date Accepted August 27, 2018

² Department of Wood and Paper Science, College of Agriculture & Life Sciences, Kyungpook National University, Daegu 41566, Republic of Korea

³ Department of Wood and Paper Science, Institute of Agricultural Science and Technology, College of Agriculture & Life Sciences, Kyungpook National University, Daegu 41566, Republic of Korea

† Corresponding author: Won Hee Lee (e-mail: leewh@knu.ac.kr, ORCID: 0000-0002-8042-1248)

Wood density, the primary evaluation standard of wood properties, has a decisive effect on the physical and dynamic properties of wood. Thus, a method that could promote density improvement and dimensional stabilization, which would lead to the increase in wood strength, may allow wood to be used in various areas more efficiently in terms of environmental and economic perspectives.

As such, the specific gravity of wood, the primary property in testing the quality of wood, has a direct correlation with the dynamic properties of wood, and the improvement in the specific gravity will lead to the improvement of its dynamic properties. As a method that would promote the mechanical properties of wood, thermal compression of wood reduces the volume of the material in the same mass, which results in the specific gravity and increases the mechanic properties of wood. As the results of such research, the research team of this study confirmed the marked improvement of the strength properties when the specific gravity of the domestic soft wood species was improved by the thermal compression process (Hwang *et al.*, 2014).

Thermal compression aims to acquire high specific gravity by changing and fixing the shape of wood, which has low specific gravity and consequently has weak mechanical properties, by applying heat and pressure. This method is one of the forming processes often used to improve the mechanical properties as the specific gravity increases. In Japan, active research has been conducted on the thermal compression of Japanese cedar (Inoue *et al.*, 2008). Furthermore, it was very impressive that Hida Industries in Japan used bending processing, one of the forming processes, on furniture. The most important property of wood when its specific gravity is improved by forming processes like thermal compression or the bending process is dimensional stabilization. It is well-known that the dimensional recovery of processed wood by the penetration of moisture causes fatal mistakes, resulting many problems

in the use of wood. The heterogenous properties of wood, which is a bio material, causes irregular shrinking or swelling, making it difficult to manage wood at sites. Without guaranteeing the dimensional stabilization of thermally compressed wood, the elastic energy stored in the wood is resolved by heat and moisture, and wood becomes memory-forming material whose shape is recovered. Such form recovery causes defects on the floor when thermally compressed wood is used as flooring materials like deck materials. To overcome this issue, various methods, such as resin process (Inoue *et al.*, 1991), chemical process (Inoue and Norimoto, 1991), thermal process (Inoue *et al.*, 1991), or steam process (Inoue *et al.*, 1993), had been attempted. Thus, it is important to restrict the form recovery force of thermally compressed wood if it is to be used.

The previous study by the present research team (Hwang *et al.*, 2015) reported that when thermal compression was performed for 10, 20, or 30 minutes at 140°C, 160°C, 180°C, and 200°C, the specimen at 200°C-30min showed the most superior dimensional stabilization. Another previous study (Cho *et al.*, 2015) conducted the thermal compression at 180°C for 60min of compression period at the pressure of 80kgf/cm², and later, the thermal process at 80°C, 100°C, or 120°C was performed for 2, 6, 12, and 24 hours. The results showed that the thickness recovery ratio of the thermally compressed wood at 120°C-24h was 3.8%, and when compared with the specimen without thermal process, the thickness recovery ratio was reduced by about 67%. As such, since there is clearly the different properties by wood species, it is absurd to say that the results of a certain wood species would represent the process condition of all species.

Toward this end, in this study, Korean pine was selected for the material considering the effective use of Korean pine in future, which has been widely planted in Gangwon and Gyeonggi regions. The test aimed to acquire the dimensional stability by the thermal

compression and air-dry process of Korean pine and examine the optimal conditions for the dimensional stabilization and reviewed the result of the test.

2. MATERIALS and METHODS

2.1. Specimen

This study used Korean pine (*Pinus koraiensis*) among Korean soft wood species. Flat-sawn Korean pine were cut in 60mm(L) × 60mm (T) × 24mm (R) to create a specimen. The air-dry specific gravity of the specimen was 0.43 (±0.01), the moisture content was 12.8% (±0.31%), and the average annual ring width was 4.59mm (±0.55).

2.2. Method

2.2.1. Thermal compression

The thermally compressed specimen was created in the same way as in the previous studies (Cho *et al.*, 2015; Hwang *et al.*, 2014; 2015). A Korean pine specimen in 24mm thickness was thermally compressed by 50% to create a specimen in 12mm thickness. Before the thermal compression, the material was sealed with polyethylene film to soften it and was put into a 700 W microwave oven for 90 seconds. Then the thermal

plate press was used to perform the thermal compression in the radial direction at 200°C of the thermal compression temperature and 80 kgf/cm² with different thermal compression durations at 60 minutes and 90 minutes.

During the thermal compression, the swelling of the surface was observed when the process was completed while the moisture inside the heated specimen could not be extracted out. To prevent this and to allow the internal moisture to be extracted fully, the initial thermal compression, in which the compression in one minute was followed by the disengagement of the compression for another 30 seconds, was performed twice. Later, at five minutes before the completion of the thermal compression, the pressure was removed without taking the specimen out so that the internal stress generated in the process could be slowly removed. The resulting specimen was placed in a desiccator with silica gel for one day.

2.2.2. Heat process

The post-thermal process of the specimen after the thermal compression was performed with a hot air drying oven. Five specimens were processed at 120°C, 140°C, and 160°C for 2, 6, 12, and 24 hours for each condition. The control group was set based on the data from the previous study (Hwang *et al.*, 2015).

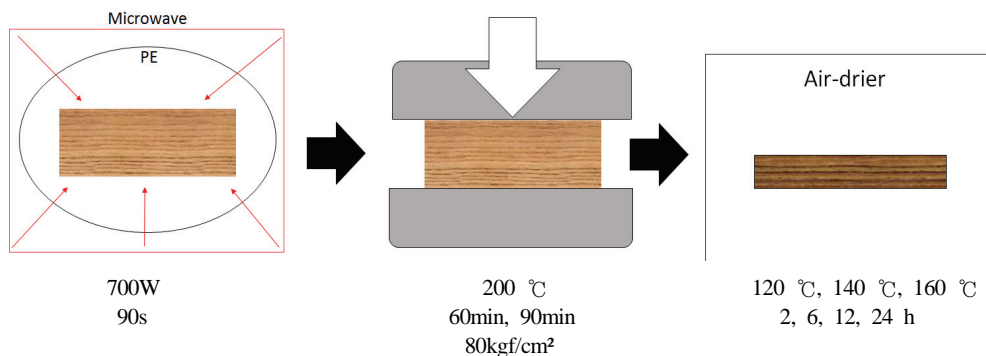


Fig. 1. heat-treatment after thermal compression.

