

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Anja PODBREŽNIK

**REOLOŠKE LASTNOSTI TOPLOTNO
OBDELANEGA LESA**

DIPLOMSKI PROJEKT

Univerzitetni študij - 1. stopnja

Ljubljana, 2012

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Anja PODBREŽNIK

REOLOŠKE LASTNOSTI TOPLOTNO OBDELANEGA LESA

DIPLOMSKI PROJEKT
Univerzitetni študij - 1. stopnja

RHEOLOGICAL PROPERTIES OF HEAT-TREATED WOOD

B. SC. THESIS
Academic Study Programmes

Ljubljana, 2012

Diplomski projekt je zaključek Univerzitetnega študija Lesarstva – 1. stopnja. Delo je bilo opravljeno na Katedri za tehnologijo lesa.

Senat Oddelka za lesarstvo je za mentorja diplomskega dela imenoval prof. dr. Željka Goriška, za recenzenta pa prof. dr. Miho Humarja.

Mentor: prof. dr. Željko Gorišek

Recenzent: prof. dr. Miha Humar

Komisija za oceno in zagovor:

Predsednik:

Član:

Član:

Datum zagovora:

Diplomski projekt je rezultat lastnega dela. Podpisana se strinjam z objavo svojega diplomskega projekta na spletni strani Digitalne knjižnice Biotehniške fakultete. Izjavljam, da je projekt, ki sem ga oddala v elektronski obliki, identičen tiskani verziji.

Anja Podbrežnik

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

ŠD	Du1
DK	UDK 630*82:532.135
KG	les/toplotna obdelava/lezenje/bukev/ <i>Fagus sylvatica</i> L.
AV	PODBREŽNIK, Anja
SA	GORIŠEK, Željko (mentor)/HUMAR, Miha (recenzent)
KZ	SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c.VIII/34
ZA	Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo
LI	2012
IN	REOLOŠKE LASTNOSTI TOPLOTNO OBDELANEGA LESA
TD	Diplomski projekt (Univerzitetni študij - 1. stopnja)
OP	IV, 27 str., 3 pregl., 10 sl., 23 vir.
IJ	sl
JI	sl/en
AI	Med neobdelanimi in v nasičeni vodni pari pri temperaturi 235 °C toplotno obdelanimi preizkušanci bukovine (<i>Fagus sylvatica</i> L.) so bili pri 3 ravnovesnih vlažnostih (uravnovešenih pri 33 %, 65 % in 87 % relativni zračni vlažnosti) iz standardnega statičnega preizkusa primerjalno ovrednoteni modul elastičnosti, upogibna trdnost, deformacija do porušitve in vloženo delo. Iz eksperimenta lezenja pa so bile določene elastična, zadržana elastična in plastična komponenta deformacije. Modul elastičnosti, upogibna trdnost, deformacija do porušitve in vloženo delo do loma, so bili pri toplotno obdelanem lesu manjši pri vseh 3 vlažnostih. Toplotna obdelava ima najmanjši vpliv na modul elastičnosti, največji pa na vloženo delo do loma. Toplotno obdelani preizkušanci imajo zelo majhno zadržano elastično in plastično komponento in se manj deformirajo, kar posledično pripelje do krhkega loma. Višja vlažnost ima na toplotno obdelan les manjši vpliv kot na neobdelan les, pri obeh pa deformacija z vlažnostjo raste.

KEY WORDS DOCUMENTATION

- ND Du1
- DC UDC 630*82:532.135
- CX wood/heat treatment/creep/beechn/*Fagus sylvatica* L.
- AU PODBREŽNIK, Anja
- AA GORIŠEK, Željko (supervisor)/HUMAR, Miha (reviewer)
- PP SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c.VIII/34
- PB University of Ljubljana, Biotechnical Faculty, Department of Wood Science and Technology
- PY 2012
- TY RHEOLOGICAL PROPERTIES OF HEAT-TREATED WOOD
- DT B. Sc. Thesis (Academic Study Programmes)
- NO IV, 27 p., 3 tab., 10 fig., 23 ref.
- LA sl
- Al sl/en
- AB Using a static bending test comparative evaluation of modulus of elasticity, bending strength, deformation to fracture and work to proportional limit between heat treated (at 235 °C) and untreated beech wood (*Fagus sylvatica* L.) equilibrated at 3 relative levels of humidity (namely at 33 %, 65 % and 87 %) was performed. Under constant load the elastic, delayed and plastic deformation were evaluated. Modulus of elasticity, bending strength, deformation to fracture and work to proportional limit were lower at heat treated samples at all 3 humidity levels. Heat treatment had the smallest effect on modulus of elasticity, while it had a greater effect on work to proportional limit. The heat treated specimens have very small delayed and plastic deformation so they deform less, which leads to brittle fracture (crack). The higher humidity have smaller effect on heat treated wood as it has on untreated wood, but in both cases deformation increases with humidity.

KAZALO VSEBINE

	Str.
KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA	III
KEY WORDS DOCUMENTATION	IV
KAZALO VSEBINE	V
KAZALO PREGLEDNIC	
KAZALO SLIK	
1 UVOD.....	<u>1</u>
1.1 POSTAVITEV PROBLEMA.....	<u>1</u>
1.2 HIPOTEZE.....	<u>1</u>
1.3 CILJI NALOGE.....	<u>1</u>
2 PREGLED LITERATURE.....	<u>2</u>
2.1 NAMEN TOPLOTNE OBDELAVE LESA.....	<u>2</u>
2.2 VPLIV TOPLOTNE OBDELAVE LESA NA KEMIJSKE IN ANATOMSKE SPREMEMBE LESA.....	<u>3</u>
2.2.1 Vpliv toplotne obdelave na kemijske spremembe lesa.....	<u>3</u>
2.2.2 Vpliv toplotne obdelave na anatomske spremembe lesa.....	<u>4</u>
2.3 VPLIV TOPLOTNE OBDELAVE NA FIZIKALNE LASTNOSTI LESA.....	<u>5</u>
2.3.1 Barva in vonj.....	<u>5</u>
2.3.2 Masne izgube.....	<u>5</u>
2.3.3 Higroskopnost in sorpcija.....	<u>6</u>
2.3.4 Dimenzijska stabilnost.....	<u>6</u>
2.3.5 Trdnostne (mehanske) lastnosti.....	<u>6</u>
2.4 BIOLOŠKA ODPORNOST TOPLOTNO OBDELANEGA LESA.....	<u>7</u>
2.4.1 Napad gliv.....	<u>7</u>
2.4.2 Napad insektov.....	<u>7</u>
2.5 POSTOPKI TOPLOTNE OBDELAVE LESA.....	<u>8</u>
3 MATERIALI IN METODE.....	<u>9</u>
3.1 MATERIALI.....	<u>9</u>
3.2 METODE.....	<u>9</u>
3.2.1 Določanje upogibne trdnosti lesa.....	<u>9</u>
3.2.2 Izvedba eksperimenta lezenja.....	<u>11</u>
4 REZULTATI IN RAZPRAVA.....	<u>12</u>
4.1 TOGOSTNE LASTNOSTI.....	<u>12</u>
4.2 MODUL ELASTIČNOSTI PRI RAZLIČNIH VLAŽNOSTIH.....	<u>14</u>
4.3 LEZENJE TOPLOTNO OBDELANE IN NEOBDELANE BUKOVINE.....	<u>15</u>
5 SKLEP.....	<u>17</u>
6 VIRI.....	<u>18</u>

