

Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego

w Warszawie

Instytut Inżynierii Mechanicznej

Mgr inż. Paweł Tryjarski Nr albumu D/3027

Waloryzacja odpadów płyty wiórowej do produkcji biopaliw

Valorization of particleboard wastes for biofuels production

Rozprawa doktorska

Doctoral thesis

Rozprawa doktorska wykonana pod kierunkiem Prof. dr. hab. inż. Aleksandra Lisowskiego Instytut Inżynierii Mechanicznej, Katedra Inżynierii Biosystemów

Promotora pomocniczego Dr. inż. Jakuba Gawrona Instytut Inżynierii Mechanicznej, Katedra Inżynierii Produkcji

Warszawa 2025

Oświadczenie promotora rozprawy doktorskiej

Oświadczam, że niniejsza rozprawa została przygotowana pod moim kierunkiem i stwierdzam, że spełnia warunki do przedstawienia jej w postępowaniu o nadanie stopnia naukowego doktora.

Data 20.01.2025 Czytelny podpis promotora Aleksender Lisous Cc

Oświadczenie autora rozprawy doktorskiej

Świadomy/a odpowiedzialności prawnej, w tym odpowiedzialności karnej za złożenie fałszywego oświadczenia, oświadczam, że niniejsza rozprawa doktorska została napisana przez mnie samodzielnie i nie zawiera treści uzyskanych w sposób niezgodny z obowiązującymi przepisami prawa, w szczególności z ustawą z dnia 4 lutego 1994 r. o prawie autorskim i prawach pokrewnych (tj. z dnia 28 października 2022 r., Dz.U. z 2022 r. poz. 2509 ze zm.)

Oświadczam, że przedstawiona rozprawa nie była wcześniej podstawą żadnej procedury związanej z uzyskaniem stopnia naukowego doktora.

Oświadczam ponadto, że niniejsza wersja rozprawy jest identyczna z załączoną wersją elektroniczną.

Przyjmuję do wiadomości, że rozprawa doktorska poddana zostanie procedurze antyplagiatowej.

Data 20.01.2025

Czytelny podpis autora rozprawy Pawet Tryfansh.

Streszczenie

Waloryzacja odpadów płyty wiórowej do produkcji biopaliw

Niniejsza rozprawa doktorska koncentruje się na waloryzacji odpadów płyt wiórowych do produkcji biopaliw, a jej głównym celem było zbadanie wpływu biologicznej obróbki wstępnej za pomocą grzyba białej zgnilizny *Pleurotus ostreatus* (Jacq.) P. Kumm na odpadowe płyty wiórowe zawierające żywicę mocznikowo-formaldehydową (UF). W pracy zbadano właściwości fizykomechaniczne surowych i przetworzonych wiórów sosnowych i topolowych oraz analogicznych płyt wiórowych, ich podatność na aglomerację ciśnieniową oraz parametry wytrzymałościowe powstałych aglomeratów, a następnie oceniono proces fermentacji beztlenowej do produkcji biogazu.

W pierwszym obszarze badań scharakteryzowano zużycie energii podczas procesów mielenia i cięcia-mielenia, rozkład wymiarów cząstek (PSD) oraz właściwości płynięcia (sypkości) wiórów sosnowych i topolowych. Chociaż proces cięcia-mielenia wymagał mniej energii na jednostkę masy w porównaniu z mieleniem, efektywne zapotrzebowanie na moc było wyższe ze względu na zwiększone natężenia przepływu masowego. Rozdrobnione wióry topolowe wykazywały korzystniejsze właściwości PSD i właściwości mechaniczne, ale były bardziej energochłonne w obróbce niż wióry sosnowe.

W drugim zakresie badań oceniono charakterystykę aglomeracji ciśnieniowej wiórów surowych, mielonych i ciętych-mielonych, w tym wytwarzanie pelet, pastylek i granul. Aglomeraty sosnowe, ze względu na wyższą zawartość ligniny (30,7% w porównaniu z 18,4% w topoli), wykazywały większą promieniową wytrzymałość na ściskanie, moduł sprężystości i maksymalne wartości naprężeń ściskających. Aglomeraty wykonane z cięto-mielonych wiórów miały największą gęstość jednostkową, ale ich wytrzymałość na ściskanie była znacznie mniejsza niż aglomeratów wykonanych z surowych wiórów. Pelety wytwarzane w temperaturze 93°C i przy ciśnieniu 70 MPa charakteryzowały się największą gęstością (1081 kg·m⁻³) i wytrzymałością, natomiast granule wytwarzane przy niższych ciśnieniach (12 MPa) cechowały się mniejszymi wartościami wytrzymałościowymi, co wskazuje na konieczność stosowania spoiw w niektórych zastosowaniach.

W kluczowym obszarze badań oceniano biologiczną obróbkę wstępną płyt wiórowych sosnowych i topolowych zawierających żywicę UF przy użyciu *P. ostreatus* przez 17 tygodni. Obróbka wstępna doprowadziła do znacznej degradacji ligniny (6,8–8,3%) i poprawy zawartości celulozy, co zwiększyło wydajność zagęszczania i gęstość produkowanych pastylek (1014 kg·m⁻³ w porównaniu do 959 kg·m⁻³ dla biomasy niepoddanej obróbce). Właściwości

mechaniczne pastylek wykazały zwiększoną wytrzymałość w niektórych parametrach pomimo zmniejszenia modułu sprężystości. Uzysk metanu podczas produkcji biogazu zwiększył się znacząco – 2,9-krotnie z rozdrobnionych płyt topolowych i 3,7-krotnie z rozdrobnionych płyt sosnowych – osiągając odpowiednio 206,7 i 109,1 ml \cdot g⁻¹ s.m.o. (s.m.o. – sucha materia organiczna). Oprócz poprawy potencjału biopaliw, obróbka wstępna zmniejszyła wartość opałową spowodowaną utratą ligniny, ale zwiększyła biodegradowalność płyt, wykazując znaczny pozytywny wpływ na fermentację beztlenową.

Przeprowadzono kompleksową analizę składników strukturalnych (ligniny, hemicelulozy i celulozy) oraz właściwości fizykomechanicznych zarówno surowych, jak i wstępnie poddanych obróbce materiałów drzewnych. Na podstawie wyników badań wskazano, że biologiczna obróbka wstępna pozytywnie wpłynęła na proces aglomeracji ciśnieniowej, prowadząc do uzyskania gęstszych i mechanicznie wzmocnionych aglomeratów oraz znacznego zwiększenia uzysku metanu. Pozytywnie uzasadniono postawione hipotezy badawcze. Konieczna jest jednak dalsza optymalizacja parametrów obróbki wstępnej, aby skrócić czas przetwarzania i związane z nim koszty, np. dotyczące sterylizacji.

Badania te przyczyniają się do rozwoju technologii gospodarowania odpadami przez wykazanie potencjału wstępnej obróbki grzybów w zakresie poprawy właściwości mechanicznych biopaliw stałych i zwiększenia produkcji metanu z odpadów płyt wiórowych, oferując nowe informacje o degradacji żywicy mocznikowo-formaldehydowej i jej wpływu na właściwości przetwarzanych materiałów drzewnych.

Słowa kluczowe: biomasa drzewna, mielenie, cięcie, jednostkowa energia rozdrabniania, wskaźnik płynięcia, pelet, pastylka, granula, ekspansja aglomeratu, gęstość pojedynczego aglomeratu, wytrzymałość aglomeratu, substancje włókniste, wydajność metanu.

Summary

Valorization of particleboard wastes for biofuels production

This doctoral dissertation focuses on the valorisation of particleboard waste for biofuel production, and its main objective was to investigate the effect of biological pretreatment with white rot fungus *Pleurotus ostroatus* (Jacq.) P. Kumm on waste particleboard containing urea-formaldehyde (UF) resin. The paper investigates the physicomechanical properties of raw and processed pine and poplar shavings with analogous particleboards, their susceptibility to pressure agglomeration, and the strength parameters of the resulting agglomerates. It then evaluates the anaerobic fermentation process for biogas production.

In the first area of research, the energy consumption during the milling and cuttingmilling processes, the particle size distribution (PSD), and the flow properties of pine and poplar shavings were characterised. Although the cutting-milling process required less energy per unit mass than milling, the effective power demand was higher due to the increased mass flow rates. The comminuted poplar shavings showed more favorable PSD and mechanical properties but were more energy-intensive to process than pine shavings.

The second range of studies evaluated the pressure agglomeration characteristics of raw, milled, and cut-milled shavings, including pellets, pastilles, and granules. Due to the higher lignin content (30.7% compared to 18.4% in poplar), pine agglomerates showed higher radial compressive strength, modulus of elasticity, and maximum compressive stress values. Agglomerates made of cut-milled shavings had the highest single agglomerate density, but their compressive strength was significantly lower than agglomerates made of raw shavings. Pellets produced at 93°C and 70 MPa showed the highest density (1081 kg m⁻³) and strength, while granules produced at lower pressures (12 MPa) showed lower strength values, indicating the necessity of using binders in some applications.

The key research area evaluated the biological pretreatment of pine and poplar particleboards containing UF resin using *P. ostroatus* for 17 weeks. Pretreatment led to significant lignin degradation (6.8–8.3%) and improved cellulose content, which increased the densification efficiency and the density of the pellets produced (1014 kg m⁻³ compared to 959kg m⁻³ for untreated biomass). The mechanical properties of the pastilles showed increased strength in some parameters despite a decrease in the elastic modulus. Methane yield during biogas production increased significantly – 2.9 times from shredded poplar particleboards and 3.7 times from shredded pine particleboards – reaching 206.7 and 109.1 ml·g⁻¹ VS (dry organic matter), respectively. In addition to improving biofuel potential, pretreatment reduced the

higher heating value (HHV) due to lignin loss. Still, it increased the biodegradability of the particleboards, showing a significant positive effect on anaerobic fermentation.

A comprehensive analysis of the structural components (lignin, hemicellulose, and cellulose) and physicomechanical properties of raw and pretreated wood materials was carried out. The results indicate that biological pretreatment positively influenced the pressure agglomeration process, leading to denser and mechanically strengthened agglomerates and a significant increase in methane yield. The research hypotheses were positively justified. However, further optimisation of pretreatment parameters is necessary to reduce processing time and related costs, e.g. for sterilisation.

This research contributes to the development of waste management technologies by demonstrating the potential of fungal pretreatment to improve the mechanical properties of solid biofuels and increase methane production from particleboard waste, offering new insights into urea-formaldehyde resin degradation and its impact on the properties of processed wood materials.

Keywords: woody biomass, milling, cutting, specific energy of comminution, flowability index, pellet, pastille, granule, agglomerate expansion, single agglomerate density, agglomerate strength, fibrous substances, methane yield.

Spis treści

1	•	Wstę	p	. 15
2	•	Przeg	ląd literatury	. 17
	2.1	1.	Płyta wiórowa jako kompozyt drzewny	. 17
	2.2	2.	Drewno topolowe jako surowiec do wytwarzania płyt wiórowych	. 18
	2.3	3.	Zagospodarowanie odpadów płyty wiórowej	. 18
		2.3.1	Składanie na składowiskach odpadów	. 18
		2.3.2	Spalanie odpadów	. 19
		2.3.3	Recykling	. 19
		2.3.4	Wytwarzanie biopaliw	. 19
	2.4	4.	Biopaliwa z odpadów płyty wiórowej	. 20
		2.4.1	Pelety	. 20
		2.4.2	Biogaz	. 22
	2.5	5.	Obróbka wstępna biomasy	. 24
	2.6	5.	Wybór boczniaka ostrygowatego do obróbki wstępnej płyty wiórowej	. 25
3.		Probl	em i hipotezy badawcze oraz cel i zakres pracy	. 28
	3.1	1.	Problem badawczy	. 28
	3.2	2.	Hipotezy	. 28
	3.3	3.	Cel pracy	. 28
	3.4	4.	Zakres pracy	. 28
4	•	Mate	riał i metodyka badań	. 30
	4.1	1.	Materiał badawczy	. 30
		4.1.1	Wióry drzewne	. 30
		4.1.2	Płyty wiórowe	. 30
	4.2	2.	Przygotowanie materiału badawczego	. 31
	4.3	3.	Obróbka wstępna boczniakiem ostrygowatym	. 31
	4.4	4.	Charakterystyka materiału	. 32
	4.5	5.	Biopaliwa	. 35
	4.6	5.	Analiza statystyczna	. 37
4	•	Wyni	ki badań i dyskusja	. 42
	4.1	1.	Właściwości fizykomechaniczne wiórów drzewnych	. 42
	4.2 wy	2. /trzyr	Aglomeracja ciśnieniowa rozdrobnionego materiału przed obróbką wstępną i właściwość nałościowe aglomeratów	ci . 43
	4.3	3.	Wpływ obróbki wstępnej na wytwarzane biopaliwa stałe i biogaz	. 46
5		Pods	ımowanie	. 51
6		Dalsz	ze kierunki badań	. 54

7.	Bibliografia	. 55
8.	Wykaz załączonych artykułów opublikowanych w ramach rozprawy doktorskiej	. 62

Ważniejsze oznaczenia stosowane w rozprawie Parametry:

MC-wilgotność, %;

 m_d , m_m – masa, odpowiednio: próbki, końcowa rozdrobnionych wiórów, g;

 t_w – czas rozdrabniania, s;

Pe-moc efektywna młyna nożowego, W;

 E_i – energochłonność rozdrabniania wiórów, kJ·kg⁻¹;

 q_m – maksymalny strumień masy, g·s⁻¹;

 λ – czas opóźnienia wyrównanego obciążenia młyna nożowego, s;

 x_g , x_R , x_5 , x_{10} , x_{16} , x_{30} , x_{50} , x_{60} , x_{75} , x_{84} , x_{90} , x_{95} , x_{gm} – wymiary cząstek, odpowiednio: średnia geometryczna, dla 63,2% skumulowanej masy wiórów (parametr wymiaru cząstek modelu Rosina-Rammlera-Sperlinga-Bennetta), dla 5, 10, 16, 25, 30, 50, 60, 75, 84, 90 i 95 procentyla rozkładu skumulowanej masy podsitowej, średnia graficzna, mm;

s_g, *s_{gw}* – odchylenie standardowe, odpowiednio: bezwymiarowe, wymiarowe, mm;

n – miara stromości krzywej rozkładu w modelu Rosina-Rammlera-Sperling-Bennetta, bezwymiarowa;

Iu – wskaźnik jednorodności, %;

N_{sg} - liczba szacunkowa, statystyczny wymiar cząstek, bezwymiarowa;

 S_v – zakres zmienności wymiarów, %;

 S_l – rozkład względny, udział masowy na dnie określający kryterium miary szerokości rozkładu wymiarów, wskazuje na jednorodność rozkładu wymiarów cząstek, bezwymiarowy;

Cu, Cg – współczynnik, odpowiednio: jednorodności, stopniowania, bezwymiarowe;

 σ_{ig} – graficzny wskaźnik skośności, opisuje rozrzut składowych rozkładu wielkości cząstek względem wartości średniej, bezwymiarowy;

 S_{ig} – graficzny współczynnik skośności, asymetria, świadczy o położeniu krzywej rozkładu uziarnienia względem wartości modalnej, bezwymiarowy;

 K_g – graficzny współczynnik kurtozy, spłaszczenia krzywej rozkładu wymiarów cząstek, bezwymiarowy;

 STD_h , STD_l , STD_t – odchylenie standardowe geometryczne odpowiednio: rozkładu strefy górnej, dolnej, całkowitej, bezwymiarowe;

 ρ_a , ρ_t – gęstość, odpowiednio: objętościowa napowietrzna lub aglomeratu, objętościowa utrzęsiona, kg·m⁻³;

HR – stosunek Hausnera, bezwymiarowy;

CI-wskaźnik zagęszczalności Carr'a, bezwymiarowy;

 τ – naprężenia ścinające kPa;

c – kohezja kPa;

 σ_I – główne naprężenia konsolidujące kPa;

 σ_c – wytrzymałość na jednoosiowe ściskanie kPa;

ffc – współczynnik sypkości, bezwymiarowy;

 ϕ_e , ϕ_c , ϕ_{lin} – kąt tarcia wewnętrznego, odpowiednio: efektywny, dla ustalonego ścinania, zlinearyzowany, %;

 δ – kąt tarcia zewnętrznego, °;

 μ_e – współczynnik tarcia zewnętrznego, bezwymiarowy;

 ρ_t , gęstość właściwa, kg·m⁻³;

U, *LI*, *CE*, *HE* – zawartość, odpowiednio: substancji ubocznych, ligniny, celulozy, hemiceluloz %;

H- zawartość wodoru, %;

HHV – ciepło spalania, MJ·kg⁻¹;

LHV – wartość opałowa, MJ·kg⁻¹;

AC-popiół, %;

VM – części lotne, %;

FC – zawartość węgla związanego, %;

 L_s , L_v – jednostkowa praca, odpowiednio: zagęszczania, usuwania aglomeratu z matrycy, kJ·kg⁻¹;

Is – stopień zagęszczenia materiału, bezwymiarowy;

 k_s – współczynnik podatności na zagęszczanie materiału, J·m⁻³·kg⁻¹;

 R_l , R_d – współczynnik rozszerzalności aglomeratu dla, odpowiednio: długości, średnicy, %;

 p_u – maksymalne ciśnienie usuwania aglomeratu z matrycy, MPa;

su – przemieszczenie tłoka podczas usuwania aglomeratu z matrycy, mm;

 E_{jp} , E_{jb} – energia jednostkowa potrzebna do pęknięcia aglomeratu przy, odpowiednio: ściskaniu, zginaniu, mJ·mm⁻²;

E_p, *E_b* – moduł sprężystości przy, odpowiednio: ściskaniu, zginaniu, MPa;

 σ_p , σ_b – maksymalne naprężenia podczas pękania aglomeratów przy, odpowiednio: ściskaniu, zginaniu, MPa;

CF, *NDF*, *ADF* – zawartość włókna, odpowiednio: surowego, neutralno-detergentowego, kwaśno-detergentowego, %;

ADL – lignina kwaśno-detergentowa, %;

s.m., *s.m.*_{me}, *s.m.*_{mf} – sucha substancja, odpowiednio: substratu, mieszanki substratu i inokulum, przed i po fermentacji anaerobowej, %, (w treści rozprawy, wszystkie trzy parametry opisano za pomocą skrótu, *s.m.*, a rozróżnienie wynika z kontekstu. Skróty *s.m.*, *s.m.*_{me}, *s.m.*_{mf} wykorzystano w tabeli 1 dla rozróżnienia parametrów); W artykułach w języku angielskim użyto skrótu TS);

 $s.m.o., s.m.o.me, s.m.o_mf$ – sucha materia organiczna, odpowiednio: substratu, mieszanki substratu i inokulum, przed i po fermentacji anaerobowej, % s.m., (w treści rozprawy, wszystkie trzy parametry opisano za pomocą skrótu, *s.m.o.*, a rozróżnienie wynika z kontekstu. Skróty *s.m.o.*, *s.m.o.me*, *s.m.o.mf* wykorzystano w tabeli 1 dla rozróżnienia parametrów); W artykułach w języku angielskim użyto skrótu VS);

Y, Y_{CH4} – uzysk, odpowiednio: biogazu, metanu, ml·g⁻¹ s.m.o.;

 C_{CH4} , C_{CO2} , C_{O2} , C_{H2} – stężenie w biogazie, odpowiednio: metanu, dwutlenku węgla, tlenu, wodoru, %;

Czynniki:

TW-gatunek drewna rozdrabnianych wiórów (sosnowe, topolowe);

WS – rodzaj wiórów (surowe, mielone, cięte-mielone);

AF – rodzaj aglomeratu (pelety, pastylki, granule);

 d_m – średnica otworu matrycy (6, 8, 10 mm);

MT – stan materiału (surowy, po obróbce grzybem);

TL – sposób obciążania aglomeratu (ściskanie promieniowe, ściskanie osiowe, zginanie);

Inne skróty:

W-aglomeraty (pelety, pastylki, granule) przed pomiarami wytrzymałościowymi;

RC, B, AC – aglomeraty po pomiarach wytrzymałościowych, odpowiednio: ściskane promieniowo, zginane, ściskane osiowo;

INOC – inokulum;

POSR, POST – wióry topolowe, odpowiednio: przed, po obróbce boczniakiem ostrygowatym;

POBR, *POBT* – topolowa płyta wiórowa, odpowiednio: przed, po obróbce boczniakiem ostrygowatym;

PISR, *PIST* – wióry sosnowe, odpowiednio: przed, po obróbce wstępnej boczniakiem ostrygowatym;

PIBR, *PIBT* – sosnowa płyta wiórowa, odpowiednio: przed, po obróbce boczniakiem ostrygowatym

1. Wstęp

Rosnący popyt na zrównoważone produkty drzewne i biopaliwa podkreślają znaczenie efektywnego zarządzania odpadami z płyt wiórowych. Płyta wiórowa, powszechnie stosowany kompozyt drzewny wykonany z rozdrobnionego drewna i zwykle łączony żywicą mocznikowo-formaldehydową (UF), odgrywa znaczącą rolę w produkcji mebli, materiałów budowlanych i wyposażenia wnętrz [Reh i in. 2024; Irle i in. 2010]. Pomimo swojej wszechstronności, odpady z płyt wiórowych stanowią wyzwanie w zakresie utylizacji i recyklingu, szczególnie ze względu na ich skład chemiczny i syntetyczne spoiwa, które utrudniają ich rozkład i ponowne wykorzystanie. Problem ten jest pilny ze względu na znaczną wielkość produkcji; roczna globalna produkcja płyt wiórowych przekracza 100 milionów m³, a sama produkcja europejska zbliża się do 30 milionów m³ [Szadkowska 2015; Reh i in. 2024].

Tradycyjne metody utylizacji płyt wiórowych, takie jak składowanie na wysypiskach, spalanie i recykling, mają swoje ograniczenia. Składowanie odpadów, choć proste, prowadzi do uwalniania amoniaku i metanu oraz jest sprzeczne z przepisami UE mającymi na celu redukcję odpadów [Parlament Europejski i Rada Unii Europejskiej 2008; Wang i in. 2011]. Spalanie może odzyskać część energii, ale budzi obawy środowiskowe ze względu na emisje i potencjalne uwalnianie substancji niebezpiecznych [Moreno i Font 2015]. Recykling, chociaż bardziej zrównoważony, jest utrudniony przez zanieczyszczenia żywicami, farbami i lakierami, które pogarszają jakość materiału pochodzącego z recyklingu w kolejnych cyklach [Szadkowska 2015]. W rezultacie alternatywne rozwiązania, w tym konwersja odpadów z płyt wiórowych na biopaliwa, zyskały uwagę.

Produkcja biopaliw z płyt wiórowych oferuje obiecującą ścieżkę do zrównoważonego gospodarowania odpadami. To podejście wykorzystuje zawartość lignocelulozy w płytach wiórowych, która obejmuje celulozę, hemicelulozę i ligninę. Odpady z płyt wiórowych można przekształcić w różne biopaliwa, takie jak pelety, bioetanol i biogaz, z których każde oferuje odrębne korzyści. Peletyzacja odpadów z płyt wiórowych zagęszcza materiał, ułatwiając transport i przechowywanie, a także zwiększając jego gęstość energetyczną, co jest korzystne w przypadku spalania [Demirbas 2004]. Tymczasem bioetanol i biogaz, produkowane w procesach biochemicznych, oferują odnawialne alternatywy dla paliw kopalnych i mogą być integrowane z istniejącą infrastrukturą energetyczną [Moreno i in. 2017].

Produkcja biogazu, szczególnie przez fermentację beztlenową, stała się realną opcją ze względu na jej wydajność w przetwarzaniu różnych rodzajów biomasy. Chociaż wydajność biogazu z płyt wiórowych jest ogólnie niska, w porównaniu z bardziej konwencjonalnymi źródłami biomasy, postęp w metodach wstępnej obróbki mógłby znacznie poprawić te

wydajności. Lignina, główny składnik biomasy lignocelulozowej, zwykle ogranicza produkcję metanu ze względu na swoją odporność na rozkład mikrobiologiczny. Dlatego zmniejszenie zawartości ligniny lub zmiana jej struktury poprzez wstępną obróbkę mogłoby zwiększyć wydajność fermentacji beztlenowej [Triolo i in. 2011; Stachowiak-Wencek i in. 2021].

W ostatnich latach biologiczne metody wstępnej obróbki, w tym degradacja grzybowa, wykazały potencjał poprawy strawności biomasy lignocelulozowej. W szczególności grzyby białej zgnilizny, takie jak Pleurotus ostreatus (boczniak ostrygowaty), wykazały skuteczność w rozkładaniu ligniny i innych złożonych związków, co czyni je odpowiednimi do wstępnej obróbki odpadów z płyt wiórowych. Pleurotus ostreatus jest szczególnie cenny ze względu na swoją zdolność do selektywnego lub nieselektywnego rozkładu ligniny, w zależności od warunków środowiskowych [Bari i in. 2018]. Ta zdolność adaptacyjna pozwala mu na częściową delignifikację odpadów z płyt wiórowych, potencjalnie zwiększając wydajność biogazu i umożliwiając lepsze zagęszczanie w postaci peletu. Ponadto Pleurotus ostreatus jest szeroko badanym gatunkiem, który zastosowanie w różnych ma procesach biotechnologicznych, od produkcji biopaliw po remediację środowiska, co czyni go ważna opcją do wstępnej obróbki płyt wiórowych [Sánchez 2010; Chen i in. 2017].

Niniejsza rozprawa ma na celu zbadanie zastosowania *Pleurotus ostreatus* jako biologicznego wstępnego przetwarzania odpadów z płyt wiórowych, ze szczególnym uwzględnieniem zwiększenia ich przydatności do produkcji biopaliw. Poprzez ocenę wpływu wstępnego przetwarzania grzybami na zawartość ligniny, dostępność celulozy i ogólną strawność, niniejsze badania mają na celu dostarczenie spostrzeżeń na temat optymalizacji gospodarowania odpadami z płyt wiórowych. Badanie oceni potencjalne ulepszenia w zakresie wydajności biogazu z przetworzonych płyt wiórowych i zbada właściwości fizyczne pelet wykonanych z wstępnie przetworzonego materiału. Biorąc pod uwagę pilną potrzebę zrównoważonych rozwiązań dotyczących odpadów, ustalenia te mogą przyczynić się do szerszych wysiłków na rzecz ponownego wykorzystania odpadów kompozytowych z drewna jako odnawialnego źródła energii, co jest zgodne z globalnymi celami zrównoważonego rozwoju i rozwija technologie przetwarzania odpadów w biopaliwa.

Niniejsza rozprawa doktorska jest kontynuacją badań rozpoczętych w ramach pracy magisterskiej autora [Tryjarski 2019], które po korektach i opracowaniu zostały opublikowane w ramach artykułu [Tryjarski i in. 2022].

2. Przegląd literatury

2.1. Płyta wiórowa jako kompozyt drzewny

Płyty wiórowe są produktami drewnopochodnymi [Reh i in. 2024], zaliczanymi do paneli drzewnych [Irle i in. 2010), a te z kolei są uznawane za kompozyty drzewne [Reh i in. 2024; Balatinecz i Kretschmann 2001]. Kompozyty drzewne wytwarza się z rozdrobnionego drewna, które po odpowiednim zaklejeniu pozwala uzyskać produkt o większej wartości użytkowej, jednorodności i w większej ilości [Balatinecz i Kretschmann 2001].

Płyty wiórowe są zwykle wykonane z trzech warstw, zewnętrzne z drobniejszych cząstek a wewnętrzna z grubszych i klejone, zwykle żywicą mocznikowo-formaldehydową. Zawartość żywic stosowanych do zaklejania płyt wynosi 4–10%, ale zwykle zawiera się w węższym zakresie 6–9%, przy czym w warstwach zewnętrznych płyt żywicy jest nieznacznie więcej niż w wewnętrznej. Dodatkowo stosowane są parafiny lub emulsje mikrokrystaliczne wosku, w celu zwiększenia odporności na krótkotrwałe działanie wody. Płyty wiórowe znajdują zastosowanie głównie wewnątrz budynków. Stanowią one warstwy wewnętrzne fornirów i laminatów, z których wykonane są blaty, półki, drzwi, ścianki działowe, wykończenie wnętrz i meble [Rowell 2014].

Panele drzewne wytwarzane są głównie z drewna drzew iglastych ze względu na jego większą dostępność [Pędzik i in. 2021]. Z tego względu, a także z uwagi na właściwości fizyczne najpopularniejszym gatunkiem wykorzystywanym na panele drzewne w Polsce jest sosna, a spośród drzew liściastych olcha i brzoza [Frackowiak i in. 2012]. Inne źródła wskazują na drewno świerkowe jako główny gatunek drewna, a drewno brzozy, modrzewia i olchy rozważane są jako surowce, obecnie nieużywane do produkcji płyt wiórowych w Europie Środkowej, które można by dodawać do mieszanek wiórowych [Reh i in. 2024].

Chociaż drewno gatunków liściastych jest wykorzystywane w produkcji paneli drzewnych w stopniu mniejszym niż iglaste, staje się ono coraz bardziej popularne jako surowiec dla przemysłu. Spowodowane jest to wysiłkami naukowców i leśników na rzec zwiększenia bioróżnorodności [Pędzik i in. 2021]. W Europie Środkowej, ze względu na ograniczone ilości surowca do wytwarzania płyt wiórowych, którym jest głównie drewno świerkowe, wzrasta wykorzystanie drewna pochodzącego z recyklingu, zmniejszana jest gęstość płyt wiórowych co pozwala ograniczyć zapotrzebowanie na drewno, a ponadto używane są też materiały lignocelulozowe inne niż drewno. Perspektywicznym surowcem do wytwarzania płyt wiórowych jest także drewno topolowe, ze względu na swoją miękkość i małą gęstość, co wpływa na warunki obróbki i lekkość paneli.

2.2. Drewno topolowe jako surowiec do wytwarzania płyt wiórowych

Topole są atrakcyjne jako uprawy leśne, a w Ameryce Północnej kompozyty drzewne z drewna topolowego są konkurencyjne w stosunku do produktów z drewna iglastego. Wzrost zainteresowania drewnem topolowym przez przemysł drzewny Stanów Zjednoczonych i Kanady związany był ze wzrostem cen włókien z drewna iglastego oraz dostępnością topól po znacznie niższych cenach. Hybrydy topoli mają dodatkowe zalety jak możliwość uprawy bliżej odbiorców i potencjał selekcji cech pod kątem konkretnych produktów. Drzewa te są specjalnie hodowane dla zwiększenia ich odporności na choroby, przyrostu drewna oraz długości włókien. Chociaż drewno topolowe jest podatne na rozkład, to zgniliznę można ograniczyć przez modyfikację genetyczną [Balatinecz, Kretschmann 2001]. W Polsce w tym zakresie są prowadzone badania genetyczne. Celem tych badań jest zwiększenie wydajności, tempa wzrostu oraz poprawy właściwości drewna z wykorzystaniem drewna topoli z plantacji drzew szybko rosnących jako surowca do produkcji płyt drewnopochodnych [Bernacki i in. 2023]. Wyniki tych badań stały się inspiracją do wykorzystania topoli w ramach niniejszej rozprawy doktorskiej.

2.3. Zagospodarowanie odpadów płyty wiórowej

Roczna produkcja płyt wiórowych wynosi ponad 100 mln m³ z przewidywanym wzrostem do 122 mln m³ w 2029 roku. W Europie rocznie wytwarzane jest prawie 30 mln m³ płyt wiórowych, głównie na cele meblarskie [Reh i in. 2024]. Przy założeniu, że produkty przemysłu meblarskiego eksploatowane są średnio przez 5 lat, po czym część z nich kierowana jest do utylizacji [Szadkowska 2015], niezbędne jest zagospodarowanie powstających odpadów. Do metod utylizacji tych produktów należą: składowanie na składowiskach odpadów, aż ulegną naturalnemu rozkładowi lub zostaną zagospodarowane w inny sposób, spalenie w spalarniach odpadów, recykling oraz wytwarzanie biopaliw [Szadkowska 2015].

2.3.1. Składanie na składowiskach odpadów

Składowanie odpadów wiąże się z zajmowaniem powierzchni pod składowiska oraz stratą materiału, który mógłby zostać wykorzystany w inny sposób [Karade 2010]. Choć zjawisko zostało opisane dla odpadów innych niż płyta wiórowa [Karade 2010], ten sam problem prawdopodobnie dotyczy płyt. Dodatkowo składowanie płyt wiórowych na składowiskach może powodować przenikanie amoniaku do odcieków ze składowisk i emisję metanu do atmosfery [Wang i in. 2011]. Co więcej składowanie odpadów na składowiskach jest najmniej pożądanym rozwiązaniem z punktu widzenia przepisów unijnych [Parlament Europejski i Rada Unii Europejskiej 2008].

2.3.2. Spalanie odpadów

Chociaż w literaturze spalanie odpadów przemysłu meblarskiego, a więc i płyt wiórowych, wspominane jest w kontekście spalania w spalarniach odpadów [Szadkowska 2015], możliwe jest to także w innych instalacjach, np. wykorzystujące procesy pirolizy. Termiczne przekształcanie odpadów może wiązać się też z odzyskiem energii, co stwarza dodatkowe zastosowanie odpadów płyt wiórowych jako źródła energii [A. I. Moreno, Font 2015].

Odpady płyt wiórowych są rozważane jako biomasa w kontekście ich termicznego przekształcania z odzyskiem energii, gdyż odpady te składają się w większości z surowców lignocelulozowych, mimo modyfikacji hydrotermicznej materiału i obecność żywic. Rozdrobniona biomasa charakteryzuje się niską gęstością usypową, a wytworzenie z niej pelet pozwala zwiększyć gęstość energetyczną [Tumuluru i in. 2010], ułatwia także transport i obsługę produktu [Pradhan i in. 2018] oraz zmniejsza generowanie pyłów podczas procesu spalania pelet [Demirbas 2004].

2.3.3. Recykling

Recykling płyt wiórowych wiąże się z pewnymi ograniczeniami, które wynikają z zanieczyszczenia, np. w postaci żywic wykorzystanych do ich klejenia, oklein, farb i lakierów oraz fakt, że kolejne cykle rozdrabniania, ze względu na zmniejszenie wymiarów cząstek wymuszają zastosowanie większej ilości żywic do zaklejenia płyt [Szadkowska 2015].

2.3.4. Wytwarzanie biopaliw

Innym sugerowanym sposobem zagospodarowania odpadów płyt jest wytworzenie z nich biopaliw, bioetanolu [Szadkowska 2015]. Odpady płyty wiórowej zawierają materiał lignocelulozowy [Jafari i in. 2011] i także inne źródła wskazują na badanie płyt wiórowych pod kątem wytwarzania z nich bioetanolu [Cho i in. 2011; Jafari i in. 2011]. Przetworzenie odpadów płyt na biopaliwo daje szansę na zagospodarowanie materiału, który nie został wykorzystany przez przemysł drzewny, nie powodując obciążenia dla środowiska składowaniem odpadów aż do ich naturalnego rozkładu [Szadkowska 2015]. Spośród biopaliw lignocelulozowych bioalkohole są obiecującą alternatywą dla sektora transportowego ponieważ mogą korzystać z obecnych systemów dystrybucji paliw i są łatwiejsze w przechowywaniu w porównaniu z biodieslem lub biogazem. Dla zapewnienia konkurencyjności etanolu produkowanego z materiałów lignocelulozowych konieczne jest jednak obniżenie kosztów produkcji [A. D. Moreno i in. 2017].

Innym biopaliwem, który potencjalnie można by wytwarzać z odpadów płyt wiórowych jest biogaz. Produkcja biogazu w procesie fermentacji anaerobowej jest korzystniejsza niż inne

procesy związane z biomasą jak produkcja bioetanolu [Tabatabaei i in. 2020]. Choć fermentacja anaerobowa także ma ograniczenia (wysokie koszty inwestycyjne), to jest technologią dojrzałą, uważaną za kluczowe źródło energii odnawialnej i kluczową technologię w kontekście uniezależniania się od paliw kopalnych, szczególnie od gazu ziemnego [Aryal i in. 2018]. Fermentacja anaerobowa pozwala też zredukować emisję biogazu zachodzącą podczas naturalnego rozkładu biomasy [Pečar i in. 2020], co w innym wypadku jest jednym z negatywnych skutków składowania płyt wiórowych na składowiskach. Podczas fermentacji płyt wiórowych uzyskano jednak małą wydajność metanu 5,6 ±3,3 ml·g⁻¹ s.m., co mogło być związane z metodyką badań [Wang i in. 2011]. Dla porównania uzysk metanu z kiszonki kukurydzy na zaadoptowanym inokulum wyniósł 388 ml·g⁻¹ s.m. [Basinas i in. 2022]. Niski uzysk metanu z odpadów płyt wiórowych wymaga więc usprawnienia procesu fermentacji anaerobowej jeśli dąży się do produkcji biogazu jako biopaliwa.

2.4. Biopaliwa z odpadów płyty wiórowej

W ostatnich latach biopaliwa pochodzące z odpadów płyt wiórowych zyskały uwagę jako zrównoważone źródła energii, szczególnie w postaci pelet i biogazu. Przez ponowne wykorzystanie materiałów odpadowych z drewna, takich jak płyty wiórowe wiązane żywicą mocznikowo-formaldehydową, biopaliwa te zmniejszają ilość odpadów składowanych na wysypiskach, zapewniając jednocześnie alternatywne źródła energii odnawialnej. Inne biopaliwa, w tym bioolej i gaz syntezowy, są również produkowane za pomocą zaawansowanych procesów termochemicznych, takich jak piroliza i gazyfikacja, co rozszerza potencjalne zastosowania odpadów płyt wiórowych w produkcji energii [Gaze i in. 2023].

2.4.1. Pelety

Biomasa sosnowa i topolowa podawane są procesowi peletowania w celu wytworzenia odnawialnych źródeł energii [Mateusz Stasiak i in. 2020], sugerowane jest więc także wytworzenie pelet z odpadów płyt wiórowych, jako że są zbudowane w większości z biomasy.

Jak wspomniano wcześniej (rozdział 2.3.2.), wytworzenie pelet z biomasy pozwala na polepszenie jej właściwości w kontekście obsługi i spalania produktu. Sam proces peletowania wiąże się ze zmianą właściwości materiału i wymaga optymalizacji parametrów technicznych w celu uzyskania produktu jak najlepszej jakości (maksymalna trwałość (w %) lub wytrzymałość (w MPa) i gęstość energetyczna) przy minimalnym zużyciu energii w podczas ich produkcji [Monedero i in. 2015]. Zwiększanie gęstości oraz trwałości i wytrzymałości pelet łączy się ze zwiększeniem nakładów energetycznych na zagęszczanie [Yeom i in. 2019]. Wytrzymałość pelet zależy też od wielu parametrów materiałów do ich wytwarzania, m.in. od: rodzaju biomasy [Holm i in. 2006], przechowywania surowej biomasy [Holm i in. 2006], wielkości cząstek substratu [Bergström i in. 2008; Shaw i in. 2009; Serrano i in. 2011; Theerarattananoon i in. 2011; Holm i in. 2006] i ich kształtu [Holm i in. 2006], obecności związków ekstrakcyjnych w substracie [Nielsen i in. 2010], wilgotności [Holm i in. 2006], gęstości substratu [Serrano i in. 2011], zastosowania lepiszczy, a także obróbki wstępnej biomasy, metod i parametrów peletowania, sposobu chłodzenia i przechowywania pelet, gęstości pelet i zawartości ligniny [Holm i in. 2006]. Jakość pelet zależy od właściwości surowej biomasy [Arshadi i in. 2008; Mediavilla i in. 2012], a także od warunków procesu peletowania [Mediavilla i in. 2012].

Przed peletowaniem biomasa może wymagać rozdrobnienia. Drobniejsze cząstki obecne w aglomerowanej mieszaninie mają właściwości, które wpływają korzystnie na proces aglomeracji i jakość pelet [Sudhagar Mani i in. 2004; Mayer-Laigle i in. 2018]. Drobne cząstki zmniejszają zużycie energii podczas peletowania [Mayer-Laigle i in. 2018], jednak samo rozdrabnianie materiałów jest procesem energochłonnym, a zużycie energii zależy od rodzaju i właściwości biomasy, jak i wilgotność oraz wielkość cząstek a także parametrów pracy maszyny rozdrabniającej [Miao i in. 2011]. Do rozdrabniania biomasy stosuje się różne elementy robocze [Miao i in. 2011; Pradhan i in. 2018], jednak do rozdrabniania drewna najbardziej nadają się młyny nożowe i młotkowe [Petre I. Miu i in. 2006]. Młyny nożowe nadają się do rozdrabniania także materiałów o większej wilgotności, a młyny młotkowe pozwalają rozdrabniać twardszy materiał o większych cząstkach i lepiej nadają się do materiałów o mniejszej wilgotności. Rozdrabnianie młynem nożowym charakteryzowało się mniejszym zużyciem energii przy niewielkiej redukcji efektu rozdrabniania [Jewiarz i in. 2020], dodatkowo materiał drzewny rozdrobniony młynem nożowym charakteryzował się mniejszą zawartością pyłu [Paulrud i in. 2002]. Do rozdrabniania płyt wiórowych wskazane jest więc zastosowanie młyna nożowego.

Poza mieleniem, aglomeracja ciśnieniowa biomasy powiązana jest z wieloma procesami uzupełniającymi, m.in. transportem, mieszaniem, kondycjonowaniem, składowaniem [Xu i in. 2018]. W procesach tych wymagany jest stabilny przepływ materiału, bez samoistnego łączenia się cząstek w aglomeraty lub separacji. Naprężenia konsolidacyjne i stosowane rozwiązania techniczne w transporcie, przetwarzaniu i magazynowaniu wpływają na charakterystyki sypkości rozdrobnionej biomasy [Mateusz Stasiak i in. 2020]. Możliwości zastosowania technik do obsługi biomasy zależą też od jej właściwości. Przykładowo, badany materiał z mniejszą zawartością wydłużonych hakowatych cząstek charakteryzował się lepszą sypkością. Wyższą wilgotność powiązano, m.in. z większym kątem tarcia wewnętrznego, utrudnionym przegrupowywaniem się cząstek, co zmniejsza gęstość usypową [Gil i in. 2013]. Drobniejsze cząstki w aglomerowanej mieszaninie mają właściwości [Sudhagar Mani i in. 2004], które m.in. zwiększają gęstość usypową i sypkość biomasy oraz zmniejszają jednostkowe zużycie energii peletowania [Mayer-Laigle i in. 2018].

Z przytoczonych powyższe argumentów wynika, że sypkość biomasy uwzględniana jest w kontekście aglomeracji ciśnieniowej. W przypadku rozdrobnionej biomasy można ją mierzyć różnymi metodami, jak kąt zsypu, nasypu (ang. angle of repose AOR) [Mateusz Stasiak i in. 2015], wyznaczenie parametrów upakowania [Rezaei i in. 2016], ścinanie skonsolidowanej mieszaniny ["Eurocode 1" 2006]. Ostatnia z metod pozwala wyznaczyć, m.in. indeks sypkości i kohezję [Mateusz Stasiak i in. 2020], a rozdrobniony materiał o kohezji poniżej 2 kPa i kącie tarcia wewnętrznego poniżej 30° jest klasyfikowany do materiałów płynących pod wpływem grawitacji [Fasina 2006]. Właściwości sypkich materiałów pozwalają określić przyczyny problemów z płynięciem materiałów [Fasina 2006]. Sypkość rozdrobnionego materiału zależy od jego właściwości, takich jak: tekstura, szorstkość i wilgotność [Mateusz Stasiak i in. 2020], rozkład wielkości cząstek i ich kształt [Mateusz Stasiak i in. 2019], stopień konsolidacji [M Stasiak i in. 2018], temperatura układu [Wilen, Rautalin 1995; Tomasetta i in. 2014] i wilgotność powietrza [Ganesan i in. 2008].

Ograniczona liczba publikacji wiążących metodę rozdrabniania materiału z energochłonnością procesu [Jiang i in. 2017], efektywnością energetyczną rozdrabniania [Eisenlauer, Teipel 2021], rozkładem wielkości cząstek [Kratky, Jirout 2020] i sypkością wiórów drzewnych, pod kątem wytwarzania warstw wewnętrznych płyt wiórowych, brykietów a po dalszym rozdrobnieniu pelet [Moiceanu i in. 2019] wskazuje na lukę w wiedzy do wypełnienia.

2.4.2. Biogaz

Biomasa lignocelulozowa jest złożonym materiałem i różne jej parametry wpływają na produkcję biogazu i metanu. Sam proces fermentacji anaerobowej w różnych badaniach prowadzony jest w różnych warunkach i na różnych substratach, co utrudnia ocenę wpływu poszczególnych parametrów, tym bardziej, że liczba i rodzaj uwzględnianych parametrów różni się między doświadczeniami. Przykładowo, łodygi odmian słonecznika, surowe i poddawane obróbkom wstępnym, zależnie od badań wykazywały zależność między zawartością ligniny Klasona a produkcją metanu na poziomie R² odpowiednio 0,92 i 0,46. Należy jednak wspomnieć, że wystąpiły pewne różnice w metodyce oznaczania ligniny [F. Monlau i in. 2012; Florian Monlau i in. 2013].

Prowadzone są też analizy uwzględniające więcej parametrów biomasy. W badaniach nad różnymi rodzajami obornika i roślin energetycznych, przeanalizowano produkcję biogazu

i jej związek z zawartością ligniny kwaśno-detergentowej (ADL), włókna kwaśnodetergentowego (ADF) i włókna neutralno-detergentowego (NDF), a po obliczeniu związków lignocelulozowych powiązano ilość biogazu z zawartością ligniny, hemicelulozy i celulozy. Uwzględniając wszystkie substraty razem, produkcja biogazu była skorelowana z zawartością ligniny (współczynnik determinacji $R^2 = 0.883$), a uwzględniając dodatkowo celulozę zmiana była niewielka (wzrost R² do 0,885) [Triolo i in. 2011]. Produkcje metanu z cześci różnych zbóż, słonecznika, lasecznicy trzcinowatej, topinamburu powiązano z zawartością ligniny, krystalicznej celulozy, rozpuszczalnych cukrów, amorficznej holocelulozy, białka i kwasów uronowych. Model uwzględniający te parametry skorelowany był z produkcją metanu, współczynnik determinacji wynosił 0,88. Wpływ grup uronowych nie był statystycznie istotny. Korelacja ilości wyprodukowanego metanu z zawartością samej ligniny wyniosła 0,82 [Florian Monlau i in. 2012]. W innej publikacji analizie poddano 11 parametrów biomasy: krystaliczność celulozy, zawartość ligniny, holocelulozy, celulozy, pentozanów, substancji ubocznych, substancji rozpuszczalnych w 1% NaOH, grup OH z ligniny, grup C=O, proporcję jednostek ligninowych syringylowych / gwajakolowych (S/G), proporcja grup alifatycznych do pierścieni aromatycznych. Pierwszy z parametrów wyznaczono z wykorzystaniem dyfrakcji rentgenowskiej (XRD), a ostatnie 3 jako proporcje w widmach spektroskopii w podczerwieni z transformacją Fouriera (FTIR). Nie wszystkie z parametrów okazały się istotne statystycznie. Po 6 z tych parametrów wykorzystano do zbudowania modeli. W przypadku produkcji biogazu model opisywał 86% zmienności produkcji, a w przypadku metanu było to 68% [Stachowiak-Wencek i in. 2021].

Odmienne podejście zastosowano, analizując współczynnik determinacji R² między produkcją metanu a ubytkiem celulozy, hemiceluloz i ligniny. Łupiny kiści palmy olejowej poddano obróbce wstępnej dwoma gatunkami grzybów, tj. boczniaka ostrygowatego (*Pleurotus ostreatus* (Jacq.) P. Kumm.) i *Trichoderma reesei* w różnych warunkach wilgotności. Wartość współczynnika determinacji wyniosła odpowiednio 0,88; 0,93; 0,59; 0,68; 0,64; 0,53 [Suksong i in. 2020]. W większości powyższych publikacji lignina była czynnikiem ograniczającym produkcję metanu, chociaż wartość R² między ligniną a produkcją metanu był mała [Florian Monlau i in. 2013; Suksong i in. 2020].

Na produkcję metanu mają również wpływ takie czynniki, jak odczyn środowiska pH, wielkość cząstek, dostępna powierzchnia, porowatość i wilgotność materiału [Florian Monlau i in. 2012]. Nie zostało jednak zdefiniowane, czy wszystkie z tych parametrów dotyczą samej biomasy, czy też np. całego środowiska reaktora.

W badaniach fermentacji anaerobowej frakcji odpadów owocowo-warzywnych, rozplenicy słoniowej i sorga zbudowano modele wiążące produkcję metanu z 5 zmiennymi, tj. zawartością rozpuszczalnych węglowodanów, ADF, proporcji lignina: ADF, azotem i popiołem. Współczynnik determinacji R^2 dla tych modeli wyniósł >0,9 [Gunaseelan 2007]. Obecność azotu w modelach jest warta wspomnienia przy fermentacji anaerobowej płyt wiórowych, chociaż należy mieć na uwadze, że badane materiały różnią się od płyty wiórowej. Żywica mocznikowo-formaldehydowa stosowana najczęściej do zaklejania płyt wiórowych zawiera azot, więc wzbogaca płyty wiórowe w ten pierwiastek. Przykładowo, stosując żywicę o proporcji molowej formaldehyd: mocznik = 1,1:1 i jej zawartość w płycie 10% (10 g żywicy/ 100 g wiórów) [Ihnát i in. 2018], udział samego azotu z żywicy w płycie wynosi 2,7%. Udział ten może się różnić, ponieważ w artykule źródłowym [Ihnát i in. 2018] nie uwzględniono zmian w składnikach wiórów i żywicy podczas wytwarzania płyt.

Także proporcja węgla do azotu (C/N) jest ważnym parametrem dla procesu fermentacji anaerobowej, a zbyt wysoka lub zbyt niska wartość tej proporcji jest niekorzystna dla procesu. Węgiel jest źródłem energii a azot jest potrzebny do wytwarzania enzymów w procesie fermentacji anaerobowej [Rodriguez i in. 2018]. Uważa się, że optymalna proporcja C/N mieści się w przedziale 20–30 [Chandra i in. 2012]. W przypadku fermentacji anaerobowej mieszanek różnych odpadów największy uzysk metanu osiągnięto dla C/N między 15,8 [Zhang i in. 2013] a 29,7 [Kainthola, Kalamdhad, Goud 2019]. W przypadku sosny i topoli wartość C/N przekracza 100 [Paul, Dutta 2018], jest więc zbyt wysoka dla optymalnego procesu fermentacji anaerobowej. Dla płyty wiórowej sytuacja jest korzystniejsza z powodu dodatku zawierającej azot żywicy, co znacząco wpływa na proporcję C/N w substracie. Uzysk metanu z płyty wiórowej jest niewielki (patrz rozdział 2.3.4), a sama żywica UF spowodowała niewielką inhibicję produkcji metanu i nie uznano tego, że było to spowodowane przez mogący się uwalniać z żywicy amoniak [Wang i in. 2011].

2.5. Obróbka wstępna biomasy

Dla przyspieszenia fermentacji anaerobowej drewna wymagana jest obróbka wstępna. Do metod obróbki wstępnej należą m.in. metody biologiczne, w tym z wykorzystaniem grzybów białego rozkładu drewna. W porównaniu do chemicznej obróbki wstępnej [Pečar i in. 2020], biologiczną obróbkę wstępną uważa się przyjazną dla środowiska i energooszczędną, ponieważ prowadzona jest w warunkach temperatury pokojowej i bez podwyższonego ciśnienia oraz nie wymaga zastosowania specjalnego wyposażenia i odczynników chemicznych. Jest jednak powolna i powoduje straty węglowodanów wykorzystywanych przez mikroorganizmy do własnego wzrostu i metabolizmu. Wskazuje się więc, że obróbka biologiczna powinna być łączona z innymi metodami obróbki wstępnej [Wijeyekoon, Vaidya 2021].

Według innej publikacji do wad obróbki wstępnej grzybami przed fermentacją anaerobową należą: wysokie koszty inwestycyjne i operacyjne, zużycie części wytworzonych cukrów redukujących, niski uzysk cukrów, długotrwałość procesu oraz wymagana uprzednia sterylizacja [Tabatabaei i in. 2020]. Chociaż w publikacji dotyczącej biologicznej obróbki wstępnej [Wijeyekoon, Vaidya 2021] wspomniano o temperaturze pokojowej, to w okresie najkorzystniejszym dla wzrostu grzybów na terenie Polski wymagane jest utrzymanie temperatury wyższej od otoczenia przez długi czas, co podnosi zużycie energii i koszty. Dodatkowo obróbka wstępna materiału w warunkach innych niż płynne wymaga także utrzymania odpowiedniej wilgotności. Także sterylizacja podnosi zużycie energii i generuje dodatkowe koszty.

Z drugiej strony, biologiczne metody obróbki wstępnej uważane są za kompatybilne z fermentacją anaerobową i wykazują z nią synergizm, jako że nie wytwarzają związków inhibitujących. Poza zwiększaniem wydajności hydrolizy zachodzącej podczas fermentacji anaerobowej, obróbka biologiczna może podnieść jakość substratu poprzez usuwanie związków ograniczających wydajność fermentacji anaerobowej [Wijeyekoon, Vaidya 2021].

Do zalet obróbki wstępnej grzybami należą: największa efektywność delignifikacji lignocelulozy spośród metod biologicznych, łatwość hodowli i szybki wzrost, potencjał do zastosowania równocześnie z fermentacją anaerobową (dotyczy grzybów beztlenowych), możliwość włączenia w koncepcję biorafinerii oraz zwiększenie podatności substratu na działanie enzymów [Tabatabaei i in. 2020]. Chociaż bakterie są w stanie rozkładać ligninę i ze względu na różnorodność dostosowania do pożywek i warunków środowiskowych uważane są za lepsze mikroorganizmy do przemysłowego wytwarzania enzymów lignolitycznych [Adarsh Kumar, Chandra 2020], to grzyby efektywniej prowadzą delignifikację lignocelulozy [Tabatabaei i in. 2020]. Proponowane jest więc zastosowanie grzybów białego rozkładu w obróbce wstępnej odpadów płyty wiórowej.