2.2.3. Moisture absorption test

To verify the dimensional stability of the specimen, a 24-hour absorption test was conducted based on KS F 2204. In KS F 2204, the waterproof paint is applied to the side that is not the absorption side so that moisture cannot be absorbed. However, in this study all sides were exposed to moisture to conduct the test under the same conditions as those of the previous studies. A total of 20 specimens were used for each thermal process temperature setting. The three sides of all specimens were exposed to the air and placed in a desiccator, and using a load plate with holes, they were submerged about 50 mm below the water. To measure the amount of absorption and the swelling ratio based on the absorption time, the weight and thickness of the specimens were measured in every 30 minutes from the start to two hours, in every one hour from two to five hours, in every two hours from five to nine hours, and in every three hours from nine to 24 hours. Before each measurement, the specimens were wiped with dry towel to remove the moisture on the surface.

To examine the dimensional recovery ratio, the thickness recovery ratio of the specimens of which thickness had been reduced by thermal compression. It was measured along with the measurement of the weight and thickness during the 24-hour absorption test. After the 24-hour absorption test, the specimens were dried at 105°C, and then, the thickness of each specimen was measured to determine the final dimensional recovery ratio (Hwang *et al.*, 2015).

3. RESULTS and DISCUSSION

3.1. The change of the specific gravity after thermal compression

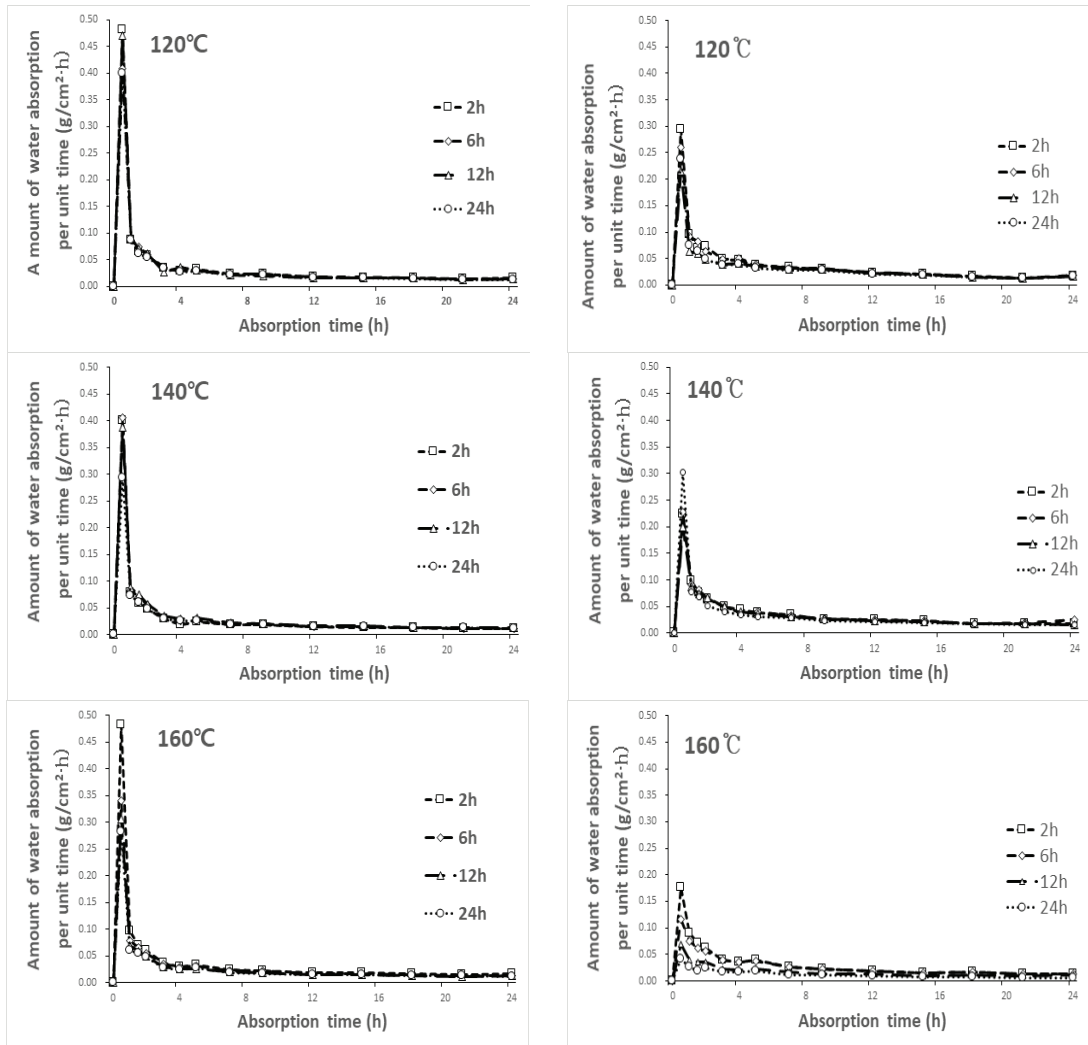
The specific gravity of the specimen after the thermal compression was 0.79 (± 0.06), an about 84% increase from 0.43. This increase of specific gravity will improve

the dynamic performance of Korean pine. In a previous study (Hwang *et al.*, 2014), the thermal compression of Korean pine by reducing its thickness by 50% increased the specific gravity by about 71% compared to the control group, and the internal density distribution verified the evenness of the material quality of the lumber. Furthermore, the lateral compression strength increased by 76%, the flexural strength by 83%, and the surface hardness by 55%. Thus, it is determined that the increase in specific gravity will contribute to the improvement of the dynamic performance of Korean pine.

3.2. Moisture absorption

Shown in Fig. 2 is the moisture absorption of specimens based on the 24-hour absorption test. According to a previous study (Cho *et al.*, 2015), the maximum absorption was shown in the first hour of the absorption test in all thermally treated samples, and later it fell drastically so that after five hours, it tended to stabilize. Such a pattern was also observed in this study. In the first hour, the maximum absorption was recorded, and after five hours, the absorption tended to stabilize, similar to the result of the previous study. Furthermore, the dimensional stabilization by thermal process also showed a similar pattern, decreasing by temperature and time.

To examine the change of absorptiveness by the thermal process temperature, the test compared the amount of absorption by surface area at the point when the first hour of the absorption test passed, which showed the highest amount of absorption. The thermally processed specimen at 120°C after the thermal compression of 200°C and 60 minutes showed the amount of absorption between 0.567-0.485 g/cm²·h. At 140°C and 160°C, it was 0.479-0.365 g/cm²·h and 0.580-0.344 g/cm²·h, respectively. And, the amount of absorption after five hours when the absorption started



Thermally compressed condition

(left) 200°C-60min

(right) 200°C-90min

Fig. 2. Amount of water absorption per unit time of heat-treated samples after thermal compression.

to stabilize was $0.028 (\pm 0.004)$ g/cm²·h on the average.

Moreover, the amount of absorption by the duration of thermal process generally decreased. At the first hour, the amount of absorption by unit hour based on the thermal process condition of 120°C and 2, 6, 12, and 24 hours was 0.567, 0.496, 0.561, and 0.485 g/cm²·h respectively, reflecting no drastic difference within

120°C. At 140°C, however, it was 0.479, 0.488, 0.475, 0.365 g/cm²·h respectively. Also, at 160°C, it was 0.580, 0.418, 0.375, 0.344 g/cm²·h respectively. Except the specimens at 120°C for 12 hours, the amount of moisture absorption per unit hour decreased as the duration amount of heat treatment increased, and after five hours when the absorption stabilized, all specimens showed

similar amount of absorption regardless of the duration.