KAZALO PREGLEDNIC

- Preglednica 1: Primerjava upogibne trdnosti (f_{lom}), maksimalne deformacije do loma (a), modula elastičnosti (E) in vložnega dela (W) med neobdelanimi in toplotno obdelanimi bukovimi preizkušanci uravnovešenimi na normalni klimi. 12
- Preglednica 2: Primerjava modulov elastičnosti neobdelanega in obdelanega lesa v tangencialni in radialni smeri pri različnih vlažnostih..... 14
- Preglednica 3: Primerjava začetne deformacije (ϵ_0), največje deformacije ($\epsilon_{(t)}$), ter leznega števila (C_r) pri neobdelani in toplotno obdelani bukovini pri različnih vlažnostih..... 15

KAZALO SLIK

Slika 1:	Poškodbe lesa izpostavljenega zunanjim vplivom (Gorišek, 2011).....	<u>2</u>
Slika 2:	Neobdelani (1, 2 in 3) in toplotno obdelani preizkušanci (4, 5 in 6).....	<u>5</u>
Slika 3:	Toplotno neobdelani in toplotno obdelani preizkušanci.....	<u>9</u>
Slika 4:	Tritočkovni upogibni preizkus toplotno neobdelanega preizkušanca	<u>10</u>
Slika 5:	Obremenitev dveh toplotno obdelanih preizkušancev in kontrolnega preizkušanca v normalni klimi	<u>11</u>
Slika 6:	Napetostno deformacijske krivulje neobdelane bukovine (zelena, rdeča in temno modra krivulja) in toplotno obdelane bukovine (vijolična, oranžna in svetlo modra krivulja) uravnovešene v normalni klimi.....	<u>13</u>
Slika 7:	Modul elastičnosti toplotno neobdelanega (K) in obdelanega (T) lesa v radialni (R) in tangencialni (T) smeri pri različnih relativnih vlažnostih zraka.	<u>14</u>
Slika 8:	Deformacija pri neobdelanem (levo) in termično obdelanem (desno) preizkušancu pri relativni zračni vlažnosti $\varphi = 87\%$ v odvisnosti od časa obremenjevanja.....	<u>16</u>
Slika 9:	Deformacija pri neobdelanem (levo) in termično obdelanem (desno) preizkušancu pri relativni zračni vlažnosti $\varphi = 65\%$ v odvisnosti od časa obremenjevanja.....	<u>16</u>
Slika 10:	Deformacija pri neobdelanem (levo) in termično obdelanem (desno) preizkušancu pri relativni zračni vlažnosti $\varphi = 33\%$ v odvisnosti od časa obremenjevanja.....	<u>16</u>

1 UVOD

1.1 POSTAVITEV PROBLEMA

Že stoletja je znano, da ožiganje površine lesa na odprtem ognju poveča njegovo obstojnost pri zunanji izpostavitvi. Vsekakor se toplotno obdelanem lesu izboljša tudi dimenzijska stabilnost, kar pomeni, da je zaslediti manjše krčenje in raztezanje tudi pri izpostavitvi ostrejšim pogojem uporabe. Obdelava lesa z visokimi temperaturami tako znatno poviša biološko odpornost, zaradi manjšega delovanja lesa pa se tudi v ekstremnih vremenskih pogojih pojavlja manj razpok in zavitosti. Uporabnost in trajnost takšnega lesa je zelo podaljšana.

Vse pogosteje se perspektivna uporaba lesa uveljavlja tudi v gradbeništvu kot konstrukcijski material. Poleg mehanskim obremenitvam je les izpostavljen tudi bolj ali manj ekstremnim nihanjem klimatskih pogojev, kjer moramo upoštevati tudi njegove reološke lastnosti.

1.2 HIPOTEZE

Toplotna obdelava lesa ima poleg že navedenih pozitivnih učinkov tudi negativne, ki so posledica kemijske in morfološke razgradnje osnovnih lesnih komponent. Poleg bistveno zmanjšane obrabne odpornosti se poslabša tudi trdnost, učinek pa je odvisen od intenzivnosti in trajanja postopka ter vlažnosti lesa.

Predvidevamo, da dolgotrajnejše obremenitve tudi pri toplotno obdelanem lesu povzročajo lezne deformacije, ki so odvisne od nivoja obremenitve in vlažnosti lesa oziroma klimatskih pogojev.

1.3 CILJI NALOGE

Učinke toplotne obdelave na mehanske lastnosti lesa želimo primerjalno ovrednotiti na bukovini. Med s standardnim industrijskim postopkom toplotno obdelano bukovino in neobdelano bukovino bomo primerjali:

- togostne lastnosti lesa, določene s statičnim upogibnim preizkusom in dinamičnim testom,
- upogibno trdnost,
- lezne deformacije upogibno obremenjenih preizkušancev.

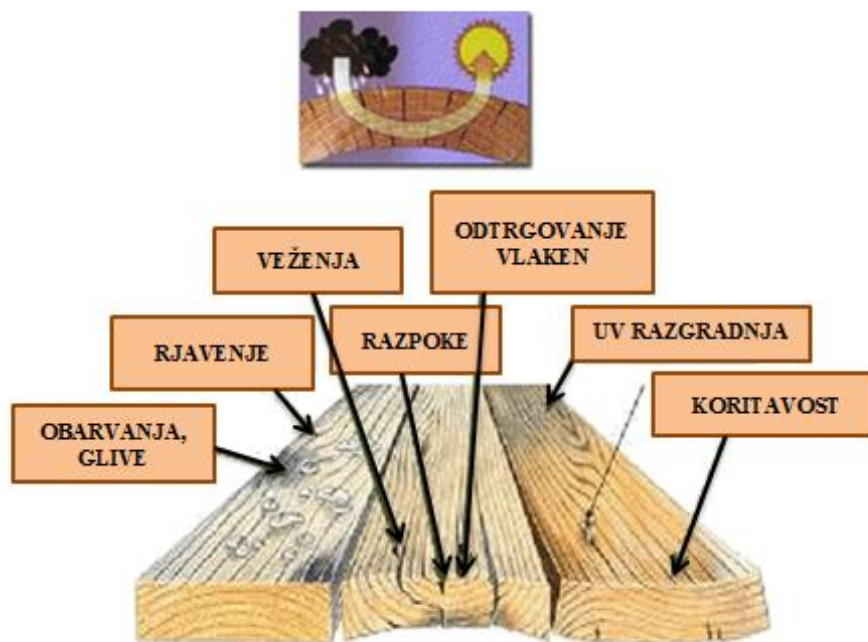
Primerjavo med neobdelanimi in toplotno obdelanimi preizkušanci bomo ugotavljali pri treh vlažnostih, ki jih bomo dosegli z uravnovešanjem pri 33 %, 65 % in 87 % relativni zračni vlažnosti.

2 PREGLED LITERATURE

2.1 NAMEN TOPLOTNE OBDELAVE LESA

V zadnjih časih je les kot gradbeni material zelo razširjen, saj se je močno povečala ozaveščenost in skrb za okolje ter klimatske spremembe. Vedno več poudarka je tudi na zmanjšanju emisij CO₂, ki pa so pri proizvodnji plastičnih materialov, za razliko od predelave lesa, zelo velike. Les je tudi eden najpomembnejših predstavnikov obnovljivih surovin, leseni proizvodi imajo veliko dodano vrednost in so zaradi znanj in postopkov obdelave in predelave, popolnoma konkurenčni ostalim materialom.

V primeru izpostavljenosti zunanjim vplivom (padavine, zmrzal, UV svetloba) les precej hitro degradira. Na površini lesa se lahko pojavijo plesni, sivenje, zvijanje, pokline, razpoke, sprememba barve, koritavost itd. (Slika 1). Vsem naštetim posledicam se lahko izognemo oziroma jih zmanjšamo s toplotno obdelavo lesa, ki je ekološko sprejemljiva tehnologija, nov material pa dobimo brez dodajanja škodljivih kemikalij.