2.6. Wybór boczniaka ostrygowatego do obróbki wstępnej płyty wiórowej

Boczniak ostrygowaty jest kosmopolitycznym grzybem białego rozkładu, saprofitem rozkładającym głównie drewno drzew liściastych [Unger i in. 2001]. Boczniak ten, zależnie od panujących warunków, jest zdolny do prowadzenia zarówno selektywnej jak i nieselektywnej delignifikacji drewna. Oba procesy mogą zachodzić równocześnie w różnych miejscach rozkładanego materiału. Boczniak ostrygowaty może także przechodzić z jednego trybu rozkładu na drugi [Bari i in. 2018].

Boczniak spotykany był także na płytach wiórowych. Znaleziony był także wewnątrz budynków[Unger i in. 2001]. Termin 'particleboard' podany w źródle [Unger i in. 2001] nie został jednak sprecyzowany i nie wykluczone, że jego znaczenie było w tym przypadku szersze niż płyta wiórowa [Irle i in. 2010]. Boczniak jest także drugim najczęściej uprawianym na świecie grzybem jadalnym, po pieczarce dwuzarodnikowej. Jest on łatwy w hodowli i cechuje się właściwościami leczniczymi [Sánchez 2010]. Grzyb ten był badany pod kątem różnych zastosowań: poprawy jakości pasz [Chen i in. 2017], wytwarzania enzymów [Okereke i in. 2017], rozkładu farmaceutyków [Sośnicka i in. 2022], rozkładu barwników [Knapp i in. 1995], oczyszczania ścieków z produkcji oleju z oliwek (OMW) [MARTIRANI i in. 1996], oczyszczania gleby [Pozdniakova i in. 2008] czy oczyszczania odcieków ze składowisk odpadów [Vaverková i in. 2018]. Był on badany także w obróbce wstępnej różnych materiałów lignocelulozowych.

Podczas 30 dniowej obróbki słomy kukurydzianej boczniakiem ostrygowatym w 25 °C zawartość ligniny spadła z 18,45% do 8,35%, a w przypadku ligniny nierozpuszczalnej w kwasie spadek wynosił z 17,79% do 7,64%. Równocześnie doszło do zmniejszenia krystaliczności materiału z 34,99% do 15,22% [Chen i in. 2017]. Zmiany w drewnie nie były aż tak duże. Obróbka wstępna drewna topolowego przez 28 dni w temperaturze 28 °C pozwoliła zmniejszyć zawartość ligniny z 27,19% do 25,72% oraz zwiększyć zawartość hemiceluloz i celulozy z 18,34% i 47,19 % do odpowiednio 19,40% i 52,65% (wartości bezpopiołowe, materiał wysuszony). Niewielki spadek stosunku ligniny do węglowodanów był widoczny też podczas analiz chromatografią gazową (Py-GC/MS) [Fu i in. 2021].

Do zwiększenia wydajności biogazu boczniak ostrygowaty stosowano do obróbki wstępnej różnych substratów takich, jak: kiszonka kukurydzy [Basinas i in. 2022], słoma ryżowa [Mustafa i in. 2016; Kainthola, Kalamdhad, Goud, i in. 2019], pęczki owoców palmy olejowej po tłoczeniu oleju [Suksong i in. 2020], drewno brzozy [Hashemi i in. 2022] i liście banana [Richard i in. 2020].

Chociaż w początkowych badaniach wykazano mniejszy wzrost produkcji biogazu i metanu po wstępnej obróbce kiszonki kukurydzy boczniakiem ostrygowatym niż innym gatunkiem grzyba, to boczniak został wybrany do dalszych badań ze względu na inne parametry, które okazał się efektywniejsze. Ostatecznie obróbka boczniakiem ostrygowatym zwiększyła produkcję metanu 1,57-raza, do 473 ml \cdot g⁻¹ s.m.o. [Basinas i in. 2022].

W przypadku słomy ryżowej poddanej obróbce boczniakiem ostrygowatym, płukanej wodą dejonizowaną a następnie wysuszonej osiągnięto produkcję biogazu i metanu w ilości, odpowiednio 367 ml·g⁻¹ s.m.o. i 263 ml·g⁻¹ s.m.o., co oznaczało wzrost wydajności,

odpowiednio o 96% i 119% i był to wynik lepszy niż dla innego grzyba, *Trichoderma reesei* [Mustafa i in. 2016]. Zastosowanie tych samych gatunków grzyba na innym materiale (pęczki owoców palmy olejowej po tłoczeniu oleju) także zwiększyło produkcję metanu, ale w tym wypadku boczniak ostrygowaty okazał się mniej skuteczny od *Trichoderma reesei*. Produkcja metanu wyniosła odpowiednio 267,1 ml·g⁻¹ s.m.o. i 311,7 ml/g s.m.o. po obróbce boczniakiem i *Trichoderma reesei* i 149,1 ml·g⁻¹ s.m.o. dla materiału nie poddanego obróbce wstępnej [Suksong i in. 2020]. W innym badaniu słomę ryżową poddano działaniu trzech gatunków grzybów: boczniaka ostrygowatego, *Phanerochaete chrysosporium* i *Ganoderma lucidum*, co pozwoliło na produkcję metanu w ilości, odpowiednio 269,99 ml·g⁻¹ s.m.o., 295,91 ml·g⁻¹ s.m.o. i 339,31 ml·g⁻¹ s.m.o. Chociaż boczniak wypadł najsłabiej w tym zestawieniu, to produkcja metanu wciąż była większa o 64% od słomy nie poddanej obróbce [Kainthola, Kalamdhad, Goud, i in. 2019].

Boczniak ostrygowaty badano również w wielostopniowej obróbce wstępnej. Drewno brzozy poddano obróbce wstępnej wybuchem parowym, a następnie boczniakiem, którego dodatkowo poprzedzono lub nie dodatkowymi etapami obróbki wstępnej. Chociaż we wszystkich kombinacjach boczniak zwiększył produkcję metanu z substratu, to w opisywanych badaniach skuteczniejszy okazał się jednak inny gatunek grzyba, *Lentinula edodes* [Hashemi i in. 2022].

Boczniak ostrygowaty może także prowadzić do spadku produkcji biogazu. Przeprowadzono badania nad dwuetapowym wykorzystaniem odpadów liści banana, gdzie w pierwszym etapie liście posłużyły jako podłoże do uprawy boczniaka w celu pozyskania owocników. Pozostałe po uprawie podłoże poddano obróbce wstępnej i wykorzystano do produkcji biogazu. Obróbka wstępna spowodowała ponad 3-krotny spadek produkcji biogazu, ale uzyskano względnie dobry wynik 282 ml $\cdot g^{-1}$ s.m.o. [Richard i in. 2020].

Choć boczniak ostrygowaty w porównaniu z innymi gatunkami grzybów nie wypadał najlepiej pod kątem zwiększania produkcji biogazu/metanu, został wybrany do obróbki wstępnej płyt wiórowych z powodu różnorodności zastosowań do jakich był wykorzystywany, także jeśli chodzi o materiały zanieczyszczone.

3. Problem i hipotezy badawcze oraz cel i zakres pracy

3.1. Problem badawczy

Na podstawie obszernej analizy stanu wiedzy stwierdzono luki badawcze odnoszące się do braku informacji w zakresie wykorzystania boczniaka ostrygowatego do wstępnej obróbki odpadów powstałych po rozdrobnieniu płyt wiórowych spajanych żywicą mocznikowoformaldehydową. W związku z tym sformułowano następujący problem badaczy w pytaniach:

Czy biologiczna obróbka wstępna z użyciem boczniaka ostrygowatego może skutecznie rozłożyć wióry sosnowe i topolowe, szczególnie te w płytach wiórowych zawierających UF? Czy obróbka wstępna poprawi właściwości mechaniczne rozdrobnionej biomasy, zwiększając w ten sposób wytrzymałość aglomeratów i wydajność metanu?

3.2. Hipotezy

Sformułowano następujące hipotezy badawcze:

- Biologiczna obróbka wstępna w określonym czasie z użyciem *P. ostreatus* prowadzi do znacznego rozkładu ligniny i hemicelulozy w wiórach drzewnych i płytach wiórowych, zwiększając tym samym dostępność celulozy i poprawiając właściwości mechaniczne rozdrobnionego materiału (kąty tarcia wewnętrznego, spójność, ścinanie i naprężenia konsolidacyjne).
- Zmiany podczas obróbki wstępnej drewna i płyt wiórowych z użyciem *P. ostreatus*, zwiększą zdolność zagęszczania podczas procesu aglomeracji ciśnieniowej, co skutkuje większą wytrzymałością pastylek. Przemiana materiału ułatwi również skuteczniejszą fermentację beztlenową i zwiększy wydajność biogazu i metanu.

3.3. Cel pracy Celem pracy było:

1. Zbadanie wpływu obróbki wstępnej płyt wiórowych boczniakiem ostrygowatym na właściwości fizykochemiczne wiórów topolowych i sosnowych oraz płyt wiórowych.

2. Sprawdzenie, w jakim stopniu obróbka wstępna wiórów topolowych i sosnowych oraz płyt wiórowych pozwoli usprawnić proces aglomeracji ciśnieniowej, poprawić właściwości mechaniczne aglomeratów oraz zwiększyć wydajność wytwarzania biogazu i metanu.

3.4. Zakres pracy

Rozprawa doktorska składa się z tematycznie związanych etapów badań, opublikowanych w trzech artykułach.

W pierwszym etapie badań analizie poddano wióry drzewne będące modelowym materiałem do wytwarzania płyt wiórowych. Ponieważ materiał ten przed wytworzeniem aglomeratów i biogazu poddawany był rozdrabnianiu, zbadano proces jego rozdrabniania oraz właściwości fizykomechaniczne przed i po rozdrobnieniu. Badania te zostały ujęte w pierwszej publikacji wchodzącej w skład rozprawy doktorskiej:

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron, Paweł Obstawski. 2023. Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties. *Wood Science and Technology* 57(3): 625–49 (200 pkt., IF = 3,1), Udział w publikacji 80%.

Następnie z wiórów drzewnych poddanych lub nie rozdrabnianiu, wytworzono 3 rodzaje aglomeratów: granule, pelety i pastylki. Zbadano proces aglomeracji ciśnieniowej, właściwości fizyczne i wytrzymałościowe wytworzonych aglomeratów. Wykonano także dodatkowe analizy wiórów pod kątem ich aglomeracji ciśnieniowej oraz przydatności do spalania. Badania te ujęto w drugiej publikacji:

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron. 2024. Pressure agglomeration of raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings: assessment of the compaction process and agglomerate strength. *European Journal of Wood and Wood Products* 82(3): 885–903 (140 pkt., IF = 2,4 z 2023), Udział w publikacji 85%.

Na koniec rozdrobnione płyty wiórowe i wióry drzewne poddano obróbce wstępnej grzybem bocznikiem ostrygowatym w celu sprawdzenia wpływu tej obróbki na proces fermentacji anaerobowej, aglomerację ciśnieniową i jakość pelet. Badania ujęto w trzeciej publikacji:

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Adam Świętochowski. 2025. Pretreatment of pine and poplar particleboards with *Pleurotus ostreatus* (Jacq.): physicomechanical and chemical properties of wood, potential of solid fuel and biogas production. *European Journal of Wood and Wood Products* 83:34 (140 pkt., IF = 2,4 z 2023), Udział w publikacji 85%.

4. Materiał i metodyka badań

4.1. Materiał badawczy

Materiałem wyjściowym do badań były wióry drzewne oraz płyty wiórowe. Wióry drzewne zostały następnie rozdrobnione przez mielenie lub cięcie-mielenie. Płyty wiórowe, po wstępnym pocięciu na kawałki pozwalające na rozdrobnienie w młynku laboratoryjnym zostały rozdrobnione poprzez cięcie-mielenie. W ten sposób powstały materiały: wióry surowe, cięte i cięte-mielone oraz płyty wiórowe cięte-mielone.

4.1.1. Wióry drzewne

W badaniach wykorzystano 2 rodzaje wiórów: mieszankę wiórów dedykowanych do produkcji płyt wiórowych, której głównym składnikiem było drewno sosnowe (zwane dalej wiórami sosnowymi) oraz wióry z drewna topolowego. Zastosowane wióry odpowiadały wymiarom cząstek do produkcji wewnętrznej warstwy płyt wiórowych [Tryjarski i in. 2023].

Wióry z drewna topolowego

Wióry z drewna topolowego wytworzono z pozostałości tartacznych w Ośrodku Badawczo-Rozwojowym Przemysłu Płyt Drewnopochodnych w Czarnej Wodzie (OBRPPD) [Tryjarski i in. 2023].

Wióry sosnowe

Wióry zostały zakupione w (OBRPPD, ul. Mickiewicza 10A, 83-262 Czarna Woda). Wióry te pochodziły z firmy Swiss Krono [Tryjarski i in. 2023].

4.1.2. Płyty wiórowe

W badaniach wykorzystano 2 rodzaje płyt wiórowych: komercyjną trójwarstwową płytę wiórową, której głównym składnikiem były wióry sosnowe (zwana dalej płytą sosnową) oraz jednowarstwowe płyty wiórowe topolowe, wytworzone na potrzeby doświadczenia.

Płyty wiórowe z drewna topolowego

Na potrzeby badań zostały wytworzone jednowarstwowe topolowe płyty wiórowe o grubości 16 mm, gęstości 620 kg·m⁻³, z 10% udziałem żywicy mocznikowo-formaldehydowej o stosunku molowym formaldehyd: mocznik 1,11:1. Frakcje wiórów wykorzystane do wytworzenia płyt wiórowych odpowiadały wymiarom wiórów grubych. Żywica do wytworzenia płyt została pozyskana z firmy Silekol sp. z o.o. (Mostowa 30K, 47-223 Kędzierzyn-Koźle)[Tryjarski i in. 2025].

Płyty wiórowe sosnowe

Trójwarstwowa płyta sosnowa o grubości 18 mm Swiss Krono (Museggstrasse 14, 6004 Luzern, Szwajcaria) została zakupiona w sklepie budowlanym [Tryjarski i in. 2025].

4.2. Przygotowanie materiału badawczego

Płyty wiórowe z drewna topolowego wytworzono w ramach zlecenia. Wióry drzewne i płyty wiórowe rozdrobniono. Przed obróbką boczniakiem cięte-zmielone materiały (wióry drzewne i płyty wiórowe) nawilżono i poddano sterylizacji.

Wytworzenie płyt wiórowych

Topolowe płyty wiórowe zostały wytworzone na zlecenie w Katedrze Technologii i Przedsiębiorczości w Przemyśle Drzewnym w Instytucie Nauk Drzewnych i Meblarstwa Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie.

Rozdrobnienie materiału

Rozdrabnianie wiórów drzewnych poza przygotowaniem ich do dalszych badań zostało przeanalizowane, co opisano w punkcie 4.4. Rozdrabnianie płyt wiórowych, mimo jego przeprowadzenia w celu zachowania spójności rozprawy doktorskiej, nie było analizowane. Materiały zostały rozdrobnione laboratoryjnym młynkiem nożowym (LMN-100, Alchem Group Ltd., Toruń, Poland) z sitem o oczkach 3 mm. Młynek pracował w dwóch trybach: mielenie przy pracy przeciwnie do ruchu wskazówek zegara oraz cięcie-mielenie przy pracy zgodnie z ruchem wskazówek zegara [Tryjarski i in. 2023].

Przygotowanie próbek do obróbki wstępnej boczniakiem ostrygowatym

Pożywkę malt extract agar (MEA) (Pol-Aura Ltd., Morąg, Poland) rozlano na dnie słoików wekowych o pojemności 0,5 l. Wióry i płyty wiórowe cięte-mielone nawilżono do 20– 30% i zapakowane w poliamidowych siatkach umieszczonych w szczelnych woreczkach polietylenowych. Słoiki z pożywką uszczelnione uprzednio wysterylizowaną w autoklawie w 126 °C watą celulozową zawiniętą w gazę poddano sterylizacji w autoklawie. W autoklawie wysterylizowano także siatki polipropylenowe, które miały za zadanie oddzielać siateczki z próbkami od podłoża w trakcie obróbki wstępnej. Zapakowane próbki poddano sterylizacji radiacyjnej dawką 28 kGy. Pożywkę zaszczepiono grzybnią boczniaka i pozostawiono do pokrycia pożywki grzybnią. Na pożywce porośniętej grzybnią umieszczono sterylne siatki polipropylenowe, a na nich próbki w siatkach poliamidowych.

Sterylizacja radiacyjna została zrealizowana w ramach zlecenia w Instytucie Chemii i Techniki Jądrowej (ul. Dorodna 16, Warszawa, Polska). Grzybnię zaszczepiono w słoikach oraz umieszczono w nich siatki polietylenowe oraz siatki z próbkami w ramach zlecenia w firmie Fole art (ul. Wyszogrodzka 2, Warszawa, Polska) [Tryjarski i in. 2025].

4.3. Obróbka wstępna boczniakiem ostrygowatym

Przygotowane (rozdział 4.2) wióry i płyty wiórowe cięte-mielone poddano obróbce wstępnej przez ponad 17 tygodni w temperaturze 28°C przy względnej wilgotności powietrza

97%. Obróbka przeprowadzono w komorze klimatycznej (2MXM, PHU Refrigeration, Warszawa, Polska). Po obróbce wstępnej materiały zostały roztarte w celu rozbicia samoistnych agregatów. Materiały poddane obróbce wstępnej wysuszono następnie na powietrzu [Tryjarski i in. 2025].

4.4. Charakterystyka materiału

Charakterystyka procesu rozdrabniania materiału

Wióry drzewne poddano cięciu lub cięciu-mieleniu a pobór mocy zsynchronizowano ze strumieniem masy materiału rozdrobnionego w celu wyznaczenia jednostkowej, efektywnej energii rozdrabniania. Pobór mocy zmierzono analizatorem jakości energii EQUA Wally z oprogramowaniem WINEQUA (Pro-Elektra, Olsztyn, Polska). Strumień masy rozdrobnionego materiału mierzono wagą WPS 600/C z oprogramowaniem PomiarWin software (Radwag, Radom, Polska). Skumulowany rozkład masy rozdrobnionego materiału powstający w czasie z dawki rozdrabnianego materiału aproksymowano zmodyfikowanym modelem Gompertza [Tryjarski i in. 2023].

Charakterystyka rozkładu wymiarów cząstek

W celu analizy rozkładu wielkości cząstek, wióry surowe i cięte oraz wióry i płyty wiórowe cięte-mielone, przed i po obróbce wstępnej boczniakiem ostrygowatym (zwane dalej zbiorczo "wszystkimi materiałami") poddano separacji sitowej.

Wióry surowe przesiano na separatorze oscylacyjnym z zestawem kwadratowych oczek sit z otworami o przekątnej 1,65; 5,61; 8,98; 18,0; 26,9 mm oraz dnem.

Pozostałe materiały przesiano na separatorze wibracyjnym (LAB-11–200/UP, Eko-Lab, Brzesko, Polska): wióry cięte i cięte-mielone z wykorzystaniem dwóch zestawów sit o przekątnych oczek 0,6; 0,85; 1,18; 1,6; 2,36; 3,35 oraz 0,056; 0,1; 0,15; 0,212; 0,3; 0,425 i dnem pod każdym z zestawów sit [Tryjarski i in. 2023], wióry i płyty wiórowe cięte-mielone, przed i po obróbce wstępnej boczniakiem ostrygowatym na jednym zestawie sit 0,15; 0,212; 0,3; 0,425 0,3; 0,425 0,6; 0,85 i dnem [Tryjarski i in. 2025].

Pomiary pozwoliły, zależnie od publikacji w której je wykorzystano, wyznaczyć średnią geometryczną wymiaru cząstek (x_g), bezwymiarowe odchylenie standardowe (s_g) oraz charakterystyczne parametry rozkładu wymiarów cząstek.

Gęstość rozkładu wymiarów cząstek aproksymowano czteroma modelami: Rosina-Rammlera-Sperlinga-Bennetta (RRSB), normalnym, logarytmiczno-normalnym i logistycznym zmodyfikowanym [Tryjarski i in. 2023].

Gęstość właściwa

Gęstość właściwą wiórów ciętych-mielonych topolowych i sosnowych zmierzono stereopiknometrem gazowym (Quantachrome Instruments, Boynton Beach, FL, USA) z wykorzystaniem helu. Dla zmniejszenia błędu pomiarowego wykorzystano wióry o najmniejszych wymiarach [Tryjarski i in. 2024].

Właściwości mechaniczne materiału

Upakowanie cząstek

Gęstość objętościowa napowietrzna (ρ_a) surowych, ciętych i ciętych-mielonych wiórów została wyznaczona przez odważenie materiałów do cylindrów, a gęstość objętościowa utrzęsiona (ρ_t) po wytrzęsieniu cylindrów z materiałami na separatorze wibracyjnym (LAB-11-200/UP, Eko-Lab, Brzesko, Poland). Zmierzone gęstości pozwoliły wyznaczyć dwa wskaźniki upakowania materiału: stosunek Hausnera (HR) i wskaźnik zagęszczalności Carr'a (CI) [Tryjarski i in. 2023]. Ze względu na kolizję oznaczeń, tj. gęstość objętościowa napowietrzna i gęstość aglomeratu oznaczone zostały w ten sam sposób (ρ_a), oznaczenie należy interpretować w odpowiednim kontekście.

Wytrzymałość na ścinanie i sypkość

Wytrzymałość na ścinanie i sypkość wszystkich materiałów zbadano z wykorzystaniem aparatu bezpośredniego ścinania Jenike z przystawką hydrauliczną AG 5089 (oba wykonane przez Rockfin sp. z o.o., Nowy Tuchoń). Siłę ścinania zmierzono tensometrycznym przetwornikiem siły CL 17. Przesunięcie poziome sekcji dolnej mierzono czujnikiem laserowym (LDS 100-500-S, Beta Sensorik).

Dla założonych naprężeń normalnych konsolidujących (σ) i naprężeń stycznych (τ) z wyznaczonych sił ścinających opracowano krzywe eksperymentalne, a na podstawie równań z dostępnej literatury obliczono wytrzymałość na jednoosiowe ściskanie (σ_c), największe naprężenia konsolidujące (σ_1), współczynnik sypkości (ff_c) oraz kąty tarcia wewnętrznego efektywny (ϕ_e), dla ustalonego ścinania (ϕ_c) i zlinearyzowany (ϕ_{lin}) [Tryjarski i in. 2023].

Kąt tarcia zewnętrznego

Zmierzono kąt tarcia zewnętrznego (δ) między wszystkimi materiałami a powierzchnią stali chromowej. Wybrano stal chromową, ponieważ to z niej wykonany był tłok i matryca do wytwarzania aglomeratów (pelety, pastylki i granule) [Tryjarski i in. 2024], [Tryjarski i in. 2023],[Tryjarski i in. 2025].

Wilgotność materiału

Wilgotność materiału zmierzono automatycznie wagosuszarką MA50/1.R (Radwag, ul. Toruńska 5, 26-600 Radom, Polska) [Tryjarski i in. 2023] lub metodą suszarkowo-wagową w 103–105 °C w piecu muflowym (FCF 5SM, Czylok, Jastrzębie-Zdrój, Polska).

Zawartość składników strukturalnych i substancji ubocznych oraz włókna surowego

Cięte-mielone wióry topolowe i sosnowe zostały wysuszone do stałej masy w 103 °C a następnie poddane ekstrakcji mieszaniną chloroform : etanol. Wysuszony ekstrakt stanowił

substancje uboczne. W wyekstrahowanym materiale oznaczono zawartość składników strukturalnych: ligninę, jako sumę ligniny rozpuszczalnej i nierozpuszczalnej w kwasie, celulozę, oznaczoną metodą Kürschnera-Hoffera i holocelulozę metodą chlorynu sodowego. Ligninę rozpuszczalną w kwasie oznaczono z wykorzystaniem spektrofotometru UV-Vis dla 205 nm. Hemicelulozy oznaczono jako różnicę między zawartością holocelulozy i celulozy [Tryjarski i in. 2024].

Zawartość składników strukturalnych w wiórach ciętych, wiórach ciętych-mielonych po obróbce boczniakiem oraz płytach wiórowych ciętych-mielonych przed i po obróbce wyznaczono z frakcji oznaczonych metodą detergentową. Ligninę kwaśno-detergentową oznaczono na próbkach po analizie włókna kwaśno-detergentowego. Zawartość ligniny określono jako tożsamą z ligniną kwaśno-detergentową, celulozy jako różnica między zawartością włókna kwaśno-detergentowego i ligniny kwaśno-detergentowej a hemicelulozy jako różnica między zawartością włókna neutralno-detergentowego i kwaśno-detergentowego. Dodatkowo wykonano też pomiary zawartości włókna surowego. Zawartości przeliczono na suchą materię materiałów. Analizy wykonano analizatorem włókna ANKOM 200 (ANKOM Technology Corporation, USA, NY). Pomiary powtórzono w dwóch seriach łącznie po 25 próbek w serii, włączając 2 próbki kontrolne alfalfa (ALF-2022-001) i pusty woreczek. W każdej serii 2 losowe próbki badanych materiałów zastąpiono próbkami kontrolnymi. Pomiary włókna surowego płyt wiórowych ciętych-mielonych po obróbce boczniakiem zwalidowano międzylaboratoryjnie w Instytucie Nauk o Zwierzętach w Szkole Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie[Tryjarski i in. 2025].

Zawartość wodoru

Zawartość wodoru w ciętych-mielonych wiórach topolowych i sosnowych oznaczono w oparciu o normę PN-EN 15407:2011[Tryjarski i in. 2024].

Ciepło spalania i wartość opałowa

Ciepło spalania powietrznie suchych ciętych-mielonych wiórów topolowych i sosnowych zostało zmierzone kalorymetrem KL-10 (Precyzja-BIT, Polska), a następnie przeliczone na stan suchy. Wartość opałowa została obliczona w oparciu o zawartość wodoru i wilgotność [Tryjarski i in. 2024]. Dodatkowo oznaczono ciepło spalania dla suchych wiórów ciętych, płyt wiórowych ciętych-mielonych przed obróbką i wiórów i płyt wiórowych ciętychmielonych po obróbce wstępnej boczniakiem ostrygowatym

Sucha materia

Suchą materię w wiórach ciętych, wiórach ciętych-mielonych po obróbce boczniakiem oraz płytach wiórowych ciętych-mielonych przed i po obróbce, w inokulum i pozostałościach po fermentacji obliczono względem materii wilgotnej[Tryjarski i in. 2025].

Popiół

Popiół w powietrznie suchych ciętych-mielonych wiórach topolowych i sosnowych oznaczono przez wyżarzanie w piecu muflowym (FCF 5SM, Czylok, Jastrzębie-Zdrój, Poland) w oparciu o normę PN-EN ISO 18122:2016–01. Warunki wyżarzania były następujące: podgrzewanie do 250 °C przez 30–40 min, utrzymanie temperatury przez 60 minut, podgrzewanie do 550 °C przez 30 min, wyżarzanie przez co najmniej 120 minut. Popiół został następnie przeliczony na stan suchy [Tryjarski i in. 2024].

Suche inokulum i pozostałość po fermentacji zmielono, żeby przeszło przez sito 1,02– 2 mm, a następnie oznaczono popiół w stanie suchym[Tryjarski i in. 2025]. Warunki wyżarzania te same co powyżej.

Sucha materia organiczna

Suchą materię organiczną obliczono jako różnicę między suchą materią a popiołem [Tryjarski i in. 2025].

Części lotne

Części lotne w powietrznie suchych ciętych-mielonych wiórach topolowych i sosnowych oznaczono przez wyżarzanie w piecu muflowym (FCF 5SM, Czylok, Jastrzębie-Zdrój, Polska) w zakrytych tyglach w 900 °C w oparciu o normę PN-EN ISO 18123:2016–01. [Tryjarski i in. 2024].

Zawartość węgla związanego

Zawartość węgla związanego obliczono w suchych ciętych-mielonych wiórach topolowych i sosnowych jako udział w masie wiórów części nie będących popiołem i częściami lotnymi [Tryjarski i in. 2024].

4.5. Biopaliwa

Aglomeraty – pastylki, pelety, granule

Na potrzeby badań wytworzono 3 rodzaje aglomeratów: pastylki, pelety i granule. Miały one spełniać następujące kryteria [Tryjarski i in. 2024]:

– pastylki – wykonane z jednej dawki materiału, długość (wysokość) równa średnicy,

 pelety – wykonane z wielu dawek materiału, długość minimum 20 mm, co pozwoliło na pomiary wytrzymałości na zginanie metodą trójpunktową, – granule – wykonane z jednej dawki materiału, przy ciśnieniu i temperaturze wytwarzania oraz docelowej długości (wysokości) równej grubości płyt wiórowych, 16 mm.

Wszystkie materiały zagęszczono do pastylek, a surowe, mielone i cięte-mielone wióry topolowe i sosnowe dodatkowo zagęszczono do pelet i granul.

Wytwarzanie aglomeratów

Aglomeraty wytworzono przy użyciu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej TIRAtest z matrycami ze stali chromowej o średnicach wewnętrznych 6, 8 i 10 mm. Pastylki i pelety wytwarzano w matrycach podgrzanych do 93°C i przy ciśnieniu 70 MPa, a granule w 170°C i ciśnieniu 12 MPa. Pelety wytworzono z 7–8 dawek materiałów, a pastylki i granule z pojedynczych dawek. Wielkość dawek zależała od docelowych wymiarów aglomeratów i było to odpowiednio 0,1–0,3 g, 0,2–0,5 oraz 0,35–1,1 dla pelet, pastylek i granul[Tryjarski i in. 2025]. Zmierzono parametry zagęszczania, w tym jednostkową pracę zagęszczania (L_s), stopień zagęszczenia materiału (I_s) i gęstość aglomeratu (ρ_a), a po rozprężeniu obliczono współczynniki rozszerzalności dla długości (R_l) i średnicy (R_d). Ze względu na kolizję oznaczeń, tj. gęstość objętościowa napowietrzna i gęstość aglomeratu oznaczone zostały w ten sam sposób (ρ_a), oznaczenie należy interpretować w odpowiednim kontekście [Tryjarski i in. 2024].

Charakterystyka wytrzymałościowa aglomeratów

Pelety, pastylki i granule zbadano pod kątem charakterystyk wytrzymałościowych przy promieniowych obciążeniach ściskających (E_{jp} , E_p , σ_p). Ponadto pastylki ściskano w kierunku osiowym (E_{jp} , E_p , σ_p)., a pelety o długości 20 mm zginano metodą trzypunktową (E_{jb} , E_b , σ_b). Obciążenie promieniowe wykonano stemplem 20 × 50 mm z prędkością 5 mm·min⁻¹. Na podstawie danych dotyczących siły i przemieszczenia określono parametry wytrzymałościowe, w tym jednostkowe energie ściskania i zginania, moduł sprężystości przy ściskaniu i zginaniu oraz maksymalną wytrzymałość na ściskanie i zginanie, aż do momentu zniszczenia aglomeratu. [Tryjarski i in. 2024].

Biogaz

Warunki fermentacji anaerobowej

Fermentację anaerobową wiórów ciętych, wiórów ciętych-mielonych po obróbce boczniakiem oraz płytach wiórowych ciętych-mielonych przed i po obróbce przeprowadzono w 2 l reaktorach w temperaturze 37°C. Reaktory zawierały 1800 g mieszanki substratu z inokulum w proporcji ich suchej materii organicznej nie przekraczającej 0,5. Reaktory z samym inokulum posłużyły do wyznaczenia produkcji tła. Dodatkowo celuloza mikrokrystaliczna w ilości 10 g na 1790 g inokulum posłużyła za substrat odniesienia[Tryjarski i in. 2025].
Uzysk biogazu, metanu, skład biogazu

Produkcję biogazu mierzono metodą wyparcia solanki z częstotliwością zależną od wielkości produkcji. Ilość wyprodukowanego biogazu wyznaczano z wagi wypartej solanki w oparciu o jej gęstość. Gdy ilość wyprodukowanego biogazu była wystarczająca, mierzono jego skład. Skład biogazu mierzono dwoma miernikami: metan, dwutlenek węgla, tlen i wodór miernikiem DP-28 BIO gas analyser (Nanosens, Wyskogotowo, Polska) i siarkowodór miernikiem Gas Data GFM 400 gas analyser (OMC Envag, Warszawa, Polska). Udział procentowy metanu, dwutlenku węgla, tlenu i wodoru znormalizowano traktując je jako jedyne składniki biogazu. Wytworzony biogaz i metan przeliczano na objętość suchego gazu w standardowych warunkach ciśnienia i temperatury (STP, 273 K, 1013 hPa) wyprodukowaną z grama suchej materii organicznej substratu[Tryjarski i in. 2025].

4.6. Analiza statystyczna

Parametry materiałów, procesów rozdrabniania, aglomeracji, aglomeratów i fermentacji anaerobowej porównywano względem odpowiednich czynników. Dla parametrów sprawdzono normalność rozkładów testami Kolmogorowa-Smirnowa (K-S), Kolmogorowa-Smirnowa z poprawką Lillieforsa (K-S-L) oraz Shapiro-Wilka (S-W). Jednorodność wariancji względem czynników sprawdzono testami Levenea i Brown-Forsythea. Wpływ czynników na analizowane parametry sprawdzono wielokryterialną analizą wariancji MANOVA, stosując test F (Fishera-Snedecora). Statystyczną istotność między wartościami średnimi parametrów sprawdzono testem Tukeya. Założono, że poziom istotności dla stosowanych analiz wynosi p=0,05.

Parametry wraz z czynnikami, względem których były porównywane zestawiono w tabeli 1. Parametry pogrupowano w różny sposób zależnie od zakresu prowadzonych badań.

Tabela 1. Rodzaje analiz, parametry które w ramach ich analizowano, czynniki względem których porównano parametry oraz publikacje w ramach Rozprawy Doktorskiej, w których przeprowadzono analizy

Rodzaj analiz	Parametr	Czynnik				Publikacja		
		TW	WS	AF	dm	MT	TL	
Charakterystyka procesu	$MC, m_d,$	+	$+^{a}$					1
rozdrabniania	$t_w, P_e, E_j,$							
	m_m, q_m, λ							
Charakterystyka rozkładu	$x_g, s_g,$	+	+					1
wymiarów cząstek	$S_{gw}, x_R, n,$							
	$x_5, x_{10},$							
	$x_{16}, x_{25},$							
	$x_{30}, x_{50},$							

	$x_{60}, x_{75},$						
	$x_{84}, x_{90},$						
	x95, Iu,						
	Nsg. Sv.						
	$S_{l} C_{u}$						
	C r						
	$C_g, \chi_{gm}, \sigma_i \in S_i$						
	$U_{lg}, U_{lg}, V_{lg}, V$						
	$\Lambda_g,$						
	STD_h , STD_h						
	$STD_l,$						
Linelrowenie orostelr	SID_t	1					1
Opakowanie cząstek	ρ_a, ρ_t, μ_b	Ŧ	+				1
	TIK, CI	1					 1
wytrzymałość materiału	$\tau, c, \sigma_l,$	+	+				1
na scinanie i sypkosc	$\sigma_c, ff_c, \phi_e,$						
	ϕ_c, ϕ_{lin}						 1
Kąt tarcia zewnętrznego	δ	+	+				1
Współczynnik tarcia	μ_e	+					2
zewnętrznego							
Wilgotność	MC	+					2
Gęstość właściwa	ρ_t	+					2
Zawartość składników	U, LI,	+					2
strukturalnych i	CE, HE						
substancji ubocznych							
Zawartość wodoru	Н	+					2
Ciepło spalania i wartość	HHV,	+					2
opałowa	LHV						
Popiół i sucha materia	AC	+					2
organiczna							
Części lotne	VW	+					2
Zawartość wegla	FC	+					2
zwiazanego							
Parametry zageszczania	Le. Is. ks.	+	+	+	+		2
	$R_1 R_2 n_2$						-
	L_{v} Su Ω_{a}						
Charakterystyka	E_{v}, s_{u}, p_{u} E_{in}, E_{ih}	+	+	+b	+		2
wytrzymałościowa	$E_{JP}, E_{JO},$ E_{π}, E_{h}		· ·				2
aglomeratów	$L_p, L_0,$						
Śrędnia geometryczna	v_p, v_b					+	 3
wymiarów cząstek i	$\lambda g, MC$						5
wilgotność*							
Wytrzymałość matoriału	T 0 T						2
wyuzyillaiose illateriaiu	$\tau, \varepsilon, \sigma_1, \tau$					- T	5
na semanie i sypkose	υς, <i>JJc</i> , <i>Ψe</i> ,						
Cionto englanio **	ψ_c, ψ_{lin}						2
Zewertećć włólne							3
Zawartosc włokna	$ \nabla F, \\ NDF $					-	5
surowego, frakcji	NDF,						
althe decilitéers	ADF,						
SK1aunikow	ADL, LI,						
strukturainych	CE, HE						

Parametry	$L_s, I_s, k_s,$	+		+	+		3
zagęszczania ^{***}	$R_l, R_d, p_u,$						
	L_v, s_u, ρ_a						
Charakterystyka	$E_{jp}, E_{jb},$	+		+	+	+	3
wytrzymałościowa	$E_p, E_b,$						
aglomeratów (tylko	σ_p, σ_b						
pastylki) ***							
Charakterystyka	s.m.,				+		3
substratu i pozostałości	s.m.o.,						
po fermentacii*	S.M. _{me} ,						
poreinenaugi	S.M.O. _{me} ,						
	<i>s.m._{mf}</i> ,						
	$s.m.o{mf}, Y,$						
	$Y_{CH4}, C_{CH4},$						
	Con Con	1	1	l I	I	1	
	0002, 002,						

Parametry: MC, wilgotność, %; md, masa próbki, g; tw, czas rozdrabniania, s; Pe, moc efektywna młyna nożowego, W; E_j , energochłonność rozdrabniania wiórów, kJ·kg⁻¹; m_m , końcowa masa rozdrobnionych wiórów, g; q_m , maksymalny strumień masy, g s⁻¹; λ , czas opóźnienia wyrównanego obciążenia młyna nożowego, s; (3 ostatnie parametry są parametrami zmodyfikowanego rozkładu Gompertza); x_g , średnia geometryczna wymiaru cząstek, mm; s_g , odchylenie standardowe, bezwymiarowe; sgw, odchylenie standardowe, mm; n, miara stromości krzywej rozkładu w modelu Rosina-Rammlera-Sperling-Bennetta, bezwymiarowa; x_R, wymiar cząstki dla 63,2% skumulowanej masy wiórów, parametr wymiaru cząstek modelu Rosina-Rammlera-Sperlinga-Bennetta mm; x5, x10, x16, x30, x50, x60, x75, x84, x90 i x95 są odpowiednio wymiarami cząstek dla 5, 10, 16, 25, 30, 50, 60, 75, 84, 90 i 95 procentyla rozkładu skumulowanej masy podsitowej, mm; Iu, wskaźnik jednorodności, %; Nsg, liczba szacunkowa, statystyczny wymiar cząstek, bezwymiarowa; S_v, zakres zmienności wymiarów, %; S_l, rozkład względny, udział masowy na dnie określający kryterium miary szerokości rozkładu wymiarów, wskazuje na jednorodność rozkładu wymiarów cząstek, bezwymiarowy; Cu, współczynnik jednorodności, bezwymiarowy; Cg, współczynnik stopniowania, bezwymiarowy; xgm, średnia graficzna wymiaru cząstek, mm; σ_{ig} , graficzny wskaźnik skośności, opisuje rozrzut składowych rozkładu wielkości cząstek względem wartości średniej, bezwymiarowy; Sig, graficzny współczynnik skośności, asymetria, świadczy o położeniu krzywej rozkładu uziarnienia względem wartości modalnej, bezwymiarowy; Kg, graficzny współczynnik kurtozy, spłaszczenia krzywej rozkładu wymiarów cząstek, bezwymiarowy; STDh, STDl, i STDt, odchylenie standardowe geometryczne, odpowiednio: rozkładu strefy górnej, dolnej i całkowitej, bezwymiarowe; ρ_a , gęstość objętościowa napowietrzna lub gęstość aglomeratu, kg·m⁻³; ρ_t , gęstość objętościowa utrzęsiona, kg·m⁻³; HR, stosunek Hausnera, bezwymiarowy; CI, wskaźnik zagęszczalności Carr'a, bezwymiarowy; *τ*, naprężenia ścinające, kPa; *c*, kohezja, kPa; σ_l , główne naprężenia konsolidujące, kPa; σ_c , wytrzymałość na jednoosiowe ściskanie, kPa; ff_c, współczynnik sypkości, bezwymiarowy; ϕ_e , ϕ_c , ϕ_{lin} , kąty tarcia wewnętrznego, odpowiednio: efektywny, dla ustalonego ścinania, zlinearyzowany, °; δ , kąt tarcia zewnętrznego, °; μ_e , współczynnik tarcia zewnętrznego, bezwymiarowy; ρ_t , gęstość właściwa, kg·m⁻³; U, zawartość substancji ubocznych, %; LI, zawartość ligniny, %; CE, zawartość celulozy, %; HE, zawartość hemiceluloz, %; H, zawartość wodoru, %; HHV, ciepło spalania, MJ·kg⁻¹; LHV, wartość opałowa, MJ·kg⁻¹; AC, popiół, %; VM, części lotne, %; FC, zawartość węgla związanego, %; L_s , jednostkowa praca zagęszczania, kJ·kg⁻¹; I_s , stopień zagęszczenia materiału, bezwymiarowy; k_s , współczynnik podatności na zagęszczanie materiału, $J \cdot m^{-3} \cdot kg^{-1}$; R_l , R_d , współczynnik rozszerzalności dla, odpowiednio: długości, średnicy, %; p_u , maksymalne ciśnienie usuwania aglomeratu z matrycy, MPa; L_v , jednostkowa praca usuwania aglomeratu z matrycy, kJ·kg⁻¹; s_u , przemieszczenie tłoka podczas usuwania aglomeratu z matrycy, mm; E_{jp} , E_{jb} , energia jednostkowa potrzebna do pęknięcia aglomeratu przy, odpowiednio: ściskaniu, zginaniu, mJ·mm⁻²; E_p , E_b , moduł sprężystości przy, odpowiednio: ściskaniu, zginaniu, MPa; σ_p , σ_b , maksymalne naprężenia podczas pękania aglomeratów przy, odpowiednio: ściskaniu, zginaniu MPa; *CF*, zawartość włókna surowego, %; *NDF*, zawartość włókna neutralnodetergentowego, %; *ADF*, zawartość włókna kwaśno-detergentowego, %; *ADL*, lignina kwaśno-detergentowa, %; *s.m., s.m.me, s.m.mf*, odpowiednio sucha substancja substratu, mieszanki substratu i inokulum, przed i po fermentacji anaerobowej, %; s.m.o., *s.m.o.me*, *s.m.o.mf*, odpowiednio sucha materia organiczna substratu, mieszanki substratu i inokulum, przed i po fermentacji anaerobowej, % s.m.; *Y*, *Y*_{CH4}, produkcja, odpowiednio: biogazu, metanu, ml·g⁻¹ *s.m.o.*; *C*_{CH4}, *C*_{CO2}, *C*_{O2}, *C*_{H2}, udział w biogazie, odpowiednio: metanu, dwutlenku węgla, tlenu, wodoru, %.

Czynniki: *TW*, gatunek drewna rozdrabnianych wiórów (sosnowe, topolowe); *WS*, rodzaj wiórów (surowe, mielone, cięte-mielone); *AF*, rodzaj aglomeratu (pelety, pastylki, granule); d_m , średnica otworu matrycy (6, 8, 10 mm); *MT*, stan materiału (surowy, po obróbce grzybem); *TL*, sposób ściskania aglomeratu (promieniowe, osiowe).

*- analiza względem *MT*, oddzielnie względem wiórów topolowych, sosnowych, płyt wiórowych topolowych, sosnowych

**- j.w., ale tylko dla płyt wiórowych

*** - tylko dla płyt wiórowych

"+" oznacza, że względem danego czynnika porównywano parametry

^a- tylko mielone i cięte-mielone (bez surowych)

^b- tylko przy ściskaniu promieniowym (nie przy ściskaniu osiowym i zginaniu)

^c- gatunki drewna, z których zostały wykonane płyty (podział na płyty topolowe i sosnowe)

Liczba parametrów rozkładu wymiarów cząstek wiórów surowych, ciętych i ciętychmielonych została zredukowana metodą korelacji cech dla ułatwienia interpretacji wyników. Parametr był usuwany z macierzy korelacji, gdy wartość diagonalna macierzy odwrotnej wynosiła dla niego co najmniej 10. Tworzono nową macierz bez usuniętego parametru i proces był powtarzany.

Dla parametrów i czynników wytwarzania aglomeratów i ich parametrów wytrzymałościowych stworzono macierze wartości współczynników korelacji Pearsona dla aglomeratów ściskanych osiowo (AC), pastylek ściskanych promieniowo (RC) i pelet zginanych (B). Te czynniki i parametry to gatunek drewna rozdrabnianych wiórów, rodzaj wiórów, jednostkowa praca zagęszczania (L_s), stopień zagęszczenia materiału (I_s), współczynniki rozszerzalności dla

długości (R_l) i średnicy (R_d), maksymalne ciśnienie usuwania aglomeratu z matrycy (p_u), jednostkowa praca usuwania aglomeratu z matrycy (L_v), przemieszczenie tłoka podczas usuwania aglomeratu z matrycy (s_u), gęstość aglomeratu (ρ_a), energie jednostkowe potrzebne do pęknięcia aglomeratu (E_{jp} , E_{jb}), moduły sprężystości (E_p , E_b) i maksymalne naprężenia podczas pękania aglomeratu (σ_p , σ_b). Przy ściskaniu promieniowym dodatkowo był to rodzaj aglomeratu.

Wartości współczynników korelacji Pearsona podczas selekcji parametrów rozkładu wymiarów cząstek oceniono w oparciu o synonimy deskryptorów.

Kohezję (*c*) i kąt tarcia wewnętrznego (ϕ) wyznaczono poprzez regresję liniową, a parametry modeli nieliniowych estymacją nieliniową.

Dopasowanie modeli do danych eksperymentalnych sprawdzono skorygowanym współczynnikiem determinacji (R_{adj}^2) .

Analizę statystyczną przeprowadzono w programie Statistica v.13.3 (StatSoft, Kraków, Polska), Wyznacznik macierzy przy selekcji parametrów rozkładu wymiarów cząstek (det(\mathbf{R})), macierz odwrotną \mathbf{R}^{-1} i macierz jednostkową I obliczono w arkuszu kalkulacyjnym Excel [Tryjarski i in. 2023].

4. Wyniki badań i dyskusja

4.1. Właściwości fizykomechaniczne wiórów drzewnych

Chociaż obciążenie młyna było większe podczas cięcia-mielenia zarówno wiórów sosnowych jak i topolowych, co skutkowało prawie trzykrotnie większym poborem mocy podczas rozdrabniania próbki materiału, cięcie-mielenie było bardziej efektywne energetycznie oraz prawie 4 razy krótsze. Pobór energii podczas cięcia-mielenia wyniósł dla wiórów sosnowych $182 \pm 18 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$ a dla topolowych $293 \pm 25 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$ Dla mielenia wartości te były odpowiednio 29 i 40% większe. Prawdopodobnie bardziej miękkie drewno topolowe wymagało więcej energii do rozdrobnienia niż twardsze sosnowe. Cięcie-mielenie wytworzyło cząstki o bardziej równym rozkładzie niż mielenie co można wywnioskować z rozkładów wielkości cząstek.

Rozdrabnianie cząstek pozwoliło zwiększyć gęstość materiału i jego upakowanie (HR i CI)

Wióry cięte-mielone w porównaniu z mielonymi były mniejsze, osiągały większą gęstość, charakteryzowały się mniejszą kohezją i większą sypkością, ale słabiej podlegały zagęszczaniu na skutek wytrząsania i miały niższe wartości HR i CI. Cięte-mielone wióry topolowe charakteryzowały się lepszym upakowaniem i sypkością od sosnowych. Wióry cięte-mielone miały mniejsze wartości kąta tarcia wewnętrznego, chociaż różnice te nie były istotne statystycznie w porównaniu z wiórami surowymi. Cięcie-mielenie spowodowało też większy wzrost kąta tarcia zewnętrznego materiał-stal niż cięcie.

Zarówno mielenie jak i cięcie-mielenie pozwoliło zredukować wymiary cząstek do wymaganych wartości dla wytwarzania pelet, tj. 3,2 mm [S. Mani i in. 2003]. Większa sypkość jest cechą pożądaną podczas transportu rozdrobnionego materiału [Gil i in. 2013], a różne procesy związane z aglomeracją ciśnieniową biomasy [Xu i in. 2018] wymagają stabilnego, ciągłego przepływu rozdrobnionego materiału. Determinuje to wykorzystanie materiału o większej sypkości [Mateusz Stasiak i in. 2020], a więc proces cięcia-mielenia był korzystniejszy od mielenia dla wytworzenia takiego materiału. Cięcie-mielenie było więc procesem preferowanym w stosunku do mielenia, zarówno od strony procesu rozdrabniania, jak i charakterystyki oceniającej rozdrabnianie cząstek. Szczegółowa analiza, interpretacja i dyskusja wyników znajduje się w pierwszym artykule [Tryjarski i in., 2023].

 4.2. Aglomeracja ciśnieniowa rozdrobnionego materiału przed obróbką wstępną i właściwości wytrzymałościowe aglomeratów
 Przykładowe aglomeraty, przed i po badaniach wytrzymałościowych przedstawiono na



rys. 1.

Rys. 1. Przykłady aglomeratów (pelety – *pellets*, pastylki – *pastilles*, granule – *granules*) przed (*W*) i po pomiarach wytrzymałościowych (*RC*, *B*, *AC*), wykonanych z sosnowych i topolowych surowych (*raw shavings*), mielonych (*milled shavings*) i ciętych-mielonych (*cutmilled shavings*), wytworzonych w matrycach o otworach o średnicy 6, 8 i 10 mm: *RC* – ściskane promieniowo (*radial compression*), *B* – zginane (*bending*), AC – ściskane osiowo (*axial compression*)

Wyniki badań aglomeracji ciśnieniowej wiórów surowych, mielonych i ciętychmielonych oraz pomiary wytworzonych aglomeratów opisano poniżej, grupując względem czynników, tj. kolejno względem WS, d_m , TW i AF.

Wióry surowe wymagały większej L_s ale miały większą wartość k_s niż wióry rozdrabniane, były też najtrudniejsze do wyciśnięcia z matrycy po wytworzeniu z nich aglomeratów. Dodatkowo aglomeraty z wiórów surowych były najbardziej wytrzymałe na

ściskanie promieniowe i zginanie za wyjątkiem modułu sprężystości przy zginaniu. Ulegały też mniejszej ekspansji osiowej. Aglomeraty z wiórów surowych miały mniejszą gęstość, były mniej wytrzymałe na ściskanie osiowe i ulegały większej ekspansji promieniowej. Surowe wióry topolowe miały mniejszą wartość x_g niż otwór najmniejszej matrycy, tj. 6 mm (inaczej niż surowe wióry sosnowe, 6, 21 mm), należy mieć na uwadze, że x_g jest tylko wartością średniej geometrycznej.

Wytwarzanie aglomeratów z wiórów ciętych-mielonych było mniej korzystne energetycznie niż z wiórów mielonych, ale miały one większą gęstość. Większość parametrów wytrzymałościowych wskazywała też na mniejszą wytrzymałość aglomeratów z wiórów ciętych-mielonych, choć różnice te były niewielkie. Mając jednak na uwadze energochłonność i czas rozdrabniania oraz charakterystykę rozdrobnionych cząstek, wytworzenie aglomeratów z wiórów ciętych-mielonych było preferowane w stosunku do wiórów mielonych.

Wytwarzanie aglomeratów w matrycy o większej średnicy było mniej korzystne energetycznie, natomiast ze wzrostem d_m przy wyciskaniu aglomeratów z matrycy praca wyciskania spadała. Zastosowanie matrycy z większym otworem skutkowało także mniejszą ekspansją aglomeratów. Z drugiej strony część parametrów wytrzymałościowych aglomeratów wskazywało na spadek wraz ze wzrostem średnicy, inne natomiast na wartości maksymalne przy 8 mm. Uwzględniając powyższe obserwacje warto więc rozważyć, czy średnica otworu matrycy wynosząca 8 mm nie jest wartością optymalną dla aglomeracji ciśnieniowej badanych materiałów.

Wytwarzanie aglomeratów z wiórów sosnowych było mniej korzystne energetycznie. Aglomeraty z wiórów sosnowych wymagały też większej pracy wyciskania niż z topolowych. Z drugiej strony aglomeraty z wiórów sosnowych miały większą gęstość i wytrzymałość. Co więcej pelety wytworzone z rozdrobnionych wiórów sosnowych miały mniej przerw niż te z wiórów topolowych, co wskazywało na ich lepszą aglomerację. Ten pozytywny efekt zagęszczania i solidniejszego łączenia wiórów był widoczny w mniejszej ekspansji liniowej i większej gęstości aglomeratów sosnowych. Wytworzenie aglomeratów o lepszych parametrach wymagało jednak większej pracy L_s . Wyższa zawartość termoplastycznej ligniny w wiórach sosnowych była głównym czynnikiem odpowiadającym za większą wytrzymałość aglomeratów w porównaniu z tymi wytworzonymi z wiórów topolowych. Większa zawartość ligniny podlegającej modyfikacji termicznej skutkowała tym, że aglomeraty z wiórów sosnowych były bardziej błyszczące niż te z wiórów topolowych. Pokrycie z ligniny oprócz połysku potencjalnie zwiększa odporność aglomeratów na działanie wody [Anglès i in. 2001], aglomeraty z wiórów sosnowych mogą więc być bardziej hydrofobowe od tych z drewna topolowego. Drewno sosnowe jest lepszym materiałem do wytwarzania aglomeratów od topolowego. Mając jednak na uwadze cel niniejszej Rozprawy, nie można wykluczać drewna topolowego. Ponieważ drewno topolowe jest perspektywicznym surowcem do wytwarzania płyt wiórowych, zagadnienie zagospodarowania odpadów płyt wiórowych z drewna topolowego też jest warte uwagi i wiąże się z badaniami surowca, z których te płyty są wytwarzane.