The specimen thermally compressed at 200°C for 90 minutes showed lower amount of absorption than the specimen treated for 60 minutes. This result confirmed that in a previous study that performed thermal compression by temperature and time verified that higher the compressed temperature, or longer the thermal compression duration is generally associated with less amount of moisture absorption (Hwang *et al.*, 2015). The amount of absorption of the specimen at 120°C for the first hour was 0.389, 0.353, 0.278, and 0.312 g/cm²·h, by the duration of the thermal process. At 140°C, it was 0.323, 0.318, 0.285, and 0.380 g/cm²·h, and at 160°C, it was 0.266, 0.192, 0.110, 0.068 g/cm²·h. While the specimen at 160°C showed some drastic change by time, the specimen at 120°C and 140°C did not. Furthermore, the amount of absorption after five hours when it became stabilized was lower at 160°C than at the other temperature settings, and particularly, the specimen at 160°C for 24 hours showed that the amount of absorption was initially 0.019 g/cm²·h and decreased to 0.006 g/cm²·h when the test completed.

The reduction of the absorption by thermal treatment changed the properties of cellulose, hemicellulose, lignin, and other extracts at high temperature, which was known to affect absorptiveness, stability, diffusion, and moisture permeability (Hillis, 1984). Moreover, it has been reported that the deteriorated hemicellulose by thermal process would greatly affect the reduction of the absorptiveness of wood (Hillis, 1984; Inoue *et al.*, 1993).

Gerhards (1982) conducted a strength test on wood based on moisture content and showed that in the zone of lower moisture content, the strength increased by 8 to 35%, and in the zone of higher moisture content, it decreased by 13 to 35%. The higher the moisture content, the more reduction of the mechanical strength resulted. Such reduction of the mechanical strength works against the aim of this study, which is to propose

Korean pine as flooring materials, and therefore, the reduction or minimization of moisture in wood is considered essential.

Therefore, only considering the amount of moisture absorption, the thermally compressed wood at 160°C for 24 hours after the thermal compression at 200°C for 90 minutes, which allows the least amount of moisture absorption, is believed to be the most suitable condition.

3.3. Swelling

It is generally known that the swelling of the thermally compressed wood by the absorption test shows the most steep graph slope in the initial period and tends to stabilize afterwards (Jung and Lee, 1998; Laine *et al.*, 2013). As opposed to the above prediction, the previous study showed that a higher swelling slope was observed at one to two hours than at the first hour. It is determined that such a phenomenon is because a large amount of resin included in Korean pine wood was extracted out during the thermal compression and the thermal process and coated the surface of wood. It was determined that such coating somewhat delayed the swelling of the specimens (Cho *et al.*, 2015).

Shown in Fig. 3 are the swelling ratios of the specimens by moisture resulting from the 24-hour absorption test. The thermally compressed specimen at 200°C for 60 minutes showed a rapid swelling speed for the first two hours similar to the result of the previous study. Except the specimen processed at 120°C, there was a reduction of swelling by the temperature of the thermal process. Particularly, the specimen at 160°C for 24 hours showed the swelling ratio at 7.56% ($\pm 1.44\%$).

There was a drastic difference among the specimens under another thermal compression condition at 200°C for 90 minutes. As the temperature increased, the specimens showed marked differences at 160°C than

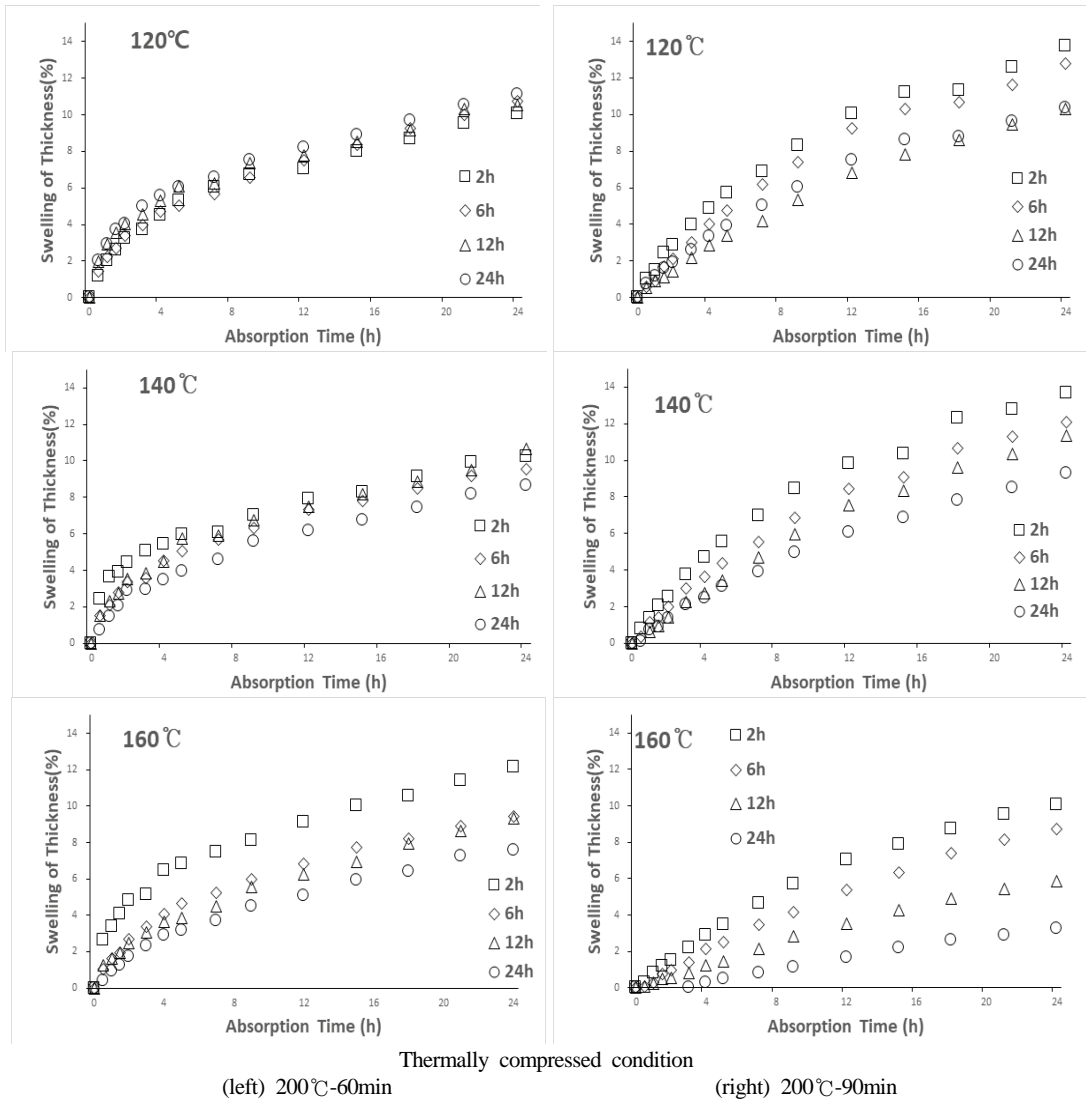


Fig. 3. Swelling of Thickness of heat treated Korean pine after thermally compressed wood.

at 120°C or 140°C. Particularly, the specimen at 160°C for 24 hours showed the swelling ratio at 3.24% ($\pm 0.34\%$). Compared to the previous study, a clearly reduced swelling ratio was observed with the specimen at 160°C.