Slika 1: Poškodbe lesa izpostavljenega zunanjim vplivom (Gorišek, 2011)

Za toplotno obdelan les so značilne naslednje karakteristike (Hill, 2006):

- zmanjša se mu gostota,
- ima večjo dimenzijsko stabilnost,
- ima boljše biološko odpornost,
- je manj higroskopen,
- ima manj smole,
- spremeni barvo (potemni) in
- pridobi značilen vonj.

Toplotno obdelan les je zaradi svojih odličnih lastnosti vsestransko uporaben. Uporabljamo ga za zunanje stenske obloge, talne obloge, vhodna vrata, okna, vrtno pohištvo, obloge v savnah, igrala, notranje pohištvo (zamenjava tropskih vrst), glasbeni instrumenti, lepljen les, itd.

2.2 VPLIV TOPLOTNE OBDELAVE LESA NA KEMIJSKE IN ANATOMSKE SPREMEMBE LESA

V toplotno obdelanem lesu pride do kemijskih, kot tudi do anatomskih sprememb, ki se kažejo tudi na spremembah fizikalnih in mehanskih lastnostih. Spremembe v lastnostih se najprej pokažejo predvsem zaradi termične razgradnje hemiceluloz. Spremembe v strukturi lesa se začnejo pojavljati pri približno 100 °C (odvisno tudi od vlažnosti in pogojev tretiranja – trajanja, tlaka) in se s temperaturo stopnjujejo.

2.2.1 Vpliv toplotne obdelave na kemijske spremembe lesa

Znano je, da pride pri segrevanju lesa do razpada hemiceluloz, ki so najmanj obstojna komponenta olesenele celične stene, kar se kaže tudi v nastajanju metanola, očetne kisline in različnih hlapnih heterocikličnih spojin (Hill, 2006). Razpad z naraščanjem temperature in trajanjem obdelave narašča, večji pa je v zaprtih sistemih (brez oddajanja toplote). Pri termični degradaciji hemiceluloz nastanejo acetilne skupine (deacetilacija), ki so nestabilne in vodijo k nastanku očetne kisline, ki deluje kot katalizator in s tem se še poveča kislinsko depolimerizacijo polisaharidov, iz katerih nastanejo furanove spojine (furfural, karboksilna skupina,...). Z odstranitvijo acetilnih skupin iz galaktoglukomananov se poveča termična stabilnost hemiceluloz. Iglavci so termično bolj stabilni, saj vsebujejo manjši delež hemiceluloz in acetilnih skupin v primerjavi z listavci (Hill, 2006).

Razpad celuloze se začne pri višjih temperaturah in poteka počasneje kot pri hemicelulozah, saj je zaradi kristalinične strukture obstojnejša. Če je pri modifikaciji prisoten kisik, je razpad hitrejši, kar pa se odraža v slabših mehanskih lastnostih lesa. Kristalinična celuloza se razgradi pri temperaturi med 300 °C in 340 °C. Stopnja razgradnje celuloze se ob prisotnosti vode zniža (Fengel in Wegener, 1989). Pri segrevanju celuloze pri 170 °C se izločata ogljikov monoksid (CO) in dioksid (CO₂), njun delež pa je večji pri segrevanju v prisotnosti kisika v primerjavi s segrevanjem v prisotnosti dušika. Najpogostejša snov, ki nastane z depolimerizacijo in dehidracijo celuloze pri toplotni obdelavi je levoglukozan, ki najintenzivneje nastaja pri temperaturah nad 300 °C. Razgradnja levoglukozana zmanjšuje povezavo kristaliničnih področij celuloze. Manjši delež prosto dostopnih –OH skupin zmanjšuje dostopnost vodnih molekul, kar vodi do zmanjšanja ravnovesne vlažnosti lesa (Esteves in Pereira, 2009).

Stopnja kristaliničnosti naraste le v začetni fazi toplotne obdelave, z daljšanjem časa delovanja, pride do termičnega razkroja celuloze in tako posledično tudi do zmanjšanja stopnje kristaliničnosti.

Zmanjšanje vsebnosti polisaharidov pri segrevanju vodi do povečanja deleža lignina v lesu. Znano je, da je lignin termično najbolj stabilna komponenta celične stene, ampak nekaj produktov toplotne razgradnje lignina se pojavi že pri relativno nizkih temperaturah, z nastankom različnih fenolnih razgradnjih produktov. Spremembe lignina so močno odvisne od temperature in časa delovanja le-te. Lignin iglavcev je manj dovzeten za razgradnjo kot lignin listavcev (Esteves in sod. 2011).

Ekstraktivi so na začetku sestavljeni iz n-alkil in n-alkenil resorcinola, po končani termični obdelavi pa kemijske vezi, kot tudi aromatski in etilenski vodikovi atomi izginejo. Količina ekstraktivov je manjša (Mburu in sod., 2006). Smola v parenhimskih celicah je sestavljena iz gliceridov in estrov maščobnih kislin z višjimi policikličnimi alkoholi. Pri temperaturi med 120 in 180 °C se del teh kislin izloči, pri temperaturi 200 °C pa v lesu ni več zaznati smolnih kislin (Nuopponen in sod., 2003). Migracije ekstraktivov na površino lesa in prerazporeditev smole med toplotno obdelavo se kažejo kot grdi madeži na površini lesa, ki jih je potrebno odstraniti s skobljanjem (Hill, 2006).

Hietala in sodelavci (2002) so z NMR tehniko proučevali lastnosti celične stene toplotno obdelanega lesa pri temperaturah od 180 °C do 230 °C pri različnih vlažnostih. Raziskave so pokazale, da pri blagih pogojih segrevanja (115 °C) ne pride do spremembe dimenzij in distribucije v mikropore celične stene. Pri temperaturah nad 180 °C se poveča velikost mikrorazpok v celični steni, razširijo pa se tudi mikropore.

2.2.2 Vpliv toplotne obdelave na anatomske spremembe lesa

Yildiz in Gümüşkaya (2007) sta ugotovila, da so po toplotni obdelavi spremembe pri iglavcih večje. Pri obdelavi sta v notranjosti lumnov najbolj izpostavljena notranji sloj sekundarne stene S3 in bradavičasti sloj W. Srednja lamela je najmanj stabilna. Opazimo tudi degradacijo perforiranih ploščic in torusa ter deaspiracijo pikenj. Protoplazma v parenhimskih celicah se koncentrira ob stene celic, pojavi pa se tudi delaminacija zunanega in srednjega sloja sekundarne stene (S1 in S2), ki segajo v lumen (Mitsui in sod., 2008).

2.3 VPLIV TOPLOTNE OBDELAVE NA FIZIKALNE LASTNOSTI LESA

2.3.1 Barva in vonj

Sprememba barve lesa po toplotni obdelavi je pogojena s temperaturo in trajanjem toplotne obdelave. Segrevanje v prisotnosti kisika kaže večje in hitrejše spremembe v barvi v primerjavi s segrevanjem pod vplivom dušika. Če gledamo CIE Lab metodo določanja barv, ima toplotna obdelava največji vpliv na svetlost (Slika 2). Pri drevesnih vrstah z nižjo gostoto je razlika v svetlosti pred in po toplotni obdelavi večja kot pri gostejših drevesnih vrstah (Militz, 2002). Modificiran les ima vonj po dimu, ki pa sčasoma izgine (Rapp, 2001).



Slika 2: Neobdelani (1, 2 in 3) in toplotno obdelani preizkušanci (4, 5 in 6)

2.3.2 Masne izgube

Posledica segrevanja lesa je zmanjšanje njegove mase in volumna (posledično gostote), njun obseg pa je odvisen od načina obdelave, temperature in časa izpostavljenosti (Hill, 2006). Poleg naštetih ima velik vpliv tudi vrsta in vlažnost lesa, vrsta grelnega medija, ter prisotnost kisika.