Porównując z peletami, pastylki wymagały większej L_s i miały większą wartość k_s co spowodowane było stosowaniem większych dawek materiału skutkując większym tarciem i pracą zagęszczania, mogło jednak zmniejszyć wytrzymałości aglomeratów. Granule, pomimo największej dawki materiału spośród wytwarzanych aglomeratów i niższego stosowanego ciśnienia, miały L_s zbliżoną do pelet, a k_s znacznie niższy niż dla pozostałych aglomeratów. Niski k_s granul mógł być spowodowany zastosowaniem wyższej temperatury co zwiększyło uplastycznienie materiału ułatwiając jego zagęszczenie. Warunki wytwarzania granul nie pozwoliły jednak na odkształcenie surowych wiórów sosnowych w 6 mm matrycy, a wióry te pozostały ułożone pionowo w granulach, tak jak podczas ich dozowania do matrycy. W granulach z surowych wiórów sosnowych i topolowych dla 6 mm matrycy widoczne były też większe odstępy między cząstkami materiału. Podczas wyciskania aglomeratów z matrycy, pelety wymagały największej L_v , a pastylki najmniejszej. Dodatkowo udział L_v w L_s dla pastylek był najmniejszy spośród rodzajów aglomeratów i wyniósł 0,2%. Dla pelet udział ten był największy, 10,6%. Proces wyciskania aglomeratów opisano szczegółowo w artykule [Tryjarski i in. 2024]. Pelety charakteryzowały się najmniejszymi R_l i R_d oraz największą gęstością, a pastylki największymi R_l i R_d , natomiast granule najmniejszą gęstością. Co więcej, pelety były najbardziej wytrzymałe spośród aglomeratów, a granule najmniej.

Podwyższona temperatura podczas wytwarzania aglomeratów nie kompensowała obniżonego ciśnienia zagęszczania, a granule były mniej wytrzymałe. Choć w artykule dyskutowano nad wytwarzaniem płyt wiórowych bez zastosowania żywic w oparciu o parametry granul, odwzorowywanie parametrów technicznych prasy matrycą z otworem jest dyskusyjnym podejściem więc wątek ten nie był kontynuowany w dalszych badaniach.

Pastylki charakteryzowały się większymi L_s i k_s od pelet, mniejszą gęstością i mniejszą wytrzymałością. Jednak ze względu na mniejszą pracochłonność wykonania pastylek niż pelet to na pastylkach wykonywano kolejne badania.

No koniec, ciekawe zjawisko zaobserwowano przy zginaniu pelet. Poprzeczne pęknięcia były gładkie dla pelet sosnowych co prawdopodobnie wskazywało na zerwanie wiązań wodorowych i oddziaływań Van der Waalsa. Pelety topolowe miały nieregularną powierzchnię pęknięcia z wystającymi cząstkami, co wskazywało na inny mechanizm łączenia materiału, w oparciu o silniejsze ale rzadsze oddziaływania mostkami ligniny i blokowaniem przestrzennym [Stelte i in. 2011]. Jest to o tyle interesujące, że wióry topolowe zawierały mniej ligniny niż wióry sosnowe.

4.3. Wpływ obróbki wstępnej na wytwarzane biopaliwa stałe i biogaz

W opisie [Tryjarski i in. 2025] nazwanie materiałów surowymi odnosi się do materiałów nie poddanych obróbce wstępnej boczniakiem ostrygowatym, a nie do materiałów nierozdrobnionych, jak to miało miejsce w artykułach 1 i 2. Choć w artykule [Tryjarski i in. 2025] opisano charakterystykę zawartości frakcji włókna i składników strukturalnych, poniżej skupiono się na samych składnikach strukturalnych.

Na skutek obróbki wstępnej boczniakiem doszło do redukcji x_g , co było najbardziej widoczne dla wiórów sosnowych (z 0,61 ±0,01 do 0,42 ±0,02 mm) a najmniej dla sosnowej płyty wiórowej, gdzie zmiany były praktycznie niezauważalne. Porównując różne materiały, wartość x_g uległa ujednorodnieniu.

Większość parametrów wytrzymałościowych uległa istotnym statystycznie zmianom na skutek obróbki wstępnej, przy czym zmiany te były bardziej wyraźne dla płyty sosnowej. Należy jednak wspomnieć, że wartości σ_c szczególnie odstawały od tej reguły.

Parametry wytrzymałości na ścinanie zwykle wzrastały na skutek obróbki wstępnej i, podobnie jak przed obróbką były zwykle większe dla płyt sosnowych. Większy wzrost σ_1 i τ widoczny był dla sosnowej płyty wiórowej, a *c* wzrosła bardziej dla płyty topolowej. Także kąt δ wzrósł z 30,5° o prawie 4° i 2°, odpowiednio dla płyt sosnowych i topolowych. Sypkość wiórów z płyt na skutek obróbki biologicznej jednak spadła, a spadek ten był większy dla wiórów z płyty topolowej.

Poprawa właściwości wytrzymałościowych, szczególnie kątów tarcia oraz c, τ i σ_1 po obróbce wstępnej sugeruje potencjalny jej wpływ na proces aglomeracji ciśnieniowej, wytwarzanie bardziej wytrzymałych pastylek.

Obróbka wstępna spowodowała obniżenie *HHV* wszystkich materiałów co jest przypisywane głównie redukcji zawartości ligniny. Co ciekawe, spadek *HHV* był większy dla wiórów z płyt niż samych wiórów, sugerując rozkład żywicy podczas obróbki wstępnej. Wióry

sosnowe i wióry z płyt sosnowych , zarówno surowe jak i po obróbce miały większe *HHV* niż odpowiadające im wióry topolowe.

Obróbka wstępna spowodowała wzrost wilgotności wszystkich materiałów. Dla drewna wskazuje to na zwiększoną absorbcję wody na skutek działania boczniaka. Boczniak jest zdolny do zmiany struktury komórkowej drewna [Badu i in. 2011], co skutkuje zwiększeniem porowatości materiału [Anuj Kumar i in. 2021] co z kolei ułatwia absorbcję wody [Banik i in. 2017]. Podobnego zjawiska można spodziewać się w płytach wiórowych, choć wpływ żywicy klejącej płyty warty jest dalszych badań. Różnice w wilgotności między materiałami mogą wynikać też z innych ich właściwości. Choć zmiany wilgotności wszystkich materiałów były istotne statystycznie, były to zmiany niewielkie.

Płyty wiórowe i drewno sosnowe zdają się być bardziej podatne na działanie grzyba, szczególnie widocznego w ubytku ligniny, co może powodować widoczne zmiany w absorbcji wody. Na skutek działania grzyba doszło do ubytku ligniny i wzrostu zawartości celulozy (korelacja r = -0.906), widoczna jest więc selektywna delignifikacja, dodatkowo wióry/płyty topolowe przed/po obróbce zawierały zawsze mniej ligniny niż odpowiadające im wióry/płyty sosnowe.

Porównując proces aglomeracji ciśnieniowej surowej płyty wiórowej sosnowej i topolowej, widoczne były spójności obserwowane dla surowego drewna sosnowego i topolowego, choć różnice w L_s były niewielkie a zarówno R_l i R_d były większe dla płyty sosnowej niż topolowej. Pastylki wykonane z sosnowych płyt wiórowych były bardziej wytrzymałe na ściskanie promieniowe niż te z płyt topolowych, uwzględniając σ_p i E_j , podział ten nie rozróżniał płyt surowych i poddanych obróbce wstępnej.

Ogólnie pastylki o większej wytrzymałości σ_p osiągały mniejszą wartość *E*, dodatkowo nie zaobserwowano statystycznie istotnej spójności między d_m i *E*. Dalszą analizę względem czynników ograniczono do ściskania promieniowego, ponieważ pastylki ściskane osiowo charakteryzowały się ponad rząd wielkości większymi wartościami parametrów σ_p i E_j niż te ściskane promieniowo, co wskazuje, że obciążenia promieniowe są ważniejsze podczas transportu pastylek.

Wraz ze wzrostem d_m stwierdzono statystycznie istotne zwiększanie się L_s , podczas gdy dla ρ_a taki wpływ zrejestrowano dla d_m z 6 do 8 mm. Wraz ze wzrostem d_m zmniejszała się wytrzymałość pastylek na ściskanie promieniowe σ_p i E_j . Można więc przypuszczać, że dla rozdrobnionych płyt wiórowych zastosowanie największego d_m , tj. 10 mm jest niepożądane. Na koniec należy dodać, że na proces zagęszczania w zależności od d_m miała też wpływ dawka materiału, która była odwrotnie proporcjonalna do d_m . Wióry z płyt poddane obróbce wstępnej boczniakiem wymagały większej L_s , miały jednak mniejszą wartość k_s . Choć pastylki z materiałów po obróbce miały trochę większe wartości R_l i R_d , ich ρ_a też było większe. Większe nakłady L_s związane były z większymi wartościami δ , φ , c i ff_c , nie tłumaczy to jednak większych wartości ρ_a . Prawdopodobnie zmiany w związkach lignocelulozowych na skutek działania grzyba pozwoliły na efektywniejsze wytwarzanie pastylek o większej ρ_a . Obróbka wstępna wpływała też na zwiększenie wartości σ_p i E_i pastylek przy równoczesnym spadku E.

Patrząc od strony składników strukturalnych, *E* nie wykazywało jasnych korelacji z zawartością hemiceluloz, celulozy i ligniny, jednak korelacja σ_p z zawartością ligniny na poziomie 0,881 wskazuje na wpływ zawartości ligniny na wytrzymałość mechaniczną pastylek. Choć lignina wykazała pozytywny związek z wytrzymałością pastylek, warto zauważyć, że pomimo spadku zawartości ligniny pod wpływem działania boczniaka wytrzymałość pastylek wzrosła. Wynika z tego, że działanie boczniaka, pomimo redukcji zawartości ligniny jest korzystne dla wytwarzania pastylek z płyt wiórowych. Co ciekawe, wytrzymałość pastylek wykazywała negatywną korelację z zawartością celulozy, a zawartość hemiceluloz nie wykazała istotnej korelacji z E_j and σ_p .

Podsumowując, obróbka wstępna boczniakiem pozytywnie wpływała na właściwości fizykochemiczne rozdrobnionych płyt wiórowych i proces ich aglomeracji ciśnieniowej w celu wytworzenia biopaliw stałych. Część z zaobserwowanych zmian w materiale płyt wiórowych może też mieć znaczenie dla wytwarzania kompozytów.

Obróbka wstępna doprowadziła do spadku *s.m.o.*, bardziej wyraźnego dla płyt wiórowych, co świadczy o ich większym rozkładzie przez boczniaka, zmiany te jednak były niewielkie. Natomiast podczas fermentacji, pomimo mniejszego spadku *s.m* dla materiałów surowych niż poddanych obróbce wstępnej, większy spadek *s.m.o.* wskazywał na bardziej efektywną biokonwersję materiałów po obróbce wstępnej [Karthikeyan i in. 2024] podczas fermentacji [Chojnacka, Moustakas 2024]. Proces fermentacji był ułatwiony m.in. przez redukcję ligniny, która go ogranicza. Także redukcja zawartości hemiceluloz być może zwiększyła porowatość i absorbcję wody przez materiał [Manyi-Loh, Lues 2023] wpływając pozytywnie na proces fermentacji.

Skumulowana produkcja metanu dla badanych materiałów została pokazana na rys. 2.



Rys. 2. Skumulowany uzysk metanu odpowiednio z: *INOC* – inokulum, *POSR* – wióry topolowe przed obróbką, *POST* – wióry topolowe po obróbce boczniakiem ostrygowatym, *POBR* – topolowa płyta wiórowa przed obróbką, *POBT* – topolowa płyta wiórowa po obróbce boczniakiem ostrygowatym, *PISR* – wióry sosnowe przed obróbką, *PIST* – wióry sosnowe po obróbce boczniakiem ostrygowatym, *PIBR* – sosnowa płyta wiórowa przed obróbką, *PIBT* – sosnowa płyta wiórowa po obróbce boczniakiem ostrygowatym

Dynamika skumulowanej produkcji metanu odpowiadała tej dla biogazu, a uzysk biogazu po obróbce wstępnej materiałów znacząco wzrósł. Największa produkcja metanu została osiągnięta dla topolowej płyty wiórowej po obróbce wstępnej, tj. 207 ml·g⁻¹ s.m.o. i była to wartość 2,9 razy wyższa niż dla materiału nie poddanego obróbce boczniakiem. Produkcja z płyty wiórowej topolowej po obróbce wstępnej trwała najdłużej (26 dób), a maksymalna produkcja dobowa została osiągnięta najwcześniej (4. doba). Natomiast surowe drewno topolowe, pomimo największej produkcji metanu spośród materiałów przed obróbką, 139 ml·g⁻¹ s.m.o, po obróbce prezentowało najmniejszy procentowy wzrost produkcji tego składnika. Choć sosnowa płyta wiórowa charakteryzowała się największym wzrostem produkcji (3,7-raza w stosunku do materiału surowego), produkcja z niej wyniosła 109 ml·g⁻¹ s.m.o. Wióry i płyty wiórowe sosnowe charakteryzowały się mniejszym uzyskiem metanu niż odpowiadające im wióry i płyty wiórowe topolowe, co związane było z różnicami w zawartości

ligniny, a uzysk metanu był negatywnie skorelowany z zawartością ligniny. Uzysk metanu z płyt wiórowych, pomimo mniejszego uzysku przed obróbką w stosunku do odpowiadającego im rodzaju wiórów drewna, po obróbce wstępnej osiągał wartości odpowiednio wyższe. Wzrost uzysku metanu z wiórów/płyt sosnowych był procentowo większy niż dla topolowych, choć względny ubytek ligniny był większy o zaledwie 0,17%.

Analizując skład biogazu, udział CH₄ i H₂ w biogazie był pozytywnie skorelowany z zawartością ligniny w substracie, a udział CO₂ odwrotnie. Zawartość celulozy wykazywała odwrotne korelacje a hemicelulozy nie korelowały istotnie z tymi składnikami biogazu. Po obróbce wstępnej spadła zawartość CH₄ i H₂ w biogazie a zawartość CO₂ wzrosła co wskazuje na pogorszenie jego jakości, jednak ogólnie jakość biogazu była dobra.

Na podstawie otrzymanych wyników badań pozytywnie uzasadniono sformułowane hipotezy badawcze.

5. Podsumowanie

Niniejsza rozprawa doktorska zawiera kompleksową ocenę właściwości fizykomechanicznych wiórów i płyt wiórowych sosnowych i topolowych spajanych żywicą mocznikowo-formaldehydową (UF), koncentrując się na ich rozdrobnieniu, aglomeracji ciśnieniowej i procesach fermentacji beztlenowej, z naciskiem na efekty biologicznej obróbki wstępnej z użyciem *Pleurotus ostreatus*.

W pierwszej części badań scharakteryzowano zużycie energii i rozkład wymiarów cząstek (PSD) podczas rozdrabniania wiórów sosnowych i topolowych. Stwierdzono, że podczas cięcia-mielenia zużywano mniej energii na jednostkę masy w porównaniu z mieleniem, ale wymagało to silnika o większej mocy ze względu na zwiększony przepływ natężenia strumienia masy. Wióry topolowe, mimo korzystnych właściwości mechanicznych, były trudniejsze w rozdrabnianiu ze względu na swoją plastyczność, wymagającą większej energii. Analiza PSD, dopasowana przy użyciu modeli matematycznych, wykazała, że cząstki cięte-mielone były bardziej kuliste i miały większą sypkość niż cząstki mielone. Sugeruje to, że cięcie-mielenie, zwłaszcza w przypadku wiórów utrzymywanych w wilgotności około 15%, jest wskazaną metodą rozdrabniania w celu poprawy właściwości cząstek.

W drugiej części badań oceniono aglomerację ciśnieniową wiórów surowych, mielonych i ciętych-mielonych na pelety, pastylki i granule. Aglomeraty z wiórów sosnowych, o wyższej zawartości ligniny (30,7% w porównaniu do 18,4% w topoli), wykazywały większą wytrzymałość na ściskanie promieniowe i moduł sprężystości. Pelety charakteryzowały się największą gęstością (1081 kg·m⁻³) i wytrzymałością spośród wszystkich aglomeratów, natomiast granule wytworzone pod niższymi ciśnieniami (12 MPa) wykazywały gorsze właściwości mechaniczne, co potwierdza konieczność stosowania w tego typu zastosowaniach spoiw, takich jak żywica UF. Pastylki wytworzone z wiórów ciętych-mielonych charakteryzowały się większą gęstością, ale zmniejszoną wytrzymałością na ściskanie, co podkreśla złożoność optymalizacji parametrów aglomeracji dla różnych produktów.

Trzecia część badań koncentrowała się na wstępnej obróbce płyt wiórowych za pomocą *P. ostreatus* w celu oceny jej wpływu na aglomerację ciśnieniową i fermentację beztlenową. 17-tygodniowa obróbka wstępna grzybem znacznie zmniejszyła zawartość ligniny (o 6,8–8,3%) i poprawiła gęstość (1014 kg·m⁻³ w porównaniu z 959 kg·m⁻³) i wytrzymałość na ściskanie pelet, mimo nieznacznego spadku ich modułu sprężystości. Proces biodegradacji zwiększył dostępność celulozy i hemiceluloz, umożliwiając 3,7-krotny wzrost uzysku metanu z płyt sosnowych i 2,9-krotny wzrost z płyt topolowych, osiągając odpowiednio 206,7 ml·g⁻¹ s.m.o. i 109,1 ml·g⁻¹ s.m.o. Potwierdza to potencjał wstępnej obróbki boczniakiem ostrygowatym w

celu zwiększenia biodegradowalności drewna, a szczególnie płyt wiórowych i poprawy wydajności metanu oraz pozytywnie uzasadnia hipotezy badawcze.

Jednak badanie to podkreśla również wyzwania związane ze wstępną obróbką boczniakiem ostrygowatym, takie jak długi czas rozkładu i potrzeba sterylizacji, zwiększona wilgotność i suplementacja składników odżywczych w celu podtrzymania wzrostu grzybów. Ograniczenia te podkreślają potrzebę dalszych badań w celu optymalizacji i skalowania procesu przez skrócenie czasu i kosztów obróbki wstępnej bez uszczerbku dla wydajności degradacji. Podsumowując wyniki badań można stwierdzić, że biologiczna, wstępna obróbka boczniakiem ostrygowatym odpadów płyt wiórowych spajanych UF znacznie poprawia właściwości fizykochemiczne biomasy, zwiększa wydajność aglomeracji ciśnieniowej i zwiększa wydajność metanu podczas fermentacji beztlenowej. Wyniki te przyczyniają się do rozwoju zrównoważonych, przyjaznych dla środowiska technologii recyklingu odpadów drzewnych, oferując obiecujące rozwiązania w zakresie przekształcania odpadów lignocelulozowych w wysokowartościowe biopaliwa.

Na podstawie całości rozprawy sformułowano następujące wnioski.

- Proces cięcia-mielenia wiórów sosnowych i topolowych był bardziej energooszczędny na jednostkę masy niż mielenie, ale ze względu na wyższe natężenia przepływu masy wymagał silnika o większej mocy. Wióry topolowe, mimo korzystnych właściwości mechanicznych, wymagały większej energii ze względu na swoją plastyczność.
- Wióry cięte-mielone wykazywały większą sypkość i miały bardziej kuliste kształty cząstek w porównaniu do wiórów mielonych, co skutkowało lepszą wydajnością podczas procesu aglomeracji ciśnieniowej.
- 3. Z wiórów sosnowych, o wyższej zawartości ligniny (30,7% w porównaniu do 18,4% w przypadku topoli), wytworzono aglomeraty o większej wytrzymałości na ściskanie promieniowe i module sprężystości, ale ich uformowanie wymagało większej jednostkowej pracy zagęszczania.
- 4. Spośród aglomeratów, pelety wytworzone przy 93°C i pod ciśnieniem 70 MPa miały najwyższą gęstość (1081 kg·m⁻³) i wytrzymałość, podczas gdy granule wytworzone przy niższych ciśnieniach (12 MPa) bez spoiw wykazały mniejsze właściwości mechaniczne, co podkreśla konieczność stosowania dodatków, takich jak żywica UF w niektórych zastosowaniach.
- 5. Biologiczna obróbka wstępna z wykorzystaniem *Pleurotus ostreatus* znacznie zdegradowała ligninę (o 6,8–8,3%), zwiększyła zawartość celulozy i poprawiła

właściwości mechaniczne i wydajność zagęszczania biomasy, co skutkowało gęstszymi pastylkami o większej wytrzymałości na ściskanie.

6. Wstępna obróbka grzybami poprawiła wydajność metanu podczas fermentacji beztlenowej, z 3,7-krotnym wzrostem z płyt wiórowych sosnowych i 2,9-krotnym wzrostem z płyt topolowych, co potwierdza zwiększoną biodegradowalność i dostępność mikrobiologiczną wstępnie obrobionych substratów.

Pomimo swoich zalet, proces wstępnego przetwarzania grzybami napotyka wyzwania, takie jak długi czas obróbki i konieczność pasteryzacji, kontroli wilgotności i suplementacji składników odżywczych. Dalsza optymalizacja jest konieczna, aby obniżyć koszty i poprawić skalowalność przy jednoczesnym zachowaniu wydajności biodegradacji.

6. Dalsze kierunki badań

- 1. Optymalizacja czasu obróbki wstępnej. Zbyt długa obróbka wstępna może także ograniczyć zwiększenie produkcji metanu [Basinas i in. 2022].
- 2. Adaptacja grzybów, w tym boczniaka ostrygowatego, do zanieczyszczeń przez przeszczepianie na podłoże z coraz większą ilością zanieczyszczenia zostało także zaoferowane przez jedno z przedsiębiorstw [Axtell i in. 2000], co oznacza, że proces jest już opanowany. Należałoby jednak sprawdzić, czy adaptacja do substratu, którym jest płyta wiórowa, rzeczywiście zachodzi i czy pozwala ona na zwiększenie efektywności obróbki wstępnej.
- 3. Oznaczenie zawartości żywicy mocznikowo-formaldehydowej w płycie wiórowej oraz zmian zawartości żywicy na skutek działania grzybów białego rozkładu drewna.
- 4. Zagospodarowanie odpadów płyty wiórowej zgodnie z koncepcją biorafinerii w ramach gospodarki obiegu zamkniętego. Pozostałość po fermentacji anaerobowej płyt wiórowych mogłaby potencjalnie zostać wykorzystana do wytwarzania biowęgla lub syngazu [Suksong i in. 2020]. Wykorzystanie pozostałości po fermentacji w nawożeniu [Suksong i in. 2020] w przypadku płyt wiórowych powinno zostać gruntownie przebadane przed wprowadzeniem na szeroką skalę ze względu na potencjalne szkodliwe działanie żywic syntetycznych z płyt wiórowych.
- 5. Dla bardziej miarodajnego opisu wpływu obróbki wstępnej na produkcję biogazu należy przeprowadzić bilans masy podczas obróbki i fermentacji anaerobowej, np. podobnie jak w [Suksong i in. 2020].
- 6. Ponieważ zawartość celulozy negatywnie korelowała z wytrzymałością pastylek, zawartość hemiceluloz nie była istotnie skorelowana, a zawartość ligniny była skorelowana pozytywnie, warto rozważyć wykorzystanie grzybów brunatnej zgnilizny w obróbce odpadów płyt wiórowych do wytwarzania biopaliw stałych. W odróżnieniu od grzybów białej zgnilizny, rozkładają one celulozę i hemicelulozy tylko modyfikując ligninę. Ubytek celulozy i hemiceluloz przy braku ubytku ligniny byłby korzystny dla wytwarzania biopaliw stałych.

7. Bibliografia

- Anglès M. N., Ferrando F., Farriol X., Salvadó J. 2001. Suitability of steam exploded residual softwood for the production of binderless panels. Effect of the pre-treatment severity and lignin addition. Biomass and Bioenergy, 21 (3), 211–224. DOI: 10.1016/S0961-9534(01)00031-9
- Arshadi M., Gref R., Geladi P., Dahlqvist S. A., Lestander T. 2008. The influence of raw material characteristics on the industrial pelletizing process and pellet quality. Fuel Processing Technology, 89 (12), 1442–1447. DOI: 10.1016/j.fuproc.2008.07.001
- Aryal N., Kvist T., Ammam F., Pant D., Ottosen L. D. M. 2018. An overview of microbial biogas enrichment. Bioresource Technology, 264 (June), 359–369. DOI: 10.1016/j.biortech.2018.06.013
- Axtell C., Johnston C. G., Bumpus J. A. 2000. Bioremediation of soil contaminated with explosives at the Naval Weapons Station Yorktown. Soil and Sediment Contamination, 9 (6), 537–548. DOI: 10.1080/10588330091134392
- Badu M., Twumasi S. K., Boadi N. O. 2011. Effects of Lignocellulosic in Wood Used as Substrate on the Quality and Yield of Mushrooms. Food and Nutrition Sciences, 02 (07), 780–784. DOI: 10.4236/fns.2011.27107
- **Balatinecz J. J., Kretschmann D. E. 2001.** CHAPTER 9 Properties and utilization of poplar wood. 21st session of the International Poplar commision, 277–291.
- Banik N., Dey V., Sastry G. R. K. 2017. An Overview of Lignin & Hemicellulose Effect Upon Biodegradable Bamboo Fiber Composites Due to Moisture. Materials Today: Proceedings, 4 (2), 3222–3232. DOI: 10.1016/j.matpr.2017.02.208
- Bari E., Mohebby B., Naji H. R., Oladi R., Yilgor N., Nazarnezhad N., Ohno K. M., Nicholas D.
 D. 2018. Monitoring the cell wall characteristics of degraded beech wood by white-rot fungi: Anatomical, chemical, and photochemical study. Maderas: Ciencia y Tecnologia, 20 (1), 35–56.
 DOI: 10.4067/S0718-221X2018005001401
- Basinas P., Rusín J., Chamrádová K., Malachová K., Rybková Z., Novotný Č. 2022. Fungal pretreatment parameters for improving methane generation from anaerobic digestion of corn silage. Bioresource Technology, 345 (October 2021). DOI: 10.1016/j.biortech.2021.126526
- Bergström D., Israelsson S., Öhman M., Dahlqvist S. A., Gref R., Boman C., Wästerlund I. 2008. Effects of raw material particle size distribution on the characteristics of Scots pine sawdust fuel pellets. Fuel Processing Technology, 89 (12), 1324–1329. DOI: 10.1016/j.fuproc.2008.06.001
- Bernacki M. J., Mielecki J., Antczak A., Drożdżek M., Witoń D., Dąbrowska-Bronk J., Gawroński P., Burdiak P., Marchwicka M., Rusaczonek A., Dąbkowska-Susfał K., Strobel W. R., Mellerowicz E. J., Zawadzki J., Szechyńska-Hebda M., Karpiński S. 2023. Biotechnological Potential of the Stress Response and Plant Cell Death Regulators Proteins in the Biofuel Industry. Cells, 12 (16). DOI: 10.3390/cells12162018
- Chandra R., Takeuchi H., Hasegawa T., Kumar R. 2012. Improving biodegradability and biogas production of wheat straw substrates using sodium hydroxide and hydrothermal pretreatments. Energy, 43 (1), 273–282. DOI: 10.1016/j.energy.2012.04.029
- Chen Y., Fan H., Meng F. 2017. Pleurotus ostreatus decreases cornstalk lignin content, potentially improving its suitability for animal feed. Journal of the Science of Food and Agriculture, 97 (5), 1592–1598. DOI: 10.1002/jsfa.7907
- Cho D. H., Shin S. J., Bae Y., Park C., Kim Y. H. 2011. Ethanol production from acid hydrolysates based on the construction and demolition wood waste using Pichia stipitis. Bioresource Technology, 102 (6), 4439–4443. DOI: 10.1016/j.biortech.2010.12.094

- Chojnacka K., Moustakas K. 2024. Anaerobic digestate management for carbon neutrality and fertilizer use: A review of current practices and future opportunities. Biomass and Bioenergy, 180 (January), 106991. DOI: 10.1016/j.biombioe.2023.106991
- **Demirbas A. 2004.** Combustion characteristics of different biomass fuels. Progress in Energy and Combustion Science, 30 (2), 219–230. DOI: 10.1016/j.pecs.2003.10.004
- Eisenlauer M., Teipel U. 2021. Comminution energy and particulate properties of cutting and hammer-milled beech, oak, and spruce wood. Powder Technology, 394, 685–704. DOI: 10.1016/j.powtec.2021.03.072
- Eurocode 1. 2006. European Committee for Standardization, Amsterdam, 1 (2005).
- Fasina O. O. 2006. Flow and physical properties of switchgrass, peanut hull, and poultry litter. Transactions of the ASABE, 49 (3), 721–728.
- Frackowiak I., Mytko K., Bendowska R. 2012. Content of formaldehyde in lignocellulosic raw materials for particleboard production. Drewno, 188 (188), 33–45.
- Fu X., Zhang J., Gu X., Yu H., Chen S. 2021. A comprehensive study of the promoting effect of manganese on white rot fungal treatment for enzymatic hydrolysis of woody and grass lignocellulose. Biotechnology for Biofuels, 14 (1), 1–16. DOI: 10.1186/s13068-021-02024-7
- Ganesan V., Rosentrater K. A., Muthukumarappan K. 2008. Flowability and handling characteristics of bulk solids and powders a review with implications for DDGS. Biosystems Engineering, 101 (4), 425–435. DOI: 10.1016/j.biosystemseng.2008.09.008
- Gaze B., Wojtko P., Knutel B., Kobel P., Bobrowicz K., Bukowski P., Chojnacki J., Kielar J. 2023. Influence of Catalytic Additive Application on the Wood-Based Waste Combustion Process. Energies, 16 (4). DOI: 10.3390/en16042055
- Gil M., Schott D., Arauzo I., Teruel E. 2013. Handling behavior of two milled biomass: SRF poplar and corn stover. Fuel Processing Technology, 112, 76–85. DOI: 10.1016/j.fuproc.2013.02.024
- **Gunaseelan V. N. 2007.** Regression models of ultimate methane yields of fruits and vegetable solid wastes, sorghum and napiergrass on chemical composition. Bioresource Technology, 98 (6), 1270–1277. DOI: 10.1016/j.biortech.2006.05.014
- Hashemi S., Solli L., Aasen R., Lamb J. J., Horn S. J., Lien K. M. 2022. Stimulating biogas production from steam-exploded birch wood using Fenton reaction and fungal pretreatment. Bioresource Technology, 366 (August), 128190. DOI: 10.1016/j.biortech.2022.128190
- Holm J. K., Henriksen U. B., Hustad J. E., Sørensen L. H. 2006. Toward an understanding of controlling parameters in softwood and hardwood pellets production. Energy and Fuels, 20 (6), 2686–2694. DOI: 10.1021/ef0503360
- Ihnát V., Lübke H., Russ A., Pažitný A., Borůvka V. 2018. Waste agglomerated wood materials as a secondary raw material for chipboards and fibreboards part II. Preparation and characterisation of wood fibres in terms of their reuse. Wood Research, 63 (3), 431–442.
- Irle M., Thoemen H., Sernek M. 2010. Wood-based panel technology Wood-based panel technology An Introduction for speciealists. Pobrano z https://www.ahb.bfh.ch/fileadmin/content/BFH-AHB/Publikationen/Dokumente/H_Thoemen_Wood_Based_Panels.pdf
- Jafari V., Labafzadeh S. R., Jeihanipour A., Karimi K., Taherzadeh M. J. 2011. Construction and demolition lignocellulosic wastes to bioethanol. Renewable Energy, 36 (11), 2771–2775. DOI: 10.1016/j.renene.2011.04.028
- Jewiarz M., Wróbel M., Mudryk K., Szufa S. 2020. Impact of the drying temperature and grinding technique on biomass grindability. Energies, 13 (13). DOI: 10.3390/en13133392

- Jiang J., Wang J., Zhang X., Wolcott M. 2017. Characterization of micronized wood and energysize relationship in wood comminution. Fuel Processing Technology, 161, 76–84. DOI: 10.1016/j.fuproc.2017.03.015
- Kainthola J., Kalamdhad A. S., Goud V. V. 2019. Optimization of methane production during anaerobic co-digestion of rice straw and hydrilla verticillata using response surface methodology. Fuel, 235 (February 2018), 92–99. DOI: 10.1016/j.fuel.2018.07.094
- Kainthola J., Kalamdhad A. S., Goud V. V., Goel R. 2019. Fungal pretreatment and associated kinetics of rice straw hydrolysis to accelerate methane yield from anaerobic digestion. Bioresource Technology, 286 (March), 121368. DOI: 10.1016/j.biortech.2019.121368
- Karade S. R. 2010. Cement-bonded composites from lignocellulosic wastes. Construction and Building Materials, 24 (8), 1323–1330. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2010.02.003
- Karthikeyan P. K., Bandulasena H. C. H., Radu T. 2024. A comparative analysis of pre-treatment technologies for enhanced biogas production from anaerobic digestion of lignocellulosic waste. Industrial Crops and Products, 215 (May), 118591. DOI: 10.1016/j.indcrop.2024.118591
- Knapp J. S., Newby P. S., Reece L. P. 1995. Decolorization of dyes by wood-rotting basidiomycete fungi. Enzyme and Microbial Technology, 17 (7), 664–668. DOI: 10.1016/0141-0229(94)00112-5
- Kratky L., Jirout T. 2020. Modelling of particle size characteristics and specific energy demand for mechanical size reduction of wheat straw by knife mill. Biosystems Engineering, 197, 32–44. DOI: 10.1016/j.biosystemseng.2020.06.005
- Kumar Adarsh, Chandra R. 2020. Ligninolytic enzymes and its mechanisms for degradation of lignocellulosic waste in environment. Heliyon, 6 (2), e03170. DOI: 10.1016/j.heliyon.2020.e03170
- Kumar Anuj, Jyske T., Petrič M. 2021. Delignified Wood from Understanding the Hierarchically Aligned Cellulosic Structures to Creating Novel Functional Materials: A Review. Advanced Sustainable Systems, 5 (5). DOI: 10.1002/adsu.202000251
- Mani S., Tabil L. G., Sokhansanj S. 2003. An overview of compaction of biomass grinds. Powder Handling and Processing, 15 (3), 160–168.
- Mani Sudhagar, Tabil L. G., Sokhansanj S. 2004. Grinding performance and physical properties of wheat and barley straws, corn stover and switchgrass. Biomass and Bioenergy, 27 (4), 339–352. DOI: 10.1016/j.biombioe.2004.03.007
- Manyi-Loh C. E., Lues R. 2023. Anaerobic Digestion of Lignocellulosic Biomass: Substrate Characteristics (Challenge) and Innovation Fermentation (T. 9). DOI: 10.3390/fermentation9080755
- MARTIRANI L., GIARDINA P., MARZULLO, LIBERATO, SANNIA G. 1996. REDUCTION OF PHENOL CONTENT AND TOXICITY IN OLIVE OIL MILL WASTE WATERS WITH THE LIGNINOLYTIC FUNGUS PLEUROTUS OSTREATUS. Water Research, 30 (8), 1914– 1918.
- Mayer-Laigle C., Blanc N., Rajaonarivony R. K., Rouau X. 2018. Comminution of dry lignocellulosic biomass, a review: Part I. from fundamental mechanisms to milling behaviour. Bioengineering, 5 (2). DOI: 10.3390/bioengineering5020041
- Mediavilla I., Esteban L. S., Fernández M. J. 2012. Optimisation of pelletisation conditions for poplar energy crop. Fuel Processing Technology, 104, 7–15. DOI: 10.1016/j.fuproc.2012.05.031
- Miao Z., Grift T. E., Hansen A. C., Ting K. C. 2011. Energy requirement for comminution of biomass in relation to particle physical properties. Industrial Crops and Products, 33 (2), 504–

513. DOI: 10.1016/j.indcrop.2010.12.016

- Moiceanu G., Paraschiv G., Voicu G., Dinca M., Negoita O., Chitoiu M., Tudor P. 2019. Energy consumption at size reduction of lignocellulose biomass for bioenergy. Sustainability (Switzerland), 11 (9), 1–12. DOI: 10.3390/su11092477
- Monedero E., Portero H., Lapuerta M. 2015. Pellet blends of poplar and pine sawdust: Effects of material composition, additive, moisture content and compression die on pellet quality. Fuel Processing Technology, 132 (2015), 15–23. DOI: 10.1016/j.fuproc.2014.12.013
- Monlau F., Barakat A., Steyer J. P., Carrere H. 2012. Comparison of seven types of thermochemical pretreatments on the structural features and anaerobic digestion of sunflower stalks. Bioresource Technology, 120, 241–247. DOI: 10.1016/j.biortech.2012.06.040
- Monlau Florian, Aemig Q., Barakat A., Steyer J. P., Carrère H. 2013. Application of optimized alkaline pretreatment for enhancing the anaerobic digestion of different sunflower stalks varieties. Environmental Technology (United Kingdom), 34 (13–14), 2155–2162. DOI: 10.1080/09593330.2013.808247
- Monlau Florian, Sambusiti C., Barakat A., Guo X. M., Latrille E., Trably E., Steyer J. P., Carrere H. 2012. Predictive models of biohydrogen and biomethane production based on the compositional and structural features of lignocellulosic materials. Environmental Science and Technology, 46 (21), 12217–12225. DOI: 10.1021/es303132t
- Moreno A. D., Alvira P., Ibarra D., Tomás-Pejó E. 2017. Production of Ethanol from Lignocellulosic Biomass. W: Production of Platform Chemicals from Sustainable Resources, Z. Fang, R. L. Smith Jr., X. Qi (red.). Springer Singapore, Singapore. DOI: 10.1007/978-981-10-4172-3_12
- Moreno A. I., Font R. 2015. Pyrolysis of furniture wood waste: Decomposition and gases evolved. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 113, 464–473. DOI: 10.1016/j.jaap.2015.03.008
- Mustafa A. M., Poulsen T. G., Sheng K. 2016. Fungal pretreatment of rice straw with Pleurotus ostreatus and Trichoderma reesei to enhance methane production under solid-state anaerobic digestion. Applied Energy, 180, 661–671. DOI: 10.1016/j.apenergy.2016.07.135
- Nielsen N. P. K., Gardner D. J., Felby C. 2010. Effect of extractives and storage on the pelletizing process of sawdust. Fuel, 89 (1), 94–98. DOI: 10.1016/j.fuel.2009.06.025
- Okereke O. E., Akanya H. O., Egwim E. C. 2017. Purification and characterization of an acidophilic cellulase from Pleurotus ostreatus and its potential for agrowastes valorization. Biocatalysis and Agricultural Biotechnology, 12 (July), 253–259. DOI: 10.1016/j.bcab.2017.10.018
- Parlament Europejski i Rada Unii Europejskiej 2008. Dyrektywa Parlamentu Europejskiego i Rady 2008/98/WEz dnia 19 listopada 2008 r.w sprawie odpadów oraz uchylająca niektóre dyrektywy. Dziennik Urzędowy Unii Europejskiej 22.11.2008, 22, 3–30.
- Paul S., Dutta A. 2018. Challenges and opportunities of lignocellulosic biomass for anaerobic digestion. Resources, Conservation and Recycling, 130 (November 2017), 164–174. DOI: 10.1016/j.resconrec.2017.12.005
- Paulrud S., Mattsson J. E., Nilsson C. 2002. Particle and handling characteristics of wood fuel powder: Effects of different mills. Fuel Processing Technology, 76 (1), 23–39. DOI: 10.1016/S0378-3820(02)00008-5
- Pečar D., Pohleven F., Goršek A. 2020. Kinetics of methane production during anaerobic fermentation of chicken manure with sawdust and fungi pre-treated wheat straw. Waste Management, 102, 170–178. DOI: 10.1016/j.wasman.2019.10.046

- Pędzik M., Janiszewska D., Rogoziński T. 2021. Alternative lignocellulosic raw materials in particleboard production: A review. Industrial Crops and Products, 174, 114162. DOI: https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2021.114162
- Petre I. Miu, Alvin R. Woma, Igathinathane Cannayen, Shahab Sokhansanj 2006. Analysis of Biomass Comminution and Separation Processes in Rotary Equipment - A Review., (June). DOI: 10.13031/2013.21523
- Pozdniakova N. N., Nikitina V. E., Turkovskaia O. V. 2008. Bioremediation of oil-polluted soil with an association including the fungus Pleurotus ostreatus and soil microflora. Prikladnaia biokhimiia i mikrobiologiia, 44 (1), 69–75. DOI: 10.1134/s0003683808010109
- Pradhan P., Mahajani S. M., Arora A. 2018. Production and utilization of fuel pellets from biomass: A review. Fuel Processing Technology, 181 (August), 215–232. DOI: 10.1016/j.fuproc.2018.09.021
- Reh R., Kristak L., Kral P., Pipiska T., Jopek M. 2024. Perspectives on Using Alder, Larch, and Birch Wood Species to Maintain the Increasing Particleboard Production Flow. Polymers, 16 (11), 1–32. DOI: 10.3390/polym16111532
- Rezaei H., Lim C. J., Lau A., Sokhansanj S. 2016. Size, shape and flow characterization of ground wood chip and ground wood pellet particles. Powder Technology, 301, 737–746. DOI: 10.1016/j.powtec.2016.07.016
- Richard E. N., Hilonga A., Machunda R. L., Njau K. N. 2020. Two-stage banana leaves wastes utilization towards mushroom growth and biogas production. 3 Biotech, 10 (12), 1–8. DOI: 10.1007/s13205-020-02525-6
- Rodriguez C., Alaswad A., El-Hassan Z., Olabi A. G. 2018. Waste paper and macroalgae codigestion effect on methane production. Energy, 154, 119–125. DOI: 10.1016/j.energy.2018.04.115
- **Rowell R. M. 2014.** The use of biomass to produce bio-based composites and building materials Advances in Biorefineries: Biomass and Waste Supply Chain Exploitation. Woodhead Publishing Limited,. DOI: 10.1533/9780857097385.2.803
- Sánchez C. 2010. Cultivation of Pleurotus ostreatus and other edible mushrooms. Applied Microbiology and Biotechnology, 85 (5), 1321–1337. DOI: 10.1007/s00253-009-2343-7
- Serrano C., Monedero E., Lapuerta M., Portero H. 2011. Effect of moisture content, particle size and pine addition on quality parameters of barley straw pellets. Fuel Processing Technology, 92 (3), 699–706. DOI: 10.1016/j.fuproc.2010.11.031
- Shaw M. D., Karunakaran C., Tabil L. G. 2009. Physicochemical characteristics of densified untreated and steam exploded poplar wood and wheat straw grinds. Biosystems Engineering, 103 (2), 198–207. DOI: 10.1016/j.biosystemseng.2009.02.012
- Sośnicka A., Kózka B., Makarova K., Giebułtowicz J., Klimaszewska M., Turło J. 2022. Optimization of White-Rot Fungi Mycelial Culture Components for Bioremediation of Pharmaceutical-Derived Pollutants. Water (Switzerland), 14 (9). DOI: 10.3390/w14091374
- Stachowiak–wencek A., Bocianowski J., Waliszewska H., Borysiak S., Waliszewska B., Zborowska M. 2021. Statistical Prediction of Biogas and Methane Yields during Anaerobic digestion Based on the Composition of Lignocellulosic Biomass. BioResources, 16 (4), 7086– 7100. DOI: 10.15376/biores.16.4.7086-7100
- Stasiak M, Molenda M., Gancarz M., Wiącek J., Parafiniuk P., Lisowski A. 2018. Characterization of shear behaviour in consolidated granular biomass. Powder Technology, 327, 120–127. DOI: https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.12.037

- Stasiak Mateusz, Molenda M., Bańda M., Gondek E. 2015. Mechanical properties of sawdust and woodchips. Fuel, 159, 900–908. DOI: 10.1016/j.fuel.2015.07.044
- Stasiak Mateusz, Molenda M., Bańda M., Horabik J., Wiacek J., Parafiniuk P., Wajs J., Gancarz M., Gondek E., Lisowski A., Oniszczuk T. 2020. Friction and shear properties of pine biomass and pellets. Materials, 13 (16). DOI: 10.3390/MA13163567
- Stasiak Mateusz, Molenda M., Bańda M., Wiącek J., Parafiniuk P., Lisowski A., Gancarz M., Gondek E. 2019. Mechanical characteristics of pine biomass of different sizes and shapes. European Journal of Wood and Wood Products, 77 (4), 593–608. DOI: 10.1007/s00107-019-01415-w
- Stelte W., Holm J. K., Sanadi A. R., Barsberg S., Ahrenfeldt J., Henriksen U. B. 2011. Fuel pellets from biomass: The importance of the pelletizing pressure and its dependency on the processing conditions. Fuel, 90 (11), 3285–3290. DOI: 10.1016/j.fuel.2011.05.011
- Suksong W., Wongfaed N., Sangsri B., Kongjan P., Prasertsan P., Podmirseg S. M., Insam H., O-Thong S. 2020. Enhanced solid-state biomethanisation of oil palm empty fruit bunches following fungal pretreatment. Industrial Crops and Products, 145 (June 2019), 112099. DOI: 10.1016/j.indcrop.2020.112099
- Szadkowska D. 2015. Suitability of biomass from waste wood composites for liquid biofuel production Możliwość wykorzystania biomasy poużytkowych tworzyw drzewnych w technologii ciekłych biopaliw. Przemysł Chemiczny, 1 (10), 74–76. DOI: 10.15199/62.2015.10.9
- Tabatabaei M., Aghbashlo M., Valijanian E., Kazemi Shariat Panahi H., Nizami A. S., Ghanavati H., Sulaiman A., Mirmohamadsadeghi S., Karimi K. 2020. A comprehensive review on recent biological innovations to improve biogas production, Part 1: Upstream strategies. Renewable Energy, 146, 1204–1220. DOI: 10.1016/j.renene.2019.07.037
- Theerarattananoon K., Xu F., Wilson J., Ballard R., Mckinney L., Staggenborg S., Vadlani P., Pei Z. J., Wang D. 2011. Physical properties of pellets made from sorghum stalk, corn stover, wheat straw, and big bluestem. Industrial Crops and Products, 33 (2), 325–332. DOI: 10.1016/j.indcrop.2010.11.014
- **Tomasetta I., Barletta D., Poletto M. 2014.** Correlation of powder flow properties to interparticle interactions at ambient and high temperatures. Particuology, 12 (1), 90–99. DOI: 10.1016/j.partic.2013.02.002
- Triolo J. M., Sommer S. G., Møller H. B., Weisbjerg M. R., Jiang X. Y. 2011. A new algorithm to characterize biodegradability of biomass during anaerobic digestion: Influence of lignin concentration on methane production potential. Bioresource Technology, 102 (20), 9395–9402. DOI: 10.1016/j.biortech.2011.07.026
- **Tryjarski P. 2019.** Wykorzystanie Pleurotus ostreatus w przetwarzaniu wybranych odpadów przemysłu meblarskiego Utilization of Pleurotus ostreatus in processing of choosen furniture.
- **Tryjarski P., Gawron J., Andres B., Obiedzińska A., Lisowski A. 2022.** FTIR Analysis of Changes in Chipboard Properties after Pretreatment with Pleurotus ostreatus (Jacq.) P. Kumm. Energies, 15 (23). DOI: 10.3390/en15239101
- **Tryjarski P., Lisowski A., Gawron J. 2024.** Pressure agglomeration of raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings: assessment of the compaction process and agglomerate strength. European Journal of Wood and Wood Products, 82 (3), 885–903. DOI: 10.1007/s00107-024-02046-6
- **Tryjarski P., Lisowski A., Gawron J., Obstawski P. 2023.** Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties. Wood Science and Technology, 57 (3), 625–649. DOI: 10.1007/s00226-023-01466-6

- **Tryjarski P., Lisowski A., Świętochowski A. 2025.** Pretreatment of pine and poplar particleboards with Pleurotus ostreatus (Jacq .): physicomechanical and chemical properties of wood , potential of solid fuel and biogas production. European Journal of Wood and Wood Products, 83, 1–18. DOI: 10.1007/s00107-024-02192-x
- Tumuluru J., Wright C., Kenny K., Hess R. 2010. A Riview on Biomass Densification Technologies for Energy Application. Statewide Agricultural Land Use Baseline 2015, (August), 1–59.
- Unger A., Schniewind A. P., Unger W. 2001. Biological Deterioration of Wood., 51–141. DOI: 10.1007/978-3-662-06398-9 6
- Vaverková M. D., Adamcová D., Radziemska M., Voběrková S., Mazur Z., Zloch J. 2018. Assessment and Evaluation of Heavy Metals Removal from Landfill Leachate by Pleurotus ostreatus. Waste and Biomass Valorization, 9 (3), 503–511. DOI: 10.1007/s12649-017-0015-x
- Wang X., Padgett J. M., Cruz F. B. De, Barlaz M. A. 2011. Wood Biodegradation in Laboratory-Scale Landfills., 6864–6871.
- Wijeyekoon S. L. J., Vaidya A. A. 2021. Woody biomass as a potential feedstock for fermentative gaseous biofuel production. World Journal of Microbiology and Biotechnology, 37 (8), 1–15. DOI: 10.1007/s11274-021-03102-6
- Wilen C., Rautalin A. 1995. Safety-technical characteristics of biomass, coal and straw. Final report. Bioenergia Research Programme No. 305, 123.
- Xu G., Lu P., Li M., Liang C., Xu P., Liu D., Chen X. 2018. Investigation on characterization of powder flowability using different testing methods. Experimental Thermal and Fluid Science, 92, 390–401. DOI: https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2017.11.008
- Yeom S. Bin, Ha E., Kim M., Jeong S. H., Hwang S. J., Choi D. H. 2019. Application of the discrete element method for manufacturing process simulation in the pharmaceutical industry. Pharmaceutics, 11 (8). DOI: 10.3390/pharmaceutics11080414
- Zhang C., Xiao G., Peng L., Su H., Tan T. 2013. The anaerobic co-digestion of food waste and cattle manure. Bioresource Technology, 129, 170–176. DOI: 10.1016/j.biortech.2012.10.138

8. Wykaz załączonych artykułów opublikowanych w ramach rozprawy doktorskiej

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron, Paweł Obstawski. 2023. Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties. *Wood Science and Technology* 57(3): 625–49.

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron. 2024. Pressure agglomeration of raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings: assessment of the compaction process and agglomerate strength. *European Journal of Wood and Wood Products* 82(3): 885–903.

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Adam Świętochowski. 2025. Pretreatment of pine and poplar particleboards with *Pleurotus ostreatus* (Jacq.): physicomechanical and chemical properties of wood, potential of solid fuel and biogas production. *European Journal of Wood and Wood Products* 83:34.

ORIGINAL



Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties

Paweł Tryjarski¹ · Aleksander Lisowski¹ · Jakub Gawron² · Paweł Obstawski³

Received: 24 November 2022 / Accepted: 14 March 2023 $\ensuremath{\textcircled{}}$ The Author(s) 2023

Abstract

The aim of this study was to assess the energy consumption during milling and cutting-milling of pine and poplar shavings and the determination of particle size distribution (PSD) characteristics and mechanical properties of these materials. Cuttingmilling process required less energy (in $kJ \cdot kg^{-1}$) than milling but maximum mass flow rate of shavings was significantly higher and thus the effective power requirement of the knife mill during cutting also was higher. Comminution of plastic poplar shavings was more energy-consuming than harder pine shavings. These features influenced PSD, which was approximated with four mathematical models: Rosin-Rammler-Sperling-Bennett (RRSB), normal, logistic and lognormal. On the basis of the best fitting (R_{adi}^{2}) for RRSB, detailed PSD parameters were calculated and all PSDs were described as 'mesokurtic', 'fine skewed' and 'well-graded'. In comparison to milled shavings, cut-milled shavings had higher density, but were less compressible and had lower unconfined yield strength. However, cut-milled shavings had higher flowability because of lower cohesion and internal friction angles, because after cutting-milling particles were more spherical than elongated particles after milling. Cut-milled poplar shavings had more favourable mechanical parameters and better PSD characteristics, but required more energy for comminution than pine shavings.