The determining area of microfibril during the thermal compression often shows elasticity. At this

point, the elastic energy is stored in high molecules of cellulose, and it is believed that the emission of this elastic energy generates internal stress, which is stored in the non-crystallized areas of hemicellulose, lignin, and the non-crystallized area of cellulose. The thermal compression process causes restructuring of the wood structure, and the hydrogen bond between

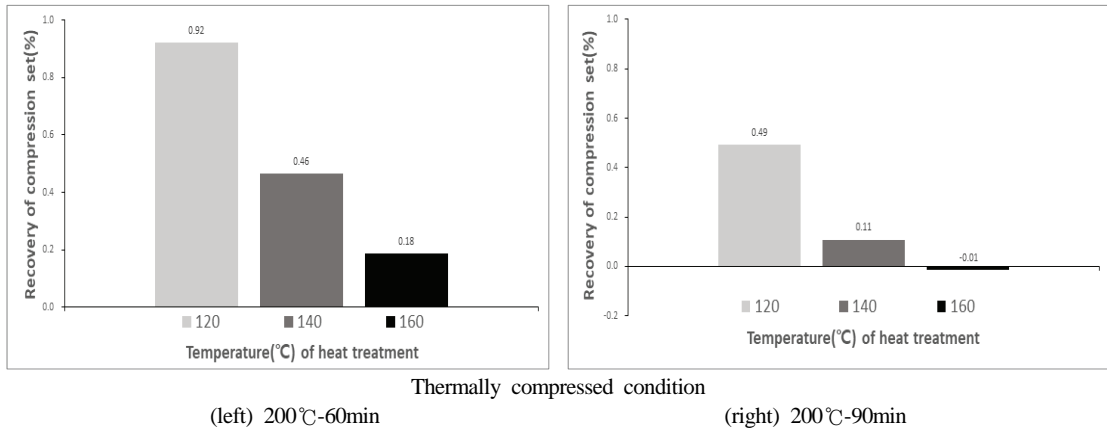


Fig. 4. Recovery of compression set by water absorption.

cellulose and hemicellulose and the covalent bond between hemicellulose and lignin change. Because this change is not completely stable, reversible swelling occurs, which can be recovered by the contact with moisture and heat. However, if the cell walls are damaged by the defect in the bond between micro-fibril and matrix, the internal stress generated in the thermal compression process is partially resolved. Thus, the irreversible swelling decreases, and as a result, swelling also decreases (Morsing, 2000; Laine *et al.*, 2013).

The thermally compressed wood is a process material deformed by applying pressure in the radial direction, and thus, at swelling, the dimensional change in the radial direction should be carefully observed. Thus, the specimen with the most stable swelling ratio was the one with the thermal compression at 200°C for 90 minutes and heat treated at 160°C for 24 hours. It showed the most stable swelling ratio at about 3%.

3.4. Dimensional stability

To examine the degree of thickness recovery that had been reduced during the thermal compression process during the 24-hour absorption test, a heat treatment was conducted for 24 hours, and shown in

Fig. 4 are the thickness recovery ratios of the specimens.

According to the results of a previous study, dimensional stability generally improves by a heat treatment process after the thermal compression (Cho *et al.*, 2015). Cho *et al.* showed that the thermally compressed specimen at 180°C for 30 minutes and then passed to a heat treatment at 120°C for 24 hours showed a 3.8% of thickness recovery ratio, but all of the specimens subjected to heat treatment for 24 hours showed a thickness recovery within 1%. There was a drastic difference by temperature, and particularly, at 160°C, the thickness recovery ratio reached almost to 0%, showing very stable dimensional stability.

It has been reported that dimensional fixation by the process of thermal compression is affected by the reduction of absorptiveness and the increase in the degree of crystallinity, the crosslink formation between molecules and improvement of cohesiveness, and the weakening recovery from the deformation due to the decomposition of components (Dwianto *et al.*, 1997). In addition, Norimoto *et al.* (1993) pointed out that to prevent the compression recovery of thermally compressed wood, one would need to watch out for the crosslink formation between the molecules in the matrix components, the resolution of internal stress

formed inside wood, the high molecular components in wood, particularly, hemicellulose, from moisture and heat. Therefore, it appears that the securing of dimensional stability based on the heat treatment after thermal compression is the result of the crosslink formation that prevents the form recovery of the thermally compressed wood, and the covalent bond at the softened and compressed state of lignin during the heat treatment process (Inoue *et al.*, 2008).

Such results showed that the post-heat process after the thermal compression was very effective in securing the dimensional stability of thermally compressed wood. Also, the heat treatment of thermally compressed wood at 160°C could result in very stable thermally compressed wood. Compared to the results of the previous studies, those of this study showed that the heat treatment after the thermal compression resulted in thermally compressed wood with better dimensional stability than those with only the thermal compression. As a result, the specimen with the best dimensional stability was the one heat treated at 160°C for 24 hours.

4. CONCLUSION

The study examined the dimensional stability of thermally compressed wood of Korean pine after the post-heat treatment based on each of the thermal compression conditions and the heat treatment conditions. The wood of Korean pine of which specific gravity was 0.43 was thermally compressed by the thickness compression ratio at 50%, resulting in thermally compressed wood with the specific gravity at 0.79. The higher the thermal compression temperature, and the longer the duration of the process, the more reduction of absorptiveness and swelling resulted. Furthermore, the higher the temperature of the post-heat process, and the longer the heat process, the more reduction of absorptiveness and swelling resulted. The dimensional stability of thermally compressed wood

improved with the post-heat treatment after the thermal compression. Particularly, the thickness recovery ratio of the specimen heat-treated at 160°C for 24 hours reached almost to 0%. Therefore, when all of the results of the aforementioned moisture absorptiveness, swelling, and dimensional stability were examined, the thermally compressed specimen at 200°C for 90 minutes and post-heat treated at 160°C for 24 hours showed the highest dimensional stability.