Nižjo stopnjo izgube mase dosežemo v zaprtih sistemih, v anaerobnih pogojih (brez ali bistveno zmanjšani prisotnosti kisika) ali v vakuumu in v suhih pogojih. Znano je tudi, da je pri enakih pogojih obdelave izguba mase pri iglavcih nižja kot pri listavcih (Hill, 2006).

Izguba mase je v tesnem razmerju z volumskim skrčkom. Seborg in sodelavci (1953) so ugotovili, da je skrček večji v tangencialni smeri v primerjavi z radialno smerjo. Protikrčitvena učinkovitost (ASE) se pri toplotno obdelanem lesu izboljša od 40 do 50 % (Sailer in sod., 2000).

2.3.3 Higroskopnost in sorpcija

Higroskopnost toplotno obdelanega lesa se zmanjša, odvisna pa je od časa in temperature delovanja, na sorpcijske lastnosti lesa pa vpliva tudi atmosfera, v kateri je potekal proces. Spremeni se tudi oblika sorpcijsko-desorpcijske histerezne zanke, ki je bolj linearne oblike (Stamm, 1964).

2.3.4 Dimenzijska stabilnost

ASE iglavcev se po končani toplotni obdelavi poveča s temperaturo in časom izpostavitve (Stamm, 1964). Seborg in sodelavci (1953) so ugotovili, da dimenzijska stabilnost doseže maksimum pri 20 % izgubi mase, nad to vrednostjo pa se dimenzijska sprememba ne spremeni. Na dimenzijsko stabilnost ima glavni vpliv izguba najbolj higroskopskih hemiceluloz, saj je toplotno obdelan les dimenzijsko stabilnejši od neobdelanega.

2.3.5 Trdnostne (mehanske) lastnosti

Segrevanje lesa pri visokih temperaturah kaže na znižanje **trdnosti**, **žilavosti** in **odpornosti** proti obrabi. Izguba trdnosti je hitrejša v zaprtih sistemih ter na zraku (Stamm, 1964). Zmanjšanje trdnosti je odvisno tudi od medija (dušik, kisik).

Stamm (1964) je ugotovil, da se pri ASE vrednosti 50%, žilavost zmanjša za polovico. Seborg in sodelavci (1953) so ugotovili, da se je žilavost znatno znižala, ko so les segrevali pri temperaturi 300 °C, zmanjšanje le-te pa ni odvisno od medija.

Modul elastičnosti (MOE) se po kratkem času toplotne obdelave poveča, nato pa zadržuje približno konstantne vrednosti, če je segrevanje opravljeno v dušikovi atmosferi, če pa je segrevanje opravljeno v kisikovi pa pade (Kubojima in sod., 2000a). Pri nižjih temperaturah je modul elastičnosti višji, pri visokih temperaturah pa je padec MOE intenziven, vrednosti pa so nizke.

Razslojna trdnost je po toplotni obdelavi lesa nižja, **krhkost** se poveča, kar privede do hitrejšega loma lesa (Esteves in Pereira, 2009).

Pri konstantnem obremenjevanju lesa se s časom **deformacija** povečuje, kar imenujemo lezenje. Del deformacije se časovno zmanjšuje in izniči, nekaj pa je ostane (Gorišek, 2009). Celotno deformacijo po teoriji linearne viskoelastičnosti obravnavamo kot vsoto treh komponent. Te komponente so **elastična** (trenutna in reverzibilna), **zadržana elastična** (časovno odvisna in reverzibilna) ter **viskozna** deformacija (časovno odvisna in ireverzibilna). Od vseh omenjenih deformacij je najbolj zanimiva trajna ali nepovratna deformacija. Na le-to močno vpliva nivo napetosti s katero obremenjujemo, temperatura in povišana vlažnost. Po razbremenitvi elastična deformacija izgine, zadržana in trajna deformacija pa se ne izničita. Pri lesu, prav tako kot pri nekaterih drugih inženirskih materialih, zasledimo tri stopnje lezenja.

Viskoelastičnost se poleg lezenja izkazuje tudi pri relaksaciji (popuščanju napetosti). Lezenje je mogoče prikazati z različnimi modeli, njihovo uporabnost pa lahko ocenimo iz njihove natančnosti napovedovanja deformacij. Lezenje v lesu je po obnašanju podobno lezenju v večini drugih višjih polimerov (Gričar J. in sod., 2004). Lezenje in relaksacija sta največja v prečni smeri, ter malenkost večja pri nategu, kot pri tlaku. Pri lesu- kompozitnem materialu lahko lezenje in relaksacijo opišemo z empiričnimi, reološkimi ter parametričnimi matematičnimi modeli. Pri lesu lezenje najlažje in najbolj nazorno pokažemo z reološkimi modeli, ki ga opisujejo kot različne kombinacije vzmeti in dušilk, kjer vzmeti posnemajo elastično deformacijo, dušilke pa simulirajo viskoznost.

2.4 BIOLOŠKA ODPORNOST TOPLOTNO OBDELANEGA LESA

2.4.1 Napad gliv

Proces segrevanja izboljša odpornost modificiranega lesa na napade gliv. Izboljšanje lastnosti je povezano z izgubo vsebnosti polisaharidov in vsebnosti vlage v celičnih stenah (Hill, 2006). Dirol in Guyonnet (1993) sta ugotovila da se odpornost termično modificiranega lesa bolj izboljša pri okužbi gliv rjave trohnobe (*G. trabeum* in *C. puteana*) v primerjavi z glivami bele (*C. versicolor*) in mehke trohnobe (*Chaetomium globosum*). De Troya in De Navarette (1994) sta ugotovila, da pri lesu, obdelanim pri 250 °C-260 °C, izpostavljenem beli hišni gobi (*S. lacrimans*) pride do zelo nizke izgube mase po petmesečni izpostavljenosti. Les obdelan pri nižjih od prej navedenih temperatur, je za delovanje bolj dovzeten.

2.4.2 Napad insektov

Militz in sodelavci (2002) so ugotovili, da se odpornost modificiranega lesa izboljša proti napadu hišnega kozlička (*Hylotrupes bajulus*), parketarja (*Lyctus brunneus*) in trdoglavca (*Annobium punctatum*). Pri odpornosti proti termitom bistvenih izboljšav ni (Nunes in sod., 2004), modifikacija s paro spodbuja napad termitov, pri suhem postopku modificiranja pa napada ne spodbudi, razen pri japonskem macesnu z napadom termita vrste *R. speratus*. Pri določanju odpornosti na morske škodljivce niso ugotovili nobenih izboljšav (Westin in sod., 2006).

2.5 POSTOPKI TOPLLOTNE OBDELAVE LESA

Poznamo različne vrste toplotne obdelave. Pomembno je, da se izognemo zažigu. Najpogostejši so postopki v inertni atmosferi (N_2 , Ar, Xr), kjer je parcialni tlak kisika zelo nizek, vakuumski postopki, toplotna obdelava v vodni pari in v organskih oljih. Intenzivnost obdelave je odvisna predvsem od temperature (najpogosteje so pri iglavcih do $200\text{ }^{\circ}C$, pri listavcih pa nad $200\text{ }^{\circ}C$) in časa trajanja postopka. Najbolj znani komercialni postopki so Finski Thermo wood ($T=180 - 220\text{ }^{\circ}C$), Ratifikacija ($T=200 - 240\text{ }^{\circ}C$) je francoskega porekla in velja za najdražji postopek toplotne obdelave, Plato ($T=170 - 190\text{ }^{\circ}C$) so razvili na Nizozemskem, toplotno obdelani lesovi v rastlinskih oljih (OHT) izvirajo iz Nemčije ($T=180 - 220\text{ }^{\circ}C$), Westwood (SAD, Kanada, Rusija), ter **Thermo-Hydro-Mechanical treatment**.