Aleksander Lisowski aleksander_lisowski@sggw.edu.pl

¹ Department of Biosystems Engineering, Institute of Mechanical Engineering, Warsaw University of Life Sciences, Nowoursynowska 166, 02-787 Warsaw, Poland

² Department of Production Engineering, Institute of Mechanical Engineering, Warsaw University of Life Sciences, Nowoursynowska 166, 02-787 Warsaw, Poland

³ Department of Fundamental of Engineering and Power Engineering, Institute of Mechanical Engineering, Warsaw University of Life Sciences, Nowoursynowska 166, 02-787 Warsaw, Poland

List of symbols	
A_{le}, A_{ln}, A_n, A_R	Coefficients for curves peaks in logistic,
	lognormal, normal and Rosin-Rammler-
	Sperling-Bennett model, respectively
	(mm)
С	Cohesion (kPa)
C_{a}	Coefficient of gradation
CI	Carr's Compressibility Index
C_{μ}	Coefficient of uniformity
$E_{i}^{''}$	Energy consumption during shavings
J	comminution $(kJ \cdot kg^{-1})$
ff_	Flow index
HR	Hausner ratio
I.,	Uniformity index (%)
$\overset{u}{K_{a}}$	Graphic kurtosis
M [°] C	Moisture content (% w.b.)
<i>m</i> ₄ , <i>m</i> ₅ , <i>m</i> ₄ ,	Mass of shavings comminuted in time t.
u' t' m	instantaneous and final, respectively (g)
Ν	Number of experimental data points in a
	sample
n	Rosin–Rammler-Sperling-Bennett's parti-
	cle size distribution parameter
N_{sa}	Size guide number, statistical particles
38	size (mm)
p	Number of parameters in distribution
1	density model
P_{h}	Idle power of knife mill (W)
$P_{b}^{\nu}, P_{b1}, P_{b2}$ and P_{b3}	Active power of three phases and active
	powers of subsequent phases, respectively
	(W)
P_{e}, P_{ei}	Effective and instantaneous power of
	knife mill, respectively (W)
q_m	Maximum mass flow rate $(g \cdot s^{-1})$
\tilde{R}^2	Coefficient of determination (%)
$R_{\rm adi}^2$	Adjusted coefficient of determination (%)
S _q	Standard deviation, dimensionless
s S _{gw}	Standard deviation (mm)
Sig	Inclusive graphic skewness
S_1	Mass relative span
STD_h , STD_l , and STD_t	Geometric STD of high and low and total
· · ·	regions, respectively
S_{v}	Particle size variation ranges (%)
t	Comminution time (s)

x ₅ , x ₁₀ , x ₁₆ , x ₂₅ , x ₃₀ , x ₅₀ , x ₆₀ , x ₇₅ , x ₈₄ , x ₉₀	and x ₉₅ corresponding particle sizes at 5, 10, 16, 25, 30, 50, 60, 75, 84, 90 and 95 percentile of cumulative undersize mass distribution, respectively (mm)
	(IIIII) Coometrie mann of norticle size (mm)
x _g	Graphic mean of particle size (mm)
x _{gm}	Derticle size for 63.2% of mass distribu
\mathcal{X}_R	tion Bosin Rommler Sporling Reppett
	noremeter (mm)
S	Angle of external friction for wood
0	showings, shrome steel (2)
A+ A+	Time interval in neuron and mass mass
$\Delta l_{ke}, \Delta l_{km}$	Time interval in power and mass meas-
1	Unification will loads actualizing log time (a)
λ	Nine initi toads equalizing lag time (s)
$\mu_{\mathrm{lg}}, \mu_{\mathrm{ln}}, \mu_n$	Farticle size antimietic means in logistic,
	tively (mm)
-	Normal stross (kPa)
0	Motor consolidating stress (kPa)
	Unconfined wield strength (kPa)
	Inclusive graphic standard deviation
o _{ig}	(mm)
а. а. а.	(IIIII) Derticle size standard deviation in
O_{lg}, O_{ln}, O_n	logistic lognormal and normal model
	respectively (mm)
-	Shaar stress (kPa)
	Angle of internal friction $(^{\circ})$
φ	Angle of internal friction for determined
ψ_c	flowability (°)
<i>(</i>)	Effective angle of internal friction $(^{\circ})$
φ_e	Linearized angle of internal friction $(^{\circ})$
$\varphi_{\rm lin}$	Aarsted and tapped bulk density respec
P_a, P_t	tively (ka, m^{-3})
PICM	Dine shavings out milled
DIM	Pine shavings, cut-mined
PIR	Pine shavings, nince
POCM	Poplar shavings, raw
POM	Poplar shavings, cut-inned
POR	Poplar shavings, nined
	i opiai snavings, iaw

Introduction

Wood shavings with particle size of 5–15 mm can be used directly to produce briquettes, but pellets production requires smaller particles, below 3.2 mm (Mani et al. 2003). In the mixture, smaller particles have higher specific surface, pore size and number of contact points, which is beneficial for interparticle bonding during agglomeration (Mani et al. 2004), increases bulk density and flowability of the biomass, decreases specific energy consumption during pelleting, and improves granulator performance and pellet quality (Mayer-Laigle et al. 2018).

Material fragmentation requires energy consumption, which depends on the biomass type, moisture, material properties, initial particle size, material feed rates (Miao et al. 2011) and type and working parameters of the machine: tip speed, milling yield, sieve size and clearance (Yu et al. 2003). The comminution processes may include one or a combination of the following operations: cutting, shearing, compressing, tearing (Miu et al. 2006) and coexisting fracture, breakage, impact crash and twisting (Oyedeji et al. 2020), friction and broken cohesion mechanisms (Jung et al. 2018).

Hammer mills, knife mills and linear knife grid mills (Pradhan et al. 2018), ball, beater, needle (pin) mills and shredders (Miao et al. 2011) were used for biomass grinding. Knife and hammer mills are most useful for wood grinding (Miu et al. 2006). Based on the literature, a hammer can be fixed or freely swinging (Yu et al. 2003), but more logical is the assumption that a hammer is fixed and a plate is freely swinging (Mugabi et al. 2019) and is termed as the beater. Knife mills, where cutting is a main process, are useful for grinding the plant material (Miu et al. 2006) and also work well at higher material moisture (Jewiarz et al. 2020). Hammer mills are able to grind harder materials with larger sizes (Miu et al. 2006) and are more suitable for materials with lower moisture (Jewiarz et al. 2020).

The use of a knife mill instead of a hammer mill allowed for a double reduction in grinding energy consumption (in $kJ \cdot kg^{-1}$), with a slight deterioration of the grinding effect of Scots pine, European beech, cup plant and giant miscanthus (Jewiarz et al. 2020). Higher dust content in wood fuel powder was obtained by four different hammer mills than by a knife mill (Paulrud et al. 2002). Mixtures with higher dust content had stronger tendency to bridging, which was influenced by the shape and size of the particles.

Influence of moisture content, particle size and shape of hammer-milled poplar wood and corn stalks on the handling behaviour was analysed, and less bridging for mixtures with lower content of long and hook-shaped particles and better flow properties were found. Higher moisture is related to a greater angle of internal friction and a greater tendency to form arcs or ratholes (higher normal stresses) and more difficult rearrangement of particles, reducing the bulk density of the mixture (Gil et al. 2013).

Machines used in wood processing can perform various processes such as cutting, chipping, hammering and shredding and, depending on the purpose, various methods of measuring load and energy consumption are used (Warguła et al. 2022). Throughput and specific energy consumption of chippers or sawmills strongly depend on the raw materials, machine size, machine type, and specific machine settings, including knife (Kuptz and Hartmann 2014) and saw blade sharpness. Power metres for checking the quality of power, data loggers for a specific energy consumption trend (Gopalakrishnan et al. 2012) or electricity metres (Kuptz and Hartmann 2014) are used for energy analysis and diagnostics of electrical stationary woodworking equipment. The specific energy consumption needed for wood processing by machines powered by combustion engines can be determined on the basis of fuel consumption (Kuptz and Hartmann 2014) or by measuring the torque and rotational speed of the tractor PTO. Targeted research shows that individual machine settings, including regular knife sharpening or replacement, increase throughput and reduce energy consumption (Kuptz and Hartmann 2014).

There are related processes in the comprehensive technology of pressure agglomeration of biomass such as feeding, grinding, fluidisation, mechanical/pneumatic transport, blending, conditioning and storage in hoopers or bins (Xu et al. 2018). A stable and continuous flow of comminuted material is important in these processes, without the risk of its bridging, spontaneous agglomeration and separation. Understanding the comminuted biomass properties related to the flowability allows the design of reliable devices for its conversion. Stress caused by consolidation and design solutions of technical devices used for transport, conversion or storage affect the flow characteristics of the comminuted biomass (Stasiak et al. 2020).

Various test methods are used to assess the flowability of the comminuted biomass (powders). In the test for a non-compacted mixture, angle of repose, AOR, is determined (Stasiak et al. 2015). The particles packing properties in the mixture are determined in the tapping test, and Hausner ratio, HR, and Carr's Compressibility Index, CI, are calculated (Rezaei et al. 2016). A more precise test for quantitative measurement of the comminuted biomass flowability is the consolidated mixture test containing the standard shear procedure (Eurocode 1 2006), using the Jenike shear cell tester or the Shulze ring shear tester (Salehi et al. 2017). On the basis of shear results, materials can be quantified using unconfined yield strength, σ_c , flow index, ff_c, cohesion, c and angle of internal friction φ (Stasiak et al. 2020). It is assumed that materials with the cohesion less than 2 kPa and an angle of internal friction less than 30° can flow because of gravity (Fasina 2006). Tests on non-compacted or tapped materials are better suited for the classification of mixtures (powders), and the results of the shear tests can be helpful in the design of technical equipment, such as silos and feeders. The properties of loose materials allow to identify the cause of flow problems and differences between materials (Fasina 2006). The choice of the analytical technique for comminuted biomass assessment should be done on the basis of the ability to correctly restore the state of stresses and densification in a potential technological process (Jin et al. 2020). The result of the assessment of the comminuted material flowability is influenced by material properties: texture and surface roughness and moisture content (Stasiak et al. 2020), particle size distribution and particles shape (Stasiak et al. 2019), the level of consolidation (Stasiak et al. 2018) and temperature of the system (Wilen and Rautalin 1995), (Tomasetta et al. 2014) and the ambient relative humidity (Ganesan et al. 2008).

However, there is a limited number of publications on the impact of the comminution method on the energy consumption of the process (Jiang et al. 2017), comminution energy efficiency (Eisenlauer and Teipel 2021), particle size distribution (Kratky and Jirout 2020) and flowability properties of wood shavings, intended for the production of internal layers of chipboards or briquettes, and after further shredding of the shavings for the production of pellets (Moiceanu et al. 2019).

The aim of this research was: (a) determination of energy consumption during milling or cutting-milling of pine and poplar shavings; (b) quantification of the effect of particle size on the wood shavings flowability properties; (c) development of parameters characterising physicomechanical properties for raw and comminuted wood shavings; (d) development of four mathematical models approximating PSD.

The novelty of this work is the comprehensive connection and analysis of PSD characteristics approximated by mathematical models with mechanical properties of pine and poplar shavings and with energy consumption during comminution of raw shavings intended for the production of particleboards or moulded solid fuel.

Materials and methods

Materials

The starting material for the research was pine and poplar wood. Pine wood was cut in a dedicated machine into shavings for production of particleboards, and poplar shavings were made of sawmill residues in a laboratory shredder. The raw shavings were obtained from the Research and Development Centre for Wood-Based Panels, Ltd. in Czarna Woda. Physicomechanical properties of wood shavings were investigated for three states: raw shavings, milled shavings and cut-milled shavings (Fig. S1 of SI). Milling and cutting-milling were conducted in the knife mill at Warsaw University of Life Sciences.

Moisture content

The material moisture content was measured using the moisture analyser (MA50/1.R, Radwag, Radom, Poland) with an accuracy of 0.001% (weight measurement accuracy was 1 mg). Samples weighing approximately 2 g each were automatically analysed. Moisture was analysed fivefold and results variability was reported as a single standard deviation.



Fig. 1 Stand for measuring the energy consumption during biomass comminution; 1–knife mill, 2–electronic scales, 3–power quality analyser, 4–laptops for data acquisition, 5–sample container, 6–feeding piston, 7–knife disc, 8–sieve with 3 mm mesh diameter

Energy consumption measurements during raw shavings comminution

The stand for measuring the energy consumption of raw pine shaving comminution consisted of the knife mill (LMN-100, Alchem Group Ltd., Toruń, Poland), the power quality analyser EQUA Wally with WINEQUA software (Pro-Elektra, Olsztyn, Polska), the electronic scales WPS 600/C with PomiarWin software (Radwag, Radom, Poland) for mass recording via the RS 232 port and two laptops for data acquisition (Fig. 1).

The knife mill worked both, in counterclockwise and clockwise rotation. In counterclockwise rotation, the knives in cooperation with a 3 mm mesh sieve comminuted the material by grinding and tearing, without cutting. In clockwise rotation, the knives cut the shavings on the counter-cutting edge and subsequently ground, tore and cut them with 3 mm mesh sieve. These two shavings comminution modes were called milling and cutting-milling, respectively. The nominal rotational speed of rotor mill was 2880 rpm and peripheral cutting speed was 15.39 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. The clearance between cutting and counter-cutting edge was 1.15 mm and the knife blade angle was 45°. The knives were sharp. Comminuted shavings mass was weighed with an accuracy of 0.01 g and maximum possible frequency of 2 Hz, and the voltage and current on the three phases were measured with the maximum possible frequency of 50 Hz. A sample of raw shavings with a mass of 55 g was milled for about 35 s and cut-milled for about 10 s. Active power was measured in accordance with the PN-EN 50160 standard (PN-EN 50160 2014). The power quality analyser measured three states (Fig. 2); after turning on the power–power supply, after turning on the knife mill– idle power, during comminution-power required to drive the mill under load.

The active power on the engine was determined as a sum of the power from the three phases.



Fig. 2 Example of knife mill power characteristics with marked areas: turning on the power supply, the idle power and the power of work under load; P_{bL1} , P_{bL2} , P_{bL3} -power on the three consecutive phases, *t*-time (points on the graph represent the instantaneous power values measured with 0.02 s interval)

$$P_b = P_{bL1} + P_{bL2} + P_{bL3} \tag{1}$$

where P_b is the active power of three phases, W; P_{b1} , P_{b2} and P_{b3} are the active powers on the three consecutive phases, W.

The difference between the active power of knife mill under load P_b and the idling power P_i is the effective power, which is a work (energy) performed by the mill during comminution of shavings per unit of time.

$$P_e = P_b - P_i \tag{2}$$

where P_e is the effective power of the knife mill, W; P_b is the active power of the knife mill under load, W; P_i is the idling power of the knife mill, W.

Comminuted shavings mass was measured with an electronic scale as a cumulated value, therefore cumulated mass distribution m_c approximated by the modified Gompertz model (Velázquez-Martí et al. 2018), Eq. 3, was recalculated into the instantaneous mass distribution m_i (Fig. S2 of SI). After synchronisation against time, it can be superimposed on effective instantaneous power distribution P_{ei} (Fig. S3 of SI).

$$m_d = m_m \exp\left(-\exp\left(\frac{q_m e}{m_m}(\lambda - t) + 1\right)\right)$$
(3)

where m_d is the mass of comminuted shavings in time t, g; m_m is the final mass of comminuted shavings, g; q_m is the maximum mass flow rate, g·s⁻¹; λ is the knife mill load equalizing lag time, s; t is the comminution time, s; e is the Euler number, e=2.71.

An area under instantaneous power distribution is the work that needs to be done to mill shavings in the knife mill and the work-to-mass ratio is the energy consumption of the process, in kJ·kg⁻¹. Energy consumption of comminution is the mean amount of energy used in the process of wood shavings comminution (milling or cutting-mill-ing) per unit of dry matter. The areas under the curves of the instantaneous effective power and mass distribution were calculated by numerical integration using trapezoidal method and the energy consumption of wood shavings comminution, E_j (Eq. 4) was determined.

$$E_{j} = 10^{-3} \frac{\int P_{ei} dt}{\frac{1}{t} \int m_{i} dt} = 10^{-3} \left(\sum_{k=1}^{N} \frac{P_{ei(t_{k}-1)} + P_{ei(t_{k})}}{2} \Delta t_{ke} \right) t / \left(\sum_{k=1}^{N} \frac{m_{i(t_{k}-1)} + m_{i(t_{k})}}{2} \Delta t_{km} \right)$$
(4)

were E_j is the energy consumption of shavings comminution, kJ·kg⁻¹; P_{ei} is the instantaneous effective power of the knife mill, W, m_i is the instantaneous shavings mass, kg; t is the comminution time, s; Δt_{ke} is the time interval in power measurements, s; $\Delta t_{ke} = 0.02$ s; Δt_{km} is the time interval in mass measurements, s; $\Delta t_{km} = 0.5$ s; k = 1, 2, 3, ..., N; N is the number of measurements for the analysed distribution.

Shavings moisture was measured before and after each series of 8–9 measurements for a given comminution system (wood species, comminution method). A moisture analyser (MA 50/1.R, Radwag, Radom, Poland) with a mass measurement accuracy of 0.1 mg was used to control the material moisture content.

Particle size distribution

Raw shavings mixture samples with a volume of 10 l each were separated using the oscillating screen separator (Fig. S4 of SI), according to ANSI/ASAE S424.1 standard (ANSI/ASABE \$424.1 2008). The sieve mesh sizes of 1.65, 5.61, 8.98, 18.0, 26.9 mm and a pan at the bottom in the set were used. The sample separation time was 120 s. The shavings after milling or cutting-milling were separated on a vibrating screen separator (LAB-11-200/UP, Eko-Lab, Brzesko, Poland) according to ANSI/ASAE S319.4 standard (ANSI/ASAE S319.4 2008). A double set of six sieves with dimensions of: 0.056, 0.1, 0.15, 0.212, 0.3, 0.425, 0.6, 0.85, 1.18, 1.6, 2.36, 3.35 mm and a pan at the bottom of each sieve set were used. 55 g samples were sieved for 600 s. The mass of the sample and separated fractions were weighed on an electronic scale (WPS 600/C, Radwag, Radom, Poland) with an accuracy of 0.01 g. Each separation was conducted in fivefold. Mass distribution in fractions and the mesh size allowed to calculate geometric mean of particle size (x_o) , standard deviation $(s_o, \text{ dimensionless})$ and characteristic parameters of particle size distribution. Particle size distribution density was approximated by four models: Weibull (Weibull 1951), Rosin-Rammler-Sperling-Bennett (RRSB) (Rosin and Rammler 1933), Eq. 5, normal, Eq. 6, lognormal, Eq. 7 (Yang et al. 2012) and logistic, Eq. 8 (Weipeng et al. 2015), with modification of Su and Yu (2019).

$$f(x; x_R, n) = 100A_R \frac{n}{x_R} \left(\frac{x}{x_R}\right)^{n-1} \exp\left(-\left(\frac{x}{x_R}\right)^n\right)$$
(5)

$$f(x;\mu,\sigma) = \frac{100A_n}{\sigma_n \sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-\left(x-\mu_n\right)^2}{2\sigma_n^2}\right)$$
(6)

$$f(x; \mu, \sigma) = \frac{100A_{ln}}{x \ln(\sigma_{ln}) \sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-\left(\ln(x) - \ln(\mu_{ln})\right)^2}{2(\ln(\sigma_{ln}))^2}\right)$$
(7)

$$f(x;\mu,\sigma) = \frac{100A_{lg} \exp\left(\frac{-(x-\mu_{lg})}{\sigma}\right)}{\sigma_{lg} \left(1 + \exp\left(\frac{-(x-\mu_{lg})}{\sigma_{lg}}\right)\right)^2}$$
(8)

where $f(x; x_R, n)$ and $f(x; \mu, \sigma)$ are the density functions of the probability distribution, %; x is the particle size, mm; A_R , A_n , A_{ln} and A_{lg} are the coefficients for curve peaks in respective distributions, mm; x_R is the particle size for 63.2% of mass distribution, mm; n is the RRSB particle size distribution parameter (dimensionless); μ is the particle size arithmetic mean (index indicates distribution model), mm; σ is the standard deviation (index indicates distribution model), mm; indexes $_n$, $_{ln}$ and $_{lg}$ are the indexes of normal, lognormal and logistic distribution models, respectively.

Selected models are widely used to describe particle size distributions of comminuted materials (Su and Yu 2019), whose cumulative distributions have a sigmoidal shape (Piatek et al. 2016). On the basis of the best-fitted RRSB density distribution model, the particle size distribution parameters were calculated. Calculation formulas are shown in supplementary material (Table S1 of SI).

Packing properties test

In order to calculate parameters characterising packing indexes of wood shavings, aerated bulk density and tapped bulk density were calculated. Raw shavings density was tested in the cylinder with 154 mm diameter and 250 mm height, and the comminuted shavings' density was tested in the cylinder with size 53 mm and 160 mm, respectively, taking into account the requirement of tenfold cylinder size in comparison to average particle size. After putting shavings into cylinders, excess material was cutoff with a sharp steel plate with caution to not densify loose particles. Cylinder with shavings was weighted on an electronic scale (WPS 600/C, Radwag, Radom, Poland) with an accuracy of 0.01 g, and aerated bulk density ρ_a was calculated. Then, the cylinder with the shavings was mounted on the vibrating separator LAB-11-200/IP with a tapping frequency of 25 Hz and 2 mm vibration amplitude for 30 s tapping, with 750 stocks. Tapping parameters were based on the preliminary results, as after this time no density changes in the cylinder were observed. This criterion was used by Xu et al. (2018).
After tapping, the distance between the upper edge of the cylinder and the surface of material was measured using an electronic calliper with an accuracy of 0.01 mm. The measurements were taken on nine points: four at regular distance on each of two perpendicular diameters and one on the axis of the cylinder, similar to research conducted by Chevanan et al. (2010). The diameters of the circles were 82% and 58% of the cylinder diameter, dividing the surface into equal parts. The free volume above the shavings surface was subtracted from the total volume of the cylinder and with known shavings mass the tapped bulk density ρ_t was calculated. Measurement was taken fivefold. Based on these results, two important flowability parameters of wood shavings were calculated. One of them is a Hausner ratio (HR), which is the ratio of tapped bulk density to aerated bulk density, calculated according to Eq. 9 (Xu et al. 2018).

$$HR = \frac{\rho_t}{\rho_a} \tag{9}$$

where HR is the Hausner ratio (dimensionless); ρ_t is the tapped bulk density, kg·m⁻³; ρ_a is the aerated bulk density, kg·m⁻³.

The second parameter is a Carr's Compressibility Index (CI), which is the ratio of difference between tapped bulk density and aerated bulk density to tapped bulk density, Eq. 10.

$$CI = \frac{\rho_t - \rho_a}{\rho_t} \tag{10}$$

Strength and flowability

The materials strength and flowability were determined using a direct shear tester with a cylindrical cell with 60 mm internal diameter and 170 mm height. The tester was designed and manufactured according to Eurocode 1 standard (Eurocode 1 2006). The concept of this tester was based on Jenike apparatus and was improved using more modern technological solutions. The tester was powered by an AG 5089 hydraulic device (Fig. 3). Both devices were made by Rockfin Ltd., Nowy Tuchon, Poland. Tests were conducted for normal pressures of 20, 30, 40, 50 and 60 kPa, taking into account the mass of piston and analysed material bed above the shear plane, similar to Stasiak et al. (2015). Bed height after consolidation in each of the upper and lower cell parts was 11.0 ± 0.2 mm. The lower cell part was being pushed with servomotor with 0.048 mm·s⁻¹ speed, and shear force was measured using a CL 17 strain gauge transducer with a measuring range up to 100 kN. The horizontal displacement of the lower cell part was measured with a laser distance gauge (LDS 100-500-S, Beta Sensorik). Fivefold tests were conducted for each combination of parameters. The data acquisition and control system consisted of a personal computer that controlled input/output (I/O) modules through a Hottinger Baldwin DMCplus (HBM, Darmstadt, Germany) high-speed digital interface card. The measurement and control systems were driven by CATMAN 2.1 software (HBM, Darmstadt, Germany), ensuring simultaneous acquisition of data and motion control at a sampling rate of 50 Hz.



Fig. 3 Test stand for direct shearing of comminuted material: 1–data acquisition system, 2–hydraulic attachment to drive the screw mechanism moving the lower part of the shearing cell, 3–screw mechanism driven by a hydraulic motor with a reductor, 4–laser distance gauge for lower part of shearing cell displacement measurements, 5–strain gauge for measuring shear force, 6–movable, lower shear cell with spacer discs to adjust the height of the material layer, 7–fixed, upper shear cell with a strain gauge, 8–piston with weights for material consolidation in the cell

With assumed normal stress values and experimental shear force–displacement curves, tangential stress τ , Eq. 11, unconfined yield strength σ_c , Eq. 12, major consolidating stress σ_1 , Eq. 13 and flow index ff_c, Eq. 14, were calculated (Littlefield et al. 2011).

$$\tau = \tan(\varphi)\sigma + c \tag{11}$$

$$\sigma_c = \frac{2c(1+\sin\varphi)}{\cos\varphi} \tag{12}$$

$$\sigma_1 = \left(\frac{A - \sqrt{A^2 \sin^2 - \tau_{\rm ssp}^2 \cos^2 \varphi}}{\cos^2 \varphi}\right) (1 + \sin \varphi) - \frac{c}{\tan \varphi}$$
(13)

$$ff_c = \frac{\sigma_1}{\sigma_c} \tag{14}$$

where $A = \sigma_{ssp} + c/tan\varphi$, τ is the shear stress, kPa; σ is the normal stress, kPa; φ is the angle of internal friction, °; *c* is the cohesion, kPa; σ_c is the unconfined yield strength, kPa; σ_1 is the major consolidating stress, kPa; ff_c is the flow index and subscript ssp designates the value at the steady state point.

Moreover, based on the experimental curves, the angle of internal friction was calculated (Stasiak et al. 2019). To characterise the material flow, Jenike (1961) proposed to use a major consolidating stress σ_1 to unconfined yield strength σ_c ratio, called the flow index ff_c, a reciprocal of flow function FF. The flow index allows to classify materials as non-flowing: ff_c ≤ 1 , very cohesive: $1 < \text{ff}_c < 2$, cohesive: $2 < \text{ff}_c < 4$, easy flowing: $4 < \text{ff}_c < 10$ and free flowing: ff_c ≥ 10 .

Angle of external friction shavings-chrome steel

The angle of external friction δ for various forms of wood shavings on the chrome steel plate surface, a material of which the agglomeration die was made, was determined by measuring the angle with an electronic protractor. The angle was determined as the minimal slope when particles of material started moving as the plate slope increased. A material sample was evenly distributed over the plate surface, while maintaining a layer thickness close to that of single particles. Measurements were taken five times for each system.

Parameters selection

Parameters assessing physicomechanical properties of wood shavings were selected by a feature correlation method to eliminate parameters whose values were strongly correlated. The selection aimed to reduce the parameter number to the proposed 7 ± 2 (Miller 1994), increasing information processing perception by humans.

The input to analysis was the correlation coefficient matrix **R** determined for the analysed parameters, for which the inverse matrix \mathbf{R}^{-1} was created, $\mathbf{R}^{-1} = \mathbf{R}^T/\det(\mathbf{R})$, where \mathbf{R}^T is the transposed matrix **R**, $\det(\mathbf{R})$ is a determinant of the matrix **R** (condition $\det(\mathbf{R}) \neq 0$ must be satisfied). For parameter strongly correlated with others, elements of \mathbf{R}^{-1} exceeded the value of 10. That meant wrong numerical determination of the **R** matrix. The parameter was removed from the starting parameters set if the diagonal value was ≥ 10 . Parameters were cyclically eliminated after one parameter strongly correlated with others had been removed, the procedure was repeated. The correctness of the obtained results was checked by calculating the identity matrix **I**, $\mathbf{I} = \mathbf{R} \cdot \mathbf{R}^{-1}$.

Correlation coefficient matrices were calculated in Statistica v.13.3 software (StatSoft Poland Ltd., Cracow). The determinant of matrix \mathbf{R} (det(\mathbf{R})), inverse matrices \mathbf{R}^{-1} and identity matrix I were calculated in Excel.

Statistical analysis

For the calculated parameters, characterising physicomechanical properties of shavings, normality distributions were analysed using Kolmogorov–Smirnov (K–S) and Lilliefors correction (K–S–L) and Shapiro–Wilk (S–W) tests. Homogeneity of variance for these parameters for different factors (wood species and shavings forms) was tested with Levene and Brown–Forsythe tests. According to K–S test results, H_0 hypothesis assuming normal distribution of these parameters (the *p* value was greater than 0.20 for all cases) cannot be rejected. Based on the results of the Levene and Brown–Forsythe tests, it can be concluded that for most of the analysed parameters there is no reason to reject the H_0 hypothesis of homogeneity of variance between the analysed factors.

The data were analysed for the influence of factors (wood species, form of shavings (raw, milled, cut-milled)) on the physicomechanical properties of mixtures (energy consumption parameters, particle size distribution parameters, flowability and direct shear strength) with multivariate analysis of variance MANOVA with Fisher-Snedecor (*F*) test. Statistical significance of differences between mean values of parameters was checked by the Tukey's test. Pearson correlation coefficient value matrices were analysed and evaluated by synonyms for the descriptors (Hopkins 2000). The analysis was conducted at the significance level p = 0.05. Cohesion and angle of internal friction were determined with linear regression and parameters of nonlinear models with nonlinear estimation procedure. Goodness of fit for models to experimental data was evaluated with adjusted coefficient of determination, R_{adj}^2 (Su and Yu 2019), which is a better criterion than coefficient of determination, Eq. 15.

$$R_{\rm adj}^2 = 1 - \frac{\left(1 - R^2\right)(N-1)}{(N-p-1)}$$
(15)

where R_{adj}^2 is the adjusted coefficient of determination (expressed in %); R^2 is the determination coefficient (dimensionless); N is the number of experimental data points in a sample; p is the number of parameters in distribution density model.

Statistical analysis of research results was done in Statistica v.13.3 software (Stat-Soft Poland Ltd., Cracow, Poland).

Results and discussion

Comminution energy consumption of pine and poplar shavings

The starting physical parameters of raw pine and poplar shavings were similar as their moistures were 7% (Table 1) and geometric means of particle size x_g were 6.21 mm and 5.94 mm, respectively (Table S2 of SI). Comminution times of raw shavings samples weighing 47–50 g were almost 4-times longer during milling than cutting-milling and were 26.5–28.0 s and 6.9–7.9 s, respectively (Table 1).

Extending the milling process in comparison to cutting-milling substantially reduced the load of the knife mill in the time domain (Fig. 4), and the effective power requirement of the mill was almost 3-times lower during milling than cutting-milling and amounted to 428–675 W and 1352–1660 W, respectively (Table 1). With such reversed relations of effective power against comminution time, the energy consumption of milling was 29% and 40% higher than those of cutting-milling for pine and poplar shavings, respectively. The energy consumption for milling the pine and poplar shavings was 234 and 417 kJ·kg⁻¹ (189 and 521 kWh·t⁻¹), respectively, and for cutting-milling 182 and 293 kJ·kg⁻¹ (23 and 33 kWh·t⁻¹), respectively.

Parameter	Milled shaving	S	Cut-milled sha	vings
	Pine	Poplar	Pine	Poplar
Moisture content, MC, %	$6.90^{a_*} \pm 0.12$	$7.02^{a} \pm 0.04$	$6.90^{a} \pm 0.12$	$7.02^{a} \pm 0.04$
Sample mass, m_d , g	$48.3^{a} \pm 1.2$	$47.0^{a} \pm 2.8$	$50.1^{a} \pm 0.9$	$48.4^{a} \pm 2.1$
Comminution time, t_w , s	$26.5^{b} \pm 1.1$	$28.0^{\circ} \pm 1.1$	$6.9^{a} \pm 0.6$	$7.9^{a} \pm 0.3$
Effective power, P_e , W	$428^{a} \pm 25$	$675^{b} \pm 36$	$1352^{\circ} \pm 99$	$1660^{d} \pm 160$
Energy consumption, E_i , kJ·kg ⁻¹	$234^{b} \pm 14$	$417^{d} \pm 35$	$182^{a} \pm 18$	$293^{\circ} \pm 25$
Maximum mass, m_m , g	49.3 ± 1.8	50.6 ± 3.7	48.8 ± 0.7	47.6 ± 2.3
Mass flow rate, q_m , g·s ⁻¹	4.45 ± 0.47	2.88 ± 0.17	28.77 ± 2.39	31.99 ± 1.64
Lag feed, λ , s	6.89 ± 0.86	3.85 ± 1.86	0.95 ± 0.27	0.53 ± 0.27
Coefficient of determination, R^2 , %	99.90 ± 0.06	99.84 ± 0.07	99.53 ± 0.16	99.39 ± 0.58
Global error, d_g , %	1.83 ± 0.65	2.06 ± 0.58	3.35 ± 0.91	2.22 ± 0.62

 Table 1
 Average values and standard deviations of shavings moisture content, milling and cuttingmilling parameters of pine and poplar shavings and modified Gompertz model parameters and their fit assessment

*In each row, differences between values with the same letter are statistically insignificant at p < 0.05

Fig. 4 Mass distribution of milled and cut-milled pine and poplar shavings during the comminution of raw material; PIM–milled pine shavings, POM–milled poplar shavings, PICM–cut-milled pine shavings, POM–cut-milled poplar shavings



comparative pine wood comminution studies, the energy consumption of the hammer mill is twice as high as that of the knife mill (Jewiarz et al. 2020) although absolute values are significantly lowered and probably false.

Under optimal working conditions of hammer mills, the energy consumption of milling pine wood to particle size of $d_{50}=0.5$ mm was 170 kWh·t⁻¹ and for poplar 130 kWh·t⁻¹ (Esteban and Carrasco 2006), therefore it was a reverse relation to the present results. This was due to almost twice the moisture contents of these materials (14.25% and 11.89%, respectively) and the inverse relationship of moisture to our shavings. As mentioned, the energy consumption of milling depends on many factors, including the degree of particle size reduction. Hammer grinding of pine particles from 3.59 mm to 2.19 mm consumed 15.9 kJ·kg⁻¹ energy (Naimi et al. 2016). Other studies indicate that the energy consumption of milling loblolly pine shavings with 4.7% moisture on 1.20 mm and 3.18 mm sieve size was 125 and 82 kJ·kg⁻¹,

respectively (Hehar 2013). For comparison, a typical milling energy consumption of hard coal is $7-36 \text{ kWh} \cdot t^{-1}$.

Cutting-milling was more energy efficient, when sharp cutting edges of the knife were cutting shavings and subsequently cut-off particles were mashed through a sieve, than milling, when shavings were probably crushed, torn, bent, sheared and twisted by the beats of the knife plates and later mashed through a sieve (Miu et al. 2006). These complex processes were probably dependent on instantaneous position of the particles in relation to the knife, as well as the sieve and the counter-cutting edge, which also participated in comminution. The longer milling time allows the conclusion that the raw shavings were repeatedly rotated before fragmentation into particles with sizes that allowed them to pass through the sieve of the knife mill. Comminution of poplar shavings was more energy-consuming than pine shavings and was 78% and 61% greater during milling and cutting-milling, respectively. In comparison to pine shavings, longer milling time of poplar shavings and higher energy consumption during comminution were caused by lower strength parameters of poplar wood than pine wood. Energy consumption and particle size can be different for the same material with different moisture content, because the strength properties of wood depend on the moisture content, and what is important not always linearly dependent (Gerhards 1982). Poplar wood vs. pine wood at 16.1% and 13.5% moisture, respectively, has a hardness of 27 MPa and 29 MPa, compression strength perpendicular to grain of 1.9 MPa and 2.2 MPa, compression strength parallel to the grain of 18.2 MPa and 26.9 MPa, bending strength in the direction perpendicular to the grain of 40.2 MPa and 56.8 MPa, bending strength in the direction parallel to the grain of 2.2 MPa and 2.8 MPa, and modulus of elasticity of 5 860 MPa and 12 750 MPa, respectively (Aydin et al. 2007). This variability in the strength properties of wood significantly affected the variability in energy consumption in the comminution process. Under the pressure of the milling elements, the more plastic poplar vs. pine wood was crushed and macerated to a greater extent, without splitting it into smaller particles. The harder pine cracked and crumbled more than poplar wood. These crushed and squeezed particles required more force cycles than the milling elements in order to achieve the size that allowed the particles to pass through the sieve. The consequence of the particles flattening was a longer size of the milled poplar vs. pine shavings. A bigger particle size of milled poplar vs. pine shavings was a result of particles squeezing. The explanation of this process has not been presented in the available literature so far.

Although, the pressure on the feed piston was the same, the maximum mass flow rate q_m was 6–11 times greater during cutting-milling than cutting. The maximum mass flow rate q_m was determined on the basis of the modified Gompertz model, which approximated the cumulative mass flow rate very well; $R^2=99.39-99.90\%$ and a global error of fit was 1.83–3.35% (Table 1). The results of the analysis showed that a more powerful electric motor is required during cutting-milling than during milling. However, the energy consumption during cutting-milling is lower and more favourable and more plastic poplar shavings are more difficult to comminute than harder pine shavings.

PSD of milled and cut-milled pine and poplar shavings

PSD of raw pine and poplar shavings was bimodal and unimodal, respectively (Fig. S5 of SI).

In the bimodal PSD of raw pine shavings, there was a large share (29.5%) of fine particles with a size of 3.04 mm and large particles of 12.71 mm (37.0% share). These shares exceeded the share (26.9%) for geometric mean of particle size value of 6.21 mm. The bimodal distribution could result from the wood cutting process involving the cutting of large shavings 30–100 mm length, 20–25 mm width, 4–6 mm thickness, a varied pine wood structure or a variable tearing mechanism of solid pine wood with clear heartwood is visible harder than sapwood. In raw poplar shavings the PSD share of particles around maximum value was more aligned, which resulted from the less differentiated hardwood and sapwood compared to pine wood. Since the bimodality was not very high, the PSD was analysed as stochastic homogenous distribution (Rasteiro et al. 2008).

The PSDs differed according to the species of wood and the method of comminution by milling and cutting-milling during energetic conversion of raw shavings. Milled pine shavings PSD had a lower geometric mean of particle size x_g (0.60 mm) than poplar shavings (0.62 mm) and similarly the dimensionless standard deviation, s_g (2.06 and 2, 10, respectively) and standard deviation s_{gw} (2.29 mm and 2.49 mm, respectively). Different PSDs were obtained after cutting-milling, as x_g for pine shavings was 0.51 mm, and for poplar shavings was 0.45 mm, respectively; however, s_g was 1.89 and 2.03, and s_{gw} was 1.63 mm and 1.70 mm, respectively. It was probably a result of the domination of cutting and tearing instead of cutting by knives, where clearance of knife to counter-cutting edge was 15 mm and harder pine wood was crumbling into relatively larger particles than plastic poplar wood.

Among the four models, the RRSB was the best fit to the PSD as adjusted coefficient of determination R_{adj}^2 was the highest and amounted to 81.19–98.66%, average 94.37% (Table 2). In the matched ranking, the next places were taken by the following models: normal (on average $R_{adj}^2 = 93.03\%$), logistic (90.70%) and lognormal (88.41%).

The characteristics of particle sizes determined in models were oversized in relation to the geometric mean of particle size x_g , which is determined at 50% of mass distribution. According to the theory by Rosin and Rammler (1933), the x_R parameter is determined particle size for 63.2% of cumulative mass distribution undersize, and, μ_{lg} , μ_{ln} , μ_n are the particle size arithmetic means in logistic, lognormal and normal models, respectively, which by definition are greater values than the geometric mean. The PSD of raw shavings was relatively flatter than the PSD of milled and cut-milled shavings, because *n* values in RRSB model were 1.88–1.94, 3.00–2.55 and 2.53–2.75, respectively. Larger standard deviations of the particle size in models represent wider PSD and for raw and milled shavings, they were proportional to the standard geometric dimensional deviations s_{gw} . Comparing the PSD characteristics of shavings, it can be stated that cutting-milling caused more even PSD than milling. During the cutting-milling process, raw shavings were cut and smaller particles

Model	Parameters	Raw sha	vings	Milled s	havings	Cut-mill ings	ed shav-
		Pine	Poplar	Pine	Poplar	Pine	Poplar
RRSB	A_R , mm	5.46	4.95	0.23	0.26	0.21	0.18
	<i>x_R</i> , mm	12.39	10.24	0.98	1.12	0.86	0.76
	n	1.88	1.94	3.00	2.55	2.53	2.75
	$R_{\rm adj}^{2}, \%$	81.19	93.56	97.79	98.66	96.65	98.39
Normal	A_n , mm	5.60	4.91	0.23	0.25	0.21	0.18
	μ_n , mm	9.96	8.16	0.86	0.95	0.74	0.66
	σ_n , mm	5.95	4.72	0.33	0.41	0.33	0.27
	$R_{\rm adj}^{2}, \%$	82.03	85.01	98.35	98.57	95.26	98.94
Lognormal	A_{ln} , mm	6.57	5.56	0.25	0.29	0.23	0.20
	μ_{ln} , mm	12.34	9.20	0.92	1.07	0.81	0.72
	σ_{ln} , mm	2.43	2.11	1.54	1.73	1.78	1.64
	$R_{\rm adj}^{2}, \%$	70.33	93.46	93.74	91.17	89.85	91.93
Logistic	A_{lg} mm	3.85	3.47	0.15	0.17	0.14	0.12
	μ_{lg} , mm	10.08	8.23	0.85	0.95	0.75	0.66
	σ_{lg} , mm	4.94	4.17	0.25	0.33	0.27	0.22
	$R_{\rm adj}^{2}$, %	78.71	81.58	98.81	96.24	90.96	97.91

Table 2 Fitting of the coefficients of the RRSB, normal, lognormal and logistic models of PSD densities for pine and poplar shavings, raw, milled, cut-milled and goodness of fit evaluation with R_{adj}^2

 A_{lg} , A_{ln} , A_n , A_R , coefficients for curve peaks in logistic, lognormal, normal and RRSB, respectively; x_R , particle size for 63.2% of mass distribution, RRSB parameter; *n*, RRSB particle size distribution parameter; σ_{lg} , σ_{ln} , σ_n , particle size standard deviation in logistic, lognormal and normal model, respectively; μ_{lg} , μ_{ln} , μ_n , particle size arithmetic mean in logistic, lognormal and normal model, respectively; R_{adj}^2 , adjusted coefficient of determination

were impacted, abraded, and pressed against the sieve for further reduction in particle sizes.

Detailed distribution parameters were calculated on the basis of the best-fit RRSB to PSD model (Table S2 of SI). 24 parameters in a feature correlation procedure were removed because they had very high positive values of Pearson correlation coefficients, r=0.728-0.999. Five parameters were left after this elimination: geometric mean of particle size x_g , standard deviation, dimensionless s_g , uniformity index I_u , coefficient of gradation C_g and graphic kurtosis K_g . The first two parameters; x_g and s_g are described above. The best uniformity of the particle sizes was characteristic for cut-milled pine shavings. More uniform were poplar than pine shavings after milling with I_u of 9.75% and 8.61%, respectively. Raw shavings were more diversified in case of uniformity as the I_u was 9.41% and 6.65% for pine and poplar, respectively. A reversed correlation characterised the coefficient of gradation C_g , which was within the narrow range of 1.17–1.22 for all mixtures and it indicated that PSD was well-graded, as it was within the range of 1–3 (Budhu 2007). The inverse relations of I_u to C_g are logical as PSD

of good particle size uniformity had large proportions of particles with sizes adjacent to the mode value (Figs. S5b, d, e of SI). For milled and cut-milled shavings, the proportion of particles around the mode value ranged from 73–79%, and for raw shavings it was even higher and amounted to 93–97%. Particle size gradation sequence could not be expected with such aligned particles, around mode value. The more uniform PSD, the less leptokurtic the distribution with lower graphic kurtosis K_g . The PSD of cut-milled pine shavings was the least leptokurtic, $K_g = 0.97$. Since the K_g values were in the very narrow range of 0.97–1.00, all PSDs can be classified as "mesokurtic" ($0.90 \le K_g \le 1.11$) (Blott and Pye 2011). Moreover, the inclusive graphic skewness was 0.20–0.30, and the lowest was for cut-milled pine shavings PSD ($S_{ig} = 0.20$) and for all PSDs was within the range of 0.20–0.30, so all PSDs can be classified as "fine skewed" ($+0.1 \le S_{ig} \le +0.3$).

Packing properties and shear test

Raw shavings, with significantly larger particles than comminuted shavings, were characterised by a lower compressibility (HR=1.15–1.17 and HR=1.38–1.57, respectively, and CI=0.14 and CI=0.27–0.36, respectively), lower flowability (ff_c=4.29–4.45 and ff_c=4.29–15.22, respectively) and greater cohesion (c=8.5–11.0 and c=2.3–8.7, respectively), and met the practical requirements: HR < 1.25 and CI=0.05–0.15 (Table 3) (Stasiak et al. 2015).

Raw shaving can be classified between cohesive and easy flowing materials. In relation to the raw shavings, both packing indexes HR and CI increased with decreasing particle size of shavings, which was reflected in negative Pearson correlation coefficients, -0.8875 and -0.9188, respectively (very high and almost full correlation, respectively). Cut-milled shavings with particles smaller than the particles of milled shavings had a higher tapped bulk density (by 14%) and aerated bulk density (by 24%), but the ratios of these densities, HR were opposite and amounted to 1.52 and 1.39, respectively. In comparison to the larger milled particles, the voids formed between smaller cut-milled particles were more easily filled by fine particles, whose share in the mixture was high.

Tapping caused easier dislocation, collapsing and consolidation in case of smaller cut-milled particles vs. larger ones, increasing the density. The finer cut-milled particles were more spherical than elongated particles left after milling and therefore, HR was lower, confirming Hausner's observations (Beaunac et al. 2022). Cut-milled poplar shavings had higher packing and flowability than cut-milled pine shavings, because poplar shavings were smaller and, as mentioned, were more plastic than pine shavings. Larger differences in the flowability properties were found for cut-milled shavings than for milled ones, as the cohesions were 2.3 and 3.9 and 8.3 and 8.7, respectively and it was caused by differences in particle sizes. As x_g dimensions decreased, the ff_c increased (negative correlation, r=-0.410) and c decreased (positive correlation, r=0.438), which indicates that cohesion of finer cut-milled shavings decreased and their flow became better. Similar results were found by Xu et al. (2018) in case of coal and glass powders. The ff_c and c were strongly influenced by preconsolidation stress, σ , which caused

Parameter	Raw shavings		Milled shaving	gs	Cut-milled shave	vings
	Pine	Poplar	Pine	Poplar	Pine	Poplar
ρ_a , kg·m ⁻³	$116^{a_{*}} \pm 4$	$120^{a} \pm 1$	$200^{\circ} \pm 2$	$155^{b} \pm 4$	$229^{d} \pm 1$	$213^{e} \pm 1$
ρ_t , kg·m ⁻³	$135^{a}\pm4$	$139^{a} \pm 2$	$294^{\circ}\pm 5$	$243^{b} \pm 5$	$315^d \pm 4$	$297^{\circ} \pm 5$
HR	$1.17^{a} \pm 0.04$	$1.15^{a} \pm 0.01$	$1.47^{c} \pm 0.04$	$1.57^{d} \pm 0.03$	$1.38^{b} \pm 0.01$	$1.39^{\rm b}\pm0.02$
CI	$0.14^{a} \pm 0.03$	$0.14^{\mathrm{a}} \pm 0.01$	$0.32^{c} \pm 0.02$	$0.36^{d} \pm 0.01$	$0.27^{b} \pm 0.01$	$0.28^{b} \pm 0.01$
τ, kPa	$38.0^d \pm 2.6$	$27.7^{b} \pm 0.7$	$35.4^{d} \pm 3.2$	$31.8^{\circ} \pm 0.8$	$26.8^{b} \pm 0.3$	$19.8^{a}\pm0.2$
c, kPa	$11.0^{\circ} \pm 5.7$	$8.5^{ab} \pm 2.4$	$8.7^{ab} \pm 5.5$	$8.3^{ab} \pm 1.8$	$3.9^{a} \pm 1.7$	$2.3^{a} \pm 0.7$
$R^2, \%$	98.61	99.02	98.71	99.85	99.83	99.99
σ_1 , kPa	$140^{c} \pm 19$	$109^{ab} \pm 6$	$134^{bc} \pm 27$	$119^{abc} \pm 13$	$120^{abc} \pm 5$	$98^{a} \pm 2$
σ_c , kPa	$40.0^{\rm d}\pm18.1$	$26.8^{abc}\pm6.1$	$30.1^{bc} \pm 14.9$	$28.8^{\mathrm{bc}} \pm 4.9$	$13.4^{ab} \pm 5.5$	$7.1^{a} \pm 2.0$
ff_c	$4.45^{a} \pm 2.95$	$4.29^{\rm a} \pm 1.14$	$6.15^{a} \pm 4.40$	$4.29^{a} \pm 1.15$	$10.92^{ab} \pm 6.42$	$15.22^{b} \pm 6.11$
φ_{e^*} °	$40.0^{d} \pm 1.7$	$31.5^{b} \pm 0.9$	$37.9^{cd} \pm 4.7$	$35.0^{bc} \pm 1.7$	32.4 ± 0.6	$25.3^{a} \pm 0.2$
$\varphi_{c'}$ °	$23.9^{\circ} \pm 2.6$	$17.8^{ab} \pm 1.6$	$23.0^{bc} \pm 6.1$	$21.0^{\rm abc}\pm1.6$	$21.0^{abc} \pm 1.2$	$16.2^{a} \pm 0.5$
$arphi_{ m lin'}$ $^{\circ}$	$33.8^{\circ} \pm 4.2$	$25.6^{ab}\pm2.7$	$33.1^{bc} \pm 8.4$	$30.4^{abc} \pm 2.2$	$29.7^{\rm abc}\pm1.7$	$23.7^{a} \pm 0.6$
δ, °	$15.1^{a} \pm 0.7$	$19.1^{b} \pm 0.8$	$29.7^{\circ} \pm 1.0$	$28.1^{\rm c}\pm0.5$	$34.7^{e} \pm 0.7$	$32.2^d \pm 1.4$

 Table 3
 Average values and standard deviations of mechanical parameters of raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings

*In each row, differences between values with the same letter are statistically insignificant at p < 0.05

 ρ_a , aerated bulk density; ρ_r , tapped bulk density; HR, Hausner ratio; CI, Carr's Compressibility Index; τ , shear stress; *c*, cohesion; R^2 , coefficient of determination; σ_1 , major consolidating stress; σ_c , unconfined yield strength; ff_c, flow index; φ_e , effective angle of internal friction; φ_c , angle of internal friction for determined flowability; φ_{lin} , linearized angle of internal friction; δ , angle of external friction wood shavings-chrome steel

shavings rearrangement creating tight, packed beds, which resulted in an increase in shear stress τ (Fig. S6 of SI). The highest τ vs. σ characterised the raw pine shavings and higher τ values and bigger dynamic of changes were in the case of pine shavings rather than poplar ones (Fig. 5), and the evidence for that is φ_{lin} values (Table 3). Together with the decrease in particle size of comminuted shavings, τ decreased (positive correlation, r=0.363). The highest consolidating stress σ_1 and unconfined yield strength σ_c were greater in case of pine shavings than poplar shavings and decreased with x_g ; however, positive correlation r=0.461 was noticed only between σ_c and x_g . The finer the shavings, the lower the unconfined yield strength.

The angles of internal friction φ_e , φ_c and φ_{lin} were greater in case of pine shavings than poplar shavings and were characterised by high correlation coefficients values between them, r=0.873-0.983. These friction angles tended to decrease with particle size decrease (Table 3), but no correlation was noticed between these parameters. The angles of internal friction φ_e , φ_c and φ_{lin} very highly correlated with τ (r=0.720-0.958) and with σ_1 (r=0.881-0.952). The results of internal friction angles were generally consistent with the results presented by Miccio et al. (2011) for woody biomass and by Stasiak et al. 2015) for sawdust and wood shavings.

On the other hand, the external friction angle δ was negatively correlated with x_g (r=-0.945, almost full correlation) and with effective angle of internal friction



Fig. 5 Shear stress (τ) related to the consolidating stress (σ) for pine and poplar shavings; raw, milled and cut-milled; PIR–raw pine shavings, PIM–milled pine shavings, PICM–cut-milled pine shavings, POR–raw poplar shavings, POM–milled poplar shavings, POCM–cut-milled poplar shavings

 φ_e , r = -0.435. The shavings with larger particles and complex shape had a smaller actual contact surface area with chrome steel surface and probably touched the peaks of roughness, while the finer shavings were able to contact on a relatively larger surface, which increased adhesion and external friction δ . Comminuted biomass with larger particles and irregular shapes had worse flowability characteristics, because it had tendency to create bridges and get stuck with protrusions (Mattsson and Kofman 2003). The tendency to creating bridges depends on the share of long and hook-shaped particles (Stasiak et al. 2015). Raw shavings were uniform and had regular shapes, without hooks and therefore, their flowability increased.

Microscopic analysis of particles is needed for a better explanation of the connection between shapes and sizes of particles with mechanical properties of wood shavings.

Conclusion

The energy consumption during comminution of raw pine and poplar shavings was determined. PSD characteristics of raw and comminuted shavings, their mathematical models and the influence of particle size on the mechanical properties of wood shavings were determined. Estimated parameters are important in the design and operation of technological machines. The energy consumption (in kJ·kg⁻¹) of cutting-milling was lower than milling and amounted to 182 kJ·kg⁻¹ and 234 kJ·kg⁻¹, respectively, and 293 kJ·kg⁻¹and 417 kJ·kg⁻¹, respectively, but because the ratio of maximum mass flow rate was a few times higher for this process, cutting-milling machines a much more powerful electric motor. Plastic poplar shavings were

more difficult to comminute than hard pine shavings. Wood species and comminution mode influenced the PSD. In the milling process, the harder pine shavings were ground into smaller particles easier than plastic poplar shavings, which were crushed. In the cutting-milling process, pine shavings split into relatively larger particles vs. plastic poplar shavings, which were easier to cut. The PSD was approximated with four mathematical models, which were ranked by goodness of fit based on R_{adi}^2 evaluation, and the ranking was: RRSB (94%), normal (93%), logistic (91%) and lognormal (88%). On the basis of the best-fitted RRSB model, detailed PSD parameters were determined and all PSDs were defined as "mesokurtic", "fine skewed" and "well-graded". Raw shavings, with larger particle sizes than comminuted ones, were characterised by lower compressibility (21%) and flowability (55%). In comparison to the milled shavings, cut-milled shavings had a higher density (24%), but were less compressible (9%) and had lower unconfined yield strength (65%). However, they had higher flowability (150%) because of lower cohesion (63%) and angles of internal friction (18%), because after cutting-milling, the particles were more spherical than elongated particles after milling. Poplar shavings had more favourable mechanical parameters but required more energy for comminution than pine shavings. In conclusion, it can be suggested to improve a more favourable cutting-milling process than just milling of raw pine and poplar shavings by keeping them moister (about 15%), because such shavings are easier to cut. It is also reasonable to use higher mass flow rates, as a result of which a lower specific energy of comminution will be achieved.

Supplementary Information The online version contains supplementary material available at https://doi.org/10.1007/s00226-023-01466-6.

Acknowledgements This research is part of a doctoral dissertation supported by the Ministry of Science and Higher Education in Poland. The authors thank their colleagues from the Department of Biosystems Engineering for technical assistance in the research.

Author contributions Conceptualization, PT and AL; methods, PT and AL; software, PT and AL; formal analysis, PT and AL; investigation, PT, AL, JG and PO; resources, PM and AL; data curation, PT and AL; writing—original draft preparation, PT; writing—review and editing, AL and JG; visualization, PT and AL; supervision, AL All the authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Declarations

Conflict of interest The authors declare that there are no financial or commercial conflicts of interest.

Open Access This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons licence, and indicate if changes were made. The images or other third party material in this article are included in the article's Creative Commons licence, unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons licence and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this licence, visit http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/.