REFERENCES

- Cho, B.G., Hwang, S.W., Kang, H.Y., Lee, W.H. 2015. Change of Dimensional Stability of Thermally Compressed Korean Pine (*Pinus koraiensis* Sieb. et Zucc.) Wood by Heat Treatment. *Journal of the Korean Wood Science and Technology* 43(4): 470-477.
- Dwianto, W., Inoue, M., Norimoto, M. 1997. Fixation of compressive deformation of wood by heat treatment. *Mokuzai Gakkaishi* 43(4): 303-309.
- Gerhards, C.C. 2007. Effect of moisture content and temperature on the mechanical properties of wood: an analysis of immediate effects. *Wood and Fiber Science* 14(1): 4-36.
- Hillis, W.E. 1984. High temperature and chemical effects on wood stability. *Wood Science and Technology* 18(4): 281-293.
- Hwang, S.W., Cho, B.G., Lee, W.H. 2014. Mechanical Properties of Thermally Compressed Domestic Softwoods. *Journal of the Korean Wood Science and Technology* 42(6): 666-674.
- Hwang, S.W., Cho, B.G., Lee, W.H. 2015. Hardness and Dimensional Stability of Thermally Compressed Domestic Korean Pine. *Journal of the Korean Wood Science and Technology* 43(1): 68-75.
- Inoue, M., Sekino, N., Morooka, T., Rowell, R.M., Norimoto, M. 2008. Fixation of Compressive Deformation in Wood by Pre-Steam. *Journal of*

- Tropical Forest Science 20(4): 273-281.
- Inoue, M., Norimoto, M., Otsuka, Y., Yamada, T. 1991. Surface compression of coniferous wood lumber. II. Mokuzai Gakkaishi 37: 227-233.
- Inoue, M., Norimoto, M. 1991. Permanent fixation of compressive deformation in wood by heat treatment. Wood Res Tech Notes 27: 31-40.
- Inoue, M., Norimoto, M., Tahanashi, M., Rowell, R.M. 1993. Steam or heat fixation of compressed wood. Wood and Fiber Science 25(3): 224-235.
- Jung, S.S., Lee, W.H. 1998. Characteristics of Moisture Absorption for Heat-Compressed Wood. [Characteristics of Moisture Absorption for Heat-Compressed Wood]. Journal of the Korea furniture Society 9(1): 9-16.
- Korea Forest Service. 2018. Statistical Yearbook of Forestry.
- Korean Standard Association. 2014. KS F 2204 Method of test for water absorption of wood.
- Laine, K., Belt, T., Rautkari, L., Ramsay, J., Hill, C.A.S., Hughes, M. 2013. Measuring the thickness swelling and set-recovery of densified and thermally modified Scots pine solid wood. Journal of Materials Science 48(24): 8530-8538.
- Morsing, N. 2000. Densification of wood. The influence of Hygrothermal treatment on compression of beech perpendicular to the grain. Department of Structural Engineering and Materials Technical University of Denmark. Series R No 79.
- Norimoto, M., Ota, C., Akitsu, H., Yamada, T. 1993. Permanent Fixation of Bending Deformation in Wood by Heat Treatment. Wood Research : bulletin of the Wood Research Institute Kyoto University. No 79: 23-33.

APPENDIX

(Korean Version)

잣나무 열압밀화재의 열처리를 통한 치수안정화

요약 : 잣나무 열압밀화재의 완전한 치수안정화를 위해 열압밀화 후 열처리를 하였다. 열처리가 된 열압밀화재의 치수안정성 평가를 위해 흡수시험을 실시하였다. 0.43의 비중인 목재를 두께 압축률 50%로 열압밀화를 실시하여 0.79의 비중을 가진 고비중재를 얻었다. 열압밀화 후 열처리를 통하여 열처리 온도와 시간이 증가함에 따라 흡수성과 팽윤성이 감소하였다. 두께 회복률의 경우는 120°C, 140°C, 160°C 모두 24시간동안 열처리를 진행하였을 때, 1% 미만의 두께 회복도를 나타내었다. 따라서 열압밀화재의 치수안정화는 후 열처리 공정을 통하여 매우 효과적으로 시행할 수 있는 방법임을 확인할 수 있었다.

1. 서론

목재는 현재 전 세계적으로 가장 수요가 많은 건축재로 이용되고 있을 뿐만 아니라, 토목용재, 조경용재, 가구 및 마루 바닥재 등 다양한 영역에서 많이 활용되고 있으며 점점 그 수요량이 증가하고 있는 추세에 있다. 대한민국 산림청 임업통계자료에 따르면(Korea Forest Service, 2018), 목재자급률은 최근 3년간 16% 정도로 유지가 되고 있다. 목재자급률의 향후 전망으로는 경기 및 수입재 가격에 영향을 받고 있으나, 숲가꾸기산물 확대 등 국내재 이용 활성화를 위한 대책을 적극 추진 중이므로 점차 증가할 것으로 전망을 하고 있다. 이러한 전망에 대하여 목재를 효율적으로 활용하고 고부가가치화를 실시할 필요가 있다. 하지만 공업용 재료로서의 범용적 이용은 제한적이며 주된 원인은 수분에 의해 발생하는 물리·역학적 특성의 변화라고 할 수 있다. 수분의 접촉으로 인해 발생하는 문제가 해결이 된다면, 목재를 보다 고부가 가치화할 수 있으며 재료 이용적 측면에서 플라스틱이나 무기재료 또는 금속재료들이 담당하는 영역까지의 고도이용이 가능할 것이다. 물리적 특성과는 별도로 목재의 이용에 제한되는 점은 역학적 특성인데 절대강도는 약하지만, 가벼우면서 강도가 강한 비강도적인 측면에서는 다른 재료들에 못지않게 매우 유능한 재료로 알려져 있다. 목재성질의 제1의 평가기준인 목재의 밀도는 이들 목재의 물리적 특성과 역학적 특성에 절대적으로 영향을 미친다. 따라서 목재강도를 높일 수 있는 밀도의 향상과 치수안정화를 도모할 수 있는 방안이 있다고 한다면, 목재재료를 보다 효율적으로 다방면에 걸쳐 환경적인 측면이나 경제적인 측면에서 타 소재에 비하여 큰 이점이 될 수 있을 것이다.

이와 같이 목재 재질평가의 제 1의 기초물성인 목재의 비중은 목재의 역학적 특성과 직접적인 상관관계가 있고, 비중의 향상은 역학적 특성의 향상을 불러온다. 목재의 기계적 성질을 도모하는 방법 중의 하나로서, 목재의 열압밀화는 동일질량 재료의 체적감소를 동반하기에 필연적으로 비중이 증가하기 때문에 기계적 특성 또한 상승한다고 볼 수 있다. 이에 대한 연구의 결과로, 본 연구진은 열압밀화 공정을 통하여 국산 침엽수재의 비중이 향상 되었을 때, 눈에 띄는 강도 특성의 향상을 확인하였다(Hwang *et al.*, 2014).

열압밀화는 비중이 낮고, 그로 인해 기계적 특성이 약한 목재를 열과 압력으로 가압을 시켜 형태를 변형 후 고정을 시킴으로서 고비중화를 도모하는 것이다. 이 방법은 비중이 높아짐에 따라 기계적 특성의 향상을 목표로 할 때 주로 사용하는 소성가공법의 하나이다. 일본에서는 삼나무를 열압밀화를 통한 연구가 활발하게 이루어졌다(Inoue *et al.*, 2008). 또한 일본 히다산업은 소성가공 중 하나인 휨가공을 통해 가구에 활용하는 모습은 매우 인상적이었다. 목재의 열압밀화 가공이나 휨가공 같은 소성가공을 통하여 비중이 향상된 목재를 가지고 우리의 일상생활에 활용하고자 했을 때 가장 중요한 특성은 치수안정성이다. 수분의 침입에 의한 가공 목재의 치수회복은 치명적인 실수를 불러일으키며 이용상 많은 문제를 일으키는 것은 잘 알려진 사실이다. 생물재료인 목재의 이방적인 성질이 불규칙적인 수축 팽윤을 발생시키며 현장에서 목재 자재 관리를 어렵게 만든다. 열압밀화 목재가 치수안정성이 확보가 되지 않는다면, 목재는 열과 수분에 의해 목재 내부에 저장되어 있던 탄성 에너지가 해소되면서 원형으로 회복되는 형상 기억소재가 된다. 이러한 형상 회복은 열압밀화재를 데크재와 같은 바닥재로 이용 시 바닥에 결함을 발생시키는 원인이 된다. 이를 극복하고자 일본에서는 열압밀화를 한 목재의 치수안정화를 위해 레진처리(Inoue *et al.*, 1991), 화학처리(Inoue and Norimoto, 1991), 열처리(Inoue *et al.*, 1991), 스팀처리(Inoue *et al.*, 1993) 등 다양한 방법으로 시도한 바 있다. 따라서 열압밀화재의 형상 복원력을 억제시키는 것이 열압밀화재를 이용하는 데 있어 중요 포인트라고 할 수 있다.