3 MATERIALI IN METODE

3.1 MATERIALI

Čiste orientirane preizkušance smo izdelali iz toplotno obdelane bukovine, kjer je znašala povprečna gostota v normalni klimi $601,4 \text{ kg/m}^3$ in iz toplotno neobdelane bukovine (*Fagus sylvatica* L.) s povprečno gostoto $722,4 \text{ kg/m}^3$ (Slika 3). Toplotno smo jih obdelali s standardnim enodnevnim industrijskim postopkom segrevanja z nasičeno vodno paro. Postopek se je začel s predhodnim sušenjem, kjer smo les osušili na vlažnost 6-8 %, sledilo je ogrevanje, nato 8-urna toplotna obdelava pri temperaturi 235 °C in na koncu je sledilo še kondicioniranje in ohlajevanje. Vse preizkušance smo orientirali in jih obdelali na dimenzije $10 \text{ mm} \times 7 \text{ mm} \times 170 \text{ mm}$ (R x T x L). Preizkušanci za statični upogibni test in preizkus lezenja so bili enakih velikosti. Po 6 toplotno obdelanih in 6 kontrolnih vzorcev smo uravnovesili v normalni klimi, po tri obdelane in tri kontrolne preizkušance, pa smo uravnovesili še na relativni zračni vlažnosti 87 % in 34 %.

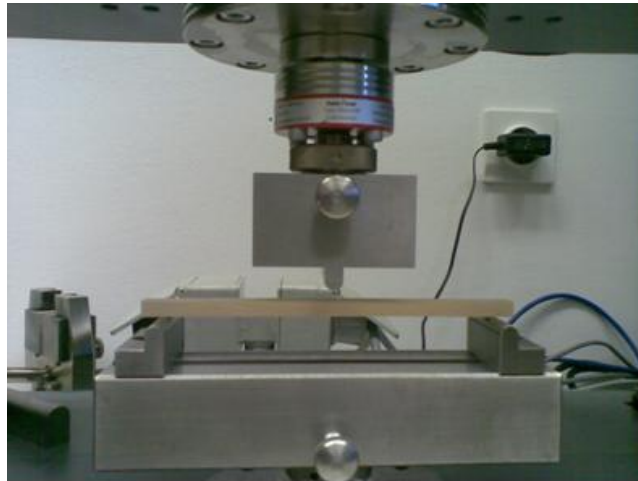


Slika 3: Toplotno neobdelani in toplotno obdelani preizkušanci

3.2 METODE

3.2.1 Določanje upogibne trdnosti lesa

Upogibno trdnost in elastični modul smo določili na stroju za preizkušanje mehanskih trdnosti ZWICK Z100 (Slika 4). Eksperiment smo opravili po standardu SIST EN ISO 899-2:2003, kot tritočkovni test z razdaljo med valjčnima podporama 150 mm in obremenjevanjem na sredini preizkušancev. Ugotavljali smo sile porušitve, deformacije ob porušitvi, elastični modul in vloženo delo do meje proporcionalnosti.



Slika 4: Tritočkovni upogibni preizkus toplotno neobdelanega preizkušanca

Modul elastičnosti smo pri tritočkovnem upogibu izračunali po naslednji enačbi:

$$E_{L3} = \frac{L^3(F_2 - F_1)}{4bt^3(a_2 - a_1)}, \quad \dots(1)$$

kjer je:

F_2, F_1	obremenitev [N]
a_2, a_1	upogib pri obeh obremenitvah [mm]
L	razmak med podporama [mm]
b	širina preizkušanca [mm]
t	višina preizkušanca [mm]

Modul elastičnosti smo določili tudi nedestruktivno z metodo frekvenčnega odziva (Straže in Gorišek, 2011):

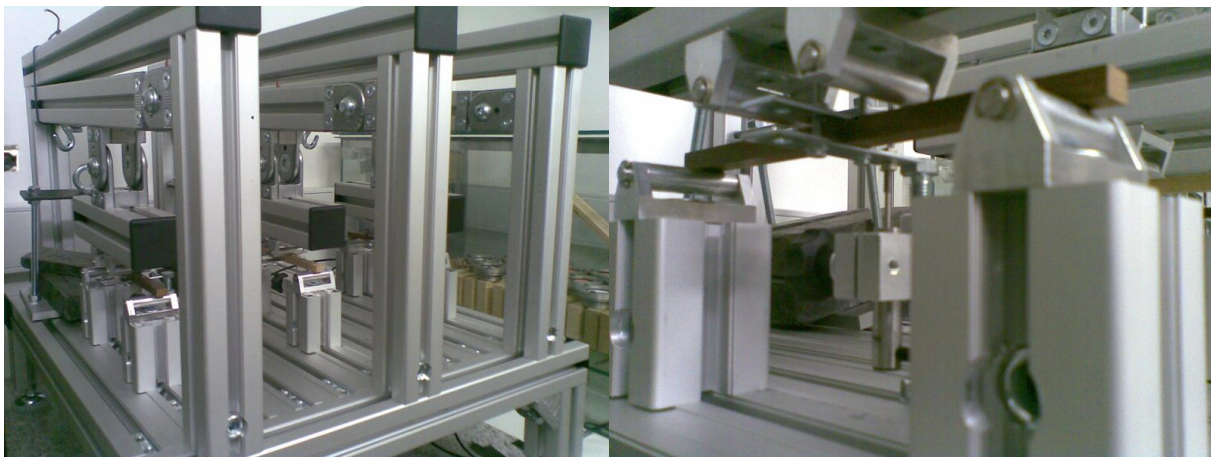
$$E = \frac{4\pi^2 L^4 \rho f_n^2 A}{Ik_i^4}, \quad \dots(2)$$

kjer je:

L	dolžina preizkušanca [mm]
ρ	gostota preizkušanca [kg/m ³]
A	povprečni prerez [mm ²]
I	povprečni vztrajnostni moment [GPa]
k	koeficient $k = 4,730$

3.2.2 Izvedba eksperimenta lezenja

Pri eksperimentu lezenja smo preizkušance obremenili s 50 % trdnosti, ki smo jo določili iz statičnega upogibnega testa. Tako smo termično modificirane preizkušance obremenjevali s silo 95 N, nemodificirane pa s silo 165 N (Slika 5). Deformacije smo merili s pomočjo LVDT merilnika pomika, časovni potek pomika pa smo spremljali s programom Labview. Konstantne klimatske pogoje smo vzdrževali pri 20 °C v zaprtem prostoru z nasičeno raztopino cinkovega sulfata (ZnSO_4) pri $\varphi = 87 \%$, natrijevega nitrita (NaNO_2) pri $\varphi = 65 \%$ in magnezijevega klorida (MgCl_2) pri $\varphi = 33 \%$.



Slika 5: Obremenitev dveh toplotno obdelanih preizkušancev in kontrolnega preizkušanca v normalni klimi

Časovno odvisno deformacijo lezenja smo vrednotili z relativnim lezenjem (lezeno število):

$$Cr(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\varepsilon_0} \equiv \frac{\varepsilon(t) - \varepsilon_0}{\varepsilon_0}, \quad \dots(3)$$

kjer pomeni:

$Cr(t)$	relativno lezenje
$\varepsilon(t)$	deformacija v času t
ε_0	deformacija ob začetni obremenitvi

4 REZULTATI IN RAZPRAVA

4.1 TOGOSTNE LASTNOSTI

S statičnim preizkusom smo ugotovili, da je upogibna trdnost (f_{lom}) pri termično nemodificiranih preizkušancih precej višja kot pri modificiranih preizkušancih (Preglednica 1), kar nam najbolj pregledno pokaže razmerje med njima (1,8 : 1). Med preizkušanci uravnovešenimi v normalni klimi pri temperaturi 20 °C in relativni zračni vlažnosti 65 %, kjer so imeli neobdelani preizkušanci povprečno vlažnost 10,1 %, toplotno obdelani pa 7,0 %, se je pojavila velika razlika pri maksimalni deformaciji ob porušitvi (a), kjer je bilo razmerje med njima 2,4 : 1. Največji vpliv toplotne obdelave se je pokazal pri razmerju vložnega dela oz. energiji porabljeni do loma (W), ki znaša razmerja kar 6,8 : 1. Torej toplotna obdelava najbolj vpliva na delo oz. energijo, najmanjši, skoraj zanemarljiv vpliv pa ima na elastični modul. Razmerje modulov elastičnosti med neobdelano in toplotno obdelano bukovino je bilo le 1,2 : 1.