References

- ANSI/ASAE S319.4 (2008) Methods for determining and expressing fineness of feed materials by sieving. ASABE Stand ASABE, St Joseph, MI, USA, 774–778
- ANSI/ASABE S424.1 (2008) Method of determining and expressing particle size of chopped forage materials by screening. ASABE Stand ASABE, St Joseph, MI, USA, 663–665
- Aydin S, Yardimci MY, Ramyar K (2007) Mechanical properties of four timber species commonly used in Turkey. Turkish J Eng Environ Sci 31:19–27
- Beaunac E, Leturia M, Robisson A-C et al (2022) Comparison of two powder conditioning methods to improve UO2 powder flowability for press die filling. Powder Technol 395:1–13. https://doi.org/10. 1016/j.powtec.2021.09.003
- Blott SJ, Pye K (2011) Gradistat: a grain size distribution and statistics package for the analysis of unconsolidated sediments. Earth Surf Process Landforms 26:1237–1248. https://doi.org/10.1016/S0167-5648(08)70015-7
- Budhu M (2007) Soil mechanics and foundations. Wiley, Danvers
- Chevanan N, Womac AR, Bitra VSP et al (2010) Bulk density and compaction behavior of knife mill chopped switchgrass, wheat straw, and corn stover. Bioresour Technol 101:207–214. https://doi.org/ 10.1016/j.biortech.2009.07.083
- Eisenlauer M, Teipel U (2021) Comminution energy and particulate properties of cutting and hammermilled beech, oak, and spruce wood. Powder Technol 394:685–704. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.03.072
- Esteban LS, Carrasco JE (2006) Evaluation of different strategies for pulverization of forest biomasses. Powder Technol 166:139–151. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2006.05.018
- Eurocode 1 (2006) Part 4: Basis of design and actions on structures. Actions in silos and tanks. European Committee for Standardization, Amsterdam
- Fasina OO (2006) Flow and physical properties of switchgrass, peanut hull, and poultry litter. Trans Am Soc Agric Biol Eng 49:721–728
- Ganesan V, Rosentrater KA, Muthukumarappan K (2008) Flowability and handling characteristics of bulk solids and powders–A review with implications for DDGS. Biosyst Eng 101:425–435. https:// doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2008.09.008
- Gerhards CC (1982) Effect of moisture content and temperature on the mechanical properties of wood: an analysis of immediate effects. Wood Fiber 14:4–36
- Gil M, Schott D, Arauzo I, Teruel E (2013) Handling behavior of two milled biomass: SRF poplar and corn stover. Fuel Process Technol 112:76–85. https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2013.02.024
- Gopalakrishnan B, Mardikar Y, Gupta D et al (2012) Establishing baseline electrical energy consumption in wood processing sawmills for lean energy initiatives: a model based on energy analysis and diagnostics. Energy Eng J Assoc Energy Eng 109:40–80. https://doi.org/10.1080/01998595.2012. 10531822
- Hehar G (2013) Physicochemical and ignition properties of dust from loblolly pine wood. Auburn University
- Hopkins WG (2000) A new view of statistics. Sportscience 21:1-7
- Jenike AW (1961) Gravity flow of bulk solids. In: Bulletin No. 108, Utah Engineering Experiment Station, Univ. of Utah. pp 1–4
- Jewiarz M, Wróbel M, Mudryk K, Szufa S (2020) Impact of the drying temperature and grinding technique on biomass grindability. Energies 13:3392. https://doi.org/10.3390/en13133392
- Jiang J, Wang J, Zhang X, Wolcott M (2017) Characterization of micronized wood and energy-size relationship in wood communition. Fuel Process Technol 161:76–84. https://doi.org/10.1016/j.fuproc. 2017.03.015
- Jin W, Stickel JJ, Xia Y, Klinger J (2020) A Review of computational models for the flow of milled biomass Part II: continuum-mechanics models. ACS Sustain Chem Eng 8:6157–6172. https://doi.org/ 10.1021/acssuschemeng.0c00412
- Jung H, Lee YJ, Yoon WB (2018) Effect of moisture content on the grinding process and powder properties in food: a review. Processes 6:6–10. https://doi.org/10.3390/pr6060069
- Kratky L, Jirout T (2020) Modelling of particle size characteristics and specific energy demand for mechanical size reduction of wheat straw by knife mill. Biosyst Eng 197:32–44. https://doi.org/10. 1016/j.biosystemseng.2020.06.005

- Kuptz D, Hartmann H (2014) Throughput rate and energy consumption during wood chip production in relation to raw material, chipper type and machine settings. In: Proceedings of the 22nd European biomass conference and exhibition 483–488. https://doi.org/10.5071/22ndEUBCE2014-2CO.1.5
- Littlefield B, Fasina OO, Shaw J et al (2011) Physical and flow properties of pecan shells-Particle size and moisture effects. Powder Technol 212:173–180. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2011.05.011
- Mani S, Tabil LG, Sokhansanj S (2003) An overview of compaction of biomass grinds. Powder Handl Process 15:160–168
- Mani S, Tabil LG, Sokhansanj S (2004) Grinding performance and physical properties of wheat and barley straws, corn stover and switchgrass. Biomass Bioenerg 27:339–352. https://doi.org/10.1016/j. biombioe.2004.03.007
- Mattsson JE, Kofman PD (2003) Influence of particle size and moisture content on tendency to bridge in biofuels made from willow shoots. Biomass Bioenerg 24:429–435. https://doi.org/10.1016/S0961-9534(02)00178-2
- Mayer-Laigle C, Blanc N, Rajaonarivony RK, Rouau X (2018) Comminution of dry lignocellulosic biomass, a review: part I. From fundamental mechanisms to milling behaviour. Bioengineering 5:41. https://doi.org/10.3390/bioengineering5020041
- Miao Z, Grift TE, Hansen AC, Ting KC (2011) Energy requirement for comminution of biomass in relation to particle physical properties. Ind Crops Prod 33:504–513. https://doi.org/10.1016/j.indcrop. 2010.12.016
- Miccio F, Silvestri N, Barletta D, Poletto M (2011) Characterization of woody biomass flowability. Chem Eng Trans 24:643–648. https://doi.org/10.3303/CET1124108
- Miller G (1994) The magical number seven, plus or minus two: some limits on our capacity for processing information. Psychol Rev 101:343–352
- Miu PI, Womac AR, Igathinathane C, Shahab S (2006) Analysis of Biomass Comminution and Separation Processes in Rotary Equipment - A Review. ASABE paper no. 066169. ASABE, St. Joseph, Michigan
- Moiceanu G, Paraschiv G, Voicu G et al (2019) Energy consumption at size reduction of lignocellulose biomass for bioenergy. Sustain 11:1–12. https://doi.org/10.3390/su11092477
- Mugabi R, Byaruhanga YB, Eskridge KM, Weller CL (2019) Performance evaluation of a hammer mill during grinding of maize grains. Agric Eng Int CIGR J 21:170–179
- Naimi LJ, Collard F, Bi X et al (2016) Development of size reduction equations for calculating power input for grinding pine wood chips using hammer mill. Biomass Convers Biorefinery 6:397–405. https://doi.org/10.1007/s13399-015-0195-1
- Oyedeji O, Gitman P, Qu J, Webb E (2020) Understanding the impact of lignocellulosic biomass variability on the size reduction process: a review. ACS Sustain Chem Eng 8:2327–2343. https://doi. org/10.1021/acssuschemeng.9b06698
- PN-EN 50160 (2014) Voltage characteristics in public distribution systems. Standard 1-38
- Paulrud S, Mattsson JE, Nilsson C (2002) Particle and handling characteristics of wood fuel powder: effects of different mills. Fuel Process Technol 76:23–39. https://doi.org/10.1016/S0378-3820(02)00008-5
- Piątek M, Lisowski A, Kasprzycka A, Lisowska B (2016) The dynamics of an anaerobic digestion of crop substrates with an unfavourable carbon to nitrogen ratio. Bioresour Technol 216:607–612. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.05.122
- Pradhan P, Mahajani SM, Arora A (2018) Production and utilization of fuel pellets from biomass: a review. Fuel Process Technol 181:215–232. https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2018.09.021
- Rasteiro MG, Lemos CC, Vasquez A (2008) Nanoparticle characterization by PCS: the analysis of bimodal distributions. Part Sci Technol 26:413–437. https://doi.org/10.1080/027263508023673 99
- Rezaei H, Lim CJ, Lau A, Sokhansanj S (2016) Size, shape and flow characterization of ground wood chip and ground wood pellet particles. Powder Technol 301:737–746. https://doi.org/10.1016/j. powtec.2016.07.016
- Rosin P, Rammler E (1933) The laws governing the fineness of powdered coal. J Inst Fuel 7:29–36 (Discussion 109–122)
- Salehi H, Barletta D, Poletto M (2017) A comparison between powder flow property testers. Particuology 32:10–20. https://doi.org/10.1016/j.partic.2016.08.003
- Stasiak M, Molenda M, Bańda M et al (2019) Mechanical characteristics of pine biomass of different sizes and shapes. Eur J Wood Prod 77:593–603. https://doi.org/10.1007/s00107-019-01415-w

- Stasiak M, Molenda M, Bańda M et al (2020) Friction and shear properties of pine biomass and pellets. Mater (basel) 13:3567. https://doi.org/10.3390/MA13163567
- Stasiak M, Molenda M, Bańda M, Gondek E (2015) Mechanical properties of sawdust and woodchips. Fuel 159:900–908. https://doi.org/10.1016/j.fuel.2015.07.044
- Stasiak M, Molenda M, Gancarz M et al (2018) Characterization of shear behaviour in consolidated granular biomass. Powder Technol 327:120–127. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.12.037
- Su D, Yu M (2019) Study of corn stover particle size distribution characteristics for knife mill and hammer mill. IOP Conf Ser Earth Environ Sci 358:052060. https://doi.org/10.1088/1755-1315/358/5/ 052060
- Tomasetta I, Barletta D, Poletto M (2014) Correlation of powder flow properties to interparticle interactions at ambient and high temperatures. Particuology 12:90–99. https://doi.org/10.1016/j.partic. 2013.02.002
- Velázquez-Martí B, Meneses-Quelal WO, Gaibor-Chavez J, Niño-Ruiz Z (2018) Review of mathematical models for the anaerobic digestion process. Anaerob Dig. https://doi.org/10.5772/intechopen.80815
- Warguła Ł, Kukla M, Wieczorek B, Krawiec P (2022) Energy consumption of the wood size reduction processes with employment of a low-power machines with various cutting mechanisms. Renew Energy 181:630–639. https://doi.org/10.1016/j.renene.2021.09.039
- Weibull W (1951) A statistical distribution function of wide applicability. J Appl Mech Trans 18:293-297
- Weipeng W, Jianli L, Bingzi Z et al (2015) Critical evaluation of particle size distribution models using soil data obtained with a laser diffraction method. PLoS ONE 10:1–18. https://doi.org/10.1371/ journal.pone.0125048
- Wilen C, Rautalin A (1995) Safety-technical characteristics of biomass, coal and straw. Final Rep Bioenergia Res Program No 305:123
- Xu G, Lu P, Li M et al (2018) Investigation on characterization of powder flowability using different testing methods. Exp Therm Fluid Sci 92:390–401. https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2017.11. 008
- Yang X, Lee J, Barker DE et al (2012) Comparison of six particle size distribution models on the goodness-of-fit to particulate matter sampled from animal buildings. J Air Waste Manag Assoc 62:725– 735. https://doi.org/10.1080/10962247.2012.671148
- Yu M, Womac AV, Pordesimo LO (2003) Review of biomass size reduction technology. ASAE Pap. https://doi.org/10.13031/2013.15454

Publisher's Note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Warszawa, dn. 20.01.2025

Mgr inż. Paweł Tryjarski 92031209499 Wąwozowa 1/24 02-796 Warszawa pawel tryjarski@sggw.edu.pl

> Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron, Paweł Obstawski. 2023. Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties. Wood Science and Technology 57(3): 625–49, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na opracowaniu metod badawczych, przygotowaniu materiałów, przeprowadzeniu badań i przygotowaniu artykułu, co stanowi 80% całej pracy.

Porwet Trygarshi Podpis

Warszawa, dn. 20.01.2025

Prof. dr. hab. inż. Aleksander Lisowski 55111903375 Aleja Komisji Edukacji Narodowej 53 m. 62 02-797 Warszawa

 $aleks and er_lisowski@sggw.edu.pl$

Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron, Paweł Obstawski. 2023. Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties. *Wood Science and Technology* 57(3): 625–49, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na nadzorze, recenzji oraz edycji pracy, co stanowi 10% całej pracy.

Helisondor L'sors hi

Podpis

Warszawa, dn. 20.01.2025

Dr. inż. Jakub Gawron 693639676 Niklowa 18/2 05-120, Legionowo jakub gawron@sggw.edu.pl

> Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron, Paweł Obstawski. 2023. Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties. Wood Science and Technology 57(3): 625–49, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na pomocniczym nadzorze, recenzji oraz edycji pracy, co stanowi 5% całej pracy.

Podpis Jakob yo

Dr. hab. inż. Paweł Obstawski, prof. SGGW 507056604 Poprzeczna 8 05-090 Raszyn pawel_obstawski@sggw.edu.pl

> Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron, Paweł Obstawski. 2023. Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties. *Wood Science and Technology* 57(3): 625–49, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na zaprogramowaniu urządzeń technicznych i akwizycji danych pomiarowych, co stanowi 5% całej pracy.

Podpis

Geve Obstack.

ORIGINAL ARTICLE



Pressure agglomeration of raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings: assessment of the compaction process and agglomerate strength

Paweł Tryjarski¹ · Aleksander Lisowski¹ · Jakub Gawron²

Received: 29 June 2023 / Accepted: 5 January 2024

© The Author(s), under exclusive licence to Springer-Verlag GmbH Germany, part of Springer Nature 2024

Abstract

The aim of the study was to investigate the densification characteristics of raw, milled, and cut-milled pine and poplar shavings and determine the strength parameters of pellets, pastilles, and granules. In producing agglomerates from hard pine shavings compared to plastic poplar shavings, 19% more specific compaction work was required with over 2-times more specific work to push the agglomerate out of the die opening. Pine agglomerates exhibited lower linear expansion than poplar agglomerates, achieving a higher single density. Due to the elevated content of thermoplastic lignin in the wood (30.7 and 18.4%, respectively), pine agglomerates demonstrated superior radial compression strength parameters, including specific deformation energy, maximum tensile stresses at which agglomerates cracked, and the highest modulus of elasticity. Agglomerates made of cut-milled shavings had the highest single density, but their tensile strength was significantly lower than that of agglomerates made from raw shavings. The susceptibility to densification of the shavings during sequentially repeated densification of small doses during pellet production was the highest, resulting in pellets characterised by the smallest linear and radial expansion, as well as the highest single density of 1081 kg·m⁻³ and tensile strength among agglomerates. The smallest single density and strength were observed in granules produced with parameters recommended for particleboard production: a temperature of 170 °C and an agglomeration pressure of 12 MPa, compared to 93 °C and 70 MPa for pellets and pastilles, respectively. The higher temperature did not compensate for the much lower pressure. Shavings compaction parameters for granules are not recommended for particleboard production without a binder, typically urea–formaldehyde resin.

F

List of symbols

List of Symbols		L_{W}	Energy needed to evaporate water in
AC	Ash content in shavings (%)		standard conditions per 1% water from
d_1, d_2	Agglomerate diameters in two perpen-		wet shavings (kJ•kg ⁻¹)
	dicular directions (mm)	F, F_m	Compaction force; current and maxi-
d_a, d_m	The diameter of the agglomerate and the		mum, respectively (N)
	die opening, respectively (mm)	F_b, F_{be}, F_{bm}	Bending force; current, in the range of
E, E_b, E_p	Modulus of elasticity; general, in bend-		elastic load and maximum, respectively
1	ing and compression of the agglomerate,		(N)
	respectively (MPa)	FC	Fixed carbon content (%)
E_i, E_{ib}, E_{ip}	Specific energy; deformation, bending	F_p, F_{pe}, F_{pm}	Compressive force; current, in the range
5 5 51	and compression until the agglomerate		of elastic load and maximum, respec-
	cracks, respectively (mJ·mm ⁻²)		tively (N)
		h	Agglomerate height in the die chamber
			after its compaction (mm)

Η

Aleksander Lisowski aleksander_lisowski@sggw.edu.pl

¹ Department of Biosystems Engineering, Institute of Mechanical Engineering, Warsaw University of Life Sciences, Nowoursynowska 166, 02-787 Warsaw, Poland

² Department of Production Engineering, Institute of Mechanical Engineering, Warsaw University of Life Sciences, Nowoursynowska 166, 02-787 Warsaw, Poland Energy needed to evaporate water in

Hydrogen content (%)

HHV, LHV	Higher heating value and lower heating
·	value, respectively $(MJ \cdot kg^{-1})$
1	Moment of inertia of the cross-sectional area of the pellet (mm ⁴)
I_s	Degree of shavings compaction (-)
k _s	Coefficient of shavings susceptibility to
	compaction $(J \cdot m^3 \cdot kg^{-2})$
l_1, l_2	Agglomerate length in two perpendicu-
	lar directions (mm)
l_a, d_a	Length and diameter of the agglomerate
u u	after its expansion, respectively (mm)
l_b	Distance between the pellet support
-	points (mm)
l_c	Die height (mm)
Ľ _c	Total compaction work (J)
L_{s}, L_{v}	Specific work; compacting and pushing
5° V	the agglomerate out of the die opening,
	respectively $(kJ \cdot kg^{-1})$
m, m_a, m_d	Mass; sample, agglomerate and single
' u' u	material dose, respectively (g)
m_A, m_C, m_M, m_S	Mass; crucible with shavings after heat
A, C, M, 2	test, empty crucible, with shavings
	before heat test and solids after shavings
	annealing, respectively (g)
МС	Material moisture content (% w.b.)
$m_{\rm H2O}$	Mass of water produced in the com-
H2O	bustion process per unit of hydrogen
	$(kg \bullet kg^{-1})$
D. D., D.	Pressure: current compaction. maximum
1 / 1 m/ 1 u	compaction and maximum of pushing
	the agglomerate out of the die opening,
	respectively (MPa)
p_1, p_2	Pressure; in the measuring and reference
1 1/1 2	cells, respectively (MPa)
R_{l}, R_{d}	Agglomerate expansion rates relative to
i' u	its length and diameter, respectively (%)
S_{h}, S_{n}	Cross section of the agglomerate during
b' p	bending and compression, respectively
	(m ²)
S.,, S.,	Piston displacement; to the maximum
m [,] u	compaction pressure and to push the
	agglomerate out of the die opening,
	respectively (mm)
t	Die temperature (°C)
V_C, V_A	Volume; measuring and reference cells,
C' A	respectively (mm ³)
VM	Volatile matter content in the shavings
	(%)
x	Piston displacement during shavings
	compaction (mm)
у	Outer fibres distance from the pellet
-	neutral axis (mm)

ε	Relative punch displacement in the
	range of elastic load (–)
Δl	Punch stroke until the agglomerate
	cracks under the load (mm)
ρ_a, ρ_b, ρ_s	Density; single agglomerate, shavings
	volume and wood substance shavings
	(specific density), respectively $(kg \cdot m^{-3})$
$\sigma, \sigma_h, \sigma_n$	Maximum strength; general, bending
U P	and tensile, respectively (MPa)
List of symbols	
AF	Agglomerate form; (pellet (P), granule
	(G), pastille (T))
TL	Type of load; (axial compression, AC,
	radial compression, RC, bending, B)
TW	Species of wood; (pine, PI, poplar, PO)
WS	Shavings condition; (raw, R, milled, M,
	cut-milled, CM)

1 Introduction

Comminuted wood biomass is characterised by a low bulk density of 150–200 kg·m⁻³, and can be significantly increased during the pelleting process, resulting in fuel with higher energy density (Tumuluru et al. 2011b). This enhancement makes unit operations of transport, loading and storage more effective and economically viable (Pradhan et al. 2018). During combustion, pelleted biomass generates fewer particulate emissions compared to its original form or other traditional biomass fuels (Demirbas 2004). Chemical parameters undergo slight changes during pelleting, primarily dependent on the raw material, while physical parameters fundamentally hinge on the process. Consequently, the pelleting process should be optimised for each material concerning criteria such as maximum durability, strength and energy density of pellets, or minimum energy consumption during the compaction process (Monedero et al. 2015).

Numerous studies have explored pelleting using different wood species (Lestander et al. 2012), including bark (Filbakk et al. 2011), logging residues and wood processing residues in the form of shavings or sawdust (Serrano et al. 2011; Mediavilla et al. 2012). Pine, a widely available source of biomass, is one of the most popular wood species. Poplar, cultivated in short rotation, boasts advantages such as high yield, 15–75 t DM·ha⁻¹ (DM—dry matter) and low fertilisation requirements, although it demands a substantial amount of water (Monedero et al. 2015). Pine and poplar biomass in the form of chips, shavings, sawdust, or processed into pellets or briquettes, is widely used as a renewable energy source (Stasiak et al. 2020). Shavings from this wood biomass are also used in the production of furniture boards. The mechanical properties of particleboard predominantly depend on the size and shape of the particles and blending particles of different sizes is considered advantageous for increasing particleboard strength (Bergström et al. 2008). It is generally accepted that pelleting biomass with small particles, featuring a high specific surface area, numbers of contact points between particles, high bulk density and good flow properties, enhances the density and durability of pellets (Serrano et al. 2011). A large surface-to-volume ratio of a small particle allows better penetration of moisture and heat, consequently improving the strength properties of the pellet. Observations during the production of poplar wood pellets indicated increased pellet density, reduced expansion and enhanced tensile strength when the particle size was reduced from 3.2 mm to 0.8 mm (Shaw et al. 2009). When considering particle size reduction, it is essential to account for the energy consumption of milling. Milling is energy intensive and excessive comminution increases dust production, leading handling issues in the pelleting process and reducing pellet abrasion resistance (Obernberger and Thek 2004). Therefore, using coarsely milled materials for pellets, although less prone to die blockage, may result in lower packing density than smaller particles (Holm et al. 2006).

The fundamental properties of pellets, including moisture, bulk and single pellet density, tensile strength and durability (mechanical resistance to external loads), depend on both the raw material composition and the variables involved in the pelleting process (Kaliyan and Morey 2010). The quality of the densified pellet is crucial, relying on the physicomechanical and chemical properties of the raw biomass and the technical densification conditions (Mediavilla et al. 2012). The origin of the raw material also affects the pelleting efficiency, with beech sawdust proving more challenging to pelletise than pine sawdust due to structural differences between hardwood and softwood (Arshadi et al. 2008).

There are no studies on the susceptibility to densification of single doses of thick wood shavings for the production of single-layer particleboards under specific technological conditions. Additionally, there are no results from research on the pelleting process of raw wood shavings and those after milling and cutting-milling. The research problem addresses the question: is it possible to produce pellets from raw shavings with a geometric mean particle size of 6-10 mm, without comminution into fine shavings? When pelleting Scots pine sawdust, it was found that the particle size distribution had no effect on the single and bulk density of the pellets but did affect the strength of the pellets. It was suggested that there is no need for milling the sawdust below 8 mm when producing pellets with a diameter of 8 mm (Bergström et al. 2008). Similarly, when pelleting barley straw milled with sieves with a mesh size of 4 mm or 7 mm (Serrano et al. 2011), and maize straw, sorghum stalks and wheat straw with a particle size of 6.5 mm vs. 3.2 mm (Theerarattananoon et al. 2011), no significant effect on pellet strength was observed, although the density of the pellets made of smaller particles increased. From the above discussion, it can be concluded that reducing the particle size below a certain limit has a negligible effect on the pellet's quality. Nevertheless, particle size has a major impact on the process parameters such as energy consumption, throughput and reliable manufacturing (Pradhan et al. 2018).

In pelletising technology, one of the limitations is the maximum requirement for mill power and the related specific energy needed for pelleting (Nielsen et al. 2010). Produced pellets should be characterised by high mechanical durability or resistance to external loads that appear during the transport or handling of pellets. The pellet's strength can be closely related to the particle size and the bonding surface between the particles, which develops as a result of pressure and temperature in the die channel under the piston pressure. Production of pellets from pine wood, which is harder than poplar wood, can result in pellets with greater strength but requires higher compaction pressure (Nielsen et al. 2009a). The fundamental difference between softwoods and hardwoods and between wood species in general, is the type, quantity and composition of the extractives, including resin acids, fatty acids, fatty alcohols, sterol esters, waxes and phenols (Orozco et al. 2021). Increasing the content of long-chain fatty compounds, resin acids and sterols reduces the material friction coefficient (Nielsen et al. 2010) and the wood strength (Svensson et al. 2006). Meanwhile, removal of eastern white pine and yellow-poplar sawdust extracts significantly increased pellet strength and energy requirements (Nielsen et al. 2010). As a result of friction during pelleting at a high pressure of 300 MPa and a generated temperature of up to 120 °C, lignocellulosic compounds decrystallise, bonding conditions between particles improve and high densities of individual pellets of 1200–1300 kg·m⁻³ are achieved (Nielsen et al. 2010).

Wood is an anisotropic material because its mechanical properties are strongly related to the orientation of the fibres. Crystalline cellulose microfibres are characterised by high compressive and tensile strength. Therefore, the strength of pellets depends on the angle of fibres orientation in relation to the load, influencing the shape and dimensions of the particles (Nielsen et al. 2009b). For the perpendicular orientation of the fibres relative to the press channel, a model based on Poisson's ratios and coefficients of friction, describing the pressure required to compact wood of different species was developed (Holm et al. 2006, 2007). However, this assumption cannot be made for wood shavings that are cut or milled in different directions of fibres orientation. Furthermore, the arrangement of the shaving particles in the die is unknown.

Improving the density and strength of pellets comes at the expense of higher energy consumption during shaving compaction. The increase in densification energy expenditure is due to greater friction and cohesive forces between adjacent particles and between particles and the die wall (Yeom et al. 2019). The heat from the die through convection, radiation and diffusion, is accumulated by the shavings, resulting in an increase in the viscosity of the polysaccharides. Increased viscosity promotes frictional interaction and at the same time, more viscous shavings require increased pressure for compaction.

The characteristics of pellets, regarding mechanical durability, compressive or bending strength, depend on the type of biomass, moisture, particle size and shape distribution, pretreatment, applied adhesive additives, storage of raw biomass, method and parameters of pelletisation, method of cooling and storage. The single pellet's density and the lignin content may affect the mechanical durability of the pellets. Pellet density vs. durability or tensile strength of the pellet is true only for the same type of biomass because the pellet density is also determined by the specific biomass density. On the other hand, lignin largely affects the viscoelastic properties of wood and, therefore, may influence the pellets' durability. The lignin part of the cell wall undergoes a glass transition at about 60 °C, depending on the moisture and type of biomass. Therefore, the material is likely to change properties during pelleting and interact more effectively between cells (Holm et al. 2006).

The aim of this study was to investigate the process of pressure agglomeration in dies with closed chambers of different diameters (6, 8, and 10 mm) and to compare the quality and strength of agglomerate made from raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings, considering their physicochemical characteristics. The agglomerates, included pellets, pastilles and granules. Pellets and pastilles were produced at a densification pressure of 70 MPa and a die temperature of 93 °C, while granules were produced at 12 MPa and 170 °C, respectively. It was assumed that the pellets should be approximately 20 mm long for testing in three-point bending. The pastilles had a length equivalent to the diameter of the die channel and their small height facilitated axial compression, without the risk of buckling. Granules were formed with parameters used in particleboard production, targeting thickness of 16 mm, to assess the possibility of shavings densification at a low pressure of 12 MPa compensated by a high temperature of 170 °C. All agglomerates underwent testing for radial compression strength. The assessment of the agglomeration process was conducted based on specific compaction work L_s , the degree of compaction I_s and the coefficient of shavings susceptibility to compaction k_s . The process of pushing the agglomerates out of the die was characterised by the specific work of pushing L_{ν} , the maximum pressure p_{u} , and the piston stroke needed to push the agglomerate out of the die s_{μ} . The produced agglomerates were analysed for linear expansion R_{l} , diametrical expansion R_{d} , and single density ρ_{a} . The strength of agglomerates under external loads was assessed using specific deformation energy E_j , maximum stress σ , and modulus of elasticity E.

The novelty of this study lies in determining the densification characteristics of the pine and poplar shavings and the pushing out characteristics of various agglomerates (pellets, pastilles, granules), formed from raw, milled and cut-milled shavings from the die opening. The analysis considered the expansion and density of agglomerates and their strength under the influence of external loads in relation to the physicochemical properties of shavings. The study aimed to explore the potential use of pellets and pastilles as a solid fuel and granules were examined for the possibility of forming an agglomerate with a target height of 16 mm, equivalent to a particleboard produced at a pressure of 12 MPa and a temperature of 170 °C.

2 Materials and methods

2.1 Materials

The following shavings conditions, including raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings with an average moisture content of 7.2% (relative to the wet basis, w.b.), were utilised in the research (Table 1). The wood from which the shavings were produced was debarked. The geometric mean particle sizes of pine shavings were 6.21, 0.60, and 0.51 mm, while those of poplar shavings were 5.94, 0.62 and 0.45 mm (Table 1), respectively, corresponding to the shavings conditions (Tryjarski et al. 2023). The shavings' moisture content was measured using a moisture analyser (MA50/1, Radwag, Radom, Poland), with a 2 g sample weighed with an accuracy of 0.1 mg. Shavings from both wood species reached equilibrium moisture content, falling within the narrow range of 6.90-8.19% w.b., and did not differ statistically significant between wood species and shavings forms (Table 1). Given that water serves as a binder and lubricant, maintaining biomass moisture content between 8-20% is recommended (Kaliyan and Vance Morey 2009). Therefore, a higher moisture content in the poplar shavings might contribute to creating more attractive forces that bind the wood particles together. On the other hand, to produce high-quality wood pellets, the wood particles' moisture content should be kept between 8-12%, as deviating from range could result in poorer pellets quality (Obernberger and Thek 2004).

2.2 Determination of biomass chemical composition

The milled shavings were sieved to extract an analytical fraction of 0.5-1.0 mm. These fractions were oven-dried

Table 1	Wood shavings and	technical	parameters	of the	pressure aggl	omeration
---------	-------------------	-----------	------------	--------	---------------	-----------

Parameter	Raw shavings		Milled shaving	<u>s</u>	Cut-milled sha	vings
	Pine	Poplar	Pine	Poplar	Pine	Poplar
Moisture content MC, %	$7.15^{a^*} \pm 0.24$	$8.19^{a} \pm 0.15$	$6.90^{a} \pm 0.12$	$7.02^{a} \pm 0.04$	$6.90^{a} \pm 0.12$	$7.02^{a} \pm 0.04$
Particle size x_q , mm	$6.21^{\circ} \pm 0.18$	$5.94^{b} \pm 0.16$	$0.60^{a} \pm 0.03$	$0.62^{a} \pm 0.01$	$0.51^{a} \pm 0.01$	$0.45^{a} \pm 0.01$
Bulk density ρ_s , kg·m ⁻³	$116^{a} \pm 4$	$120^{a} \pm 1$	$200^{\circ} \pm 2$	$155^{b} \pm 4$	$229^d \pm 1$	$213^{\circ} \pm 1$
External friction coefficient μ	$0.42^{a} \pm 0.16$	$0.44^{a} \pm 0.10$				
Wood substance density ρ_s , kg·m ⁻³	$1447^{a}\pm 2$	$1444^{a} \pm 2$				
Lignin <i>LI</i> , %	$30.7^{b} \pm 0.2$	$18.4^{a} \pm 0.9$				
Cellulose CE, %	$50.8^{a} \pm 0.7$	$52.4^{b} \pm 0.1$				
Hemicelluloses HE, %	$23.6^{a} \pm 0.9$	$30.1^{b} \pm 0.3$				
Extractives, %	$2.70^{a} \pm 0.14$	$2.29^{a} \pm 0.48$				
Hydrogen content H, %	$6,41^{a} \pm 0.12$	$6,31^{a} \pm 0.11$				
Ash AC, %	$0.57^{b} \pm 0.05$	$0.37^{a} \pm 0.06$				
Volatile matter VM, %	$77.3^{a} \pm 0.1$	$81.1^{b} \pm 0.2$				
Fixed carbon FC, %	$16.0^{b} \pm 0.3$	$12.4^{a} \pm 0.4$				
Higher heating value <i>HHV</i> , MJ·kg ⁻¹	$18.6^{b} \pm 0.1$	$17.2^{a} \pm 0.3$				
Lower heating value LHV, MJ·kg ⁻¹	$15.7^{b} \pm 0.1$	$14.2^{a} \pm 0.2$				
Granules for radial compression; die ter	mperature: $t = 170$	°C, compaction pr	ressure: $p = 12$ MP	a		
	Shavings dosag	ge, <i>m_s</i> , g				
For die opening, $d_m = 6 \text{ mm}$	0.35	-	0.4		0.5	
For die opening, $d_m = 8 \text{ mm}$	0.6		0.7		0.8	
For die opening, $d_m = 10 \text{ mm}$	1.0		1.1		1.1	
Pellets for radial compression and ber	nding; die tempera	ture: $t = 93$ °C, con	npaction pressure:	p = 70 MPa		
	Shavings dosag	ge, <i>m_s</i> , g				
For die opening, $d_m = 6 \text{ mm}$	0.1	-				
For die opening, $d_m = 8 \text{ mm}$	0.2					
For die opening, $d_m = 10 \text{ mm}$	0.3					
Pastilles for axial and radial compress	ion; die temperatu	tre: $t = 93$ °C, comp	paction pressure: p	p = 70 MPa		
	Shavings dosag	ge, <i>m_s</i> , g				
For die opening, $d_m = 6 \text{ mm}$	0.2	~ -				
For die opening, $d_m = 8 \text{ mm}$	0.3					
For die opening, $d_m = 10 \text{ mm}$	0.5					

*Values in each row with the same letter are statistically insignificant at p < 0.05

at 103 °C until mass equilibrium was reached. For these fractions, structural carbohydrates and acid-insoluble lignin were determined, while hemicelluloses were calculated according to the standard procedures of biomass analysis of the National Renewable Energy Laboratory (NREL 2008; Rabemanolontsoa et al. 2011). The lignin content in pine shavings was statistically significantly higher than in poplar shavings and amounted to 30.7% and 18.4%, respectively. These results suggest that due to the lower content of lignin in poplar (18.4%) compared to pine (30.7%), the increase in pressure agglomeration temperature may have a smaller impact on the durability of poplar agglomerate than in the case of pine agglomerate. The content of holocellulose was higher in poplar shavings than in pine shavings and amounted to 52.4% and 50.8% for cellulose, respectively, and 30.1% and 23.6% for hemicellulose, respectively (Table 1). Pine sawdust contains 27.4% lignin, 49.1% cellulose and 13.3% hemicelluloses (Kamstra et al. 1980). Cellulose and hemicelluloses contents were inversely correlated to lignin, with Pearson correlation coefficients of - 0.891 and - 0.987, respectively. Cellulose and hemicellulose (xylan) contain around 40-43% carbon and are mainly composed of carbohydrates (CH₂O)_n, while lignin has a higher average carbon content of 50-53% by weight (Pasangulapati et al. 2012). The content of extractives did not differ statistically significantly between wood species and for poplar and pine shavings, it was 2.29% and 2.70%, respectively. Extractives include low molecular weight organic compounds like fatty acids, waxes, terpenes and tannins (Ahn et al. 2014). These compounds improve the lubricity of the material particles in the die channels, but this phenomenon reduces the durability of the agglomerates (Stelte et al. 2011a). Lignin, hemicelluloses and cellulose form unique and complex structures in wood. Softwood species include 33-42% cellulose, 22-40% hemicelluloses, 27-32% lignin, and 2-3.5% extractives (Nhuchhen et al. 2014). Hardwood species contain 38–51% cellulose, 17–38% hemicelluloses, 21–31% lignin, and 3% extractives (Menon and Rao 2012). In the summary of the research results of several authors, it was found that various poplar clones contain: 78.4-80.3% holocellulose, 42.7-51.0% cellulose, 21.2-31.7% hemicelluloses, 15.9-19.9% pentosans, 17.6-20.9% lignin, 3.3-3.8% extractives and 0.4% ash (Fengel and Wegener 2003). The elemental composition of poplar wood in dry matter is C 49.6%, H 6.31%, N 0.08% and S 0.09%. The lignin content reported in the literature for each biomass varies because different methods were used (Serrano et al. 2011). It should be noted that poplar wood is a type of hardwood and its main hemicellulose component is xylan (Dong et al. 2012), consisting linearly of β -1,4-xylopyranosyl units (Severian 2008). Hardwood lignin monomers are both guaiacol and syringol, while softwood lignin is mainly guaiacol (Liu et al. 2008). In general, softwood lignin shows better thermal stability than hardwood lignin (Chen et al. 2019).

2.3 Wood substance density

The wood substance density (specific density) was determined for the smallest dimensions of cut-milled shavings to reduce the measurement error. Wood substance density was measured by a gas Stereopycnometer (Quantachrome Instruments, Boynton Beach, FL, USA). The shavings sample was placed in a measuring cell with a capacity of $V_C = 100 \text{ cm}^3$. In this state, the helium gas pressure p_1 was recorded in the measuring cell. Subsequently, a valve was opened, directing gas to a reference cell with a volume of V_A , and its pressure p_2 was measured (Gilvari et al. 2019). Wood substance density was calculated using Eq. 1.

$$\rho_s = \frac{10^6 m}{V_C - V_A / \left(\frac{p_1}{p_2} - 1\right)} \tag{1}$$

where ρ_s is the wood substance density, kg·m⁻³; *m* is the cut-milled shavings sample mass, g; V_C is the volume of the measuring cell, mm³; V_A is the volume of the reference cell, mm³; p_1 is the pressure in the measuring cell, MPa; and p_2 is the pressure in the reference cell, MPa.

The wood substance density in relation to dry matter did not differ statistically significantly between wood species and amounted to 1447 kg·m⁻³ and 1444 kg·m⁻³ for pine and poplar shavings, respectively (Table 1). The density ρ_s depends on various factors, such as tree species, region, growing conditions and tree age (Jakubowski and Dobroczyński 2021). The density ρ_s for various pine species' wood is 1524–1529 kg·m⁻³, and for yellow poplar (*Liriodendron tulipifera*), it is 1510 kg·m⁻³ (Kellogg and Wangaard 1969). However, prevailing information suggests that the specific density of the cell wall is practically constant and amounts to 1500 kg·m⁻³ (Holmberg and Sandberg 1997).

2.4 Higher heating value, lower heating value, ash, volatile matter, and fixed carbon

A 1 g shavings sample was weighed on an analytical balance (WPA 40/160/C/1, Radwag, Radom, Poland) with an accuracy of 0.01 mg. Using a calorimeter (KL-10, Precyzja-BIT, Poland), the Higher Heating Value *HHV* of the shavings was determined, followed by the calculation of the Lower Heating Value *LHV* using Eq. 2 (Alakangas 2016).

$$LHV = HHV \frac{100 - MC}{100} - E_w (MC + Hm_{H_2O})$$
(2)

where *LHV* is the lower heating value, J·kg⁻¹; *HHV* is the higher heating value, J·kg⁻¹; *MC* is the shavings moisture, %; E_w is the energy needed to evaporate water under standard conditions for 1% water from wet shavings, kJ•kg⁻¹ for 1% (weight), $E_w = 24.43 \text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ for 1% (weight); H is the hydrogen content, %; m_{H2O} is the mass of water produced in the combustion process per unit of hydrogen (8.94 kg•kg⁻¹); hydrogen content in biomass was determined following PN-EN 15407:2011.

The *HHV* and *LHV* of pine shavings were statistically higher than for poplar shavings and amounted to 18.6 MJ•kg⁻¹ and 17.2 MJ•kg⁻¹, and 15.7 MJ•kg⁻¹ and 14.2 MJ•kg, respectively (Table 1). The *LHV* of the material is linearly related to the lignin content (the *LHV* of lignin is 23–27 MJ•kg⁻¹), while cellulose and hemicellulose (19 MJ•kg⁻¹) are less important for the overall *LHV* (Demirbas 2004).

The ash content was determined by burning a dry shavings sample in an open crucible in a laboratory muffle furnace (FCF 5SM, Czylok, Jastrzębie-Zdrój, Poland) at a temperature of 550 °C for 2 h following PN-EN ISO 18122:2016–01 standard. Volatile content in the shavings was determined according to PN-EN ISO 18123:2016–01 standard. A dry shavings sample was placed in a closed crucible and annealed at 900 °C for 7 min in a laboratory muffle furnace. The *HHV*, ash and volatile matter content were measured five times for each type of shavings. Ash content *AC* was determined from Eq. 3, and volatile matter *VM* from Eq. 4, both included in the above-mentioned standards (Dyjakon and Noszczyk 2020).

$$AC = \frac{m_A - m_C}{m_M - m_C} 100$$
(3)

Fig. 1 Diagrams illustrating the formation of pellet (P), pastille (T), and granule (G) in the context of compaction charts for cut-milled pine shavings and pushing the agglomerates out through 8 mm diameter die orifices under piston pressure vs. piston displacement (pellets, P-u; pastilles, T-u; granules, G-u); P1-P7—graphs representing doses during pellet formation



$$VM = \frac{1 - (m_S - m_C)}{m_M} 100$$
 (4)

where AC is the ash content of the shavings, % (dry basis); m_A is the crucible mass with shavings after the thermal test, g; m_C is the empty crucible mass, g; m_M is the crucible mass with shavings before the thermal test, g; VM is the volatiles matter content in shavings, % (dry basis); m_S is the crucible mass with the solid fraction after shavings annealing, g.

The AC was statistically significantly lower in poplar shavings than in pine shavings amounting to 0.37% and 0.57%, respectively, while VM was 77.3% in pine and 81.1% in poplar.

The fixed carbon content *FC* of the dry shavings sample was calculated from *AC* and *VM* using Eq. 5 (Dyjakon and Noszczyk 2020).

$$FC = 100 - AC - VM \tag{5}$$

where FC is the fixed carbon content, % (dry basis).

The *FC* was statistically significantly higher for pine wood than for poplar wood, amounting to 16.0% and 12.4%, respectively (Table 1). A higher proportion of *FC* in pine shavings had a significant effect on the *HHV* (correlation coefficient was 0.814), and the content of *VM* and *AC* did not statistically affect *HHV*. This conclusion is supported by the linear relationships of *HHV* to *FC* and *VM*, where the impact of *FC* is twice as large as that of *VM* (Dueck et al. 2017).

2.5 Pressure agglomeration of shavings

Shavings compaction tests were conducted using the TIRAtest universal testing machine with dies made of chromium steel with a closed chamber featuring an outer diameter of 30 mm and three inner diameters of 6, 8, and 10 mm, with a height of 200 mm. Each die was equipped with three heating elements totalling 1.3 kW in power, controlled by a 3710 ESM regulator. The die temperature during agglomeration was measured at the die opening with a diameter of 3 mm, positioned 15 mm from the base of the die using a J-type thermocouple. The hole for the thermocouple in the die was radially made, leaving a steel wall thickness of 1 mm to the compaction channel for technical and safety reasons.

Wood shavings pellets and pastilles were produced at a die temperature of 93 °C and a densification pressure of 70 MPa, determined based on preliminary trials, with the criterion of acceptable agglomerate durability. According to this criterion, a single shavings dose ranged from 0.1 to 0.3 g during pellet production, depending on the die diameter (Table 1). Additionally, wood shavings were tested for densification with the assumption that the target height of the agglomerate (granule) should be 16 mm, equivalent to a particleboard thickness produced at a densification pressure of 12 MPa and a temperature of 170 °C. For the assumed agglomerate height, a single shavings dose ranged from 0.35 to 1.1 g, depending on the die hole diameter (Table 1). Preliminary tests of shavings densification were conducted for this purpose and the shavings densification diagrams are presented in Fig. 1 alongside the densification charts for pellets, pastilles and granules.

It was assumed that the pellets would be subjected to a bending moment using the three-point method and their length should not be less than 20 mm. To create a single pellet, 7–8 doses of shavings were utilised. The pastilles were produced with the assumption that their height would be equal to the diameter of the agglomerate and therefore,

a single dose ranged from 0.2 to 0.5 g depending on the die diameter (Table 1). The material dose was weighed on an analytical balance (WPA 40/160/C/1, Radwag, Radom, Poland) with an accuracy of ± 0.1 mg.

The heating elements were activated half an hour before the measurement to standardise the die temperature. The pressure agglomeration process was controlled by the Matest program. The compaction speed was set at 100 mm·min⁻¹, and force–displacement coordinates were recorded in intervals of 0.03 mm. The maximum densification pressure was maintained by configuring the control system to the maximum densification force for a given die diameter, as per Eq. 6.

$$p_m = \frac{4F_m}{\pi d_m^2} \tag{6}$$

where p_m is the maximum compaction pressure, MPa; F_m is the maximum compaction force, N; d_m is the die opening diameter, mm.

2.6 Compaction parameters

The efficiency of shavings compaction was assessed using specific compaction work L_s (in J·kg⁻¹), dimensionless index of compaction degree I_s , coefficient of susceptibility to compaction k_s (in J·m³·kg⁻²) and single agglomerate density ρ_p .

The L_s of shavings was determined based on force–displacement data during pressure agglomeration, as depicted by the force–displacement curve of the piston (Fig. 1), following Eq. 7 (Matkowski et al. 2020).

$$L_{s} = \int_{0}^{s_{m}} F dx / \left[m_{d} (1 - MC/100) \right]$$
(7)

where L_s is the specific compaction work of shavings in the die, related to dry matter, $J \cdot kg^{-1}$; s_m is the piston displacement until the maximum compaction force is reached, mm; F is the compaction force, N; m_d is the material mass single dose, g; MC is the shavings moisture, related to wet basis, %; x is the piston displacement during shavings compaction, mm.

The expansion ratios of the agglomerate relative to its length R_l and diameter R_d were calculated using Eqs. 8 and 9, respectively (Kong et al. 2012).

$$R_l = \frac{l_a - h}{h} 100 \tag{8}$$

$$R_d = \frac{d_a - d_m}{d_m} 100\tag{9}$$

where R_l and R_d are the expansion ratios of the agglomerate relative to its length and diameter, respectively, %; *h* is the agglomerate height in the die chamber after its compaction, mm; d_m is the die opening diameter, mm; l_a and d_a are the length and diameter of the agglomerate after its expansion in 2 min, respectively, mm.

The degree of shavings density I_s was calculated from Eq. 10 (Lisowski et al. 2020).

$$I_s = \frac{\rho_a}{\rho_b} \tag{10}$$

The coefficient of shavings susceptibility to compaction k_s was calculated using Eq. 11 (Lisowski et al. 2020).

$$k_{s} = \frac{L_{c}}{m_{a}(1 - MC/100)(\rho_{a} - \rho_{b})}$$
(11)

where I_s the degree of shavings compaction, $-; k_s$ is the shavings compaction susceptibility coefficient, J·m³·kg⁻²; ρ_a is the single agglomerate density, kg·m⁻³; ρ_b is the initial shavings density in the die chamber (bulk density), kg·m⁻³; L_c is the compaction work, J; m_a is the agglomerate mass, g; *MC* is the shavings moisture content related to the wet basis, %.

The ρ_b was determined 2 min after their formation (by measuring the expansion). The agglomerate length, and in the agglomerate middle, the diameter in two perpendicular directions was measured using the MAUa-E2 4F electronic calliper (FK Vis, Warsaw, Poland) with an accuracy of ± 0.01 mm. The agglomerate was weighed on an electronic balance (WPS 600/C, Radwag) with an accuracy of 0.01 g. The single agglomerate density converted to the mass of dry matter was calculated using Eq. 12 (Matkowski et al. 2020).

$$\rho_a = \frac{10^6 32m_a (1 - MC/100)}{\pi (d_1 + d_2)^2 (l_1 + l_2)} \tag{12}$$

where ρ_a is the single agglomerate density related to dry matter, kg·m⁻³; m_a is the agglomerate mass, g; *MC* is the shavings moisture content, related to the wet basis, %; d_1 and d_2 are the agglomerate diameters in two perpendicular directions, mm; l_1 and l_2 are the agglomerate lengths in two perpendicular directions, mm.

2.7 Tensile and bending strength of agglomerates

Agglomerates are primarily subjected to compressive and bending loads. Each individual agglomerate underwent radial compression with a 20×50 mm punch at a speed of 5 mm·min⁻¹ until the piston displaced by half the diameter of the agglomerate. Additionally, pastilles were compressed in the axial direction, while 20 mm long pellets were bent with a punch situated midway between two supports spaced 15 mm apart. Measurements were conducted at least three times for each agglomerate formation combination. Using the trapezoidal method based on force–displacement data, specific compression energy E_{jp} , Eq. 13, bending energy E_{jb} , Eq. 14, modulus of elasticity in compression E_p , Eq. 15, modulus of elasticity in bending E_b , Eq. 16, maximum tensile strength σ_p , Eq. 17, and maximum bending strength σ_b , Eq. 18 were calculated until the agglomerate cracked (Gilvari et al. 2019).

$$E_{jp} = \frac{1000}{S_p} \int_0^{\Delta l} F_p dx \tag{13}$$

$$E_{jb} = \frac{1000}{S_b} \int_0^{\Delta l} F_b dx \tag{14}$$

$$E_p = \frac{F_{pe}}{S_p \varepsilon} \tag{15}$$

$$E_b = \frac{F_{be} l_b^3}{48Iy} \tag{16}$$

$$\sigma_p = \frac{2F_{pm}}{\pi d_a l_a} \tag{17}$$

$$\sigma_b = \frac{F_{bm} l_b y}{4I} \tag{18}$$

where E_{ip} and E_{ib} are the specific energies of compression and bending, respectively, until the agglomerate cracks, mJ·mm⁻²; S_p and S_b are cross-sections of the agglomerate during compression and bending, respectively: in radial compression $S_p = \pi d_a l_a/2$, in axial compression $S_p = \pi d_a^2/4$, and in bending $S_b = \pi d_a^2/4$, mm²; d_a is the agglomerate diameter before loading, mm; l_a is the agglomerate length, mm; ε is the relative punch displacement in the range of elastic load: for radial compression $\varepsilon = \Delta l/d$, and for axial compression $\varepsilon = \Delta l/l_a$; Δl is the punch stroke until the agglomerate cracks, mm; F_p and F_b are the current forces of compression and bending of the agglomerate, respectively, N; x is the punch displacement, mm; E_p and E_b are the modulus of elasticity in compression and bending, respectively, MPa; F_{pe} and F_{he} are the compressive and bending forces, in the elastic range of the agglomerate material, respectively, N; σ_p and σ_b are the maximum tensile and bending strength, respectively, during agglomerate fracture, MPa; F_{pm} and F_{bm} are the maximum compressive and bending forces, respectively, N; l_b is the distance between the pellet support points, m; I is the moment of inertia of the pellet cross-sectional area, $I = d_a^4/64$, mm⁴; y is the distance of the outer fibres from the neutral axis of the pellet, $y = d_a/2$, mm.

2.8 Statistical analysis

The data were analysed in terms of the influence of factors (wood species, shavings condition, agglomerate form, die hole diameter) on the pressure agglomeration process and agglomerate strength based on the multi-criteria analysis of variance MANOVA using the F (Fisher-Snedecor) test. Prior to the analysis of variance, the variables were checked for adherence to assumptions. The Kolmogorov-Smirnov (K-S) and Lilliefors (K-S-L) tests, as well as the Shapiro-Wilk (S-W) test, were conducted to assess the normality of distribution, while the Levene and Brown-Forsythe tests were employed to verify variance homogeneity. Based on the K-S test results, it can be inferred that the variable distribution aligns with a normal distribution. The outcomes of the Levene and Brown-Forsythe tests provide no basis for rejecting the hypothesis of variance homogeneity among the analysed factors. To determine the statistical significance of differences between mean parameter values, the Tukey test method was applied. All analyses were carried out at the assumed significance level of $p \le 0.05$ using Statistica v. 13.3.

3 Research results and discussion

3.1 Compaction parameters

The compaction pressure versus piston stroke shape (Fig. 1) was dependent on the single shavings dose (Table 1) and limiting pressure (70 MPa for pellets and pastilles, and 12 MPa for granules). Shavings heating temperature was a covariate; 93 °C when forming pellets and pastilles and 170 °C for granules. At the lowest dose for pellet production the maximum densification pressure of 70 MPa was achieved with the shortest piston stroke (about 11 mm; in the example diagram (Fig. 1) for pine shavings compacted in an 8 mm die). During pastille production, the shavings dose was on average 67% higher than for pellets, and the piston stroke extended to 13 mm. For granules versus pellets these values were 264% and 28 mm, respectively. Increasing the dose mass with the same die hole diameter resulted in a proportional increase in the shavings' height for compaction. At a small dose, the shavings particles were displaced with a relatively small stroke of the compacting piston. During pellet formation at a small shavings' height in the die opening, their elastic effect was much smaller than at a higher shavings' height during the pastille formation. After regrouping the shavings, filling the voids between them, removing air



Fig. 2 Examples of agglomerates (pellets, pastilles, granules) before (W) and after deformation (RC, B, AC) made of pine and poplar raw shavings, milled and cut-milled in dies with hole diameters of 6, 8, and 10 mm: *RC* radial compression, *B* bending, *AC* axial compression

from the voids between adjacent particles, and overcoming the elasticity of the biomass, the shavings underwent plastic deformation, requiring a rapid increase in the compaction pressure gradient. It was the reaction of the compaction system to the increasing resistance of the deformed shavings, reinforced by increasing transverse pressure proportional to the axial pressure (Miao et al. 2015) and the agglomerate expansion in the radial direction. The expansion in the axial direction was removed during the compaction of the next shavings dose. The evidence for these logically considered phenomena during pressure agglomeration was slightly longer piston strokes for subsequent doses of densified shavings during pellet production, as the preceding agglomerates from cyclic shavings doses underwent axial expansion and were compacted again after adding a new dose. Relatively greater expansion of the agglomerate occurred in its upper zone and could only slightly increase with the length of the formed pellet. The lower zones of the pellet did not expand due to existing external friction, preventing the agglomerate from moving upwards (Hejft 2002).

When compacting a single shavings dose into the granule form with a maximum pressure of 12 MPa, the compaction characteristics exhibited a relatively flat and ended at the inflection point for the pellet and pastille compaction characteristics. Under these densification conditions, shavings particles were predominantly displaced, likely a result of the higher temperature of 170 °C and an extended densification time, leading to the vitrification of lignin. In this amorphous state, plasticised shavings were easily deformed, consequently yielding a granule with a certain durability. The glass transition temperature of lignin can range from 50 to over 100 °C (Stelte et al. 2011b), and water adsorption can lower it (Lisowski et al. 2017). An elevation in temperature and duration of agglomerate formation can close contact between wood components at low pressure (Anglès et al. 2001). The enhanced durability of agglomerates produced at higher temperatures and longer durations is likely attributed to the increased self-adhesive effect of the thermally softened wood particles. Lignin, functioning as a natural binder in wood, softens at elevated temperatures and extended pelleting times, contributing to enhanced lignin binding functionality (Lee et al. 2013).