본 연구진의 선행 연구(Hwang *et al.*, 2015)에서는, 140°C, 160°C, 180°C, 200°C의 온도에서 열압밀화를 각 10분, 20분,

30분씩 진행을 하였을 때, 200℃-30min의 조건으로 열압밀화를 진행한 시험편에서 가장 우수한 치수안정성을 나타내었다고 보고하였다. 다른 선행 연구(Cho *et al.*, 2015)에서는 열압온도 180℃, 가압시간 60min, 압력 80kgf/cm²의 조건으로 열압밀화를 실시하였고, 이후 80℃, 100℃, 120℃의 온도에서 2, 6, 12, 24시간 동안 열처리를 실시하였다. 그 결과, 120℃-24h 동안 열처리를 진행한 열압밀화재에서 두께회복률이 3.8%를 나타내었고, 열처리를 하지 않은 시험편과의 비교에서 두께회복률이 약 67% 감소하는 것을 확인할 수 있었다. 이와 같이 목재는 열압밀화 가공에 있어서 수중에 따라 각각 다른 특성을 나타내는 수중특성이 명백하게 존재하기 때문에, 어떤 특정 수종의 결과를 가지고 전체 수종의 가공조건을 대표한다고 말할 수 없음을 자명한 일이다.

이에 여기서는 강원도와 경기도 지역에 많이 식재된 잣나무재의 장래 유효이용을 목표로 잣나무에 한정하여 본 연구의 재료로 설정하였다. 잣나무재를 열압밀화한 후 재차 건조열처리를 통한 치수안정성의 확보와 그에 따른 치수안정화의 최적 조건을 탐색하는 것을 목표로 실험을 진행하였고 결과를 검토하였다.

2. 재료 및 방법

2.1. 공시재료

본 실험에서는 국산 침엽수종 중에서 잣나무(*Pinus koraiensis*)를 선택하였다. 판목판재로 제재된 잣나무 판재를 60mm(L) 60mm(T) 24mm(R)의 크기로 시험편을 절삭하였다. 잣나무재 시험편의 기건비중은 0.43(±0.01), 함수율은 12.8% (±0.31%), 평균 연륜폭은 4.59mm (±0.55) 였다.

2.2. 실험방법

2.2.1. 열압밀화

열압밀화재 제작은 선행연구(Cho *et al.*, 2015; Hwang *et al.*, 2014; 2015)와 동일한 방법으로 진행되었다. 두께 24mm의 잣나무재를 압축률 50%로 열압밀화 하여 두께 12mm를 가지는 열압밀화재를 제작하였다. 열압밀화 전, 시험편을 연화시키기 위하여 폴리에틸렌 필름으로 밀봉한 후 700 W 출력의 마이크로파 오븐으로 90초간 마이크로파를 조사하였다. 이후 열판 프레스를 이용하여 열압온도 200℃, 열압시간 60분, 90분, 압력 80kgf/cm²의 조건으로 시험편의 방사방향으로 열압밀화를 실시하였다.

열압밀화를 실시함에 있어, 가열된 목재 시험편이 압축과정에서 시험편 내부의 수분이 미처 배출되지 못하고 열압밀화 공정이 종료되었을 때 표면이 부풀어 오르는 현상을 관찰할 수 있었다. 이를 방지하기 위하여, 내부 수분이 원활히 배출될 수 있도록, 열압밀화 초기에 1분 동안 열압한 후 30초간 압력을 해제하는 작업을 2회 실시하였다. 이후 열압 종료 5분 전, 시험편을 바로 수거하지 않고 프레스의 압력만 해제하여 열압과정에서 생긴 내부 응력을 천천히 해소시키는 과정을 실시하였다. 열압밀화를 실시하고 난 시험편은 내부에 실리카겔을 넣어 둔 데시케이터 내에 1일 정도 보관하였다.

2.2.2. 열처리

열압밀화를 실시한 시험편의 후 열처리는 열기 건조 오븐을 통하여 열처리를 진행하였다. 열처리 온도는 120℃, 140℃, 160℃의 온도로 열처리 시간을 2, 6, 12, 24시간 동안 각 시험편 5개씩을 사용하였다. 대조군은 선행 연구(Hwang *et al.*, 2015)의 데이터를 기준으로 하였다.

2.2.3. 흡수시험

시험편의 치수안정성을 확인하기 위해 KS F 2204에 의거하여 24시간 흡수시험을 실시하였다. 하지만 KS F 2204에서는 흡수면이 아닌 면에는 방수성 도료를 도포하여 수분이 흡수되지 못하도록 하게 되어 있지만, 본 연구에서는 선행 연구와 동일한 조건에서 실험을 진행하기 위하여 방수성 도료를 도포하지 않고 모든 면을 노출시켰다. 흡수시험은 각 열처리 온도별로 총 20개의 시험편 씩 진행하였다. 모든 시험편을 3단면이 모두 노출된 상태로 20개씩 데시케이터 내에 넣고 구멍이 뚫린 하중판을 이용하여 시험편이 수면으로부터 약 50 mm 깊이에 침수시켰다. 흡수시간에 따른 흡수량 및 팽윤율을 측정하기 위해 초기 ~ 2시간까지는 30분 간격으로, 2시간 ~ 5시간 까지는 1시간 간격으로, 5시간 ~ 9시간 까지는 2시간 간격으로, 9시간 ~ 24시간은 3시간 간격으로 시험편의 중량 및 두께를 측정하였다. 시험편을 측정하기 전, 마른 수건으로 시험편 표면의 물기를 제거한 다음 측정하였다.

치수회복도는 열압밀화에 의해 감소된 시험편의 두께 회복도를 측정하였다. 24시간 흡수시험이 진행되는 동안, 중량을 측정하는 시간과 동일한 시간에 두께를 함께 측정하였다. 24시간 동안 흡수시험을 마친 시험편을 105℃의 온도에서 전건시킨 다음

각 시험편의 두께를 측정하여 최종적인 치수회복도를 측정하였다(Hwang *et al.*, 2015).