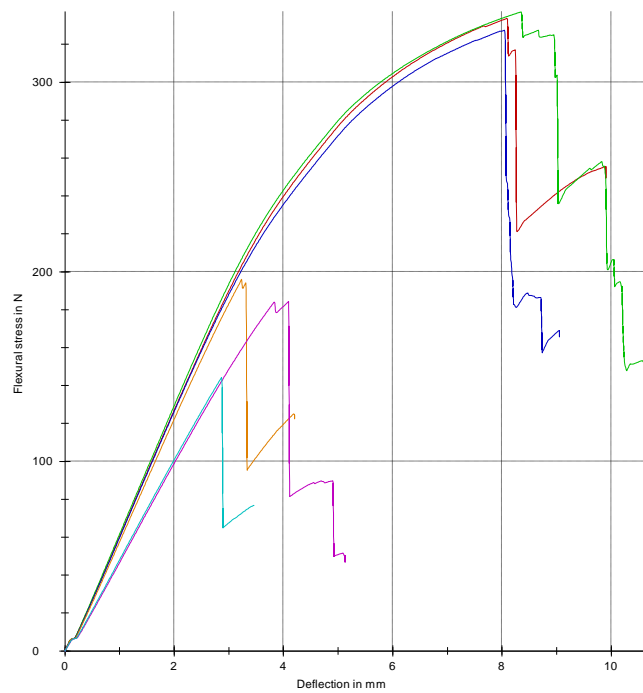
Toplotno obdelani preizkušanci izkazujejo zelo majhno lezenje, kar se pokaže v hipnem in krhkem zlomu (Slika 6). Proporcionalni del napetostno deformacijskih krivulj toplotno obdelanega lesa, ki predstavlja linearno elastičnost, seže relativno visoko, pri neobdelanih preizkušancih pa seže linearni del približno do polovice zrušilne trdnosti. Pri toplotno obdelanih preizkušancih je zrušilna trdnost za skoraj polovico nižja kot pri neobdelanem lesu. Toplotno obdelan les se manj deformira, saj je material manj trden in žilav v primerjavi s toplotno neobdelanem lesom, kar ugotovimo iz velikosti deformacij, ki so pri neobdelanem skoraj še enkrat večje.

Iz statičnega upogibnega preizkusa smo določili tudi silo obremenjevanja za eksperiment lezenja. Neobdelane in toplotno obdelane preizkušance smo obremenili s 50 % maksimalne napetosti. Neobdelane preizkušance smo tako obremenjevali s 165 N, toplotno obdelane pa s 95 N.

Preglednica 1: Primerjava upogibne trdnosti (f_{lom}), maksimalne deformacije do loma (a), modula elastičnosti (E) in vložnega dela (W) med neobdelanimi in toplotno obdelanimi bukovimi preizkušanci uravnovešenimi na normalni klimi.

neobdelana bukovina	f_{lom}	a	E	W
	[N/mm ²]	[mm]	[MPa]	[Nmm]
	149	8,1	18756	2045
	146	8,4	18480	2226
	144	8	16847	2022
povprečje	146,3	8,2	18027,7	2098

toplotno obdelana bukovina	f_{lom}	a	E	W
	[N/mm ²]	[mm]	[MPa]	[Nmm]
	86,9	3,2	14753	281
	81,9	4,1	15288	366,3
	69,9	2,9	13840	276
povprečje	79,6	3,4	14627	307,8



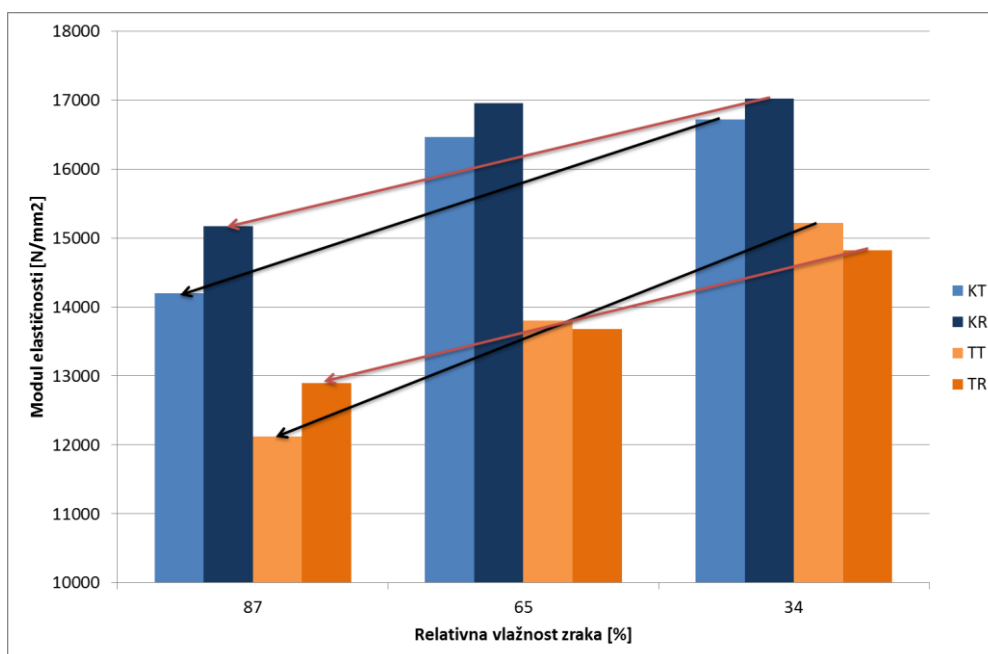
Slika 6: Napetostno deformacijske krivulje neobdelane bukovine (zelena, rdeča in temno modra krivulja) in toplotno obdelane bukovine (vijolična, oranžna in svetlo modra krivulja) uravnovešene v normalni klimi.

4.2 MODUL ELASTIČNOSTI PRI RAZLIČNIH VLAŽNOSTIH

Modul elastičnosti toplotno neobdelanih preizkušancev je bil pri vseh vlažnostih višji kot pri preizkušancih, ki so bili toplotno obdelani. Modul elastičnosti toplotno obdelanih preizkušancev je z naraščanjem vlažnosti padal (Slika 7). Najmanjša razlika med moduloma obdelanega in neobdelanega lesa se v radialni smeri pokaže pri nizki vlažnosti (uravnovešeno pri 33 % relativni zračni vlažnosti), v tangencialni smeri pa pri srednje visoki vlažnosti (uravnovešeno pri 65 % relativni zračni vlažnosti). Pri toplotno obdelanih preizkušancih je bila sprememba modula elastičnosti v tangencialni smeri večja (Slika 7). V primerjavi z neobdelanim preizkušancem, ki smo ga merili prav tako v tangencialni smeri, je razlika med moduloma 570 N/mm^2 . V radialni smeri je padec modulov pri obdelanem in neobdelanem lesu minimalen, saj znaša le 70 N/mm^2 . Tako v tangencialni kot tudi v radialni smeri je modul elastičnosti največji pri srednji vlažnosti (Preglednica 2). Pri nižjih vlažnostih je modul višji v radialni smeri, kar lahko opazimo iz razmerja KR/TR, ki znaša 1,15. Pri visoki relativni zračni vlažnosti (87 %) je razlika med moduloma v tangencialni in radialni smeri zanemarljiva.