Examples of agglomerates after compaction and subsequent deformation under compression or bending (limited to pellets) are presented in Fig. 2, while the average values of compaction parameters are detailed in Table 2. All tested compaction parameters exhibited statistically significant differentiation concerning the main factors (wood species, shavings condition, agglomerate form and the die hole diameter), with p-values not exceeding 0.05. Hard pine shavings posed a greater challenge for compaction compared to plastic poplar shavings (Tryjarski et al. 2023), evident in a 20% higher specific compaction work and a 12% higher coefficient of susceptibility to compaction. Softwoods such as pine require a higher pelleting die than hardwoods like poplar due to the high compressive strength of the hard material, enabling the use of a lower die (Monedero et al. 2015). The L_s values for poplar shavings (13.64 kJ·kg⁻¹), and pine shavings

(16.31 kJ·kg⁻¹), can be compared with other biomass types. The L_s of wheat straw was 18.09 kJ·kg⁻¹ (Matkowski et al. 2020), spent coffee grounds ranged from 4.2 to 23.8 kJ·kg⁻¹ (Lisowski et al. 2019a), walnut shells varied from 9.9 to 33.3 kJ·kg⁻¹ (Lisowski et al. 2019b), while miscanthus and switchgrass were lower ranging from 2.5 to 7.7 kJ·kg⁻¹ (Miao et al. 2015).

Milled shavings, with a size of 0.62 mm, and especially cut-milled shavings, sized at 0.48 mm with lower cohesion and internal friction angles (Tryjarski et al. 2023), demonstrated superior compaction parameters compared to raw shavings with a size of 6.07 mm. Some authors do not specify the impact of particle size on the energy consumption of biomass compaction from various pine species (Bergström et al. 2008). The I_s exhibited a very strong correlation with $L_{\rm s}$ (correlation coefficients in the range of 0.774–0.827, Table 3). The k_s , representing the relationship between compaction work and the change in the density of the shavings dose, showed more variation between the shaving's conditions. For cut-milled and milled shavings, k_s was higher than for raw shavings, by 104% and 35%, respectively. This variability in $k_{\rm s}$ was most influenced by the results of pellets compaction compared to pastilles and, in particular, granules, with k_s multiples of 3.5 and 57, respectively. These substantial differences in k_s between agglomerate forms were associated with a lower material dose during pelleting than pastilling, averaging 60%. Conversely, during the granule production, where the shavings dose was much higher than for pastilles and pellets by 120% and 260%, respectively, the compaction pressure was 483% lower at 12 MPa compared to 70 MPa. In granule production, the shavings' heating temperature was higher, at 170 °C compared to 93 °C for pellets and pastilles. While temperature was not factored into the k_s equation, it practically influenced shaving agglomeration, as a higher temperature, especially lignin, resulted in more plasticisation, making them easier to compact in this form.

The formation of pastilles required the highest L_s (27.69 kJ·kg⁻¹) because the wood shavings dose was 60% higher than during pellet formation and with the same die hole diameter, the compacted shavings' height was greater. The increased compaction height leads to greater material elasticity and shear deformation, resulting in higher pressure on the side die walls. Lateral pressures generate more friction, required more work during piston presses against the shavings (Hejft 2002). As a consequence, more compaction work is needed, but it may also lead to lower durability or

Table 2 Results of the analysis of variance and mean values with standard deviations (SD) for specific compaction work (L_s) , degree of shavings compaction (I_s) , compaction susceptibility coefficient (k_s) , agglomerate expansion index in relation to its length (R_l) and diameter (R_d) , maximum pressure to push the agglomerate out of the die opening (p_u) , specific work to push the agglomerate out of the die

opening (L_v) , piston displacement to push the agglomerate out of the die opening (s_u) , DM single agglomerate density (ρ_a) , elasticity modulus (E), specific agglomerate deformation energy (E_j) , and maximum strength during agglomerate cracking (σ) concerning wood species (TW), shavings condition (WS), agglomerate form (AF), and die opening diameter (d_m)

Factor	L_s , kJ·kg ⁻¹	<i>I_s</i> ,	k_s , J·m ³ ·kg ⁻²	<i>R</i> _{<i>l</i>} , %	<i>R</i> _{<i>d</i>} , %	p_u , MPa	L_{ν} , kJ·kg ⁻¹	<i>s_u</i> , mm	$\rho_a, \mathrm{kg} \cdot \mathrm{m}^{-3}$
TW	< 0.0001	0.0359	0.0178	0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	0.0013
WS	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	0.0009	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001
AF	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001
d_m	< 0.0001	0.0015	0.0014	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	0.0058
Mean and \pm S	D for wood spec	ies (TW)							
Pine	$16.31^{b} \pm 12.93$	$4.36^{a} \pm 2.07$	$392^{b} \pm 425$	$6.08^{a} \pm 2.73$	$3.32^{b} \pm 1.39$	$3.45^{\mathrm{b}} \pm 4.06$	$0.46^{b} \pm 0.53$	$8.56^{b} \pm 6.65$	$945^{b} \pm 187$
Poplar	$13.64^{a} \pm 9.86$	$4.37^{\mathrm{a}} \pm 1.85$	$351^{a} \pm 393$	$7.19^{b} \pm 3.87$	$2.98^{a} \pm 1.39$	$1.91^{a} \pm 2.63$	$0.21^{a} \pm 0.26$	$7.05^{a} \pm 5.70$	$934^{a} \pm 162$
Mean and \pm S	D for shavings c	ondition (WS)							
Raw	$20.20^{\circ} \pm 14.07$	$5.84^{\rm b}\pm2.28$	$268^{a} \pm 281$	$6.35^{a} \pm 3.37$	$3.35^{\circ} \pm 1.39$	$4.16^{\rm c}\pm4.87$	$0.57^{b} \pm 0.57$	$9.95^{c} \pm 6.6$	$912^a \pm 214$
Milled	$11.13^{a} \pm 7.94$	$3.49^{a} \pm 1.09$	$363^{b} \pm 399$	$6.69^{ab} \pm 3.34$	$3.20^{\rm b} \pm 1.45$	$1.76^{a} \pm 2.07$	$0.22^{a} \pm 0.29$	$7.30^{\mathrm{b}} \pm 5.72$	$935^{b} \pm 150$
Cut-milled	$12.91^{b} \pm 8.54$	$3.49^{a} \pm 0.73$	$547^{\circ} \pm 526$	$7.11^{b} \pm 3.58$	$2.89^{a} \pm 1.32$	$2.15^{\mathrm{b}}\pm2.52$	$0.23^{a} \pm 0.30$	$6.37^{a} \pm 5.81$	$966^{\circ} \pm 151$
Mean and \pm S	D for agglomera	te form (AF)							
Pellet	$6.31^{a} \pm 1.16$	$5.99^{\rm c} \pm 2.16$	$963^{\circ} \pm 286$	$4.60^{a} \pm 1.71$	$2.85^{a} \pm 1.21$	$6.46^{\rm c} \pm 3.84$	$0.67^{\rm c}\pm0.52$	$12.94^{\circ} \pm 4.76$	$1081^{\circ} \pm 29$
Pastille	$27.69^{\circ} \pm 8.57$	$4.40^{\rm b}\pm1.59$	$278^{b} \pm 90$	$7.95^{\circ} \pm 3.90$	$3.61^{\rm c} \pm 1.65$	$0.64^a \pm 0.48$	$0.05^{a} \pm 0.05$	$1.10^{a} \pm 0.83$	$978^{b} \pm 28$
Granule	$7.81^{b} \pm 3.56$	$3.09^{a} \pm 0.95$	$17.0^{a} \pm 8.0$	$6.85^{b} \pm 3.10$	$3.01^{b} \pm 1.19$	$0.97^{\mathrm{b}} \pm 0.58$	$0.30^{\rm b}\pm0.32$	$10.06^{b} \pm 3.78$	$676^{a} \pm 75$
Mean and \pm S	D for die openin	g diameter (d_m	, mm)						
6	$14.04^{a} \pm 11.48$	$4.29^{\mathrm{a}} \pm 2.14$	$311^{a} \pm 389$	$7.31^{b} \pm 3.25$	$4.67^{\circ} \pm 0.93$	$3.69^{\rm c} \pm 4.55$	$0.43^{b} \pm 0.47$	$7.57^{\mathrm{b}} \pm 5.02$	$932^{a} \pm 177$
8	$14.67^{b} \pm 11.10$	$4.37^a \pm 1.82$	$377^{b} \pm 353$	$7.92^{b} \pm 3.82$	$2.72^{b} \pm 0.26$	$2.85^{\mathrm{b}} \pm 3.58$	$0.49^{c} \pm 0.54$	$10.93^{\circ} \pm 7.77$	$946^{b} \pm 176$
10	$15.79^{\circ} \pm 11.82$	$4.42^{\mathrm{a}} \pm 1.92$	$412^{c} \pm 462$	$5.10^{a} \pm 2.46$	$1.75^{a} \pm 0.36$	$1.80^{a} \pm 2.15$	$0.14^{a} \pm 0.15$	$5.49^{a} \pm 4.25$	$940^{b} \pm 168$

or F o	
n work (<i>L</i> _s) h agglomer agglomerat	σ
compactio sure to pus DM single	E_{j}
), specific mum press ning (s_u) , I	E
ate load (TL xr (R _d), maxi the die ope	ρ_a
f agglomer nd diamete erate out of	s_{u}
(d_m) , type of ength (R_l) a the agglome cracking (σ	L_{v}
tion to its l tion to its l at to push gglomerate	p_u
die opening ndex in rela displaceme th during a _i	R_d
orm (AF), (xpansion ir (L_{ν}) , piston num streng	R_l
glomerate f glomerate e lie opening), and maxin	k_s
on (WS), again the control of the control (k_s) , again the cont of the control the control the control the control of the c	I_s
ngs conditi ility coeffic gglomerate deformatior	L_{s}
TW), shavi n susceptib push the a glomerate e	d_m
od species (, compactio cific work to , specific ag	AF
trix for woo paction (I_s) , ig (p_u) , spec nodulus (E) .	SW
ation ma ngs com e openin sticity n	TW
Correl: Shavi the di a_a , ela	ΤL
Table 3 (define f) (define	Factor
	-

density (4	🤈 , ela	מיוו לוותחפ															
Factor	TL	TW	SW	AF	d_m	L_{s}	I_s	k_s	R_l	R_d	P_u	$L_{ u}$	s_u	ρ_a	Ε	E_{j}	α
TW	AC	1.000	- 0.049		0.031	-0.179	- 0.052	- 0.092	- 0.059	-0.111	- 0.366	- 0.328	-0.170	- 0.161	0.071	- 0.238	-0.184
SW	AC	-0.049	1.000		0.058	-0.815	- 0.854	0.357	-0.021	-0.067	-0.386	-0.420	-0.287	- 0.437	-0.094	0.612	0.673
AF	AC			1.000													
d_m	AC	0.031	0.058		1.000	0.010	- 0.151	0.394	- 0.668	-0.918	-0.712	- 0.354	-0.176	-0.331	-0.256	-0.107	-0.205
L_{s}	AC	-0.179	-0.815^{a}		0.010	1.000	0.825	-0.114	- 0.085	0.051	0.486	0.496	0.271	0.591	-0.062	- 0.626	- 0.698
I_s	AC	- 0.052	-0.854^{a}		-0.151	0.825^{a}	1.000	-0.568	0.079	0.222	0.475	0.388	0.225	0.597	0.007	- 0.585	- 0.644
k_s	AC	- 0.092	0.357^{a}		0.394^{a}	-0.114	-0.568^{a}	1.000	-0.110	-0.554	-0.314	0.167	0.317	-0.203	-0.119	0.221	0.174
R_l	AC	- 0.059	-0.021		-0.668^{a}	-0.085	0.079	-0.110	1.000	0.493	0.406	0.372	0.413	0.247	0.284	0.248	0.231
R_d	AC	-0.111	- 0.067		-0.918^{a}	0.051	0.222	-0.554^{a}	0.493^{a}	1.000	0.726	0.181	- 0.091	0.289	0.219	0.003	0.105
P_u	AC	-0.366^{a}	-0.386^{a}		-0.712^{a}	0.486^{a}	0.475^{a}	-0.314^{a}	0.406^{a}	0.726^{a}	1.000	0.624	0.258	0.509	0.111	- 0.161	-0.151
L_{v}	AC	-0.328^{a}	-0.420^{a}		-0.354^{a}	0.496^{a}	0.388^{a}	0.167	0.372^{a}	0.181	0.624^{a}	1.000	0.867	0.491	0.105	- 0.120	-0.162
S_{u}	AC	-0.170	-0.287^{a}		-0.176	0.271^{a}	0.225	0.317^{a}	0.413^{a}	-0.091	0.258^{a}	0.867^{a}	1.000	0.382	0.116	- 0.016	-0.073
ρ_a	AC	-0.161	-0.437^{a}		-0.331^{a}	0.591^{a}	0.597^{a}	-0.203	0.247	0.289^{a}	0.509^{a}	0.491^{a}	0.382^{a}	1.000	0.199	- 0.373	-0.429
Ε	AC	0.071	-0.094		-0.256	-0.062	0.007	-0.119	0.284^{a}	0.219	0.111	0.105	0.116	0.199	1.000	- 0.158	-0.219
E_{j}	AC	-0.238	0.612 ^a		-0.107	-0.626^{a}	-0.585^{a}	0.221	0.248	0.003	-0.161	-0.120	-0.016	-0.373^{a}	- 0.158	1.000	0.958
Q	AC	-0.184	0.673^{a}		-0.205	-0.698^{a}	-0.644^{a}	0.174	0.231	0.105	-0.151	-0.162	-0.073	-0.429^{a}	- 0.219	0.958^{a}	1.000
ΤW	В	1.000	- 0.082		0.095	- 0.259	- 0.126	-0.103	0.331	- 0.053	- 0.454	- 0.426	- 0.216	0.134	- 0.558	- 0.517	- 0.626
SW	В	- 0.082	1.000		0.016	-0.721	- 0.828	0.660	- 0.166	0.011	- 0.436	-0.331	-0.259	- 0.112	-0.185	-0.130	-0.142
AF	В			1.000													
d_m	В	0.095	0.016		1.000	0.482	0.035	-0.047	- 0.523	-0.971	-0.627	-0.581	-0.415	- 0.364	- 0.466	- 0.099	-0.165
L_{s}	В	- 0.259	-0.721^{a}		0.482^{a}	1.000	0.774	-0.509	- 0.296	-0.439	0.378	0.252	0.010	0.489	0.057	0.100	0.154
I_s	В	-0.126	-0.828^{a}		0.035	0.774^{a}	1.000	-0.810	- 0.027	0.008	0.594	0.329	0.010	0.394	0.172	- 0.098	0.094
k_s	В	-0.103	0.660^{a}		-0.047	- 0.509	-0.810^{a}	1.000	- 0.099	0.086	-0.316	- 0.289	-0.354	- 0.449	-0.018	0.217	0.088
R_l	В	0.331 ^a	-0.166		-0.523^{a}	-0.296	-0.027	- 0.099	1.000	0.464	0.168	0.240	0.339	- 0.475	-0.011	- 0.086	-0.218
R_d	В	- 0.053	0.011		-0.971^{a}	-0.439^{a}	0.008	0.086	0.464^{a}	1.000	0.609	0.442	0.102	- 0.604	0.474	0.097	0.198
p_u	В	-0.454^{a}	-0.436^{a}		-0.627^{a}	0.378^{a}	0.594^{a}	-0.316^{a}	0.168	0.609^{a}	1.000	0.835	0.442	0.778	0.423	0.296	0.515
L_{v}	В	-0.426^{a}	-0.331^{a}		-0.581^{a}	0.252^{a}	0.329^{a}	-0.289^{a}	0.240^{a}	0.442^{a}	0.835^{a}	1.000	0.807	0.705	0.391	0.451	0.562
S_{u}	В	- 0.216	-0.259		-0.415^{a}	0.010	0.010	-0.354^{a}	0.339^{a}	0.102	0.442^{a}	0.807^{a}	1.000	0.375	0.201	0.329	0.317
ρ_a	В	0.134	-0.392^{a}		-0.364^{a}	0.489^{a}	0.394^{a}	-0.449^{a}	-0.475^{a}	-0.604^{a}	0.778^{a}	0.705 ^a	0.375^{a}	1.000	0.293	0.241	0.352
Ε	В	-0.558^{a}	-0.185		-0.466^{a}	0.057	0.172	-0.018	-0.011	0.474^{a}	0.423^{a}	0.391^{a}	0.201	0.293^{a}	1.000	0.099	0.407
E_{j}	В	-0.517^{a}	-0.130		- 0.099	0.100	- 0.098	0.217	- 0.086	0.097	0.296^{a}	0.451 ^a	0.329^{a}	0.241	0.099	1.000	0.837
Q	В	-0.626^{a}	-0.142		-0.165	0.154	0.094	0.088	-0.218	0.198	0.515^{a}	0.562^{a}	0.317^{a}	0.352^{a}	0.407^{a}	0.837^{a}	1.000
TW	RC	1.000	-0.070	- 0.041	0.037	- 0.065	0.002	-0.023	0.119	-0.116	- 0.369	-0.302	-0.166	0.112	-0.095	-0.118	-0.121
SW	RC	-0.070	1.000	-0.154	0.083	-0.222	- 0.283	0.234	0.200	-0.200	-0.250	- 0.428	-0.302	0.336	-0.152	- 0.208	-0.240
AF	RC	- 0.041	- 0.154	1.000	- 0.135	-0.852	- 0.676	- 0.628	- 0.018	- 0.008	0.245	0.432	0.819	- 0.928	- 0.698	- 0.334	-0.463

Table 3	(conti	nued)															
Factor	TL	TW	SM	AF	d_m	L_s	I_s	k_s	R_l	R_d	p_u	L_{ν}	S_{H}	ρ_a	Ε	E_{j}	σ
d_m	RC	0.037	0.083	- 0.135	1.000	0.122	0.178	0.210	- 0.391	- 0.873	-0.450	- 0.371	-0.240	0.173	0.018	0.037	-0.004
L_{s}	RC	-0.065	-0.222^{a}	-0.852^{a}	0.122	1.000	0.827	0.460	-0.119	0.057	-0.075	-0.168	-0.595	0.714	0.792	0.549	0.687
I_s	RC	0.002	-0.283^{a}	-0.676^{a}	0.178^{a}	0.827^{a}	1.000	0.474	-0.037	-0.062	0.032	- 0.258	-0.504	0.672	0.810	0.660	0.771
k_{s}	RC	- 0.023	0.234^{a}	-0.628^{a}	0.210^{a}	0.460^{a}	0.474^{a}	1.000	-0.102	-0.132	0.250	-0.237	-0.471	0.722	0.451	0.540	0.505
R_l	RC	0.119	0.200^{a}	-0.018	-0.391^{a}	-0.119	-0.037	-0.102	1.000	0.236	- 0.124	-0.222	-0.084	0.098	0.016	-0.011	0.027
R_d	RC	-0.116	-0.200^{a}	- 0.008	-0.873^{a}	0.057	- 0.062	-0.132	0.236^{a}	1.000	0.494	0.423	0.119	-0.102	0.084	0.060	0.104
p_u	RC	-0.369^{a}	-0.250^{a}	0.245 ^a	-0.450^{a}	-0.075	0.032	0.250^{a}	-0.124	0.494^{a}	1.000	0.634	0.452	- 0.223	0.039	0.383	0.299
L_{v}	RC	-0.302^{a}	-0.428^{a}	0.432^{a}	-0.371^{a}	-0.168	-0.258^{a}	-0.237^{a}	-0.222^{a}	0.423^{a}	0.634^{a}	1.000	0.694	- 0.611	- 0.263	- 0.084	-0.125
S_{u}	RC	-0.166	-0.302^{a}	0.819^{a}	-0.240^{a}	-0.595^{a}	-0.504^{a}	-0.471^{a}	-0.084	0.119	0.452^{a}	0.694^{a}	1.000	-0.848	- 0.544	- 0.229	-0.331
ρ_a	RC	0.112	0.336^{a}	-0.928^{a}	0.173^{a}	0.714^{a}	0.672^{a}	0.722^{a}	0.098	-0.102	-0.223^{a}	-0.611^{a}	-0.848^{a}	1.000	0.676	0.415	0.510
E	RC	- 0.095	-0.152	-0.698^{a}	0.018	0.792^{a}	0.810^{a}	0.451^{a}	0.016	0.084	0.039	-0.263^{a}	-0.544^{a}	0.676^{a}	1.000	0.656	0.797
E_{j}	RC	-0.118	-0.208^{a}	-0.334^{a}	0.037	0.549^{a}	0.660^{a}	0.540^{a}	-0.011	0.060	0.383^{a}	- 0.084	-0.229^{a}	0.415 ^a	0.656^{a}	1.000	0.961
σ	RC	- 0.121	-0.240^{a}	-0.463^{a}	- 0.004	0.687^{a}	0.771^{a}	0.505^{a}	0.027	0.104	0.299^{a}	- 0.125	-0.331^{a}	0.510^{a}	0.797^{a}	0.961^{a}	1.000

strength of the agglomerates. The L_s for producing pellets and granules were similar, amounting to 6.31 kJ·kg⁻¹ and 7.81 kJ·kg⁻¹, respectively. Therefore, it was significantly lower compared to pastilles, being 4.4 and 3.5 times lower, respectively.

The characteristic criterion parameters of shavings densification increased proportionally to the d_m . The I_s values increased the least, by 3.0%. This implies that the ρ_a to the ρ_b ratio was similar and amounted to 4.29–4.42 for the d_m of 6–10 mm. The L_s and the k_s increased significantly, by 12.5% and 32.5%, respectively, as both parameters include the dose mass, and k_s additionally includes the relation of L_s to the difference in material density after and before compaction. The smallest heights of single doses were for pellets and amounted to 13.3 ± 0.8 mm for milled and cut-milled shavings and 27.6 ± 1.6 mm for raw shavings. For pastilles, the dose heights were 22.7 ± 2.0 mm and 47.2 ± 4.1 mm, respectively, and for granules, the dose heights were the highest, amounting to 52.3 ± 3.1 mm and 90.2 ± 2.9 mm, respectively. The ρ_b had a significant effect on the dose height in the die opening (Table 1). Since the ρ_b of raw wood shavings was 1.7 times lower than that of milled and cut-milled shavings, the doses of raw wood shavings were almost twice as high. The considerations and interpretations presented above explain the large values of standard deviations for the analysed compaction parameters. The standard deviations at each mean (Table 2) indicate a wide range of criterion parameter values for other factors and should not be associated with the scattering of measurement values for a given factor level.

3.2 Agglomerate pushing parameters

In the initial phase of pushing the agglomerate out of the die, the pressure rapidly increased to the maximum value, equivalent to the back pressure arising from the developed static friction force between the agglomerate and the die wall. Subsequently, it rapidly decreased due to the breaking of adhesion on the contact surfaces of the agglomerate and the die opening wall (Fig. 1). As the agglomerate began to move, kinetic friction emerged, which was lower than static friction. Simultaneously, the total area of effective contact between the agglomerate and the die opening surface systematically decreased (Rossouw et al. 2003), leading to the regular cleaning of the tops of particles adhered to the die surface. The maximum pellet ejection pressure was the highest due to the longer agglomerates, resulting in a higher back pressure from external friction and shear stresses developed over the total contact surface. The resistance to the pellet's movement was further enhanced by the increased lateral pressure, proportionate to the axial pressure (Miao et al. 2015) and the R_d . These phenomena exhibited a feedback loop: with the gradual reduction of the pellet's contact surface with the die opening, the negative gradient of the push-out pressure decreased almost proportionally. Similar phenomena occurred when pushing out granules and pastilles, but the effects were smaller in scale, proportional to the height and compaction pressure. As pastilles were the shortest, the p_u was the lowest and changes in the ejection pressure gradient occurred with the shortest piston stroke among the agglomerate forms.

The L_v strongly correlated with p_u and s_u , with correlation coefficients ranging from 0.624 to 0.867 (Table 3). The ejection parameter most clearly influenced by the main factors was the maximum pressure p_u , while piston stroke s_u exhibited the least stability, particularly concerning the die hole diameter. Higher values of L_v and k_s , were associated with greater values of the pushing parameters. Pine agglomerates required over twice the work L_{ν} compared to poplar agglomerates, measuring 0.46 kJ·kg⁻¹ and 0.21 kJ·kg⁻¹, respectively. This accounted for 2.8% and 1.5% of work L_{s} , indicating the high efficiency of the compaction process in pushing out agglomerates. The main factors, WS and AF, had a more pronounced impact on L_{ν} values for pine agglomerates than for poplar agglomerates. Pushing agglomerates made from raw shavings required the most work L_{ν} , almost 2.6 times more than that from milled or cut-milled shavings. The most significant differences in L_{ν} were observed across AF, with pellets being the most challenging to push out, $L_v = 0.67 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$, followed by granules, 0.30 kJ $\cdot \text{kg}^{-1}$, and pastilles being the easiest, 0.05 kJ·kg⁻¹. Surprisingly, $L_{\rm u}$ did not show significant dependence on compaction pressure but was most influenced by agglomerate length. For instance, pastilles, granules and pellets had lengths of 5.7, 17.3, and 22.0 mm, respectively, resulting in ejection work gradients of 8.8, 17.3, and 30.5 J·kg⁻¹·mm⁻¹. L, was highest at 0.49 kJ·kg⁻¹ for the intermediate die opening diameter of 8 mm, whereas for diameters of 6 mm and 10 mm, it was 0.43 kJ kg⁻¹ and 0.14 kJ·kg⁻¹, respectively. The differences in L_v values for 6 mm and 8 mm were insignificant, suggesting a decreasing trend in L_{v} concerning the opening diameter.

Given that p_u and s_u correlated with L_v , similar factors directions influenced the differentiation of p_u and s_u . Notably, p_u was statistically significantly higher when pushing pine agglomerates compared to poplar ones, with pellets showing the highest p_u values. For granules and pastilles, the differences were small but statistically significant. Parameter p_u decreased with the die opening diameter, especially for pine agglomerates and pellets, whereas the dynamics of changes were prominent for pine agglomerates than for poplar agglomerates and for pellets than for granules and pastilles.

The s_u was slightly greater for pine agglomerates than for poplar agglomerates, measuring 8.56 mm and 7.05 mm, respectively. Pushing out agglomerates made from raw shavings required the greatest piston stroke of 9.95 mm, while milled and cut-milled shavings required a smaller stroke, measuring 7.30 mm and 6.37 mm, respectively. The largest variation in s_u values occurred across AF, with the pellet expulsion requiring the longest stroke, 12.94 mm, followed by granules, 10.06 mm, and pastilles, which swiftly exited the die opening with a stroke of 1.10 mm after piston pressure.

3.3 Agglomerates expansion and density

The linear expansion R_l and diametrical expansion R_d values of agglomerates exhibited a positive correlation ranging from 0.236 to 0.493. In terms of density ρ_a , a negative correlation was observed solely for pellets, with correlation coefficients of -0.475 and -0.604, respectively (Table 3). It follows logically that pellets, which increase in size along both length and diameter, are characterised by lower density, attributed to some bonds breaking after leaving the die (Nielsen et al. 2020). Similar trends appeared for pastilles and granules, but a statistically significant correlation between expansion and density was absent. This may result from opposing changes in R_1 and R_d concerning wood species. Parameter R_l was greater for poplar wood agglomerates than for pine wood agglomerates, measuring 7.19% and 6.08%, respectively, while R_A was 2.98% and 3.32%, respectively. Notably, larger differences and a greater dispersion of results occurred for R_{i} , especially for poplar wood agglomerates made from cut-milled shavings. Pellets exhibited the smallest expansion, both axially (4.60%) and radially (2.85%), and had the highest density at 1081 kg·m⁻³. During pellet formation, previously compacted material doses were re-compacted, leading to increased external friction due to side pressure, internal friction and the cohesion of attractive forces between adjacent shavings, resulting in mechanical internal bonds (Tumuluru et al. 2011a). As mentioned, the expansion occurred mainly in the upper zone of the pellet. Pastilles had the highest expansion, measuring 7.95% axially and 3.61%, radially, with a density of 978 kg \cdot m⁻³. Granules were 15% lower than pastilles, but their density was 31% lower, reaching only 676 kg·m⁻³. Both R_1 and R_d decreased with the d_a , but greater differences occurred for R_d . The changes in R_d followed an exponential function with a base less than 1, indicated by a two-fold greater gradient in the 6-8 mm compared to the 8-10 mm range, measuring 0.97%·mm⁻¹ and 0.48%·mm⁻¹, respectively. The influence of the d_m on ρ_a was minimal. Only the density of granules formed from raw shavings increased with d_m , attributed to the large dimensions of raw shavings' particles and the low densification pressure of 12 MPa during granule formation. Raw pine shavings, with a mean geometric particle size of 6.21 mm in a 6 mm diameter

die accumulated vertically. Under the influence of a small piston pressure of 12 MPa, these shavings were challenging to deform by cracking or bending, despite being highly plasticised at a high temperature of 170 °C. The location of raw shavings along the axis of 6 mm diameter granules is clearly visible in the photograph (Fig. 2). Larger gaps and voids between the shavings are also visible, especially for pine granules. With a d_m of 6 mm, the ρ_a of raw pine shavings was the lowest at 512 kg \cdot m⁻³, and for pine shavings, it was higher by 18%, amounting to $604 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Increasing the die diameter to 10 mm resulted in a proportional increase in ρ_a , reaching 587 kg·m⁻³ and 690 kg·m⁻³, respectively. The densities of granules formed from milled and cut-milled shavings, with a particle size of 0.45–0.62 mm and d_m of 6–10 mm, were higher than those from raw shavings. However, these differences were not statistically significant, and those made from poplar wood had higher values than those from pine, measuring 723 kg·m⁻³ and 690 kg·m⁻³, respectively. These results align with experiments showing a reduction in biomass particle size, an increase in specific surface area, and the number of contact points between particles, leading to an increase in the ρ_a (Shaw et al. 2009). During the formation of pellets and pastilles, the high compaction pressure of 70 MPa was sufficient to deform even raw shavings into the smallest d_m of 6 mm. The densities of pellets and pastilles did not change unequivocally with respect to d_m , measuring 1094 kg·m⁻³ and 982 kg·m⁻³ for pine shavings, and 1070 kg·m⁻³ and 975 kg·m⁻³ for poplar shavings, respectively.

3.4 Agglomerate strength

The specific compression energy E_{ip} , modulus of elasticity E_p and maximum tensile strength σ_p for radial compression, to which all agglomerates were subjected, showed statistically significant differences concerning the main factors: TW, WS, AF, and d_m (Table 4). Pine agglomerates exhibited higher values for these parameters compared to poplar agglomerates, and those made from raw shavings outperformed those from milled and cut-milled shavings. The deformation of pellets required significantly more energy E_{ip} than pastilles, especially granules. Pellets also exhibited higher stresses σ_p at 4.19 MPa, compared to pastilles at 1.47 MPa and granules at 0.11 MPa. However, pellets had a lower modulus E_p at 12.47 MPa than pastilles at 17.62 MPa, with granules being the smallest at, 1.83 MPa. The strength parameters of agglomerates decreased during radial compression with d_m , and this trend was mainly related to stresses for granules. Strong correlations were observed between the strength parameters of agglomerates during radial compression, with correlation coefficients

Table 4 Results of analysis of variance, mean values, and standard deviation (SD) for modulus of elasticity (*E*), specific agglomerate deformation energy (E_j), and maximum tensile strength during agglomerate cracking (σ) considering wood species (TW), shavings condition (WS), agglomerate form (AF), die opening diameter (d_m), and type of agglomerate load (TL)

Factor	E, MPa	E_j , mJ·mm ⁻²	σ, MPa
Radial compre	ssion—all agglom	erates	
TW	0.0019	< 0.0001	< 0.0001
WS	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001
AF	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001
d_m	0.0005	< 0.0001	< 0.0001
Mean and \pm SE	o for wood species	(TW)	
Pine	$10.55^{b} \pm 0.84$	$1.90^{b} \pm 0.21$	$1.97^{b} \pm 0.18$
Poplar	$8.30^{a} \pm 0.57$	$1.31^{a} \pm 0.18$	$1.27^{a} \pm 0.13$
Mean and \pm SE) for shavings cond	lition (WS)	
Raw	$10.58^{b} \pm 1.13$	$2.53^{b} \pm 0.31$	$2.41^{b} \pm 0.25$
Milled	$8.80^{a} \pm 0.80$	$1.11^{a} \pm 0.18$	$1.18^{a} \pm 0.15$
Cut-milled	$8.63^{a} \pm 0.52$	$1.09^{a} \pm 0.16$	$1.19^{a} \pm 0.15$
Mean and \pm SE) for agglomerate f	form (AF)	
Pellet	$12.47^{b} \pm 0.38$	$4.81^{\circ} \pm 0.32$	$4.19^{\circ} \pm 0.22$
Pastille	$17.62^{\circ} \pm 1.14$	$0.97^{b} \pm 0.14$	$1.47^{b} \pm 0.15$
Granule	$1.83^{a} \pm 0.10$	$0.04^{a} \pm 0.00$	$0.11^{a} \pm 0.00$
Mean and \pm SE) for die opening d	iameter (d_m , mm)	
6	$10.13^{b} \pm 0.95$	$1.69^{b} \pm 0.21$	$1.92^{\circ} \pm 0.21$
8	$9.97^{a} \pm 0.96$	$1.78^{b} \pm 0.28$	$1.69^{b} \pm 0.21$
10	$7.91^{a} \pm 0.61$	$1.28^{a} \pm 0.21$	$1.15^{a} \pm 0.15$
Axial compress	sion—pastille		
TW	0.0502	0.1031	0.0553
WS	0.0579	< 0.0001	< 0.0001
<i>d</i>	< 0.0001	0.0042	< 0.0001
Mean and $+$ SE) for wood species	(TW)	
Pine	$5.02^{a} + 0.35$	$57.63^{a} + 6.14$	$58.12^{a} + 3.82$
Poplar	$5.16^{a} + 0.28$	$52.68^{a} + 4.93$	$54.99^{a} + 3.19$
Mean and + SE) for shavings cond	lition (WS)	
Raw	$4.83^{a} + 0.39$	$17.82^{a} + 1.23$	$29.64^{a} + 1.44$
Milled	$5.29^{a} \pm 0.38$	$83.45^{\circ} \pm 6.07$	$2^{\circ}, 0^{\circ} + 2^{\circ}, 1, 1^{\circ}$
Cut-milled	$5,22^{a} \pm 0,36$	$68.54^{b} + 5.81$	$66.21^{b} + 3.20$
Mean and $+$ SF) for die opening d	iameter (d mm)	00,21 - 0,20
6	$7 33^{\circ} \pm 0.24$	$52 22^{a} \pm 4 51$	$58.61^{b} \pm 3.71$
8	$1,55 \pm 0,24$	$52,22 \pm 4,51$ 65 90 ^b ± 9 95	$53,01 \pm 5,71$ $63,45^{b} \pm 5,55$
10	$4,00 \pm 0,19$ 2 85 ^a ± 0.00	$49.50^{a} \pm 6.40$	$1835^{a} \pm 3.57$
Ponding poll	$2,03 \pm 0,09$	49,50 ±0,40	40,55 ± 5,57
TW	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001
1 W	< 0.0001	0.0001	< 0.0001
ws.	< 0.0001	0.0020	0.0150
	< 0.0001	0.0093	0.0013
Nean and $\pm SL$	10 72h + 2 29	(1 w)	0.004
Pine	$40.73^{\circ} \pm 3.38$	$1.90^{\circ} \pm 0.30$	$0.004^{\circ} \pm 0.001$
Poplar	$15./4^{\circ} \pm 1.85$	$0.52^{-1} \pm 0.08$	$0.001^{\circ} \pm 0.000$
Mean and \pm SE	o for shavings cond	ution (WS)	o oo dha a a a
Raw	$24.23^{\circ} \pm 4.12$	$1.55^{\circ} \pm 0.39$	$0.004^{\circ} \pm 0.001$
Milled	$24.84^{a} \pm 3.53$	$1.45^{\circ} \pm 0.26$	$0.003^{ab} \pm 0.001$
Cut-milled	$34.04^{\circ} \pm 3.66$	$0.58^{a} \pm 0.10$	$0.002^{a} \pm 0.000$

Table 4 (continued)				
Factor	E, MPa	E_j , mJ·mm ⁻²	σ , MPa	
Mean and ±	SD for die opening d	iameter (d_m , mm)		
6	$44.65^{\circ} \pm 4.42$	$1.21^{ab} \pm 0.19$	$0.004^{b} \pm 0.001$	
8	$25.67^{b} \pm 2.57$	$1.59^{b} \pm 0.46$	$0.003^{ab} \pm 0.001$	
10	$11.57^{a} \pm 1.05$	$0.79^{a} \pm 0.15$	$0.001^{a} \pm 0.000$	

ranging from 0.656 to 0.961, the highest being between E_{jp} and σ_p (Table 3).

Pastilles loaded with an axial compressive force demonstrated the highest strength. It was observed that the strength parameters of pastilles loaded axially did not differ statistically significantly between wood species. Still, a tendency could be indicated that pine pastilles required more energy E_{jp} for their deformation and these pastilles were characterised by higher stresses σ than poplar pastilles. Pastilles made from raw shavings showed the lowest axial σ_p , whereas pastilles made from milled shavings presented the highest axial σ_p . The axial σ_p of pastilles tended to decrease with their diameter, but only E_p decreased unequivocally.

Destruction of pellets subjected to a bending load required very little energy E_{ib} . Pellets showed the lowest stresses σ_b but had the highest modulus, E_b . Pine pellets were more durable than poplar pellets, with energy E_{ib} measuring 1.90 mJ·mm⁻² and 0.52 mJ·mm⁻², respectively, σ_h at 0.004 MPa and 0.001 MPa, respectively, and the most significant differences were observed in E_b , measuring 40.73 MPa and 15.74 MPa, respectively. Positive correlations were noted between σ_b and E_b and E_{ib} , with correlation coefficients of 0.407 and 0.837, respectively. Pellets made from raw shavings were more resistant to bending than those made from milled shavings, with the lowest strength values found in pellets made from cut-milled shavings, which were characterised by the highest E_b . The σ_b of pellets decreased with their diameter, with the most distinct changes observed in E_h and σ_h (correlation coefficient-0.466), especially for pine pellets. Transverse fracture of pine pellets during bending displayed a flat surface, likely indicative of a failure mechanism based mainly on hydrogen bonding and Van der Waals. Poplar pellets exhibited an irregular surface with particles protruding, attributed to a different binding mechanism based on stronger but less frequent interactions due to lignin bridges and mechanical interlocks (Stelte et al. 2011a).

In summary, it can be stated that the higher content of thermoplastic lignin in pine wood (30.7%) than in poplar wood (18.4%) was the main factor influencing the higher strength of pine agglomerates (Table 1). Among the three structural biopolymers of wood—lignin, cellulose and hemicellulose—lignin is one of the main natural binders, and its concentration in wood can be up to twice as high as in herbaceous materials (Serrano et al. 2011). There is a strong

positive relation between pellet durability and lignin content (Lehtikangas 2001). Microscopic images of biomass particles with a lower percentage of lignin showed a lower degree of modification during pelleting. Pellets obtained from wood raw materials, characterised by a lower extractives content and a higher lignin content displayed higher physical quality (Castellano et al. 2015). The outer coating of pine agglomerates was shinier than that of poplar agglomerates due to the higher content of lignin undergoing thermal transformations in pine wood than in poplar wood (Fig. 2). The lignin coating imparts an external gloss to the agglomerates and may result in higher water resistance due to the hydrophobic nature of lignin (Anglès et al. 2001). Compared to poplar shavings, pine shavings with higher lignin content, under the influence of temperature and plasticisation, were more easily modified during the piston pressure. As a result, the voids and gaps between the shavings were reduced (Stelte et al. 2011a), and the contact between them was increased, contributing to bonding (Castellano et al. 2015), and consequently, the strength of agglomerates increased. This mechanism allows the inter-diffusion of fibres and the formation of new bonds.

With a higher die temperature during granulation 170 °C vs. 93 °C, lignin underwent greater softening. Despite the lower compaction pressure 12 MPa instead of 70 MPa, the diffusion of particles, particularly crushed ones, was more pronounced and facile between the fibres (Stelte et al. 2011a). Consequently, it was possible to form granules, although these granules were more susceptible to disintegration (Fig. 2). The elevated temperature did not compensate the lower compaction pressure. These parameters, in conjunction with a substantial dose of densified shavings, are not recommended for the production of particleboards without a binder. Therefore, to prevent the crumbling of particleboards, the urea-formaldehyde resin is employed to adhere the wood shavings, and the blend is heated to 150 °C, resulting in the creation of a durable particleboard (Kevin et al. 2018). Pine pellets, produced from comminuted shavings with both particle sizes, exhibited fewer gaps and voids between the particles, indicating superior particle agglomeration compared to poplar shavings. This positive effect of densification and more robust binding of pine shavings, as opposed to poplar ones, was reflected in lower linear expansion and higher density of agglomerates. However, achieving improved agglomerates parameters required a higher input of work $L_{\rm s}$. Hardwood lignin tends to contain fewer phenolic hydroxyl groups and more methoxy groups compared to softwood, thereby lowering the glass transition temperature (Whittaker and Shield 2017). Consequently, when pelleting at the same temperature (93 °C), pine shavings particles formed more solid bridges, and pine pellets exhibited greater tensile strength compared to poplar pellets. Similarly,

at 100 °C, beech pellets demonstrated greater durability than Norwegian spruce pellets (Stelte et al. 2011a).

4 Conclusion

The physicochemical properties of pine and poplar shavings were thoroughly examined, revealing the most significant disparity in lignocellulosic compounds composition, particularly in lignin content, which plays a pivotal role in pressure agglomeration and strength. The respective lignin contents were 30.7% for pine and 18.4% for poplar.

Raw, milled, and cut-milled shavings of both pine and poplar underwent compaction in dies within a closed chamber, featuring diameters of 6, 8, and 10 mm. Pellets were crafted under a compaction pressure of 70 MPa and a die temperature of 93 °C. Similarly, pastilles were produced with identical parameters, albeit using a shavings dose 67% higher than that employed for pellets. Despite the increased shavings dose, pastille exhibited lower strength than pellets. Notably, pastilles maintained a length equivalent to the die channel diameter during axial compression without the risk of buckling. Granules were formed using parameters akin to the production of particleboard with a target thickness of 16 mm, evaluating the possibility of shaving densification at a low pressure of 12 MPa, compensated by a high temperature of 170 °C. All agglomerates underwent testing for radial compression strength. The assessment of the agglomeration process considered work L_s , compaction indices I_s and k_s , and the process of pushing agglomerates out of the die was characterised by work L_v , pressure p_u , and piston stroke s_u . The produced agglomerates were analysed for expansion R_l , R_d and density ρ_a , while their strength to external loads was assessed using energy E_i , stress σ and modulus E.

In production of agglomerates, utilising hard pine shavings compared to plastic poplar shavings, required 19% more compaction work and over twice as much work for pushing the agglomerate out of the die opening. Pine agglomerates exhibited lower linear expansion, higher single density, and superior radial compression strength parameters owing to the higher content of thermoplastic lignin in the wood. Milled shavings, especially those with a size of 0.62 mm, and cut-milled shavings with a size of 0.48 mm and lower cohesion and internal friction angle, demonstrated superior compaction parameters compared to raw shavings with a size of 6.07 mm.

Agglomerates crafted from cut-milled shavings displayed the highest single density, but their tensile strength was markedly lower than that of agglomerates made from raw shavings. The susceptibility of shavings to compaction during sequentially repeated compaction of small shavings doses in pellet production was highest, resulting in pellets characterised by minimal linear and diametrical expansion, a single density of 1081 kg·m⁻³, and the highest strength among agglomerates. The addition of 67% more shavings for pastilles production compared to pellets proved disadvantageous, demanding significantly more compaction work, with single pastille density being lower by 9.5%, and their strength under radial load substantially reduced. Granules produced at a low compaction pressure exhibited the lowest single pellet density and radial tensile strength. The higher temperature did not compensate for the significantly lower pressure, hence, the shavings' densification parameters for granules (pressure of 12 MPa and temperature of 170 °C) cannot be recommended for particleboard production without a binder, typically urea-formaldehyde resin. Alongside the die opening diameter, radial expansion and modulus of elasticity decreased, but other compaction and strength parameters remained practically unchanged.

Cutting-milling, compared to milling wood shavings, is more beneficial for the compaction process and the strength of agglomerates.

Acknowledgements This research is part of a doctoral dissertation supported by the Ministry of Science and Higher Education in Poland. The authors thank their colleagues from the Department of Biosystems Engineering for technical assistance in the research.

Author contributions Conceptualization: PT and AL; methods: PT, JG, and AL; software: PT and AL; formal analysis: PT and AL; investigation: PT, AL, and JG; resources: PT and AL; data curation: PT and AL; writing—original draft preparation: PT; writing—review and editing: AL and JG; visualization: PT and AL; project administration: AL and JG; supervision: AL. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Data availability All raw data obtained directly from the research and their detailed analyses, including statistical analyses, are available at the request of interested persons. There is really a lot of this data.

Declarations

Conflict of interest The authors declare that there are no financial or commercial conflicts of interest.

References

- Ahn BJ, Sun Chang H, Lee SM et al (2014) Effect of binders on the durability of wood pellets fabricated from Larix kaemferi C. and *Liriodendron tulipifera* L. sawdust. Renew Energy 62:18–23. https://doi.org/10.1016/j.renene.2013.06.038
- Alakangas E (2016) Biomass and agricultural residues for energy generation. Fuel Flexible Energy Generation. Elsevier, NY, pp 59–96
- Anglès MN, Ferrando F, Farriol X, Salvadó J (2001) Suitability of steam exploded residual softwood for the production of binderless panels. Effect of the pre-treatment severity and lignin addition. Biomass Bioenerg 21:211–224. https://doi.org/10.1016/S0961-9534(01)00031-9
- Arshadi M, Gref R, Geladi P et al (2008) The influence of raw material characteristics on the industrial pelletizing process and pellet
quality. Fuel Process Technol 89:1442–1447. https://doi.org/10. 1016/j.fuproc.2008.07.001

- Bergström D, Israelsson S, Öhman M et al (2008) Effects of raw material particle size distribution on the characteristics of Scots pine sawdust fuel pellets. Fuel Process Technol 89:1324–1329. https:// doi.org/10.1016/j.fuproc.2008.06.001
- Bin Yeom S, Ha E, Kim M et al (2019) Application of the discrete element method for manufacturing process simulation in the pharmaceutical industry. Pharmaceutics. https://doi.org/10.3390/pharm aceutics11080414
- Castellano JM, Gómez M, Fernández M et al (2015) Study on the effects of raw materials composition and pelletization conditions on the quality and properties of pellets obtained from different woody and non woody biomasses. Fuel 139:629–636. https://doi.org/10.1016/j.fuel.2014.09.033
- Chen H, Xu G, Xiao C et al (2019) Fast pyrolysis of organosolv lignin: effect of adding stabilization reagents to the extraction process. Energy Fuels 33:8676–8682. https://doi.org/10.1021/acs.energ yfuels.9b01486
- Demirbas A (2004) Combustion characteristics of different biomass fuels. Prog Energy Combust Sci 30:219–230. https://doi.org/10. 1016/j.pecs.2003.10.004
- Dong CQ, Zhang ZF, Lu Q, Yang YP (2012) Characteristics and mechanism study of analytical fast pyrolysis of poplar wood. Energy Convers Manag 57:49–59. https://doi.org/10.1016/j.enconman. 2011.12.012
- Dueck C, Cenkowski S, de Souza Cruz AM (2017) Factors affecting the utilization of lignocellulosic biomass; compaction, handling and storage, and monetary value—a review. Can Biosyst Eng. 59:8.11-8.21. https://doi.org/10.7451/cbe.2017.59.8.11
- Dyjakon A, Noszczyk T (2020) Alternative fuels from forestry biomass residue: torrefaction process of horse chestnuts, oak acorns, and spruce cones. Energies 13:1–19. https://doi.org/10.3390/en131 02468
- Fengel D, Wegener G (2003) Wood—chemistry, ultrastructure, reactions. Verlag Kessel München, Ger. 98(2):26–65
- Filbakk T, Jirjis R, Nurmi J, Høibø O (2011) The effect of bark content on quality parameters of Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) pellets. Biomass Bioenerg 35:3342–3349. https://doi.org/10.1016/j.biomb ioe.2010.09.011
- Gilvari H, de Jong W, Schott DL (2019) Quality parameters relevant for densification of bio-materials: Measuring methods and affecting factors—a review. Biomass Bioenerg 120:117–134. https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2018.11.013
- Hejft R (2002) Pressure agglomeration of plant materials. Library of exploitation problems. Radom, Bialystok, ISBN 83-7204-251-9.
- Holm JK, Henriksen UB, Hustad JE, Sørensen LH (2006) Toward an understanding of controlling parameters in softwood and hardwood pellets production. Energy Fuels 20:2686–2694. https://doi. org/10.1021/ef0503360
- Holm JK, Henriksen UB, Wand K, Hustad JE, Posselt D (2007) Experimental Verification of Novel Pellet Model Using a Single Pelleter Unit. Energy Fuels 21:2446–2449
- Holmberg H, Sandberg D (1997) Structure and properties of scandinavian timber. HoS Grenarna HB, Stockholm.
- Jakubowski M, Dobroczyński M (2021) Allocation of wood density in European oak (*Quercus robur* 1.) trees grown under a canopy of scots pine. Forests. https://doi.org/10.3390/f12060712
- Kaliyan N, Morey RV (2010) Natural binders and solid bridge type binding mechanisms in briquettes and pellets made from corn stover and switchgrass. Bioresour Technol 101:1082–1090. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.08.064
- Kaliyan N, Vance Morey R (2009) Factors affecting strength and durability of densified biomass products. Biomass Bioenerg 33:337– 359. https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2008.08.005
- 🖄 Springer

- Kamstra LD, Ronning D, Walker HG et al (1980) Delignification of fibrous wastes by peroxyacetic acid treatments. J Anim Sci 50:153–159. https://doi.org/10.2527/jas1980.501153x
- Kellogg RM, Wangaard FF (1969) Variation in the cell-wall density of wood. Wood Fiber Sci 1:180–204
- Kevin EI, Ochanya OM, Olukemi AM et al (2018) Mechanical properties of urea formaldehyde particle board composite. Am J Chem Biochem Eng. 2:10–15. https://doi.org/10.11648/j.ajcbe.20180 201.12
- Kong L, Tian SH, He C et al (2012) Effect of waste wrapping paper fiber as a "solid bridge" on physical characteristics of biomass pellets made from wood sawdust. Appl Energy 98:33–39. https:// doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.02.068
- Lee SM, Ahn BJ, Choi DH et al (2013) Effects of densification variables on the durability of wood pellets fabricated with Larix kaem p feri C. and Liriodendron tulipifera L. sawdust. Biomass Bioenerg 48:1–9. https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2012.10.015
- Lehtikangas P (2001) Quality properties of pelletised sawdust, logging residues and bark. Biomass Bioenerg 20:351–360. https://doi.org/ 10.1016/S0961-9534(00)00092-1
- Lestander TA, Finell M, Samuelsson R et al (2012) Industrial scale biofuel pellet production from blends of unbarked softwood and hardwood stems-the effects of raw material composition and moisture content on pellet quality. Fuel Process Technol 95:73–77. https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2011.11.024
- Lisowski A, Dąbrowska-Salwin M, Ostrowska-Ligęza E et al (2017) Effects of the biomass moisture content and pelleting temperature on the pressure-induced agglomeration process. Biomass Bioenerg 107:376–383. https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2017.10.029
- Lisowski A, Dąbrowska M, Mieszkalski L et al (2019) Spent coffee grounds compaction process: its effects on the strength properties of biofuel pellets. Renew Energy. 142:173–183. https://doi.org/10. 1016/j.renene.2019.04.114
- Lisowski A, Pajor M, Świętochowski A et al (2019) Effects of moisture content, temperature, and die thickness on the compaction process, and the density and strength of walnut shell pellets. Renew Energy. https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.04.050
- Lisowski A, Wójcik J, Klonowski J et al (2020) Compaction of chopped material in a mini silo. Biomass Bioenergy. https://doi.org/10. 1016/j.biombioe.2020.105631
- Liu Q, Wang S, Zheng Y et al (2008) Mechanism study of wood lignin pyrolysis by using TG-FTIR analysis. J Anal Appl Pyrolysis 82:170–177. https://doi.org/10.1016/j.jaap.2008.03.007
- Matkowski P, Lisowski A, Świętochowski A (2020) Pelletising pure wheat straw and blends of straw with calcium carbonate or cassava starch at different moisture, temperature, and die height values: modelling and optimisation. J Clean Prod. https://doi.org/10. 1016/j.jclepro.2020.122955
- Mediavilla I, Esteban LS, Fernández MJ (2012) Optimisation of pelletisation conditions for poplar energy crop. Fuel Process Technol 104:7–15. https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.05.031
- Menon V, Rao M (2012) Trends in bioconversion of lignocellulose: biofuels, platform chemicals & biorefinery concept. Prog Energy Combust Sci 38:522–550. https://doi.org/10.1016/j.pecs.2012. 02.002
- Miao Z, Phillips JW, Grift TE, Mathanker SK (2015) Measurement of mechanical compressive properties and densification energy requirement of miscanthus × giganteus and switchgrass. Bioenergy Res 8:152–164. https://doi.org/10.1007/s12155-014-9495-8
- Monedero E, Portero H, Lapuerta M (2015) Pellet blends of poplar and pine sawdust: Effects of material composition, additive, moisture content and compression die on pellet quality. Fuel Process Technol 132:15–23. https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.12.013
- Nhuchhen D, Basu P, Acharya B (2014) A comprehensive review on biomass torrefaction. Int J Renew Energy Biofuels 2014:1–56. https://doi.org/10.5171/2014.506376

- Nielsen NPK, Gardner DJ, Poulsen T, Felby C (2009a) Importance of temperature, moisture content, and species for the conversion process of wood residues into fuel pellets. Wood Fiber Sci 41:414–425
- Nielsen NPK, Holm JK, Felby C (2009b) Effect of fiber orientation on compression and frictional properties of sawdust particles in fuel pellet production. Energy Fuels 23:3211–3216. https://doi.org/ 10.1021/ef800923v
- Nielsen NPK, Gardner DJ, Felby C (2010) Effect of extractives and storage on the pelletizing process of sawdust. Fuel 89:94–98. https://doi.org/10.1016/j.fuel.2009.06.025
- Nielsen SK, Mandø M, Rosenørn AB (2020) Review of die design and process parameters in the biomass pelleting process. Powder Technol 364:971–985. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.10.051
- NREL (2008) National Renewable Energy Laboratory. Chemical analysis And Testing Laboratory Analytical Procedures. NREL. Golden. CO, EEUU
- Obernberger I, Thek G (2004) Physical characterisation and chemical composition of densified biomass fuels with regard to their combustion behaviour. Biomass Bioenerg 27:653–669. https://doi.org/ 10.1016/j.biombioe.2003.07.006
- Orozco SE, Bischof RH, Barbini S et al (2021) Fate of lipophilic wood extractives in oxygen-based cellulose bleaching. ACS Sustain Chem Eng 9:4840–4849. https://doi.org/10.1021/acssuschem eng.1c00109
- Pasangulapati V, Ramachandriya KD, Kumar A et al (2012) Effects of cellulose, hemicellulose and lignin on thermochemical conversion characteristics of the selected biomass. Bioresour Technol 114:663–669. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.03.036
- Pradhan P, Mahajani SM, Arora A (2018) Production and utilization of fuel pellets from biomass: a review. Fuel Process Technol 181:215–232. https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2018.09.021
- Rabemanolontsoa H, Ayada S, Saka S (2011) Quantitative method applicable for various biomass species to determine their chemical composition. Biomass Bioenerg 35:4630–4635. https://doi. org/10.1016/j.biombioe.2011.09.014
- Rossouw PE, Kamelchuk LS, Kusy RP (2003) A fundamental review of variables associated with low velocity frictional dynamics. Semin Orthod 9:223–235. https://doi.org/10.1016/j.sodo.2003. 08.003
- Serrano C, Monedero E, Lapuerta M, Portero H (2011) Effect of moisture content, particle size and pine addition on quality parameters of barley straw pellets. Fuel Process Technol 92:699–706. https:// doi.org/10.1016/j.fuproc.2010.11.031
- Severian D (2008) Polysaccharides: structural diversity and functional versatility, 2nd edn. Marcel Dekker, New York
- Shaw MD, Karunakaran C, Tabil LG (2009) Physicochemical characteristics of densified untreated and steam exploded poplar wood and wheat straw grinds. Biosyst Eng 103:198–207. https://doi.org/ 10.1016/j.biosystemseng.2009.02.012

- Stasiak M, Molenda M, Bańda M et al (2020) Friction and shear properties of pine biomass and pellets. Materials (Basel). https://doi. org/10.3390/MA13163567
- Stelte W, Holm JK, Sanadi AR et al (2011a) Fuel pellets from biomass: The importance of the pelletizing pressure and its dependency on the processing conditions. Fuel 90:3285–3290. https://doi.org/10. 1016/j.fuel.2011.05.011
- Stelte W, Holm JK, Sanadi AR et al (2011b) A study of bonding and failure mechanisms in fuel pellets from different biomass resources. Biomass Bioenerg 35:910–918. https://doi.org/10. 1016/j.biombioe.2010.11.003
- Svensson BA, Rundlöf M, Höglund H (2006) Sliding friction between wood and steel in a saturated steam environment. J Pulp Pap Sci 32:38–43
- Theerarattananoon K, Xu F, Wilson J et al (2011) Physical properties of pellets made from sorghum stalk, corn stover, wheat straw, and big bluestem. Ind Crops Prod 33:325–332. https://doi.org/10.1016/j. indcrop.2010.11.014
- Tryjarski P, Lisowski A, Gawron J, Obstawski P (2023) Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties. Wood Sci Technol. https://doi.org/10.1007/ s00226-023-01466-6
- Tumuluru JS, Wright CT, Hess JR, Kenney KL (2011a) A review of biomass densification systems to develop uniform feedstock commodities for bioenergy application. Biofuels, Bioprod Biorefining 5:683–607. https://doi.org/10.1002/bbb.324
- Tumuluru JS, Wright CT, Kenny KL, Hess JR (2011b) A review on biomass densification technologies for energy application [Online]. Tech. Report INL/EXT-10-18420, Idaho National Laboratory, Idaho Falls, Idaho, USA (2010). Available at: http://www. inl.gov/bioenergy. Accessed 22 June 2011
- Whittaker C, Shield I (2017) Factors affecting wood, energy grass and straw pellet durability—a review. Renew Sustain Energy Rev 71:1–11. https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.12.119
- Yeom SB, Ha E-S, Kim M-S, Jeong SH, Hwang S-J, Choi DH (2019) Application of the Discrete Element Method for Manufacturing Process Simulation in the Pharmaceutical Industry. Pharmaceutics 11:414. https://doi.org/10.3390/pharmaceutics11080414

Publisher's Note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Springer Nature or its licensor (e.g. a society or other partner) holds exclusive rights to this article under a publishing agreement with the author(s) or other rightsholder(s); author self-archiving of the accepted manuscript version of this article is solely governed by the terms of such publishing agreement and applicable law.