3. 결과 및 고찰

3.1. 열압밀화 후 비중의 변화

열압밀화 후 시험편의 비중은 0.79 (± 0.06)으로 나타났다. 비중의 변화는 0.43에서 0.79로 약 84%가 증가되었다. 비중이 증가함으로써 잣나무재의 역학적 성능은 향상될 것이다. 선행연구(Hwang *et al.*, 2014)에서 잣나무재의 두께를 열압밀화 공정으로 50% 압축 시 대조군 대비 비중이 약 71% 증가하였고, 내부밀도분포 분석을 통해 시험편의 재질이 균일해진다는 것을 확인하였다. 그리고 역학적 성능은 종압축강도가 76%, 휨강도가 83%, 표면경도가 55% 증가하였다. 이러한 비중의 증가는 역학적 성능의 향상에 기여할 것으로 판단된다.

3.2. 흡수성

24시간 흡수시험에 의한 시험편의 수분 흡수량을 Fig. 2에 나타내었다. 선행 연구(Cho *et al.*, 2015)에 따르면, 모든 열처리 샘플에서 흡수시험 초기 1시간 동안에 최대 흡수량이 나타났으며, 이후 흡수량은 급격히 감소하여 흡수 5시간 이후 안정화되는 경향성을 보여주었다. 이는 본 연구에서도 관찰되었다. 초기 1시간까지 최대 흡수량을 나타내고, 5시간부터 안정화되는 경향을 보여주는 선행 연구와 유사하게 본 연구에서도 5시간 이후 수분 흡수량이 안정화가 일어나는 경향을 보여주었다. 그리고 열처리에 따른 치수안정화 역시 온도와 시간에 따라 흡수성이 대체로 감소하는 경향을 보여주었다.

열처리 온도에 따른 흡수성의 변화에 대해 살펴보기 위해 가장 높은 흡수량을 보여주는 흡수 1시간 경과 시점에서의 표면적당 흡수량을 비교하였다. 200°C-60min 열압밀화 후 120°C에서 열처리를 한 시험편은 0.567-0.485 g/cm²·h의 흡수량을 보여주었다. 140°C의 경우는 0.479-0.365 g/cm²·h, 160°C는 0.580-0.344 g/cm²·h로 나타났다. 그리고 흡수량의 안정화가 되는 시점인 흡수시험 5시간 이후의 흡수량은 평균 0.028 (± 0.004) g/cm²·h의 흡수량을 보여주었다.

또한 열처리 시간에 따른 흡수량에 대해서도 대체적으로 감소하는 경향을 보여주었다. 초기 1시간 시점에서 120°C에서 2, 6, 12, 24시간 열처리 조건에 따른 단위 시간당 흡수량은 각각 0.567, 0.496, 0.561, 0.485 g/cm²·h로 열처리 온도 120°C 내에서 큰 차이를 보이지는 않았다. 그러나 140°C의 경우는 0.479, 0.488, 0.475, 0.365 g/cm²·h로 나타났다. 또한 160°C의 경우에는 0.580, 0.418, 0.375, 0.344 g/cm²·h로 나타나는 것을 확인하였다. 120°C-12시간동안 열처리를 진행한 시험편을 제외하고는 열처리 시간이 증가함에 따라서 단위 시간당 수분 흡수량이 감소하였고, 흡수량이 안정화되는 5시간 이후에는 각 온도별 시험편이 시간에 큰 관계없이 비슷한 흡수량을 보여주었다.

200°C-90min의 열압 조건으로 열압밀화를 실시한 시험편의 경우는 60min간 열압밀화를 했던 시험편보다 더 낮은 수분 흡수량을 보였다. 이는 열압밀화를 온도별로 진행한 선행연구에서 열압밀화 조건에서 열압 온도가 높아질수록, 또는 열압 시간이 길어질수록 대체적으로 수분 흡수량이 감소한다는 것을 확인하였다(Hwang *et al.*, 2015). 120°C에서 열처리를 진행한 시험편은 열처리 시간대별로 흡수시험 초기 1시간 동안 0.389, 0.353, 0.278, 0.312 g/cm²·h를 흡수한 것으로 나타났다. 140°C의 경우 0.323, 0.318, 0.285, 0.380 g/cm²·h를 흡수한 것으로 나타났고, 160°C는 0.266, 0.192, 0.110, 0.068 g/cm²·h를 흡수한 것으로 나타났다. 160°C는 시간대 별로 확연한 차이를 보여준 반면, 120°C와 140°C에서는 열처리 시간대별로 큰 차이를 보이지 않았다. 그리고 흡수량이 안정화가 되는 시점인 5시간 이후 흡수량은 160°C에서 열처리를 진행한 시험편이 다른 시험편들 보다 낮게 나왔으며, 특히 160°C-24h 열처리를 진행한 시험편의 경우는 0.019 g/cm²·h를 흡수하다가 0.006g/cm²·h의 흡수량을 보여주면서 시험을 종료하였다.

열처리에 의한 흡수량의 감소는 열처리 과정에서 고온에서의 셀룰로오스, 헤미셀룰로오스, 리그닌, 추출성분들의 성질을 변화시켰고, 이러한 변화는 흡습성, 안정성, 확산성과 투습성에 영향을 끼친다고 알려져 있다(Hillis, 1984). 또한, 열처리에 의해 열화된 헤미셀룰로오스는 목재의 흡습성 감소에 큰 영향을 끼친다고 보고된 바 있다(Hillis, 1984; Inoue *et al.*, 1993).

목재의 함수율에 따라 강도실험을 한 Gerhards (1982)는 대체적으로 함수율이 낮은 구간에서는 기준치보다 강도가 8~35% 상승폭을 보였고, 함수율이 높은 구간에서는 13~35%의 감소폭을 보였다. 해당 연구에서 목재 내 수분함량이 높을수록, 기계적 강도의 감소를 불러온다. 이러한 기계적 강도의 감소는 본 연구에서의 목표인 바닥재로서의 활용방안 제시에 대해서 부정적인 방향이기 때문에, 목재 내 수분의 제거 혹은 최소화는 필수적이라고 볼 수 있다.

따라서 수분흡수량만으로 봤을 때, 수분을 가장 적게 흡수하는 200°C-90min의 조건으로 열압밀화를 진행한 후 160°C-24h동안 열처리를 진행한 열압밀화재가 실생활에 적용하기에 가장 적합한 조건이라고 생각된다.

3.3. 팽윤성

일반적으로 흡수시험을 통한 열압밀화제의 팽윤은 흡수시험 초기단계에서 가장 가파른 그래프 기울기가 나타나며, 이후 안정되는 경향성을 보이는 것으로 알려져 있다(Jung and Lee, 1998; Laine *et al.*, 2013). 선행 연구에서는 위의 예상과는 달리 초기 1시간 동안 흡수를 진행하였을 때 보다 1-2시간 흡수시험을 진행하였을 때 더 높은 팽윤을 경사를 보여주었다. 이러한 현상은 다량의 송진이 국산 잣나무재에 포함되어 있고, 송진이 열압밀화 및 열처리를 진행하는 과정에서 내부에서 용출되어 외부 표면을 코팅한 것이라고 판단하였다. 이러한 코팅 작용이 흡수 초기에 시험편의 팽윤을 다소 지연시킨 결과라 판단하였다(Cho *et al.*, 2015).