Preglednica 2: Primerjava modulov elastičnosti neobdelanega in obdelanega lesa v tangencialni in radialni smeri pri različnih vlažnostih.

Relativna vlažnost zraka	Modul elastičnosti E [MPa]				KT/TT	KR/TR
	tangencialna smer		radialna smer			
	neobdelan les (KT)	tretiran les (TT)	neobdelan les (KR)	tretiran les (TR)		
87%	14199	12120	15174	12897	1,17	1,18
65%	16459	13803	16950	13684	1,19	1,24
33%	16723	15215	17025	14819	1,10	1,15



Slika 7: Modul elastičnosti toplotno neobdelanega (K) in obdelanega (T) lesa v radialni (R) in tangencialni (T) smeri pri različnih relativnih vlažnostih zraka.

4.3 LEZENJE TOPLOTNO OBDELANE IN NEOBDELANE BUKOVINE

Iz krivulj lezenja razberemo, da je začetna deformacija neobdelane bukovine z naraščanjem vlažnosti naraščala in sicer v razmerju 1 : 1,3 : 2,5 (Preglednica 3). Z vlažnostjo se je povečevala tudi začetna deformacija toplotno obdelane bukovine, vendar pa je razmerje 1 : 1,3 : 1,5, kar dokazuje, da ima zviševanje vlažnosti na toplotno obdelan les veliko manjši vpliv kot na neobdelan les. S trajanjem obremenitve se je deformacija povečevala. Razmerje med največjo in najmanjšo deformacijo pri neobdelani bukovini je bila 3,4 : 1, pri toplotno obdelani bukovini pa je razmerje znašalo 1,5 : 1 iz česar lahko sklepamo, da ima toplotna obdelava pozitiven učinek na zmanjšanje deformacije. Tudi lezno število z naraščanjem vlažnosti raste, višje pa je pri neobdelanem lesu.

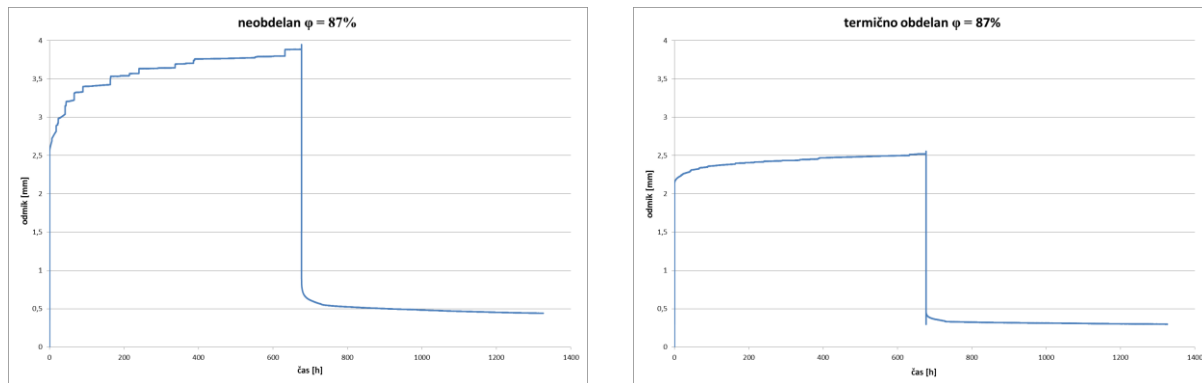
Lezenje neobdelanega lesa je bilo večje in hitrejše kot pri toplotno obdelanem lesu (Slika 7). Lezno število neobdelanega lesa je znašalo 1,84 in je bilo veliko večje kot pri toplotno obdelanem, kjer je le-to znašalo 1,19. Absolutne vrednosti elastične, zadržane elastične in trajne plastične deformacije so bile pri neobdelanem lesu višje.

Pri eksperimentu, ki je potekal v normalni klimi ($\varphi = 65\%$), kjer je bila povprečna vlažnost neobdelanega lesa 10,1 % in toplotno obdelanega 7,0 %, je bila hitrost in velikost deformacije večja, v primerjavi z lezenjem pri $\varphi = 87\%$, kjer je povprečna vlažnost neobdelanega lesa znašala 12,8 %, toplotno obdelanega 8,4 %, pa sta se povečali tudi zadržana elastična in trajna plastična deformacija (Slika 8).

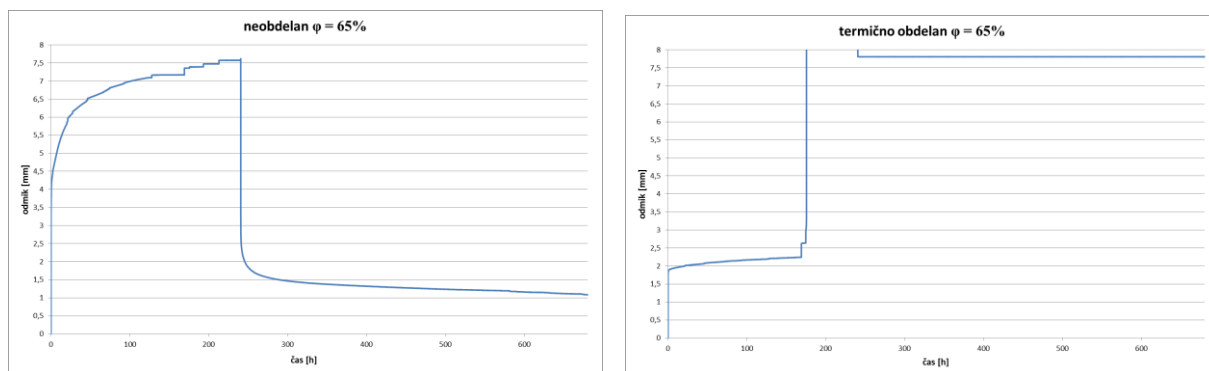
Pri nižjih vlažnostih ($\varphi = 33\%$), kjer je povprečna vlažnost neobdelanega lesa znašala 4,3 %, toplotno obdelanega pa 3,5 %, so deformacije najmanjše (Slika 9). Hitrost in velikost lezenja se zmanjša tako pri obdelanem, kot tudi pri neobdelanem lesu. Trajna plastična deformacija pri neobdelanem lesu je ostala približno enaka, pri toplotno obdelanem lesu pa se občutno zniža in doseže najnižje vrednosti tudi v primerjavi z vrednostmi pri višjih vlažnostih. Zmanjšala se je tudi razlika med leznima številoma, saj je pri naravni bukovini le-to znašalo 1,36, pri toplotno obdelani bukovini pa 1,23. Iz tega lahko ugotovimo, da ima znižanje vlažnosti manjši vpliv na lezno število.