Warszawa, dn. 20.01.2025

Mgr inż. Paweł Tryjarski 92031209499 Wawozowa 1/24 02-796 Warszawa pawel tryjarski@sggw.edu.pl

> Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron. 2024. Pressure agglomeration of raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings: assessment of the compaction process and agglomerate strength. European Journal of Wood and Wood Products 82(3): 885-903, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na opracowaniu metod badawczych, przygotowaniu materiałów, przeprowadzeniu badań i przygotowaniu artykułu, co stanowi 85% całej pracy.

Pouvet Tryjanshi Podpis

Prof. dr. hab. inż. Aleksander Lisowski 55111903375 Aleja Komisji Edukacji Narodowej 53 m. 62 02-797 Warszawa aleksander_lisowski@sggw.edu.pl

> Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron. 2024. Pressure agglomeration of raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings: assessment of the compaction process and agglomerate strength. *European Journal of Wood and Wood Products* 82(3): 885–903, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na nadzorze, recenzji oraz edycji pracy, co stanowi 10% całej pracy.

Helesender Lisovol ..

Podpis

Warszawa, dn. 20.01.2025

Dr. inż. Jakub Gawron 693639676 Niklowa 18/2 05-120, Legionowo jakub_gawron@sggw.edu.pl

> Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Jakub Gawron. 2024. Pressure agglomeration of raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings: assessment of the compaction process and agglomerate strength. European Journal of Wood and Wood Products 82(3): 885-903, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na pomocniczym nadzorze, recenzji oraz edycji pracy, co stanowi 5% całej pracy.

Podpis Jakub Yoon

ORIGINAL ARTICLE



Pretreatment of pine and poplar particleboards with *Pleurotus ostreatus* (Jacq.): physicomechanical and chemical properties of wood, potential of solid fuel and biogas production

Paweł Tryjarski¹ · Aleksander Lisowski¹ · Adam Świętochowski¹

Received: 30 November 2024 / Accepted: 20 December 2024 © The Author(s), under exclusive licence to Springer-Verlag GmbH Germany, part of Springer Nature 2025

Abstract

This study, which evaluated the effects of biological pretreatment on comminuted pine and poplar shavings and particleboards with urea–formaldehyde resin (UF), utilising *Pleurotus ostreatus (P. ostreatus)*, holds statistically significant implications for the future of waste management and biogas production. The 17-week fungal pretreatment was followed by a physico-mechanical and chemical analysis of raw and pretreated materials and pressure agglomeration to produce pastilles and an anaerobic digestion process to produce biogas. The specific density and strength parameters in radial and axial compression were determined for the produced pastilles. The pretreatment notably reduced lignin content by 6.8–8.3%, which increased mechanical parameters, angles of internal friction, cohesion, shear, and consolidation stresses and positively affected agglomeration efficiency and increased pellet density. Values for the specific compaction work of treated biomass were higher than those of raw biomass (24.03 vs. 21.70 kJ kg⁻¹), correlating with the production of denser pastilles (1014 vs. 959 kg m⁻³). After pretreatment, enhanced structural properties of the biomass (lignin and hemicellulose components decreased, and cellulose content increased) facilitated increased methane yields, showing up to a 3.7-fold increase for pine and 2.9-fold for poplar UF particleboards. This research advances the potential for developing recycling and biogas technologies, offering novel insights into UF degradation via fungal pretreatment. The findings underscore the necessity for further detailed studies to analyse changes in resin content post-pretreatment and their impact on the properties of wood materials.

Abbreviations INOC PIBR	Inoculum Comminuted raw pine	POBT	Comminuted poplar particleboards after <i>P. ostreatus</i> pretreatment
PIBT	particleboards Comminuted pine	POST	Comminuted poplar shavings after <i>P. ostreatus</i>
PISR	<i>P. ostreatus</i> pretreatment Comminuted raw pine	MT	Material state (raw, R, after <i>P. ostreatus</i> pretreatment, T)
PIST	shavings after cutting-milling Comminuted pine	PT	Product type (shavings, SH, particleboard, PB)
POBR	shavings after <i>P. ostreatus</i> pretreatment Comminuted raw poplar	1L	compression, AC, radial compression, RC)
	particleboards	TW	Wood species (pine, PI, poplar, PO)

List of symbols

ADF

ADL

c C_1, C_2

\square	Aleksander Lisowski
	aleksander_nsowski@sggw.edu.pi

¹ Department of Biosystems Engineering, Institute of Mechanical Engineering, Warsaw University of Life Sciences, Nowoursynowska 166, 02-787 Warsaw, Poland Acid detergent fibre (%)

Cohesion (kPa)

respectively

Acid detergent lignin (%)

Correction of the empty bag

after extraction and ashing,

C _{CH4(CO2, O2, H2)}	Concentration of methane, carbon dioxide, oxygen, and hydrogen in biogas, respectively (%)	p, p_N, p_w, p_u	Pressure of the biogas phase at the time of read- ing, normal; $p_N = 1013$ hPa, vapour pressure of the water
$C_{d,corr}$	Corrected concentration of the dry biogas component (%)		as a function of the ambi- ent temperature (hPa) and a maximum of pushing the
CF	Crude fibre (%)		agglomerate out of the die
$C_{\mu_{2S}}$	Hydrogen sulphide		opening, respectively (MPa)
- 1125	concentration in biogas	R_{I}, R_{J}	Agglomerate expansion rates
	(ppm)	ı, a	relative to its length and
d_{a}, d_{a}	Diameter of the agglomerate		diameter, respectively (%)
a, a m	and the die opening.	S	Piston displacement to push
	respectively (mm)	~ u	the agglomerate out of the
E	Modulus of elasticity in		die opening (mm)
	agglomerate compression	$T_{\rm e}T_{\rm er}$	Temperature: ambient and
	(MPa)	1, 1 _N	normal: $T_{\rm u}=273$ K
F	Specific energy of		respectively (\mathbf{K})
L_j	compression until the	t	Temperature of the biogas at
	anglomerate cracks	l_c	the volume meter (°C)
	$(mI mm^{-2})$	t	Anaerobic fermentation time
ff	Flow index	l _s	(h)
\mathcal{J}_{c}	Higher heating value	TS TS TS	(II) Total solids in the
1111 V	$(\mathbf{M}\mathbf{I}\mathbf{k}\mathbf{a}^{-1})$	$15, 15_{me}, 15_{mf}$	comminuted material blends
I	(MJ Kg) Degree of biomass		of comminuted material and
1 _S	compaction		inoculum before and after
lr.	Coefficient of shovings'		formantation $\binom{0}{2}$
K _S	cueses tibility to compaction	V V	Volume of the bioges ready
	susceptionity to compaction $(I m^3 l a^{-2})$	<i>v</i> , <i>v_{d,N}</i>	off and dry biogas in the
7 T	(JIII Kg)		on and dry blogas in the
L_s, L_v	specific work; compacting		(mL)
	and pushing the		(ML) Valatila calid in the same
	aggiomerate out of the	VS, VS_{me}, VS_{mf}	volatile solid in the com-
	die opening, respectively		minuted material, blends of
7 T	(KJ Kg ⁻¹)		comminuted material and
L_s, L_v	Specific work; compacting		inoculum before and after
	and pushing the		fermentation (%)
	agglomerate out of the	x_g	Geometric mean of particle
	die opening, respectively	¥7 ¥7	size (mm)
	(kJ kg ⁻¹)	Y, Y _{CH4}	Yield; volatile solid, biogas,
$m_1, m_2, m_3, m_4, m_{db}, m_{ab}, m_d$	Mass; empty bag,		and methane, respectively $(1 - 3)$
	sample, bag with sample	0	(mL g ⁻³)
	after extraction (drying), bag	δ	Angle of external friction for
	with sample after ashing,		wood comminuted
	empty bag after extraction		shavings-chrome steel (°)
	(drying), empty bag after	$ ho_{CH4}, ho_{ m NaCl}$	Density; single
	asning, single material dose,		agglomerate (kg m^{-3}) and
	and saturated sodium		saturated sodium
	chloride solution,		chloride solution (g mL ^{-1}),
140	respectively (g)		respectively
MC	Moisture content (% w.b.)	σ, σ_1	Stress; maximum normal,
NDF	Neutral detergent fibre (%)		major consolidation, respectively (kPa)

σ_c	Unconfined yield strength
-	(kPa)
σ_{p}	Maximum tensile strength
Γ	(MPa)
τ	Shear stress (kPa)
$\varphi, \varphi_c, \varphi_e, \varphi_{lin}$	The angle of internal
	friction; general, in steady
	state, effective, linearised,
	respectively (°)

1 Introduction

The production of particleboards globally has nearly doubled from 1995 to 2021, reaching 103,955,051 m³, highlighting a growing challenge in waste management for this type of biomass (FAOSTAT 2024). Mainly, waste particleboards containing urea–formaldehyde resin UF pose a severe challenge to the environment and recycling technology, and their energy use through incineration may be limited due to the emission of harmful substances such as formaldehyde (Ihnat et al. 2020). Following the Directive of the European Parliament and the Council (2008/98/EC), which emphasises waste prevention, preparation for reuse, recycling, and other recovery methods over disposal, the management of particleboard waste has become increasingly crucial (EP 2008).

Given these challenges, it is essential to explore new methods for managing particleboard waste that are both effective and environmentally sustainable. One such potential method is their biological pretreatment with white rot fungi, such as the oyster mushroom (P. ostreatus) (Bellettini et al. 2019), followed by biofuel production (Jafari et al. 2011). These fungi can delignify lignocellulosic biomass, potentially increasing the accessibility of cellulose and hemicellulose for subsequent enzymatic conversion into sugars (Kainthola et al. 2021). However, the effect of P. ostreatus on cellulose and hemicellulose is less significant, as shown by studies on beech and oak wood (Bari et al. 2015a, 2015b; Karim et al. 2016). P. ostreatus contributes to reducing wood mass and the thickness of its cell walls, which was confirmed by various techniques, including microscopy and FT-IR spectroscopy (Bari et al. 2018). These results are consistent under different experimental conditions and for other wood species. Of particular interest are the observations on oak wood, in which P. ostreatus caused soft rot type I, suggesting that local variations in cell wall composition and chemical properties modulate its degradation capacity. These results indicate the potential of this fungus to generate a wide range of enzymes and adaptive mechanisms in response to the diversity of lignocellulosic substrates (Bari et al. 2020). In addition to its degradative capacity, *P. ostreatus* shows potential in biopulping, reducing energy

consumption, and improving the quality of cellulose pulp (Bari et al. 2021, 2024).

Oyster mushrooms can degrade particleboards containing UF by breaking down hemicellulose, cellulose, and lignin, aided by specific microbial species, particularly Actinomycetales (Liu et al. 2022). The enzymatic capabilities of oyster mushrooms and their potential for biodegradation of industrial wastewater, including lead tolerance and biosorption of heavy metals (Bhatnagar et al. 2021), showcase their broad potential. These fungi produce a range of industrially significant enzymes in paper production (Skočaj et al. 2018), such as cellulase, xylanase, lipase, peroxidase, amylase, protease, laccase (which degrades lignin) (Kumar et al. 2009), and manganese peroxidase (Bánfi et al. 2015). However, there is no information about enzymes produced during the degradation of UF. Enzyme activity varies with the different growth stages of fungi and in response to other substrates (Devi et al. 2024). Spent edible mushroom substrate is an economical and convenient resource for sustainable bioethanol production with efficient recovery of lignocellulolytic enzymes (Devi et al. 2022). Although UF acts as a binder in board production and provides fungal resistance (Amini et al. 2018), the oyster mushroom, being a robust fungus, has the potential to decompose, keeping in mind the mentioned mycoremediation potential. While the pretreatment with white rot fungi has been extensively studied concerning agricultural waste (Kainthola et al. 2021), applying it to waste particleboard containing synthetic resins is a novel area.

In particleboard waste management, it is crucial to understand the effect of biological pretreatment on the mechanical properties of biomass, which plays an essential role in the pressure agglomeration process, i.e., during biomass densification under the influence of external pressure. Oyster mushroom improves the biomass properties, including its susceptibility to densification, which facilitates the agglomeration process and pellets production (Girmay et al. 2016; Bari et al. 2020; Lee et al. 2022; Olughu et al. 2021), which are biomass conversion into biofuels. Anaerobic digestion, although an alternative, may be limited by UFs, which negatively affect methane-producing microorganisms (Wang et al. 2011). Biogas production is another way of converting biomass pretreated by oyster mushrooms, significantly reducing lignin and increasing enzymatic efficiency saccharification and biomethane production (Kumar and Sharma 2017; Ma et al. 2021; Vasilakis et al. 2023), which requires further investigation for commercial applications.

The scientific question posed by this research is: Can biological pretreatment with the oyster mushroom effectively decompose pine and poplar shavings, particularly those in particleboards containing UF? Will pretreatment enhance the mechanical properties of the comminuted biomass, thus improving the strength of pastilles (the agglomerates have the same height as their diameter, obtained by compacting a single biomass dose) and the efficiency of biogas production? This study aims to identify the specific alterations in biomass's structure and chemical composition following biological pretreatment and to explore how these changes enhance pressure agglomeration processes and anaerobic fermentation efficiency. The primary scientific objective is to acquire novel, insightful information on the role of the oyster mushroom and evaluate the effectiveness of its use in decomposing particleboard shavings, its impact on the mechanical properties of biomass (shear stress, unconfident yield strength, internal and external friction angles, cohesion, and flow index), and the efficacy of pressure agglomeration (specific compaction work, degree of compaction, compaction susceptibility coefficient, pastille expansion index concerning its length and diameter, maximum pressure to push the agglomerate out of the die opening, specific work to push the agglomerate out of the die opening, piston displacement to push the agglomerate out of the die opening, single pastille density) and biogas production processes (biogas and methane yields and contents of methane, carbon dioxide, oxygen, hydrogen, and hydrogen sulphide). Ultimately, the research seeks new insights and knowledge regarding the potential advantages of biologically processing particleboards for producing solid fuels and biogas.

The research hypotheses formulated for this study are as follows:

- (1) Biological pretreatment within a specified timeframe using the *P. ostreatus* leads to significant decomposition of lignin and hemicelluloses in wood shavings and particleboards, thereby increasing cellulose availability and enhancing the comminuted biomass's mechanical properties.
- (2) Structural and chemical alternation during the pretreatment of wood and particleboard with *P. ostreatus* will improve the processed material's mechanical properties (angles of internal friction, cohesion, shear, and consolidation stresses), thus increasing compaction capacity during the pressure agglomeration process, resulting in greater pastilles strength. The material alternation will also facilitate more effective anaerobic fermentation in biogas production.

The article's novelty resides in its unique approach to addressing the ecological utilisation of particleboard waste containing synthetic resins. Biological pretreatment with white rot fungi has not yet been harnessed for these materials. Moreover, this study offers a comprehensive analysis of the impact of biological pretreatment on the mechanical properties of the waste, the efficiency of the pressure agglomeration process, and the parameters of biogas production. This represents a substantial contribution to the advancement of environmentally friendly technologies.

2 Material and methods

2.1 Material

The source material comprised two shavings: one suitable for producing particleboard inner layer and consisting mainly of pine wood. These shavings were later called "pine shavings". The second type was poplar shaving from sawmill waste specially shredded to be suitable for producing the inner layer in multilayer particleboards. These pine and poplar shavings were obtained from the Research and Development Centre for Wood-Based Panels, Ltd. in Czarna Woda. A detailed analysis of the physicochemical parameters of these shavings is outlined in the first article (Tryjarski et al. 2023), with the densification process and strength of agglomerates discussed in the second article of this series (Tryjarski et al. 2024). Poplar shavings were used to produce single-layer poplar particleboard. Commercial particleboards were purchased from the market and tested as pine particleboards. Both pure poplar and pine shavings were used as reference materials for the antifungal pretreatment of individual particleboards. For the present study, wood shavings and particleboards with UF were comminuted using a knife mill (LMN-100, Alchem Group Ltd., Toruń, Poland) equipped with a 3 mm mesh sieve to ensure a uniform particle size distribution. Comminuted material underwent 17 weeks of biological pretreatment using the P. ostreatus. The two wood species, TW, pine (PI), and poplar (PO), were differentiated into product types PT, SH shavings, and PB particleboards, and material state MT as raw (R) and after fungal pretreatment (T). Eight averaged samples were designated as follows: POSR-comminuted raw poplar shavings, POST-comminuted poplar shavings after pretreatment, POBR-comminuted raw poplar particleboards, POBT-comminuted poplar particleboards after pretreatment, PISR-comminuted raw pine shavings, PIST-comminuted pine shavings after pretreatment, PIBR-comminuted raw pine particleboards, PIBT-comminuted pine particleboards after pretreatment. An analysis of physicochemical properties was conducted for these eight materials to facilitate the interpretation and elucidation of features influencing pressure agglomeration and anaerobic fermentation.

2.2 Procedure for pretreatment of material with *P. ostreatus*

The pretreatment of comminuted shavings and particleboards with fungi lasted over 17 weeks at a temperature of 28 °C and a relative air humidity of 97% in a climate chamber. The tests were conducted in laboratories where air conditions were monitored and controlled by an air conditioning system maintaining a temperature of 22–23 °C and relative air humidity of $65 \pm 5\%$. The medium, jars, and jar seals were sterilised in an autoclave at 126 °C. Material samples weighing between 48 and 49 g, with moisture increased to 20-30% by the addition of demineralised water, were placed in polyamide nets and polyethylene bags, which were hermetically sealed. The moisture content of samples was performed using an MA50/1.R moisture analyser (Radwag, Radom, Poland). These samples were then sterilised using ionising radiation at a dose of 28 kGy at the Institute of Nuclear Chemistry and Technology (Andres and Wojciechowska 2017).

Following our experience (Tryjarski et al. 2022), P. ostreatus mycelium, obtained from MycoLabs (MycoLabs Aleksandra Jarczok, Pszczyna, Poland), was inoculated into 0.5-L preserving jars filled with a thick layer of Malt Extract Agar medium (Pol-Aura Ltd., Morag, Poland). Jars were filled with medium up to about 18 mm from the base, about 100 mL per jar. The concentration of the medium was 50 g in 1 L of tap water. The reason for pouring many media into jars was to prevent overdrying. These previously sterilised containers provided a secure environment for further mycelial growth. Lids, sealed with cellulose cotton wool encased in sterile gauze, were fitted to the jars, which were then placed in a bacteriological incubator (Incudigit 80, JP Selecta, Barcelona, Spain). A vessel of water was included to maintain humidity. The multiplication of the mycelium occurred at 24 °C; upon complete coverage of the medium surface, the sample grids were introduced into the jars. These were then put into a climate chamber (2MXM, PHU Refrigeration, Warsaw, Poland), controlled by computer software to ensure optimal climatic conditions. Additionally, two water vessels were placed within the chamber to prevent sample drying, as verified in preliminary multi-week studies. Based on the literature (Li et al. 2018), the relative air humidity set at 75% proved too low, reducing the material's moisture from 24 to 10% after 8 weeks. According to the literature, the required conditions for cultivating oyster mushrooms is 80-90% relative humidity, with temperatures ranging from 24 to 28 °C (Setiawati et al. 2021), or even 80-100% r.h. and 20-30 °C (Soares et al. 2022). However, for material pretreatment, lower relative humidity levels of 65-85% are expected (Mustafa et al. 2016). The effect of temperature and relative humidity on fungal activity is well-documented (Aghajani et al. 2018).

After the biological pretreatment, sample particles were self-agglomerated in bags and roughly separated and mixed. The material was air-dried for four weeks, and averaged samples from approximately a dozen identical original samples were prepared for further study.

2.3 Physical properties of comminuted material

Physical parameters were determined for comminuted shavings and particleboards in both the raw state and after fungal pretreatment. These parameters included moisture content relative to the wet basis (MC), particle size distribution, external friction angle (δ), and higher heat value (HHV). Each of the eight averaged samples was stored in individual plastic bags before further analysis.

On each day of testing, *MC* was determined for samples weighing 2 g using the MA50/1.R moisture analyser (Radwag, Radom, Poland), as the measurements were performed over a more extended period. The samples were stored in a room with a controlled temperature of 22-23 °C and relative air humidity of $65 \pm 5\%$.

The particle size distribution of comminuted materials, with each sample weighing 80, 40, 70, 70, 20, 50, 100, and 50 g for PISR, PIST, PIBR, PIBT, POSR, POST, POBR, POBT, respectively, was conducted using a vibrating separator (LAB-11-200/UP, Eko-Lab, Brzesko, Poland), based on the ANSI/ASAE S319.4 standard. A set of sieves with mesh sizes of 0.15, 0.212, 0.3, 0.425, 0.6, and 0.85 mm and a bottom pan were used. These mesh sizes were chosen based on preliminary tests to ensure the middle sieve contained the most mixture, aiming to achieve a particle size distribution close to a normal distribution. For a detailed description of the methods, see Tryjarski et al. (2023). Considering the research aims and article limitations, the particle size distribution analysis included the geometric mean of particle size (x_{q}) . The full particle size distribution comprised over 20 parameters and was analysed in the previous paper (Tryjarski et al. 2023).

The angle δ for comminuted pine and poplar particleboards, both in raw form and after fungal pretreatment, was determined using a thin layer (equivalent to a single particle thickness) of material resting on a chromium steel plate. The chromium steel was chosen as further pressure agglomeration was done in dies made of this material. The plane's inclination, where the particle movement on the plate surface was recorded, was measured using an electronic protractor with an accuracy of 0.1°. The HHV for all material samples was determined for dried material, as described in the article on pressure agglomeration of raw and comminuted shavings (Tryjarski et al. 2024).

2.4 Mechanical properties of the material: strength and flowability

The strength and flowability of comminuted pine and poplar particleboards, both in raw form and after fungal pretreatment, were determined using a direct shear tester. The tester featured an internal shear diameter d_m of 60 mm and a height of 170 mm. The procedure was carried out following the requirements of Eurocode 1 (Eurocode 1 2006) and is described in detail in the article on the physicomechanical properties of raw and comminuted shavings (Tryjarski et al. 2023).

2.5 Analysis of crude fibre, detergent fractions, and lignocellulosic components

Chemical reagents were purchased from ANKOM Technology Corporation (USA, NY). Weighting was conducted with an MA50/1.R moisture analyser (Radwag, Radom, Poland) with an accuracy of 0.1 mg. Crude fibre and detergent fractions were determined according to ANKOM 200 fibre analyser manual (A200 manual; Method 8 2022). Samples were kept with *MC* levels below 10% because moisture can dilute the added acid (NREL 2008). All eight material samples were ground in a knife mill to reduce the risk of overheating. The particle size distribution was assessed on a vibrating separator (LAB-11-200/UP, Eko-Lab, Brzesko, Poland). The geometric mean value x_g was below 1 mm. Representative samples containing the entire spectrum of particle sizes were taken from each batch of material by dividing it with a strip.

Analytical samples and control alfalfa (ALF-2022-001), provided by the supplier ANKOM Corporation (USA, NY), were sealed in mesh bags (F57, ANKOM Technology)

Table 1 Summary of equations used to determine *CF*, *NDF*, *ADF*, *ADL*, and biogas production parameters (the remaining equations for determining the analysed parameters can be found in articles on the

with an electric welder. Sample mass was 0.95-1.00 g for crude fibre (*CF*) determination and 0.45-0.50 g for neutral detergent fibre (*NDF*), acid detergent fibre (*ADF*), and acid detergent lignin (*ADL*). Each set of 22 samples of the tested materials included two control samples and one empty bag to establish a correction factor for the empty bag (*C*₁) or the ashed bag (*C*₂). Since the tests were conducted in two series, two bags, instead of three, were randomly used for two biomass samples to assess all eight distinct materials within a single series while maintaining consistent test conditions.

During the determination of CF, samples were first extracted in a 0.255N sulphuric acid (H₂SO₄) solution, followed by a 0.313N sodium hydroxide (NaOH) solution. Both extractions were conducted at 100 °C for 40 min using an ANKOM 200 fibre analyser (ANKOM Technology Corporation, USA, NY). After each extraction and the removal of the solution, the samples were rinsed twice in demineralised water at temperatures between 50 and 90 °C for 5 min, and excess water was removed by placing the bags on filter paper. The bags were then soaked in a beaker with acetone for 5 min, air-dried on wire mesh, and finally dried in a laboratory dryer (SLW 115, Pol-Eko Aparatura, Wodzisław Śląski) at 102 ± 2 °C for 4 h. Bags containing samples and the empty control bag were put into crucibles and ashed in a muffle furnace (FCF 5SM, Czylok, Jastrzębie Zdrój) at 600 °C for 2 h. Crucibles and ash were cooled in a desiccator and weighed. The CF content was calculated from Eq. 1, and the correction for the empty bag after ashing (m_{ab}) from Eq. 2 (Table 1).

To determine the *NDF* content, samples with bags were extracted in a mixture of 0.01 g mL⁻¹ sodium sulphite and alpha-amylase at 2 mL L⁻¹ in a neutral detergent solution (ND) for 75 min. After extraction, the samples were rinsed twice with alpha-amylase at 0.002 g mL⁻¹ in demineralised

physical properties of biomass (Tryjarski et al. 2023) and pelleting (Tryjarski et al. 2024))

Parameter	Equation	No	Source
<i>CF</i> ; <i>ADL</i> , %	$CF(ADL) = \frac{100[m_4 - (m_1C_2)]}{m_2}$	1	A200 manual; Method 8 (2022)
Correction of empty bag after ashing C_2 , –	$C_2 = \frac{m_{ab}}{m_a}$	2	
NDF; ADF, %	$NDF(ADF) = \frac{100[m_3 - (m_1C_1)]}{m_2}$	3	
Correction of empty bag after extraction C_l , –	$C_1 = \frac{m_{db}}{m_s}$	4	
Cellulose, %	Cellulose = ADF - ADL	5	Wolfrum et al. (2009)
Hemicellulose, %	Hemicellulose = NDF - ADF	6	
Lignin, %	Lignin = ADL	7	
Volume of dry biogas, mL	$V_{d,N} = V \cdot \frac{(p-p_w) \cdot T_N}{p_w \cdot T}; V = \frac{m_{NaCl}}{\rho_{NaCl}}$	8	VDI 4630 (2016)
Water vapor pressure in biogas, hPa	$p_w = 6.11231 \cdot e^{\left(17.5043 \cdot \frac{t_{nc}}{241.2} + t_c\right)}$	9	
Corrected concentration of the dry biogas component, %	$C_{d,corr} = C_{CH_4(CO_2,O_2,H_2)} \cdot \frac{100}{C_{CH_4} + C_{CO_2} + C_{O_2} + C_{H_2}}$	10	VDI 4630 (2016), modified

water at 70–90 °C for 5 min, then in hot demineralised water for 5 min. After rinsing and drying, the samples were soaked in acetone for 5 min. The samples were air-dried and finally in a laboratory dryer, similar to the *CF* determination process. The dried samples were cooled in desiccant punches and weighed. The *NDF* content was calculated from Eq. 3, and the correction for the empty bag after extraction (drying) (C_4) from Eq. 4 (Table 1).

For the *ADF* determination, samples were extracted with AD for 60 min. After extraction, the samples were rinsed three times in demineralised water at a temperature of 70–90 °C in five-minute intervals, with the pH of the water checked using litmus paper after the final rinse. The rest of the procedure was the same as for *NDF* determination.

The ADL determination followed the ADF process. Dry samples were immersed with 72% (w/w) sulphuric acid and agitated thirty times over 3 h at 30-min intervals. Extracted samples were thoroughly rinsed under running water until all traces of acid were eliminated, as verified by the pH of the rinse water using litmus paper. The water was removed from the samples by immersing them in acetone for 3 min, then drying them in a laboratory dryer at 105 ± 2 °C for 4 h. The dried samples were cooled in desiccant punches, weighed, and ashed in crucibles in a muffle furnace at 525 °C for three hours. The crucibles with ash were cooled down in a desiccator and weighed. The ADL was calculated according to Eq. 1 (Table 1). The correction for an empty bag after ashing (C_2) was derived from Eq. 2 (Table 1). The results from the biomass tests for CF, NDF, and ADF were compared with those for the control sample. For CF of crushed poplar particleboard after biological pretreatment, the results were validated in interlaboratory tests conducted at the Institute of Animal Sciences WULS in Warsaw, with relative errors from these studies below 1%.

The cellulose content was calculated from the difference between *ADF* and *ADL*, as per Eq. 5, hemicellulose from the difference between *NDF* and *ADF*, as per Eq. 6, and lignin content is equivalent to *ADL*, as per Eq. 7 (Table 1).

CF, crude fibre, %; *ADL*, acid detergent lignin, %; $m_1, m_2, m_3, m_4, m_{db}, m_{ab}, m_{NaCl}$, the mass of the empty bag, sample, bag with sample after extraction (drying), mass loss of the bag with sample after ashing, mass of the empty bag after extraction (drying), mass loss of the empty bag after extraction (drying), mass loss of the empty bag after ashing, and saturated sodium chloride solution, respectively, g; C_1, C_2 , correction of the empty bag after extraction and ashing, respectively, -; *NDF*, neutral detergent fibre, %; *ADF*, acid detergent fibre, %; ρ_{NaCl} , the density of a saturated sodium chloride solution, 1.158 mL g⁻¹; p, p_N, p_w, p_u , the pressure of the biogas phase at the time of reading, normal; $p_N = 1013$ hPa, the vapour pressure of the water as a function of the temperature of the ambient space, hPa; *T*, *T_N*, the temperature of the ambient space and normal; $T_N = 273$ K, respectively, K; t_c , the temperature of the biogas at the volume meter, °C; $C_{CH4(CO2, O2, H2)}$, concentration in biogas of methane, carbon dioxide, oxygen, and hydrogen, respectively., %; $C_{d,corr}$, corrected concentration of the dry biogas component, %.

2.6 Physical properties of substrates before and after anaerobic fermentation

The total solid (*TS*) was calculated based on the determined MC of the material. For volatile solid (*VS*) determination, randomly dried inoculum and anaerobic fermentation residues were collected from glass jars and milled to pass 1.02–2 mm sieves. *VS* was determined as mass loss during ash determination of material based on the PN-EN ISO 18122:2016-01 standard.

2.7 Pressure agglomeration of comminuted material

The compaction tests for comminuted pine and poplar particleboards, both in their raw form and after fungal pretreatment, were conducted using a universal TIRAtest testing machine equipped with chrome steel dies. These dies featured a closed chamber with an external diameter of 30 mm, internal diameter d_m of 6, 8, and 10 mm, and a height of 200 mm. While tests for raw and comminuted shavings encompassed a broader range of outputs, including agglomerates: pellets, pastilles, and granules (Tryjarski et al. 2024), this article focused specifically on the impact of fungal pretreatment by exclusively producing pastilles from crushed particleboards, aligning with the study's aims and avoids increasing the volume of this paper. The process of pressure agglomeration of materials during pastilles formation, along with equations for determining the parameters of pastilles compaction and strength under radial and axial loading, were detailed in the article about pressure agglomeration of raw and comminuted shavings (Tryjarski et al. 2024).

2.8 Anaerobic fermentation and biogas yield and composition

Biogas yield tests were conducted using the VDI 4630:2016-11 standard (VDI 4630 2016). Blends containing agricultural inoculum (INOC) were prepared to maintain a mass ratio of VS from substrates to inoculum not exceeding 0.5. The 2 L bioreactors, with 1800 g blends each, were checked for airtightness, and the air was expelled over the solution's surface by nitrogen purging. The bioreactors were put in water baths (Fig. 1) and connected to glass containers filled



Fig. 1 Set-up of 2-L bioreactors with inoculum blends, pine and poplar substrates, agricultural inoculum, and microcrystalline cellulose in water baths at 37 °C during anaerobic fermentation

with a saturated sodium chloride (NaCl) solution to prevent the dissolution of carbon dioxide (CO_2) from the biogas.

Three samples were prepared for each material type, along with controls of INOC and a blend of INOC with microcrystalline cellulose (CM) as a reference substance. The bioreactors were submerged above blend level in a water bath maintained at 37 ± 1 °C by a thermostat. Biogas production was monitored daily by weighting the displaced sodium chloride solution on an accurate electronic scale to 0.1 g. The biogas mass was then calculated using a conversion factor of 0.8635 derived from the inverse value of sodium chloride density. Following this, the biogas composition was analysed using two gas analysers. The DP-28 BIO gas analyser (Nanosens Ltd., Wyskogotowo, Poland) measured the percentages of methane (CH_4) , carbon dioxide (CO_2) , oxygen (O_2) , and hydrogen (H_2) in the biogas over 75 s. The Gas Data GFM 400 gas analyser (OMC Envag Ltd., Warsaw, Poland) assessed hydrogen sulphide (H₂S) concentration in ppm (mL m^{-3}) within the biogas, requiring at least 50 s for measurement. These measurements were taken sequentially. During the biogas efficiency tests, the temperature and air pressure in the laboratory were recorded daily. The actual volume of produced biogas or methane was converted to the volume of dry gas or methane under standard conditions using Eq. 8. Water vapour pressure (p_w) was calculated using the Magnus equation, Eq. 9, and the corrected concentration of biogas components in dry gas was derived from Eq. 10 (Table 1). The yield of biogas (Y) and methane (Y_{CH4}) was expressed in the dry gas volume per unit of VS.

2.9 Statistical analysis

Most measurements were conducted in triplicate. The assessment of lignocellulosic compounds in the materials was carried out in two series, adhering to the recommendations of the NREL method (NREL 2008). During pressure agglomeration, 20 pastilles were produced, with 8–10 each subjected to radial and axial compressive loading and further analysed.

Dependent variables were verified against the assumptions. The Kolmogorov–Smirnov (K–S), Lilliefors-corrected (K–S–L), and Shapiro–Wilk (S–W) tests were applied to assess the normality of distributions, alongside Levene and Brown-Forsyth tests for homogeneity of variance. Based on the K–S test results, the distributions of variables were found to conform to the normal distribution. The results of the Levene and Brown-Forsyth tests confirmed the homogeneity of variance across the analysed factors.

The impact of the pretreatment of comminuted shavings and particleboard with oyster mushroom, wood species, and product type (shavings or particleboard) on the physicochemical properties of the materials was analysed in contrast to the corresponding material without such pretreatment. Additionally, the influence of die diameter d_m on the pressure agglomeration process and the strength of pastilles under radial and axial loading was evaluated. The effects of the biological pretreatment on the efficiency of anaerobic fermentation, as indicated by methane yield and biogas composition, were also assessed. Statistical analyses were conducted using multivariate analysis of variance (MANOVA) with the Fisher-Snedecor *F* test. Differences between mean values were evaluated using the Tukey test at a significance level of $p \le 0.05$, using Statistica version 13.3.

3 Results and discussion

3.1 Physicomechanical properties of comminuted biomass

After the fungal pretreatment, particle size was slightly reduced, particularly in the case of comminuted shavings. Differences between wood species were marginal, below the statistical error value. The particles of comminuted shavings and particleboard particles had an average size of 0.44 ± 0.06 mm, with a median of 0.43 mm. The size x_g was notably higher for raw pine comminuted shavings at 0.61 mm (Table 2).

The impact of fungal pretreatment on the material's mechanical properties from comminuted particleboards was statistically significant in most instances. These changes were more pronounced for pine than for poplar. Notably, the results concerning the strength σ_c were particularly

 $18.37^{b} + 0.18$

 $75.8^{b} \pm 0.4$

 $93.6^{b} \pm 0.9$

 $81.5^{b} \pm 0.3$

 $37.8^{b} \pm 1.8$

 $43.7^{a} \pm 1.8$

 $12.1^{b}\pm0.7$

 $37.8^{b} \pm 1.8$

 $17.50^{a} \pm 0.50$

 $65.9^{a} \pm 0.6$

 $85.0^{a} \pm 0.7$

 $78.5^{a} \pm 0.2$

 $30.6^{a} \pm 1.7$

 $47.9^{b} \pm 1.7$

 $6.5^{a} \pm 0.6$

 $30.6^{a} \pm 1.7$

 σ_c , kPa

 $ff_c, -$

τ, kPa

c, kPa φ_e , °

 $\varphi_c, °$

 $\varphi_{lin},$ °

CF, %

NDF, % ADF, %

ADL, %

Cellulose, % Hemicellulose, %

Lignin, %

HHV, MJ kg⁻¹

 $64.4^{b} \pm 13.8$

 $2.31^{a} \pm 0.68$

 $44.4^{\rm b}\pm1.2$

 $17.57^{a} + 5.44$

 $42.9^{\rm b}\pm1.2$

 $23.9^{a} \pm 3.5$

 $33.7^{a} \pm 5.0$

 $16.65^{a} + 0.41$

 $48.0^{a} \pm 1.7$

 $81.9^{a} \pm 1.0$

 $64.3^a \pm 0.2$

 $16.6^{a} \pm 1.3$

 $47.7^{a} \pm 1.3$

 $17.6^{a} \pm 0.9$ **16.6^a \pm 1.3**

 $42.1^{a} \pm 9.5$

 $2.99^{a} \pm 1.1$

 $34.9^{\rm a}\pm0.7$

 $12.74^{a} \pm 4.38$

 $35.9^{a} \pm 3.2$

 $20.0^{a} \pm 5.4$

 $28.7^{a} \pm 5.6$

 $17.61^{b} + 0.39$

 $63.5^{b} \pm 0.7$

 $91.5^{b} \pm 0.9$

 $72.5^{\rm b}\pm0.7$

 $24.9^{b} \pm 1.2$

 $47.6^{a} \pm 1.9$

 $18.9^{a} \pm 1.6$

 $24.9^{b} \pm 1.2$

particleboards in the raw state and after 17 weeks of pretreatment with P. ostreatus								
Parameter	Pine				Poplar			
	Shavings		Particleboard		Shavings		Particleboard	
	Raw	Treated	Raw	Treated	Raw	Treated	Raw	Treated
x_g , mm	$0.61^{b^*} \pm 0.01$	$0.42^{a} \pm 0.02$	$0.42^{a} \pm 0.02$	$0.42^{a} \pm 0.01$	$0.51^{b} \pm 0.03$	$0.44^{a} \pm 0.01$	$0.43^{b} \pm 0.01$	$0.40^{a} \pm 0.03$
MC, %	$5.80^{\rm a} \pm 0.06$	$6.60^{\rm b}\pm0.05$	$5.11^{a} \pm 0.04$	$6.73^{\rm b}\pm0.01$	$5.57^{a} \pm 0.07$	$5.65^{b} \pm 0.03$	$5.31^{a} \pm 0.08$	$6.60^{\rm b}\pm0.03$
δ , °			$30.5^{\mathrm{a}} \pm 2.5$	$34.6^{\rm b}\pm0.9$			$30.5^{\mathrm{a}} \pm 2.5$	$32.4^{\rm b}\pm2.0$
σ_1 , kPa			$123.2^{\rm a} \pm 2.5$	$161.6^{b} \pm 12.2$			$117.5^{\rm a} \pm 20.7$	$141.7^{\mathrm{b}}\pm11.3$

 $48.7^{b} \pm 7.3$

 $3.39^{a} \pm 0.62$

 $46.1^{\rm b}\pm1.6$

 $11.19^{a} \pm 2.39$

 $45.4^{\rm b}\pm1.2$

 $29.9^{b} + 3.0$

 $41.0^{b} \pm 3.1$

 $17.23^{a} + 0.27$

 $52.3^{a}\pm0.5$

 $75.1^{a} \pm 0.6$

 $66.4^{a} \pm 0.7$

 $31.6^{a} \pm 2.2$

 $34.8^{a} \pm 2.5$

 $8.7^{a} \pm 1.3$

 $31.6^{a} \pm 2.2$

 $17.74^{a} \pm 0.29$

 $67.7^{\rm b}\pm0.4$

 $93.9^{\rm b}\pm1.0$

 $78.7^{b} \pm 0.7$

 $26.7^{b} \pm 1.8$

 $52.0^{a} \pm 1.9$

 $15.2^{a} \pm 1.6$

 $26.7^{b} \pm 1.8$

 $16.89^{a} \pm 1.05$

 $64.2^{\mathrm{a}} \pm 0.7$

 $91.1^{a} \pm 1.5$

 $77.0^{a} \pm 0.5$

 $21.3^{a} \pm 2.1$

 $55.7^{b} \pm 2.5$

 $14.2^{a} \pm 1.9$

 $21.3^{a} \pm 2.1$

Table 2 Parameters (mean values and \pm standard deviations, SD) of physicomechanical properties of pine and poplar comminuted shavings and particleboards in the raw state and after 17 weeks of pretreatment with *P. ostreatus*

*Values in bold in each row between raw and pretreated material with the different letters are statistically significant at p < 0.05

 $33.7^{a} \pm 3.9$

 $3.70^a \pm 0.46$

 $34.8^{a}\pm0.4$

 $9.25^{a} \pm 1.25$

 $37.3^{a} \pm 0.1$

 $23.1^{a} \pm 1.5$

 $32.5^{a}\pm1.0$

 $18.72^{b} + 0.07$

 $\mathbf{68.2^b} \pm \mathbf{0.7}$

 $\mathbf{88.4^b} \pm \mathbf{0.4}$

 $71.7^{b} + 0.7$

 $\textbf{38.4^b} \pm \textbf{2.1}$

 $33.3^{a} \pm 2.6$

 $16.7^{b} \pm 1.0$

 $38.4^{b} \pm 2.1$

MC moisture content, x_g the geometric mean of particle size, δ angle of external friction for wood comminuted material-chrome steel, σ_1 major consolidating stress, σ_c unconfined yield strength, f_c flow index, τ shear stress, *c* cohesion, φ_e the effective angle of internal friction, φ_c angle of internal friction in steady state, φ_{lin} linearised angle of internal friction, *HHV* higher heating value, *CF* crude fibre, *NDF* neutral detergent fibre, *ADF* acid detergent fibre, *ADL* acid detergent lignin

outstanding, where for raw pine and poplar particleboard materials, they were 33.7 and 42.1 kPa, respectively. After pretreatment, they increased to 48.7 and 64.4 kPa, respectively.

The angle δ for both pine and poplar raw particleboards was consistently 30.5°, but after fungal pretreatment, it increased by almost 4° and by 2°, respectively. All three types of internal friction angles (φ_e, φ_c , and φ_{lin}) were higher for the comminuted pine particleboard compared to the poplar one, and their increase post-treatment was statistically significant (for poplar: φ_c and φ_{lin} close to significant). Following fungal pretreatment, a more substantial increase in stresses σ_1 was observed in pine particleboard, by 31%, than in poplar one, by 21%. Similarly, stresses τ increased by 32 and 27%, respectively, which was also statistically significant. The impact of pretreatment on the cohesion of the materials was less pronounced, with increases of 21 and 38% for the respective species, with a broad scatter of values rendering these differences not statistically significant. The flow coefficient decreased post-treatment by 8.4% for pine particleboard and 22.7% for poplar particleboard, indicating that the poplar particleboard experienced a more significant reduction of this coefficient than pine. The enhancement in mechanical parameters, particularly friction angles (δ , and φ), c, and τ and σ_1 stresses following fungal pretreatment, suggests a potential influence on pressure agglomeration processes, potentially facilitating the production of more strength pastilles during compression and more durable pastilles during transport and handling. Fungal pretreatment enhances the cohesion between material particles, as corroborated by the literature (Ballen Sierra et al. 2023).

The *HHV* for pine and poplar wood decreased after fungal pretreatment by almost 1 MJ kg⁻¹, with the reduction being more pronounced for pine. Notably, the *HHV* of raw pine particleboards containing UF was initially the highest at 18.72 MJ kg⁻¹, but after pretreatment, it dropped to 17.23 MJ kg⁻¹, representing an 8% decrease. These reductions are primarily attributed to lignin degradation. Evidence of the interdependencies among the analysed parameters was provided by partial correlations between *HHV* and *CF*, *NDF*, *ADF*, and *ADL*, which were 0.876, 0.579, 0.709, and 0.818, respectively, indicating a strong correlation of *HHVs* with the structural components of the biomass. What is more, supported by the statement that lignin's lower heating value (related to *HHV*) was 23–27 MJ kg⁻¹, compared to 19 MJ kg⁻¹ of cellulose and hemicellulose, as detailed in the form of a regression equation (Demirbas 2004). Interestingly, a more significant decrease in *HHV* was observed for particleboards than for shavings alone, suggesting that the fungus could degrade the UF present in the boards. Further focused studies are needed to explain these phenomena in detail.

Fungal pretreatment caused a statistically significant increase in the material MC, notably in particleboards, where the MC rose from 5.2 to 6.6% on average. Comparable changes were observed across both wood species. Pine shavings exhibited an increased MC from an initial 5.8 to 6.6%, while poplar shavings maintained a similar level at 5.6%. This noticeable rise in MC for pine and poplar posttreatment demonstrates that fungal pretreatment can effectively enhance the material's water absorption capacity. This aligns with findings from research (Wenny Surya Murtius et al. 2024). The oyster mushroom, recognised for its ability to degrade lignin and partially hemicellulose, along with other wood components, alters the cellular structure of the material (Badu et al. 2011), thereby increasing its porosity (Kumar et al. 2021), which in turn facilitates moisture absorption (Banik et al. 2017).

The differences observed in MC between pine and poplar and between wood and particleboard materials may stem from the distinct properties of these materials. Pine and particleboard materials seem more susceptible to fungal pretreatment, particularly in lignin degradation, which can lead to notable changes in water absorption. Moisture absorption may also relate to the wood's inherent structure and chemical composition, and fungal decay may have a relatively more substantial influence on pine. Changes in MC aligned with alterations in CF, NDF, ADF, and ADL content, as evidenced by Pearson correlation coefficients of -0.971, -0.927, -0.903, and -0.510, respectively. Since lignocellulosic compounds are connected with fibre content, some correlations were observed. Interestingly, a strong correlation existed between *NDF* and hemicelluloses (r = 0.857). It is worth mentioning that NDF is equivalent to the content of all wood structural components together, not sole hemicelluloses. Lignin content was directly linked to ADL but positively correlated with CF (r = 0.679). Following *P. ostreatus* pretreatment, ADL content decreased significantly, beneficially increasing cellulose content, indicated by a negative correlation coefficient between these variables (r = -0.906). Statistically significant correlations were observed in most pairs of parameters, except between NDF and ADF associated with ADL. The more porous structures, capable of absorbing increased moisture, concurrently reduced the concentration of TS, leading to lower CF, NDF, ADF, and ADL values. The ADL content in pine materials was consistent between raw shavings and particleboards at 37.8 and 38.4%, respectively, and for treated materials at 30.6 and 31.6%. For poplar materials, ADL content was notably lower than in pine ones, with absolute differences of 11.1% for raw shavings, 9.3% for treated shavings, 13.5% for raw particleboards, and 15.0% for treated particleboards. The reduction in ADL content after fungal pretreatment confirmed its effectiveness in degrading lignin and was consistent across raw-treated material pairs, showing a more beneficial effect on particleboards of both wood species. The decreases in NDF and ADF content suggest partial degradation of holocellulose polymers, potentially advantageous for fermentation processes, as highlighted in the literature (Wan and Li 2012). The influence of fungal pretreatment was more substantial on changes in NDF (hemicellulose, cellulose, lignin) content than ADF (cellulose, lignin). It was more significant for particleboards than shavings and pine than poplar.

3.2 Pressure agglomeration of biomass and pastille strength

Fungal pretreatment and the choice of wood species significantly influenced many parameters describing the pressure agglomeration of particleboard materials in pastille formation. Variables such as pastille density (ρ_a), pastille ejection pressure (p_u), specific work of ejection (L_v), and the diameter (d_m) significantly shaped the physical properties of the agglomerates (Table 3). However, the effects of wood species on compaction work (L_s) and the impacts of fungal pretreatment on linear agglomerate expansion (R_l) and piston displacement during pastille ejection (s_u) were not statistically significant.

Work (L_s) , compaction susceptibility coefficient (k_s) , linear (R_l) and diametric expansion (R_d) , pressure (p_u) , work (L_v) , displacement (s_u) , and density (ρ_a) were statistically higher for pine than poplar. It was observed that the harder pine shavings (Monedero et al. 2015) were more challenging to densify compared to the more plastic poplar shavings, underscoring the importance of the raw material's physical properties on the agglomeration process. Efficient densification of the more robust pine wood required higher die heights than those for poplar wood (Monedero et al. 2015), indicating the significant role of wood mechanical properties in the pressure agglomeration process, potentially affecting the efficiency and costs of pastilles production.