본 연구에서 24시간 흡수시험을 통해 수분에 의한 시험편들의 팽윤율을 Fig. 3에 나타내었다. 열압밀화 조건 200°C-60min에서 열압밀화를 진행하였던 시험편의 경우, 초기부터 2시간동안 흡수시험을 실시하였을 때 높은 팽윤율 경사를 보여준 선행 연구와 유사하게 2시간까지는 빠른 속도로 팽윤이 진행되었다. 그리고 120°C에서 열처리를 진행한 시험편을 제외하고, 열처리 온도에 따른 팽윤성의 저하가 확인되었다. 특히 160°C의 경우 24시간 동안 열처리를 진행했던 시험편은 팽윤율이 7.56% ($\pm 1.44\%$)에 달하였다.

다른 열압조건인 200°C-90min의 시험편들을 살펴보면, 열처리 온도에 대해서는 확연한 차이를 보였다. 열처리 온도가 올라감에 따라 120°C와 140°C보다 160°C에서 눈에 띄는 차이를 보였다. 특히 160°C-24h 열처리를 한 시험편의 경우, 팽윤율이 3.24% ($\pm 0.34\%$)로 나타났다. 선행 연구와 비교하였을 때, 열처리 온도 160°C의 시험편에서 확실히 감소된 팽윤율을 확인할 수 있었다.

열압밀화가 진행되는 동안 마이크로피브릴의 결정영역은 대체로 탄성을 가지게 된다. 이때의 탄성에너지는 셀룰로오스 고분자에 저장되며, 이 탄성에너지가 방출되면서 팽윤이 일어난다. 그러나 팽윤이 일어날 때 내부응력이 생성되고, 내부응력은 헤미셀룰로오스의 비결정영역, 리그닌, 그리고 셀룰로오스의 비결정영역에 저장되는 것으로 추정된다. 열압밀화 과정을 진행하면서 목재의 구조는 새로운 배치가 이뤄지고, 셀룰로오스와 헤미셀룰로오스 간의 수소결합과 헤미셀룰로오스와 리그닌 간의 공유결합은 변형이 일어난다. 이 변형은 완전히 안정한 상태는 아니기 때문에 가역적 팽윤이 발생하며, 수분 접촉과 열에 의해 다시 회복이 가능한 것으로 알려져 있다. 하지만, 압축과정에서 마이크로피브릴과 매트릭스 간의 결합의 결합이 발생하여 세포벽이 손상된다면, 열압밀화 과정에서 생성된 목재 내부 응력은 부분적으로 해소된다. 따라서 비가역적 팽윤은 감소하게 되고, 그 결과 팽윤성도 감소되었다.(Morsing, 2000; Laine *et al.*, 2013).

팽윤이 일어날 때, 본 연구의 열압밀화제는 방사방향으로 압력을 가하여 변형을 준 가공재이기 때문에 방사방향으로의 치수변화를 눈여겨 봐야한다. 그래서 현재 가장 안정적인 팽윤율을 보여주는 시험편은 200°C-90min의 조건으로 열압밀화를 진행한 후 160°C-24h의 조건으로 열처리를 한 시험편이었으며, 팽윤율 약 3%를 보여주며 가장 안정적인 팽윤율을 보여주고 있다.

3.4. 치수안정성

24시간 흡수시험으로 인해 열압밀화 과정에서 감소하였던 두께회복이 어느 정도 일어났는지를 살펴보기 위해, 열처리를 24시간동안 진행한 시험편의 두께 회복률을 Fig. 4에 나타내었다.

선행연구의 결과에 따르면, 전반적으로 열압밀화를 실시한 후 열처리를 통하여 치수안정성이 향상되는 것을 확인하였다(Cho *et al.*, 2015). 선행연구의 결과에는 180°C-30min의 조건으로 열압밀화를 진행한 후 120°C-24h의 조건으로 열처리를 진행한 시험편의 경우, 두께 회복률이 3.8%로 나타났지만, 본 연구에서의 시험편은 24시간동안 열처리를 진행한 시험편들은 모두 1% 내의 두께 회복률을 보였다. 온도 별로 큰 차이를 보였으며, 특히 160°C의 경우에는 0%에 근접한 두께 회복률을 보여, 매우 안정적인 치수안정성을 보였다.

열압밀화 공정에 의한 치수고정은 고온에 의한 목재의 흡수성 감소 및 결정화도 증가, 분자 간의 가교결합 형성과 응집력 향상, 성분 분해에 따른 변형 회복의 약화 등의 영향을 받는다고 보고되었다(Dwianto *et al.*, 1997). 그리고 Norimoto *et al.* (1993)은 열압밀화 가공된 목재의 압축 회복을 예방하기 위해서는 매트릭스 구성 성분의 분자 간의 가교결합 형성, 목재 내부에 형성된 내부 응력의 해소, 재연화 방지를 위해 수분과 열로부터 목재 고분자 성분들, 특히 헤미셀룰로오스를 주의해야 한다고 언급하였다. 따라서 열압밀화 후 열처리에 의한 치수안정성 확보는 열압밀화 목재의 형성 회복을 억제하는 가교결합의 형성과 열압밀화 후 열처리 과정 동안 리그닌의 연화 및 압축 상태에서의 공유결합이 형성되는 결과로 보여진다(Inoue *et al.*, 2008).

이러한 실험 결과를 바탕으로 열압밀화제의 치수안정성을 확보하기 위해 열압밀화 후 열처리와 같은 후처리가 매우 효과적인 방법이라는 것을 확인할 수 있었다. 또한 열압밀화제를 160°C에서 열처리를 할 경우 매우 안정적인 열압밀화제를 얻을 수 있었다. 선행연구와 본 연구를 비교해 본 결과, 단순히 열압밀화만 실시하였을 때보다 열압밀화를 실시한 후 열처리를 통하여

치수안정화를 실시하였을 때 더 좋은 치수안정성을 보유한 열압밀화재를 얻을 수 있었다. 결론적으로, 치수안정성이 가장 잘 확보된 시험편은 160°C-24h 조건으로 열처리를 한 시험편이었다.

4. 결론

잣나무재를 열압밀화를 실시한 후 열처리를 통하여 각각의 열압밀화 조건과 열처리 조건에 따른 치수안정성 확보에 대해 조사하였다. 비중 0.43의 잣나무재를 두께 압축률 50%로 열압밀화를 실시하여 비중 0.79의 열압밀화재를 얻을 수 있었다. 열압밀화에 대해서 열압 온도가 높을수록, 열압 시간이 길수록 흡수성과 팽윤성이 감소하였다. 또한, 후 열처리를 진행함에 있어서도 열처리 온도가 높을수록, 열처리 시간이 길수록 흡수성과 팽윤성이 감소하였다. 열압밀화 후 열처리를 하였을 때 열압밀화재의 치수안정성이 향상되었다. 특히 160°C-24h 열처리 조건에서의 시험편은 두께회복도가 0%에 근접하였다. 그래서 위의 수분 흡수성, 팽윤성, 치수안정성 모두를 종합해본 결과, 200°C-90min간 열압밀화를 진행을 한 후 160°C-24h의 조건으로 열처리를 진행을 했던 시험편에서 치수안정성이 매우 높은 열압밀화재를 확보할 수 있었다.