Preglednica 3: Primerjava začetne deformacije (ϵ_0), največje deformacije (ϵ_t), ter leznega števila (C_r) pri neobdelani in toplotno obdelani bukovini pri različnih vlažnostih

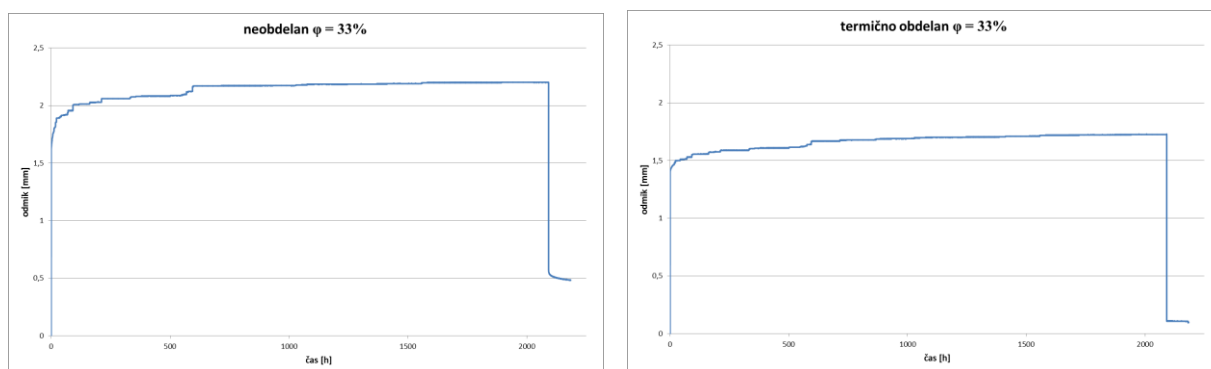
φ [%]	neobdelana bukovina			toplotno obdelana bukovina		
	ϵ_0	ϵ_t	C_r	ϵ_0	ϵ_t	C_r
87	4,11	7,57	1,84	2,12	2,52	1,19
65	3,18	3,88	1,22	1,77	11,05	6,23
33	1,62	2,20	1,36	1,40	1,72	1,23



Slika 8: Deformacija pri neobdelanem (levo) in termično obdelanem (desno) preizkušancu pri relativni zračni vlažnosti $\varphi = 87\%$ v odvisnosti od časa obremenjevanja



Slika 9: Deformacija pri neobdelanem (levo) in termično obdelanem (desno) preizkušancu pri relativni zračni vlažnosti $\varphi = 65\%$ v odvisnosti od časa obremenjevanja



Slika 10: Deformacija pri neobdelanem (levo) in termično obdelanem (desno) preizkušancu pri relativni zračni vlažnosti $\varphi = 33\%$ v odvisnosti od časa obremenjevanja

5 SKLEP

Rezultate raziskave lahko strnemo v naslednje ugotovitve:

- Togostne lastnosti lesa kot so upogibna trdnost, maksimalna deformacija, vloženo delo oz. energija porabljena do loma in elastični modul so višji pri neobdelanem lesu kot pri toplotno obdelanem lesu.
- Med preiskovanimi lastnostmi ima toplotna obdelava največji vpliv na vloženo delo, najmanjšega pa na modul elastičnosti.
- Upogibna trdnost toplotno obdelanega lesa je nižja za skoraj polovico v primerjavi z neobdelanim lesom.
- Z zviševanjem vlažnosti se povečuje deformacija tako neobdelanega kot tudi toplotno obdelanega lesa. Na slednjega ima višja vlažnost manjši vpliv.
- Lezenje neobdelanega lesa pri visoki vlažnosti (uravnovešenega in obremenjenega pri $\varphi = 87\%$) je večje in hitrejše, višje pa so tudi absolutne vrednosti elastične, zadržane elastične in trajne deformacije v primerjavi z lezenjem neobdelanega lesa pri nizki vlažnosti zraka ($\varphi = 33\%$).
- Lezenje toplotno obdelanega lesa je pri visoki vlažnosti ($\varphi = 87\%$) večje in malenkost hitrejše, malce višje pa so tudi absolutne vrednosti elastične, zadržane elastične in trajne deformacije v primerjavi z lezenjem pri nizki vlažnosti ($\varphi = 33\%$).
- Trajna plastična deformacija je pri toplotno obdelanem lesu manjša, in sicer najmanjša je pri nizki zračni vlažnosti.

6 VIRI

- Dirol D., Guyonnet R. 1993. The improvement of wood durability by rectification process. V: International Research Group Wood Pres, Section 4-Processes, IRG/WP 93-40015: 11 str.
- Esteves B.M., Pereira H.M. 2009. Wood modification by heat treatment: a review. *Bioresources*, 4, 1: 370-404
- Esteves B., Videira R., Pereira H. 2011. Chemistry and ecotoxicity of heat-treated pine wood extractives *Wood Sci Technol*, DOI 10.1007/s00226.010.0356-0
- Fengel D., Wegener G. 1989. *Wood Chemistry Ultrastructure Reactions*. Berlin. New York, Walter de Gruyter: 613 str.
- Gorišek Ž. 2011. Termička modifikacija drva. Predstavitev predavanj. Beograd: 57 str.
- Gorišek Ž. 2009. Les: zgradba in lastnosti: njegova variabilnost in heterogenost. Ljubljana, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 178 str.
- Gričar J., Tomažič M., Gorišek Ž. 2004. Viskoelasto-plastično in mehanosorptivno lezenje lesa, *Gradbeni vestnik*, 58–63
- Hietala S., Maunu, S., Sundholm F., Jämsä S., Viitaniemi P. 2002. Structure of thermally modified wood studied by liquid state NMR measurements. *Holzforschung*, 56: 522-528
- Hill C.A.S. 2006. *Wood modification. Chemical, thermal and other processes*. Chichester, John Wiley & Sons: 239 str.
- Kubojima Y., Okano T., Ohta M. 2000. Bending strength and toughness of heat-treated wood. *Journal of Wood Science*, 46: 8-15
- Mburu F., Dumarçay S., Huber F., Pétrissans M., Gérardin P. 2006. Evaluation of thermally modified *Grevillea robusta* heart wood as an alternative of wood resource in Kenya: characterisation of physicochemical properties and improvement of bio-resistance. *Bioresource Technology*, 98: 3478-3486
- Militz H. 2002. Thermal treatment of wood: European processes and their background. V: 33rd Annual Meeting. 12-17 May 2002. IRG/WP 02-40241: 20 str.
- Mitsui K., Inagaki T., Tsuchikawa S. 2008. Monitoring of hydroxyl groups in wood during heat treatment using NIR spectroscopy. *Biomacromolecules*, 9, 1: 286-288

- Nunes L., Nobre T., Gigante B., Silva A.M. 2004. Toxicity of pine resin derivatives to subterranean termites (Isoptera: Rhinotermitidae). *Management of Environmental Quality: An International Journal*, 15, 5: 521-528
- Nuopponen M., Vuorinen T., Jamsa S., Viitaniemi P. 2003. Thermal modifications in softwood studied by FT-IR and UV resonance Raman spectroscopies. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 24, 1: 13-26
- Rapp O. A. 2001. Review on heat treatments of wood, COST ACTION E22– Environmental optimisation of wood protection. V: *Proceedings of Special Seminar in Antibes, France*.
- Sailer M., Rapp A., Leithoff H. 2000. Improved resistance of Scots pine and spruce by application of an oil-heat treatment. *International Research Group Wood Preservation, Section 4-Processes*. IRG/WP 00-40162: 16 str.
- Seborg R.M., Tarkow H., Stamm A.J. 1953. Effect of heat upon the dimensional stabilization of wood. *Journal Forest Products Research Society*, 3,3: 59-67
- Stamm A.J. 1964. *Wood and Cellulose Science*. New York, The Roland Press Company: 549 str.
- Straže A., Gorišek Ž. 2011. Analysis of size effect on determination of mechanical properties of Norway spruce wood. *Ambienta Zagreb*
- De Troya M.T., De Navarrete A.M. (1994) Study of the degradation of retified wood through ultrasonic and gravimetric techniques. IRG/WP 94-40030, 6
- Westin M., Rapp O. A., Nilsson T. 2006. Field test of resistance of modified wood to marine borers. *Wood Material Science and Engineering*, 1, 1: 34-38
- Yildiz S., Gümüşkaya E. 2007. The effects of thermal modification on crystalline structure of cellulose in soft and hardwood. *Building and Environment*, 42: 62-67