In producing pastilles from the particleboard materials, the diameter d_m played a crucial role in determining the work L_v and the physical characteristics of the resulting agglomerate. It was observed that increasing the d_m from 6 to 8 mm significantly affected the required compaction work while producing higher-density pastilles. This increase in density was advantageous, as denser agglomerates from the same

Table 3 Results of the analysis of variance and mean values with SD for specific compaction work (L_s) , degree of compaction (I_s) , compaction susceptibility coefficient (k_s) , agglomerate (pastille) expansion index concerning its length (R_l) and diameter (R_d) , maximum pressure to push the agglomerate out of the die opening (p_u) , specific

work to push the agglomerate out of the die opening (L_{ν}) , piston displacement to push the agglomerate out of the die opening (s_u) , single agglomerate density (ρ_a) , concerning wood species (TW), material pretreatment (MT), and die opening diameter (d_m)

Factor	L_s , kJ kg ⁻¹	$I_s, -$	k_s , J m ³ kg ⁻²	<i>R</i> _{<i>l</i>} , %	<i>R</i> _{<i>d</i>} , %	p_u , MPa	L_v , kJ kg ⁻¹	s _u , mm	ρ_a , kg m ⁻³
TW	0.6175	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	0.0001	< 0.0001	< 0.0001	0.0499	< 0.0001
d_m	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001
MT	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	0.3743	0.0450	0.0011	0.0048	0.1327	< 0.0001
Mean and:	\pm SD for wood s	pecies (TW)							
Pine	$22.89^{a_*} \pm 2.61$	$3.28^{a} \pm 0.46$	$363.3^{b} \pm 84.7$	$14.35^{b} \pm 7.01$	$3.94^{b} \pm 2.01$	$0.65^{b} \pm 0.31$	$0.038^{b} \pm 0.026$	$2.43^{\rm b}\pm1.05$	$1002.3^{b} \pm 40.8$
Poplar	$22.84^{a} \pm 3.16$	$3.96^{b} \pm 1.15$	$288.5^{a} \pm 96.0$	$11.80^{a} \pm 6.46$	$3.81^{\rm a} \pm 1.98$	$0.29^{a} \pm 0.25$	$0.019^{a} \pm 0.021$	$2.23^{a} \pm 2.21$	$970.0^{a} \pm 52.1$
Mean and:	± SD for die ope	ning diameter	(d_m, mm)						
6	$19.96^{a} \pm 1.55$	$3.64^{b} \pm 1.04$	$248.5^{a} \pm 68.7$	$16.57^{b} \pm 4.11$	$6.65^{\circ} \pm 0.33$	$0.59^{b} \pm 0.46$	$0.020^{a} \pm 0.018$	$1.43^{a} \pm 0.83$	$956.0^{a} \pm 64.3$
8	$22.89^{b} \pm 1.73$	$3.73^{\circ} \pm 0.90$	$368.2^{b} \pm 86.1$	$17.54^{b} \pm 4.65$	$2.65^{b} \pm 0.21$	$0.44^{a} \pm 0.22$	$0.049^{b} \pm 0.030$	$3.82^{\circ} \pm 1.87$	$1000.2^{b} \pm 31.3$
10	$25.75^{\circ} \pm 1.69$	$3.49^{a} \pm 0.87$	$361.1^{b} \pm 87.6$	$5.11^{a} \pm 2.54$	$2.33^{a} \pm 0.33$	$0.38^{a} \pm 0.25$	$0.016^{a} \pm 0.010$	$1.74^{b} \pm 1.22$	$1002.3^{b} \pm 29.7$
Mean and:	± SD for materia	al pretreatment	t (MT)						
Raw	$21.70^{a} \pm 2.46$	$2.85^{a} \pm 0.22$	$389.8^{b} \pm 71.5$	$12.88^{a} \pm 7.40$	$3.84^{a} \pm 2.01$	$0.43^{a} \pm 0.36$	$0.026^{a} \pm 0.022$	$2.41^{a} \pm 1.24$	$958.5^{a} \pm 49.1$
Treated	$24.03^{b} \pm 2.83$	$4.39^{b} \pm 0.73$	$262.1^{a} \pm 76.7$	$13.27^{a} \pm 6.27$	$3.91^{b} \pm 1.98$	$0.52^{b} \pm 0.30$	$0.031^{b} \pm 0.028$	$2.26^{a} \pm 2.11$	$1013.8^{b} \pm 30.8$
		0							

*Values between factor levels with different letters are statistically significant at p < 0.05

type of biomass typically exhibit better structural stability and are less prone to disintegration during transport and use. The comparison material doses were 0.2, 0.3, and 0.5 g for d_m of 6, 8, and 10 mm. Under such conditions, the height of the compacted material sample was inversely proportional to the d_m . Consequently, reducing the compaction height led to producing pastilles with a higher density, as layers with a reduced height (thickness) are more readily compacted. The mechanism of better compaction of a thinner material layer stems from the reduced effect of the material's elasticity compared to a thicker layer. The comminuted shavings and particleboards were more easily rearranged, filling voids and displacing air between particles, and then overcoming elasticity, they underwent plastic deformation under the sudden increase in the compaction pressure gradient, resulting in the need for more significant work L_s . During compaction, feedback from the bottom of the die increased the transverse pressure from the deformation, which was proportional to the axial pressure (Miao et al. 2015).

The spring-back effect, which is the ability of a material to partially return to its original shape after the load has been removed, tends to decrease with the increase of the die opening diameter, d_m , which affects the pastiles expansion. This effect is widely described in the literature on the densification processes of crushed porous materials (Kong et al. 2012). This implies that more minor d_m led to more significant expansion, which may be undesirable for maintaining the cohesion of the agglomerates. Conversely, susceptibility k_s , or the ease with which the material compresses, was proportional to the die orifice diameter, suggesting that larger holes facilitate compaction while reducing the required

pressures. Pastille expansion was linked to the compaction mechanism and the plastic deformation of particles, which is more favourable for those compacted in thinner layers. Thus, particles plastically bound by mechanical bridges in larger-diameter pastilles underwent less expansion.

Fungal pretreatment increased the work L_s required to produce pastilles from 21.70 to 24.03 kJ kg⁻¹, and the results show that this additional energy contributed to the production of pastilles with a significantly higher density ρ_a , 1014 kg m⁻³ instead of 959 kg m⁻³ (by 5.8%). The pretreated material was more susceptible to compaction than the raw material, as it required less work to achieve a change in density ρ_a , with susceptibility k_s values of 262 and 390 J m kg⁻², respectively. Pastilles' R_d and R_l expansion were slightly more significant for pretreated materials, indicating subtle differences in their physical properties resulting from the fungal pretreatment process. However, the R_l change was not statistically significant.

For comparison, the work L_s for noncomminuted pine shavings was higher at 42.7 kJ kg⁻¹, and the density ρ_a was lower at 994 kg m⁻³, while for poplar shavings, these values were 32.7 kJ kg⁻¹ and 978 kg m⁻³, respectively (unpublished authors' data). This is because, at the exact dosage, larger shavings were characterised by higher material elasticity and more significant shape deformations. Shape deformations cause proportional lateral pressures, increasing friction on the agglomerate's lateral surface and the die opening. Since the comminuted biomass after biological pretreatment exhibited higher angles δ and φ and more extensive *c*, along with a lower flow index than the raw material (Table 2), overcoming these higher resistances and performing more work L_s was necessary. These phenomena were also observed while producing feed pellets intended for cows (Heift 2002).

Differences in pressure agglomeration parameters can be attributed to changes in the fibre content of the biomass. The degradation of fibres by the fungus affected the structure of lignocellulosic compounds, facilitating the formation of pastilles with greater efficiency and density. Correlations between the work L_s and fibre content, such as *CF* and *ADF*, alongside density ρ_a and *NDF* and *ADF*, suggest a relationship between the physicochemical properties of the materials during the agglomeration process.

Pastilles made of raw and fungal pretreated materials and subjected to radial and axial compressive loading exhibited varying values of modulus of elasticity (E), specific energy of compression until the agglomerate cracks (E_i) and maximum tensile strength during pastille cracking (σ_p) . The modulus E was not statistically significantly affected by the diameter d_m (p = 0.8057, Table 4). Generally, pastilles with higher strength σ_p exhibited a lower modulus E. Axially loaded pastilles displayed strengths σ_p an order of magnitude greater than those loaded radially, with noticeable differences in the impact of various factors on strength parameter values. Given that pastilles show lower resistance to radial than axial loads, radial pressures are more significant when handling these products; thus, the interpretation of results will focus on this aspect. Pastilles made from pine particleboard demonstrated more resistance to radial compressive deformation compared to those made from poplar particleboards, with strengths σ_p of 2.14 and 0.32 MPa, respectively, and energies E_i of 1.07 and 0.18 mJ mm², respectively.

The strength parameters of the pastilles during radial compression decreased significantly with increasing diameter d_m , while the modulus E tended to increase, although without statistically significant differences. Although the density ρ_a and work L_s corresponded with the diameter d_m , the pastilles' resistance to radial compressive loads was inversely proportional to this d_m . Larger diameter pastilles deformed more easily, requiring less energy, and generated lower maximum stresses until the pastilles cracked. This could be attributed to the lower homogeneity of the material compacted in larger diameter d_m , as the effect of friction δ between the material and the hole surface increased radially from the axis, locally weakening the internal structure of the pastilles.

Pastilles from fungal pretreated materials exhibited more than double the strength σ_p and energy E_j . They displayed lower modulus *E* values than those made from raw materials. The modulus *E* did not show clear consistency with the values of fibrous structure *CF*, *NDF*, *ADF*, and *ADL*, nor with hemicellulose, cellulose, and lignin, highlighting the complex influence of material chemical composition on the elasticity of the pastilles. Interestingly, a significant correlation was observed between the energy E_i and strength

Table 4 Results of analysis of variance, mean values, and SD for pastilles modulus of elasticity (*E*), specific agglomerate deformation energy (E_j), and maximum tensile strength during agglomerate (pastille) cracking (σ_p), considering wood species (TW), material pretreatment (MT), type of agglomerate load (TL), and die opening diameter (d_{np}) for raw and fungal pretreated particleboards

Factor	E, MPa	E_j , mJ mm ⁻²	σ_p , MPa				
Radial compression—all agglomerates							
TW	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001				
TL	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001				
d_m	0.8057	< 0.0001	< 0.0001				
MT	0.0160	< 0.0001	< 0.0001				
Mean and $\pm S$	SD for wood species (ΓW)					
Pine	$22.38^{b^*} \pm 19.52$	$55.99^{a} \pm 63.17$	$45.60^{a} \pm 46.15$				
Poplar	$8.49^{a} \pm 6.20$	$65.31^{b} \pm 71.94$	$50.22^{b} \pm 51.47$				
Mean and $\pm S$	SD for type of agglom	erate load (TL)					
RC	$24.65^{b} \pm 18.42$	$0.62^{a} \pm 0.66$	$1.23^{a} \pm 1.31$				
AC	$6.21^{a} \pm 2.48$	$121.29^{b} \pm 43.74$	$94.90^{b} \pm 19.64$				
Mean and $\pm S$	SD for die opening dia	meter (d_m, mm)					
6	$15.57^{a} \pm 14.22$	$35.88^{a} \pm 37.26$	$40.43^{a} \pm 41.03$				
8	$15.73^{a} \pm 17.41$	$69.47^{b} \pm 72.59$	$52.57^{c} \pm 53.25$				
10	$15.01^{a} \pm 16.52$	$76.61^{\circ} \pm 79.10$	$50.72^{b} \pm 51.09$				
Mean and $\pm S$	SD for material pretrea	tment (MT)					
Raw	$16.57^{b} \pm 16.64$	$51.61^{a} \pm 57.40$	$40.45^{a} \pm 41.27$				
Treated	$14.29^{a} \pm 15.41$	$69.70^{b} \pm 75.83$	$55.36^{b} \pm 54.54$				
Axial compre	ession (AC)-pastille						
TW	0.9999	< 0.0001	< 0.0001				
d_m	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001				
MT	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001				
Mean and $\pm S$	SD for wood species (ΓW)					
Pine	$6.22^{a} \pm 2.47$	$110.9^{a} \pm 43.7$	$89.0^{a} \pm 21.3$				
Poplar	$6.22^{a} \pm 2.50$	$130.5^{b} \pm 42.5$	$100.1^{b} \pm 16.7$				
Mean and $\pm S$	SD for die opening dia	meter (d_m, mm)					
6	$9.15^{\circ} \pm 1.90$	$71.0^{a} \pm 16.6$	$79.5^{a} \pm 16.8$				
8	$5.43^{b} \pm 0.74$	$138.3^{b} \pm 30.7$	$103.9^{\circ} \pm 18.3$				
10	$4.09^{a} \pm 0.67$	$152.7^{\circ} \pm 28.4$	$100.4^{b} \pm 15.1$				
Mean and $\pm S$	SD for material pretrea	tment (MT)					
Raw	$5.69^{a} \pm 1.90$	$102.8^{a} \pm 36.2$	$80.2^{a} \pm 15.1$				
Treated	$6.74^{b} \pm 2.86$	$138.6^{b} \pm 44.2$	$109.0^{b} \pm 12.1$				
Radial comp	ression (RC)-pastille						
TW	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001				
d_m	0.1365	0.0040	< 0.0001				
MT	0.0034	< 0.0001	< 0.0001				
Mean and $\pm S$	SD for wood species (ΓW)					
Pine	$38.5^{b} \pm 15.2$	$1.07^{b} \pm 0.67$	$2.14^{b} \pm 1.31$				
Poplar	$10.8^{a} \pm 7.8$	$0.18^{a} \pm 0.14$	$0.32^{a} \pm 0.22$				
Mean and $\pm S$	SD for die opening dia	meter (d_m, mm)					
6	$22.0^{a} \pm 17.9$	$0.72^{b} \pm 0.82$	$1.40^{\circ} \pm 1.57$				
8	$26.0^{a} \pm 19.9$	$0.60^{ab} \pm 0.59$	$1.24^{b} \pm 1.30$				
10	$25.9^{a} \pm 17.5$	$0.54^{a} \pm 0.51$	$1.06^{a} \pm 1.00$				
Mean and $\pm S$	SD for material pretrea	tment (MT)					
Raw	$27.5^{b} \pm 17.7$	$0.40^{a} \pm 0.13$	$0.74^{a} \pm 0.25$				
Treated	$21.8^{a} \pm 18.8$	$0.84^{b} \pm 0.87$	$1.73^{b} \pm 1.70$				

*Values between factor levels with different letters are statistically significant at p < 0.05

 σ_p and the fibre content. The highest values of strength σ_p correlation coefficients were noted for *CF*, *NDF*, and *ADL* at 0.956, -0.944, and 0.881, respectively, suggesting that lignin content significantly affects the mechanical strength of the pastilles. Higher lignin content was associated with increased strength, likely owing to its natural binding and material stiffening properties. Furthermore, the pastilles strength increased inversely with cellulose content, while hemicellulose had no significant impact on E_i and σ_p .

In conclusion, these results verify that biological pretreatment with *P. ostreatus* can beneficially influence the physicochemical properties of particleboard materials, enhancing its density and efficiency in the pressure agglomeration process, which has implications for solid biofuels and the composites industry. The research results confirm the hypothesis that biological pretreatment improves pressure agglomeration properties and indicate the possibilities of continuing research to optimise the process and its application under different conditions and for other materials.

3.3 Anaerobic fermentation, methane yield, and biogas composition

The comminuted materials exhibited very high values of *TS* (94.08 \pm 0.64%) and *VS* (99.23 \pm 0.20%), theoretically suggesting a favourable biogas yield. Comparing raw materials, these values were higher for particleboards than wood shavings. After fungal pretreatment, there was a statistically

significant reduction, particularly noticeable in particleboards. This indicates that the fungus more extensively decomposed the UF-containing particleboards than the shavings without UF. For pretreated pine shavings, both *TS* and *VS* decreased significantly, from 94.20 to 93.40% and from 99.49 to 99.03%, respectively (Table 5), demonstrating the effectiveness of the fungal degradation process.

According to the adopted criteria described in the literature (Kupryś-Caruk et al. 2023), the inoculum had a low TS content of 2.12% but a high ash content of 37.45% in TS, resulting in a relatively low VS content of 62.55%. Consequently, after blending approximately 13 g of materials with the inoculum, the contents of TS_{me} and VS_{me} in the blends were consistent, at $2.77 \pm 0.01\%$ and $71.29 \pm 0.05\%$, respectively. However, in the blends with materials after biological pretreatment, TS_{me} and VS_{me} contents were lower than with raw materials, indicating decomposition by the fungus. After anaerobic fermentation, the contents of TS_{mf} and VS_{mf} in the blends decreased significantly to $2.13 \pm 0.10\%$ and $58.07 \pm 1.06\%$, respectively, reflecting relative reductions of 23 and 19%. The decreases of TS_{mf} in blends with pretreated materials were smaller than those with raw ones. In contrast, the cutbacks in VS_{mf} were more significant, evidencing effective bioconversion of the treated organic matter (Karthikeyan et al. 2024) by specialised microorganisms during anaerobic fermentation (Chojnacka and Moustakas 2024). This suggests the transformation of biomass components during fungal pretreatment into more volatile (Piatek et al. 2016)

Table 5 Parameters (mean values and \pm SD) of physicochemical properties of pine and poplar comminuted shavings and particleboards, raw andafter 17 weeks of pretreatment with *P. ostreatus* and results of tests of yield biogas and its composition

Parameter	Pine	Pine				Poplar			
	Shavings		Particleboard		Shavings		Particleboard		
	Raw	Treated	Raw	Treated	Raw	Treated	Raw	Treated	
TS, %	$94.20^{a^*} \pm 0.07$	$93.40^{\mathrm{b}}\pm0.06$	$94.89^{a} \pm 0.05$	$93.27^{b} \pm 0.01$	$94.43^{a} \pm 0.08$	$94.35^{a} \pm 0.03$	$94.69^{a} \pm 0.09$	$93.40^{b} \pm 0.03$	
VS, %	$99.49^{\mathrm{b}}\pm0.02$	$99.03^{a} \pm 0.06$	$99.36^{\mathrm{a}}\pm0.01$	$98.91^{ m b} \pm 0.01$	$99.32^{a} \pm 0.01$	$99.30^{a} \pm 0.04$	$99.38^{\mathrm{b}}\pm0.08$	$99.07^{\mathrm{a}}\pm0.02$	
$TS_{me}, \%$	$2.78^{a} \pm 0.01$	$2.78^{a} \pm 0.01$	$2.78^{a} \pm 0.01$	$2.78^{a} \pm 0.01$	$2.70^{a} \pm 0.11$	$2.78^{a} \pm 0.01$	$2.76^{a} \pm 0.04$	$2.78^{a} \pm 0.01$	
<i>VS_{me}</i> , %	$71.36^{\mathrm{b}}\pm0.01$	$71.24^{\mathrm{a}}\pm0.01$	$71.32^{\mathrm{b}}\pm0.01$	$71.22^{\mathrm{a}}\pm0.01$	$71.32^{a} \pm 0.01$	$71.31^{a} \pm 0.01$	$71.32^{\mathrm{b}}\pm0.02$	$71.25^{\mathrm{a}}\pm0.01$	
TS _{mf} , %	$2.13^{a} \pm 0.19$	$2.16^{a} \pm 0.07$	$2.00^{a} \pm 0.31$	$2.09^{a} \pm 0.06$	$1.98^{\rm a}\pm0.01$	$2.13^{\rm b}\pm0.06$	$2.22^{a} \pm 0.14$	$2.28^{a} \pm 0.02$	
$VS_{mf}, \%$	$58.1^{a} \pm 0.2$	$57.8^{a} \pm 0.1$	$58.4^{b} \pm 0.1$	$57.3^{a} \pm 0.1$	$57.1^{a} \pm 0.3$	$56.8^{a} \pm 0.6$	$60.0^{\rm b}\pm0.1$	$58.9^{\rm a}\pm0.1$	
Y, ml g ⁻¹	$59.0^{a} \pm 6.1$	$194.9^{b} \pm 3.9$	$46.8^{a} \pm 3.0$	$184.7^{b} \pm 3.1$	$218.1^{\rm a} \pm 4.2$	$295.4^{b} \pm 4.1$	$119.7^{\mathrm{a}} \pm 4.8$	$380^{b} \pm 1.5$	
$Y_{\rm CH4}$, ml g ⁻¹	$34.3^{a} \pm 5.2$	$108.3^{\mathrm{b}}\pm3.1$	$29.3^{a} \pm 1.4$	$109.1^{b} \pm 2.0$	$138.8^{\mathrm{a}}\pm6.6$	$169.3^{\mathrm{b}}\pm1.2$	$71.0^{\rm a} \pm 5.0$	$206.7^{\rm b}\pm1.5$	
C _{CH4} , %	$66.6^{\rm b}\pm0.4$	$64.9^{\mathrm{a}}\pm0.9$	$69.8^{b} \pm 0.3$	$64.4^{\rm a}\pm1.8$	$65.0^{\rm b}\pm0.1$	$62.8^{\rm a}\pm0.1$	$64.3^{\rm b}\pm0.2$	$62.2^{\rm a}\pm0.4$	
$C_{\rm CO2}, \%$	$26.3^{a} \pm 0.5$	$29.4^{b} \pm 1.3$	$21.7^{\rm a} \pm 0.4$	$28.5^{b} \pm 1.4$	$28.3^{a} \pm 0.2$	$31.5^{b} \pm 0.1$	$28.9^{\rm a}\pm0.2$	$31.7^{\rm b}\pm0.2$	
<i>C</i> _{O2} , %	$0.87^{a} \pm 0.18$	$0.82^{a} \pm 0.18$	$0.95^{a} \pm 0.05$	$1.36^{a} \pm 0.65$	$0.90^{a} \pm 0.17$	$0.69^{a} \pm 0.04$	$0.97^{a} \pm 0.18$	$1.04^{a} \pm 0.13$	
C _{H2} , %	$6.23^{b} \pm 0.34$	$4.92^{a}\pm1.24$	$7.52^{\rm b}\pm0.05$	$5.74^{\mathrm{a}}\pm0.2$	$5.78^{\mathrm{b}} \pm 0.07$	$4.98^{\mathrm{a}} \pm 0.03$	$5.78^{\rm b}\pm0.11$	$5.04^{\mathrm{a}}\pm0.03$	

*Values in bold in each row between raw and treated material with the different letters are statistically significant at p < 0.05

TS, TS_{me} , TS_{mf} total solids in the comminuted material, the blends of comminuted material and inoculum before and after fermentation; VS, VS_{me} , VS_{mf} , volatile solid in the comminuted material, the blend of comminuted material and inoculum before and after fermentation; Y, Y_{CH4} , yield in terms of volatile solid, biogas and methane, respectively; $C_{CH4(CO2, O2, H2)}$, concentration of methane, carbon dioxide, oxygen and hydrogen, in biogas, respectively



Fig. 2 Pairwise comparison of changes in lignocellulosic components (lignin, cellulose, hemicelluloses) between materials: raw and 17-week pretreated with *P. ostreatus*: pine and poplar wood shavings and particleboards. *POSR* comminuted raw poplar shavings, *POST* comminuted poplar shavings after *P. ostreatus* pretreatment, *POBR* comminuted raw poplar particleboards, *POBT* comminuted poplar particleboards, *PIST* comminuted raw pine shavings after pretreatment, *PISR* comminuted raw pine shavings after pretreatment, *PISR* comminuted raw pine shavings after pretreatment, *PIBR* comminuted raw pine particleboards, *PIBT* comminuted pine particleboards after pretreatment. *Dashed lines* between pairs of materials before and after treatment are included solely for improved visualisation

and readily degradable forms (Wainaina et al. 2019), advantageous for anaerobic fermentation. This was facilitated by changes in the physicochemical properties of the materials by *P. ostreatus*, significantly reducing lignin content (Fig. 2), a significant barrier in biomass degradation and fermentation processes. Selective lignin degradation increased cellulose accessibility to enzymes that decompose organic matter. At the same time, hemicellulose reduction may have enhanced the porosity and water absorption of the material (Manyi-Loh and Lues 2023), supporting fermentation processes. These changes in the lignocellulosic structure enhanced the biogas production potential of the processed materials.

The biogas yield of 711 mL g⁻¹ VS from microcrystalline cellulose fell within the acceptable range of 745 mL g⁻¹ VS \pm 10% per the VDI 4630 standard. The maximum biogas yield was substantially higher from materials subjected to fungal pretreatment than raw materials (Table 5), indicating that *P. ostreatus* effectively modified substrates, enhancing substrates' availability for fermentative microorganisms. Additionally, degradation of UF resin during fungal pretreatment cannot be excluded. Although the methane content in biogas was inversely proportional to the biogas yield (r = -0.801), the methane and biogas yields were in accordance (r = 0.998). The dynamics of the cumulative methane yield (Fig. 3) mirrored that of the biogas. The highest rate, achieved on the fourth day of anaerobic fermentation and sustained the



Fig. 3 Cumulative methane yield for pine and poplar comminuted shavings and particleboards in their raw form and after 17 weeks of pretreatment with *P. ostreatus* and agricultural inoculum. *INOC* inoculum, *POSR* comminuted raw poplar shavings, *POST* comminuted poplar shavings after pretreatment, *POBR* comminuted raw poplar particleboards, *POBT* comminuted poplar particleboards after pretreatment, *PISR* comminuted raw pine shavings, *PIST* comminuted pine shavings after pretreatment, *PIBR* comminuted raw pine particleboards, *PIBT* comminuted pine particleboards after pretreatment.

longest (until day 26) with a methane production efficiency of 207 mL g⁻¹ VS, was characteristic of pretreated poplar particleboards with UF. Compared to raw particleboards at 71 mL g⁻¹, this was a 2.9-fold increase. In contrast, the smallest increase (1.2-fold) was observed for poplar shavings, though the methane yields were relatively the highest in the raw state and after pretreatment, at 139 mL g⁻¹ VS and 169 mL g⁻¹ VS, respectively. The most significant increase (3.7-fold) occurred for pine particleboards, but the methane yields for raw and pretreated states were much lower, at 29 mL g⁻¹ VS and 109 mL g⁻¹ VS, respectively. These yields were comparable to those for pine shavings, at 34 mL g⁻¹ and 108 mL g⁻¹ VS, respectively, representing a 3.2-fold increase.

In general, methane yields were higher from poplar than from pine materials. However, the effect of *P. ostreatus* pretreatment was more pronounced on pine than on poplar shavings and particleboards compared to raw materials of both wood species. The higher methane yields from poplar materials can be attributed to their significantly lower lignin content than pine, at 26.7 vs. 37.8% for shavings and 24.9 vs. 38.4% for particleboards, respectively (Table 2). After biological pretreatment, the absolute decrease in lignin content was 5.4 and 7.3% for pine and 8.3 and 6.8% for poplar, respectively. The relative decreases were similar, with average reductions in lignin content slightly higher in pine materials at 7.03%, compared to 6.86% in poplar materials. The correlation coefficient between methane yield and lignin content was negative, at -0.848.

The effect of this material pretreatment was more significant than rice straw with P. ostreatus, which reduced lignin content by 3.3% (Datsomor et al. 2022). In the study with four P. spp. fungi (P. diamor, P. eryngii, P. sajor-caju, P. citrinopileatus) on corn stover, lignin content was reduced by 1.85–3.32% (Wang et al. 2021). Two members of the AA14 lytic polysaccharide monooxygenases from the white rot fungus Pycnoporus coccineus were found to significantly enhance wood saccharification efficiency by oxidatively cleaving highly resistant xylan-coated cellulosic fibres (Couturier et al. 2018). Small secreted proteins, together with lignocellulose-degrading enzymes, were elucidated to be integral components of the secretome and were hypothesised to also play a role in saprophytes and function in P. ostreatus as components of the ligninolytic system (Feldman et al. 2017). Converting lignocellulosic biomass to biofuels requires a critical pretreatment process to break down the recalcitrant lignin structure. For this purpose, several known ligninolytic enzyme assays were conducted, and the activity of lignin peroxidase, laccase, dye-decolorising peroxidase, and aryl-alcohol oxidase on the decomposition of an empty cluster of oil palm fruit was detected, confirming their ability to degrade lignin (Riyadi et al. 2020). No results were found on the treatment of UF-bonded wood.

The biogas' methane, carbon dioxide, and hydrogen concentrations closely correlated with lignin content with correlation coefficients of 0.892, -0.916, and 0.912, respectively. The inverse correlation of these biogas components was with cellulose, while hemicellulose showed no consistency with these components. The oxygen content in the biogas was below one percent (except for PIBT, which showed slightly more significant variability), and no correlation with lignocellulosic compounds or the effect of biological pretreatment was found. After pretreatment with P. ostreatus, the proportions of methane and hydrogen in the biogas decreased, while that of carbon dioxide increased significantly. This suggests that the quality of biogas slightly deteriorated after fungal pretreatment, as indicated by the negative correlation coefficient between methane content in biogas and material pretreatment method (r = -0.641), but generally, the quality of the biogas, characterised by a high methane content of 62–70% and low carbon dioxide levels (around 30%), was excellent, with hydrogen typically comprising 5-6%. No hydrogen sulphide was detected in the biogas, except in isolated instances during the first five days of anaerobic fermentation and the process with raw poplar shavings between the 10th and 22nd days, at a gas meter detection limit, i.e., 10 ppm.

In summary, the results confirmed the hypothesis that biological pretreatment with *P. ostreatus* altered the physicochemical properties of materials, particularly particleboards, positively affecting anaerobic fermentation processes. Reducing lignin and hemicelluloses content increased biogas yield, with significant implications for future industrial applications.

4 Conclusion

This research investigated comminuted pine and poplar shavings and UF-bonded particleboards pretreated with the fungus P. ostreatus, known for its capacity to degrade lignin and hemicelluloses. We assessed the physicochemical properties of the materials, examined the impact of fungal decomposition on the pressure agglomeration process and anaerobic fermentation, and explored how this bioconversion affected pastilles strength, methane yield, and biogas composition. Degradation of lignocellulose components by fungi, especially lignin, had a positive effect on the mechanical properties of the materials, such as shear stresses and external and internal friction angles, increased the density and compressive strength of the pellets from 40 to 55 MPa, and improved the availability of cellulose and hemicelluloses for fermentation processes, which significantly increased the biogas yield.

The results confirmed Hypothesis 1: the use of P. ostreatus significantly reduced the lignin content in UFbonded materials (by 6.8-8.3%), indicating the potential of this fungus for pretreatment of this type of materials. The results also indicated effective organic matter decomposition by the fungus, as evidenced by reduced TS and VS values in pine and poplar materials: wood shavings and particleboards. The work L_s for pretreated materials was higher than for raw ones (24.03 vs. 21.70 kJ kg⁻¹), corresponding with pastilles of significantly higher density ρ_a $(1014 \text{ vs. } 959 \text{ kg m}^{-3})$. Hypothesis 2 was also substantiated, as chemical and physical modification of wood and particleboard materials under fungal influence facilitated pressure agglomeration, producing more cohesive and robust pastilles. The biologically modified biomass from particleboards demonstrated enhanced methane production efficiency, especially for poplar particleboards, where efficiency increased from 71 mL g^{-1} VS to 207 mL g^{-1} VS, suggesting enhanced substrate availability for fermentation microbes.

The novelty of this study lies in employing white rot fungi in particleboard waste pretreatment to convert them into biofuels, a method not previously documented in the literature. The results suggest the potential of such pretreatment for practical industrial applications. Scaling up this technology involves challenges such as the lengthy duration required for effective fungal decomposition and specific conditions for fungal growth, notably pasteurisation. These limitations highlight the necessity for further, more detailed studies to optimise the processes and reduce decomposition time and costs while maintaining biodegradation efficiency. In conclusion, this research provides valuable insights into the potential advantages of biologically pretreating particleboard waste. It highlights its efficacy in enhancing both biomass's mechanical properties and biogas production's efficiency. These findings pave the way for sustainable particleboard recycling of UF-bonded particleboards, contributing to developing eco-friendly wood waste management strategies.

Acknowledgements This research is part of a doctoral dissertation supported by the Ministry of Science and Higher Education in Poland. The authors thank their colleagues from the Department of Biosystems Engineering for technical assistance in the research.

Author contribution Conceptualization, P.T. and A.L.; methods, P.T. and A.L.; software, P.T. and A.L.; formal analysis, P.T. and A.L.; investigation, P.T., A.L., and S.W.; resources, P.T. and A.L.; data curation, P.T. and A.L.; writing—original draft preparation, P.T.; writing—review and editing, A.L. and A.S.; visualization, P.T. and A.L.; project administration, A.L.; supervision, A.L. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Data availability No datasets were generated or analysed during the current study.

Declarations

Conflicts of interest The authors declare no competing interests.

References

A200 Operator's Manual, pp 53-56

- Aghajani H, Bari E, Bahmani M et al (2018) Influence of relative humidity and temperature on cultivation of Pleurotus species. Maderas Cienc y Tecnol 20:571–578. https://doi.org/10.4067/ S0718-221X2018005004501
- Amini MHM, Hashim R, Sulaiman NS et al (2018) Fungal resistance of particleboard made using glutardialdehyde modified corn starch as the binder with the aid of urea formaldehyde resin. Int J Eng Technol 7:23–26. https://doi.org/10.14419/ijet. v7i2.15.11192
- Andres B, Wojciechowska J (2017) The impact of mould fungi on the pigments used for wall and ceiling decoration based on the example of the wooden church of St Stanislaus the Bishop in Boguszyce. Ochr Zabyt 1:223–238
- Badu M, Twumasi SK, Boadi NO (2011) Effects of lignocellulosic in wood used as substrate on the quality and yield of mushrooms. Food Nutr Sci 02:780–784. https://doi.org/10.4236/fns.2011. 27107
- Ballen Sierra LA, Mendes-Pereira T, García GJY et al (2023) Current situation and future perspectives for the use of fungi in the biomaterial industry and proposal for a new classification of fungal-derived materials. PeerJ Mater Sci 5:e31. https://doi.org/ 10.7717/peerj-matsci.31
- Bánfi R, Pohner Z, Kovács J et al (2015) Characterisation of the large-scale production process of oyster mushroom (*Pleurotus ostreatus*) with the analysis of succession and spatial heterogeneity of lignocellulolytic enzyme activities. Fungal Biol 119:1354–1363. https://doi.org/10.1016/j.funbio.2015.10.003

- Banik N, Dey V, Sastry GRK (2017) An overview of lignin & hemicellulose effect upon biodegradable bamboo fiber composites due to moisture. Mater Today Proc 4:3222–3232. https://doi. org/10.1016/j.matpr.2017.02.208
- Bari BE, Schmidt O, Oladi R (2015a) A histological investigation of oriental beech wood decayed by *Pleurotus ostreatus* and *Trametes versicolor*. For Pathol 45:349–357. https://doi.org/10.1111/ efp.12174
- Bari E, Nazarnezhad N, Mahmoud S et al (2015b) International Biodeterioration & Biodegradation Comparison between degradation capabilities of the white rot fungi *Pleurotus ostreatus* and *Trametes versicolor* in beech wood. Int Biodeterior Biodegradation 104:231–237. https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2015.03.033
- Bari E, Mohebby B, Naji HR et al (2018) Monitoring the cell wall characteristics of degraded beech wood by white-rot fungi: anatomical. Chem Photochem Study 20:35–56. https://doi.org/10. 4067/S0718-221X2018005001401
- Bari E, Yilgor N, Kim JS et al (2020) Comparison of the decay behavior of two white-rot fungi in relation to wood type and exposure conditions. Microorganisms 8(12):1931
- Bari E, Ohno K, Yilgor N et al (2021) Characterizing fungal decay of beech wood: potential for biotechnological applications. Microorganisms 9(2):247
- Bari E, Ghorbanian M, Geoffrey F et al (2024) Fungal behavior and recent developments in biopulping technology. World J Microbiol Biotechnol 40:1–21. https://doi.org/10.1007/s11274-024-03992-2
- Bellettini MB, Fiorda FA, Maieves HA et al (2019) Factors affecting mushroom Pleurotus spp. Saudi J Biol Sci 26:633–646. https:// doi.org/10.1016/j.sjbs.2016.12.005
- Bhatnagar A, Tamboli E, Mishra A (2021) Wastewater treatment and Mycoremediation by *P. ostreatus* mycelium. IOP Conf Ser Earth Environ Sci 775:012003. https://doi.org/10.1088/1755-1315/ 775/1/012003
- Chojnacka K, Moustakas K (2024) Anaerobic digestate management for carbon neutrality and fertilizer use: a review of current practices and future opportunities. Biomass Bioenerg 180:106991. https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2023.106991
- Couturier M, Ladevèze S, Sulzenbacher G et al (2018) Lytic xylan oxidases from wood-decay fungi unlock biomass degradation. Nat Chem Biol 14:306–310. https://doi.org/10.1038/nchembio.2558
- Datsomor O, Gou-qi Z, Miao L (2022) Effect of ligninolytic axenic and coculture white-rot fungi on rice straw chemical composition and in vitro fermentation characteristics. Sci Rep 12:1–8. https://doi. org/10.1038/s41598-022-05107-z
- Demirbas A (2004) Combustion characteristics of different biomass fuels. Prog Energy Combust Sci 30:219–230. https://doi.org/10. 1016/j.pecs.2003.10.004
- Devi R, Kapoor S, Thakur R et al (2022) Lignocellulolytic enzymes and bioethanol production from spent biomass of edible mushrooms using Saccharomyces cerevisiae and *Pachysolen tannophilus*. Biomass Convers Biorefinery. https://doi.org/10.1007/ s13399-022-02406-3
- Devi R, Thakur R, Kapoor S et al (2024) Comparative assessment on lignocellulose degrading enzymes and bioethanol production from spent mushroom substrate of *Calocybe indica* and *Volvariella vol*vacea. Environ Sci Pollut Res 31:38878–38892. https://doi.org/ 10.1007/s11356-023-26988-1
- EP (2008) European Parliament and Council of the European Union (2008) Directive 2008/98/EC of the European Parliament and of the Council of 19 November 2008 on waste and repealing certain Directives. Off J Eur Union 22112008 223–30
- Eurocode 1 (2006) Part 4: Basis of design and actions on structures. Actions in silos and tanks. European Committee for Standardization, Amsterdam

- FAOSTAT (2024) Wood Energy Catalogue FAO Statistics on Forestry Production and Trade (FOASTAT- Forestry). https://www.fao.org/ faostat/en/#data/FO. Accessed 04 Jul 2024
- Feldman D, Kowbel DJ, Glass NL et al (2017) A role for small secreted proteins (SSPs) in a saprophytic fungal lifestyle: ligninolytic enzyme regulation in *Pleurotus ostreatus*. Sci Rep 7:1–13. https:// doi.org/10.1038/s41598-017-15112-2
- Girmay Z, Gorems W, Birhanu G, Zewdie S (2016) Growth and yield performance of *Pleurotus ostreatus* (Jacq. Fr.) Kumm (oyster mushroom) on different substrates. AMB Express 6:1–7. https:// doi.org/10.1186/s13568-016-0265-1
- Hejft R (2002) Pressure agglomeration of plant materials. Library of Exploitation Problems. Radom, Bialystok, ISBN 83-7204-251-9
- Ihnat V, Lübke H, Balbercak J, Kuňa V (2020) Size reduction downcycling of waste wood. Rev Wood Res 65:205–220. https://doi. org/10.37763/wr.1336-4561/65.2.205220
- Jafari V, Labafzadeh SR, Jeihanipour A et al (2011) Construction and demolition lignocellulosic wastes to bioethanol. Renew Energy 36:2771–2775. https://doi.org/10.1016/j.renene.2011.04.028
- Kainthola J, Podder A, Fechner M, Goel R (2021) An overview of fungal pretreatment processes for anaerobic digestion: applications, bottlenecks and future needs. Bioresour Technol 321:124397. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.124397
- Karim M, Ghodskhah M, Torkaman J et al (2016) International biodeterioration & biodegradation in vivo investigation of chemical alteration in oak wood decayed by *Pleurotus ostreatus*. Int Biodeterior Biodegradation 108:127–132. https://doi.org/10.1016/j. ibiod.2015.12.012
- Karthikeyan PK, Bandulasena HCH, Radu T (2024) A comparative analysis of pre-treatment technologies for enhanced biogas production from anaerobic digestion of lignocellulosic waste. Ind Crops Prod 215:118591. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024. 118591
- Kong L, Tian SH, He C et al (2012) Effect of waste wrapping paper fiber as a "solid bridge" on physical characteristics of biomass pellets made from wood sawdust. Appl Energy 98:33–39. https:// doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.02.068
- Kumar AK, Sharma S (2017) Recent updates on different methods of pretreatment of lignocellulosic feedstocks: a review. Bioresour Bioprocess 4(1):7. https://doi.org/10.1186/s40643-017-0137-9
- Kumar P, Barrett DM, Delwiche MJ, Stroeve P (2009) Methods for pretreatment of lignocellulosic biomass for efficient hydrolysis and biofuel production. Ind Eng Chem Res 48:3713–3729. https:// doi.org/10.1021/ie801542g
- Kumar A, Jyske T, Petrič M (2021) Delignified wood from understanding the hierarchically aligned cellulosic structures to creating novel functional materials: a review. Adv Sustain Syst 5(5):251. https://doi.org/10.1002/adsu.202000251
- Kupryś-Caruk M, Lisowski A, Chomontowski C (2023) The effect of silage additive on the kinetics of biogas production from lignocellulosic perennial crops. J Water L Dev 56:58–66. https://doi.org/ 10.24425/jwld.2023.143745
- Lee SH, Lum WC, Boon JG et al (2022) Particleboard from agricultural biomass and recycled wood waste: a review. J Mater Res Technol 20:4630–4658. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.08.166
- Li M, Marek SM, Peng J et al (2018) Effect of moisture content and inoculum size on cell wall composition and ethanol yield from switchgrass after solid-state *Pleurotus ostreatus* treatment. Trans ASABE 61:1997–2006. https://doi.org/10.13031/trans.12981
- Liu Q, Kong W, Cui X et al (2022) Dynamic succession of microbial compost communities and functions during *Pleurotus ostreatus* mushroom cropping on a short composting substrate. Front Microbiol 13:1–17. https://doi.org/10.3389/fmicb.2022.946777
- Ma J, Yue H, Li H et al (2021) Selective delignification of poplar wood with a newly isolated white-rot basidiomycete *Peniophora incarnata* T-7 by submerged fermentation to enhance

saccharification. Biotechnol Biofuels 14:1–15. https://doi.org/ 10.1186/s13068-021-01986-y

- Manyi-Loh CE, Lues R (2023) Anaerobic Digestion of Lignocellulosic Biomass: Substrate Characteristics (Challenge) and Innovation
- Method 8 (2022) Method 8 determining Acid Detergent Lignin in beakers Reagents Safety Precautions (see SDS). Ankom Technol 1–3
- Miao Z, Phillips JW, Grift TE, Mathanker SK (2015) Measurement of mechanical compressive properties and densification energy requirement of Miscanthus × giganteus and switchgrass. Bioenergy Res 8:152–164. https://doi.org/10.1007/s12155-014-9495-8
- Monedero E, Portero H, Lapuerta M (2015) Pellet blends of poplar and pine sawdust: effects of material composition, additive, moisture content and compression die on pellet quality. Fuel Process Technol 132:15–23. https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.12.013
- Murtius WS, Hari PD, Fiana RM (2024) Processing of Baglog waste left over from oyster mushroom cultivation; case studies. World J Adv Res Rev 22:1507–1518. https://doi.org/10.30574/wjarr.2024. 22.1.1230
- Mustafa AM, Poulsen TG, Sheng K (2016) Fungal pretreatment of rice straw with *Pleurotus ostreatus* and *Trichoderma reesei* to enhance methane production under solid-state anaerobic digestion. Appl Energy 180:661–671. https://doi.org/10.1016/j.apene rgy.2016.07.135
- NREL (2008) National Renewable Energy Laboratory. Chemical analysis and testing laboratory analytical procedures. NREL. Golden. CO, EEUU
- Olughu OO, Tabil LG, Dumonceaux T et al (2021) Comparative study on quality of fuel pellets from switchgrass treated with different white-rot fungi. Energies 14(22):7670. https://doi.org/ 10.3390/en14227670
- Piątek M, Lisowski A, Kasprzycka A, Lisowska B (2016) The dynamics of an anaerobic digestion of crop substrates with an unfavourable carbon to nitrogen ratio. Bioresour Technol 216:607–612. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.05.122
- Riyadi FA, Tahir AA, Yusof N et al (2020) Enzymatic and genetic characterization of lignin depolymerization by Streptomyces sp. S6 isolated from a tropical environment. Sci Rep 10:1–9. https:// doi.org/10.1038/s41598-020-64817-4
- Sánchez C (2010) Cultivation of *Pleurotus ostreatus* and other edible mushrooms. Appl Microbiol Biotechnol 85:1321–1337. https:// doi.org/10.1007/s00253-009-2343-7
- Setiawati DA, Utomo SG, Murad, Putra GMD (2021) Design of temperature and humidity control system on oyster mushroom plant house based on Internet of Things (IoT). IOP Conf Ser Earth Environ Sci 712:012002–012009. https://doi.org/10.1088/1755-1315/712/1/012002
- Skočaj M, Gregori A, Grundner M et al (2018) Hydrolytic and oxidative enzyme production through cultivation of *Pleurotus* ostreatus on pulp and paper industry wastes. Holzforschung 72:813–817. https://doi.org/10.1515/hf-2017-0179
- Soares F, Herliyana EN, Mansur I (2022) Cultivation of white oyster mushroom (*Pleuorotus ostreatus*) on some ligno-celluloses materials. IOP Conf Ser Earth Environ Sci 959:1–8. https://doi. org/10.1088/1755-1315/959/1/012068
- Tryjarski P, Gawron J, Andres B et al (2022) FTIR analysis of changes in chipboard properties after pretreatment with *Pleurotus ostreatus* (Jacq.) P. Kumm. Energies 15(23):9101. https:// doi.org/10.3390/en15239101
- Tryjarski P, Lisowski A, Gawron J, Obstawski P (2023) Physicomechanical properties of raw and comminuted pine and poplar shavings: energy consumption, particle size distribution and flow properties. Wood Sci Technol. https://doi.org/10.1007/ s00226-023-01466-6
- Tryjarski P, Lisowski A, Gawron J (2024) Pressure agglomeration of raw, milled and cut-milled pine and poplar shavings:

assessment of the compaction process and agglomerate strength. Eur J Wood Wood Prod 82:885–903. https://doi.org/10.1007/ s00107-024-02046-6

- Vasilakis G, Rigos EM, Giannakis N et al (2023) Spent mushroom substrate hydrolysis and utilization as potential alternative feedstock for anaerobic co-digestion. Microorganisms 11:1–17. https://doi.org/10.3390/microorganisms11020532
- VDI 4630 (2016) Fermentation of Organic Materials–Characterization of the Substrate, Sampling, Collection of Material Data, Fermentation Tests
- Wainaina S, Lukitawesa KAM, Taherzadeh KAM (2019) Bioengineering of anaerobic digestion for volatile fatty acids, hydrogen or methane production: a critical review. Bioengineered 10:437–458. https://doi.org/10.1080/21655979.2019.1673937
- Wan C, Li Y (2012) Fungal pretreatment of lignocellulosic biomass. Biotechnol Adv 30:1447–1457. https://doi.org/10.1016/j.biote chadv.2012.03.003
- Wang X, Padgett JM, De La Cruz FB, Barlaz MA (2011) Wood biodegradation in laboratory-scale landfills. Environ Sci Technol 45:6864–6871. https://doi.org/10.1021/es201241g
- Wang Y, Luo Y, Luo L et al (2021) Enhancement of the nutritional value of fermented corn stover as ruminant feed using the

fungi Pleurotus spp. Sci Rep 11:1-7. https://doi.org/10.1038/ s41598-021-90236-0

- Wolfrum EJ, Lorenz AJ, deLeon N (2009) Correlating detergent fiber analysis and dietary fiber analysis data for corn stover collected by NIRS. Cellulose 16:577–585. https://doi.org/10.1007/ s10570-009-9318-9
- Zhan J (2022) Three laws of technology rise or fall. BenchCouncil Trans Benchmarks. Stand Eval 2:1–10. https://doi.org/10.1016/j. tbench.2022.100034

Publisher's Note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Springer Nature or its licensor (e.g. a society or other partner) holds exclusive rights to this article under a publishing agreement with the author(s) or other rightsholder(s); author self-archiving of the accepted manuscript version of this article is solely governed by the terms of such publishing agreement and applicable law.

Mgr inż. Paweł Tryjarski 92031209499 Wąwozowa 1/24 02-796 Warszawa pawel tryjarski@sggw.edu.pl

> Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Adam Świętochowski. 2025. Pretreatment of pine and poplar particleboards with Pleurotus ostreatus (Jacq.): physicomechanical and chemical properties of wood, potential of solid fuel and biogas production. European Journal of Wood and Wood Products 83:34, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na opracowaniu metod badawczych, przygotowaniu materiałów, przeprowadzeniu badań i przygotowaniu artykułu, co stanowi 85% całej pracy.

Pawet Juyjansh. Podpis

Prof. dr. hab. inż. Aleksander Lisowski 55111903375 Aleja Komisji Edukacji Narodowej 53 m. 62 02-797 Warszawa aleksander_lisowski@sggw.edu.pl

> Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Adam Świętochowski. 2025. Pretreatment of pine and poplar particleboards with *Pleurotus ostreatus* (Jacq.): physicomechanical and chemical properties of wood, potential of solid fuel and biogas production. *European Journal of Wood and Wood Products* 83:34, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na nadzorze, recenzji oraz edycji pracy, co stanowi 10% całej pracy.

Helesender disoush:

Podpis

Dr. inż. Adam Świętochowski 693639676 ul. Płocka 4B 05-840 Brwinów adam_swietochowski@sggw.edu.pl

> Rada Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Szkoły Głównej Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Paweł Tryjarski, Aleksander Lisowski, Adam Świętochowski. 2025. Pretreatment of pine and poplar particleboards with Pleurotus ostreatus (Jacq.): physicomechanical and chemical properties of wood, potential of solid fuel and biogas production. European Journal of Wood and Wood Products 83:34, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na pomocy przy technicznym przygotowaniu urządzeń pomiarowych, co stanowi 5% całej pracy.

Podpis Adven Malito Chowk

Podziękowania

Chciałbym serdecznie podziękować Osobom bez których niniejsza Rozprawa nie miałaby szans powstać:

Promotorom prof. dr. hab. inż. Aleksandrowi Lisowskiemu i dr. inż. Jakubowi Gawronowi – za opiekę i pomoc w pracy doktorskiej

Pracownikom Instytutu Inżynierii Mechanicznej/ Wydziału Inżynierii Produkcji SGGW - mgr. inż. Andrzejowi Banachowi – za poczucie humoru i łagodzenie napięcia podczas prac badawczych oraz za pomoc w badaniach,

-Jarosławowi Olejnikowskiemu – za rozdrabnianie próbek do badań,

-dr inż. Urszuli Błuszkowskiej i mgr. inż. Pauli Grzgrzółce-Stachurze – za pomoc w sprawach administracyjnych i cierpliwość do mojej osoby,

-dr inż. Magdalenie Dąbrowskiej – za pomoc przy badaniach nad produkcją biogazu

-dr. inż. Adamowi Świętochowskiemu - za pomoc przy badaniach nad produkcją biogazu

-dr. hab. Inż. Jackowi Klonowskiemu, prof. SGGW – za pomoc w opanowaniu obsługi aparatu Jenike i sprawdzenie maszyny wytrzymałościowej,

-dr. hab. Jarosławowi Chlebowskiemu – za pomoc przy badaniach energochłonności rozdrabniania,

-dr. inż. Adamowi Strużykowi – za pomoc przy instalacji komory klimatycznej i akwizycji danych oraz pomoc przy opanowaniu obsługi bomby kalorymetrycznej,

-dr hab. Krzysztofowi Górnickiemu, prof. SGGW i dr hab. Szymonowi Głowackiemu, prof. SGGW – za nauczenie obsługi suszarek laboratoryjnych,

-dr hab. Pawłowi Obstawskiemu, prof. SGGW – za przebudowę i zaprogramowanie sterowania komory klimatycznej i akwizycji danych pomiarowych, nauczenie jej obsługi oraz za konserwację.

Pracownikom Instytutu Nauk Ogrodniczych SGGW

-mgr. inż. Stefanowi Smoleńskiemu – za naprawę i przetestowanie komory klimatycznej oraz pomoc przy użytkowaniu.

Pracownikom Instytutu Nauk Drzewnych i Meblarstwa SGGW

-dr. inż. Bogusławowi Andresowi – za zaszczepienie grzybni na próbkach, przeszczepianie grzybni, konsultacje dotyczące prowadzenia doświadczeń z boczniakiem ostrygowatym,

- dr Izabeli Betlej – za konsultacje dotyczące prowadzenia doświadczeń z boczniakiem ostrygowatym,

-dr inż. Monice Marchwickiej i dr. inż. Michałowi Drożczkowi – za konsultacje przy oznaczaniu składników strukturalnych,

-mgr. inż. Sławomirowi Monderowi – za konsultacje i przygotowanie procedury wytworzenia płyt wiórowych, wytworzenie i pocięcie płyt wiórowych,

-dr. hab. Piotrowi Borysiukowi, prof. SGGW – za konsultacje i przygotowanie procedury wytworzenia płyt wiórowych.

Pracownikom Instytutu Nauk o Żywności SGGW

-dr hab. inż. Małgorzacie Ziarno, prof. SGGW – za sterylizację próbek.

-mgr. inż. Katarzyna Czarniak – za sterylizację próbek i pomoc przy przekazaniu komory klimatycznej dla Instytutu Inżynierii Mechanicznej

Studentom:

-Cezaremu Beredzie, Igorowi Czarnockiemu, Karolinie Dąbrowskiej, Natalii Dmochowskiej, Piotrowi Domachowskiemu, Bartłomiejowi Filipczukowi, Gabrieli Futerze, Małgorzacie Jasińskiej, Julii Kalinowskiej, Kindze Kiryckiej, Natalii Kobzie, Monice Matlewskiej, Annie Michalik, Bartłomiejowi Plakowi, Zuzannie Rypinie, Sylwi Stypułkowskiej, Annie Szarpak – za udział w badaniach.

Przyjaciołom:

-Małgorzacie Mazur, Tomaszowi Porębskiemu – za pomoc w przygotowaniu słoików do obróbki wstępnej boczniakiem.

Wyrażam zgodę na udostępnienie mojej pracy w czytelniach Biblioteki SGGW w tym w Archiwum Prac Dyplomowych SGGW

Pawet Tryjanski

(czytelny podpis autora pracy)