

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Urban KOMPOLŠEK

**UTRJEVANJE UTEKOČINJENEGA LESA PRI
LEPLJENJU TERMIČNO MODIFICIRANE
SMREKOVINE**

DIPLOMSKI PROJEKT

Visokošolski strokovni študij - 1. stopnja

Ljubljana, 2012

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Urban KOMPOLŠEK

**UTRJEVANJE UTEKOČINJENEGA LESA PRI LEPLJENJU
TERMIČNO MODIFICIRANE SMREKOVINE**

DIPLOMSKI PROJEKT
Visokošolski strokovni študij - 1. stopnja

**CURING OF LIQUEFIED WOOD AT BONDING OF THERMALLY
TREATED SPRUCE**

B. Sc. Thesis
Professional Study Programmes

Ljubljana, 2012

Diplomski projekt je zaključek Visokošolskega strokovnega študija Lesarstvo – 1. stopnja. Delo je bilo opravljeno na Katedri za lepljenje, lesne kompozite in obdelavo površin Oddelka za lesarstvo Biotehniške fakultete Univerze v Ljubljani, kjer so bile opravljene vse laboratorijske analize.

Senat Oddelka za lesarstvo je za mentorja diplomskega projekta imenovalizr. prof. dr. Milana Šerneka, za recenzenta pa prof. dr. Franca Pohlevna.

Komisija za oceno in zagovor:

Predsednik:

Član:

Član:

Datum zagovora:

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

Urban Kompolšek

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

- ŠD Dv1
DK UDK 674.028.9
KG utekočinjen les/reometer/termična modifikacija/elastični strižni modul
AV KOMPOLŠEK, Urban
SA ŠERNEK, Milan (mentor)/POHLEVEN, Franc (recenzent)
KZ SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c VIII/34
ZA Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo
LI 2012
IN UTRJEVANJE UTEKOČINJENEGA LESA
PRI LEPLJENJU TERMIČNO MODIFICIRANE SMREKOVINE
TD Diplomsko delo (Visokošolski strokovni študij - 1. stopnja)
OP VIII, 31 str., 31 sl., 21 vir.
IJ sl
JI sl/en
AI Proučevali smo utrjevanje lepila iz utekočinjenega lesa. Uporabili smo les smreke, ki je bil termično modificiran pri temperaturah 150, 170, 190, 210 in 230 °C, ter lepilo iz utekočinjenega lesa. Meritve smo izvajali na reometru Ares G2, kjer smo namesto standardnih vzporednih diskov iz aluminija uporabili lesene diske. Diski so bili izdelani s pomočjo CNC-stroja in krožnega žagalnega stroja. Za meritve smo uporabili oscilatorni test z večvalovno tehniko merjenja. Uporabili smo diske iz nemodificirane in termično modificirane smrekovine, klimatizirane pri 65 % relativni zračni vlažnosti in temperaturi 20 °C, ter diske iz termično modificirane smrekovine, izpostavljene različnim relativnim zračnim vlažnostim. Ugotovili smo, da pri nemodificiranemu lesu lepilo iz utekočinjenega lesa potrebuje dlje časa, da želira. Pri višjih stopnjah modifikacije lesa je bil čas želiranja krajši. Točka zamreženja se je pri vzorcih z nemodificiranim in modificiranim lesom pojavila pri enakih časih, kar pomeni, da stopnja modifikacije ni vplivala na zamreževanje lepila iz utekočinjenega lesa. Vpliv je imela predvsem vlaga v lesu in delež hlapnih komponent v lepilu iz utekočinjenega lesa; to pomeni, da višja vlaga lesa podaljša čas, ki ga lepilo potrebuje, da zamreži.

KEY WORDS DOCUMENTATION

- ND Dv1
DC UDC 674.028.9
CX liquefied wood/rheometer/thermal modification/storage modulus
AU KOMPOLŠEK, Urban
AA ŠERNEK, Milan (supervisor)/POHLEVEN, Franc (co-advisor)
PP SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c VIII/34
PB University of Ljubljana, Biotechnical Faculty, Department of Wood Science and Technology
PY 2012
TY CURING OF LIQUEFIED WOOD AT BONDING OF THERMALLY TREATED SPRUCE
DT B. Sc. Thesis (Academic Study Programmes)
NO VIII, 31 p., 31 fig., 21 ref.
LA sl
Al sl/en
AB Curing of glue made from liquefied wood was researched. Spruce wood was heat treated at different temperatures (150, 170, 190, 210 and 230 °C) and glued using liquefied wood. The measurements were made with Ares G2 rheometer. Instead of standard aluminium discs, wooden discs made with CNC machine and circular saw were used. The oscillation test with the »multiwave« measurement technique was done. Discs from non-modified and thermally modified wood were prepared and air-conditioned at 65 % relative air humidity at 20 °C. The thermally modified wood was exposed to different values of relative air humidity. Based on measurements, it was concluded, that glue from liquefied wood needed more time for gelling than non-modified wood. The gelling time was shorter when using modified wood. The point of cross-link appeared at the same time at non-modified and modified wood. It means that the modification state does not influence the cross-linking of glue from liquefied wood. Humidity of wood has higher influence on glue so as the percentage of volatile components in the glue from liquefied wood, meaning that the higher the humidity of wood takes longer to cross-link.

KAZALO

	Str.
Ključna dokumentacijska informacija (KDI)	II
Key Words Documentation (KDW)	III
Kazalo Vsebine	IV
Kazalo Slik	VI
1 UVOD	1
1.1 OPREDELITEV PROBLEMA.....	1
1.2 DELOVNI HIPOTEZI.....	1
1.3 CILJ RAZISKAVE.....	1
2 PREGLED LITERATURE	2
2.1 OSNOVE REOLOGIJE.....	2
2.1.1 Definicija viskoznosti	2
2.1.2 Definicija strižnega toka	2
2.1.3 Definicija strižne hitrosti	3
2.1.4 Definicija strižne napetosti.....	3
2.1.5 Definicija strižne deformacije.....	3
2.2 REOLOŠKA KLASIFIKACIJA TEKOČIN	3
2.2.1 Lepilo iz utekočinjenega lesa.....	4
2.3 TERMIČNA MODIFIKACIJA LESA	4
3 MATERIALI IN METODE	5
3.1 PRIPRAVA UTEKOČINJENEGA LESA	5
3.2 POSTOPEK IZDELAVE TERMIČNO MODIFICIRANEGA LESA.....	6
3.3 IZDELAVA VZORCEV	6
3.4 MERJENJE REOLOŠKIH LASTNOSTI.....	7
3.5 REOMETER.....	7
3.5.1 Oscilatorni testi	9
3.5.2 Merjeni parametri	9
3.5.3 Ugotovitev točke želiranja in zamreženja	10
3.5.4 Lepljenje z utekočinjenim lesom	11

4	REZULTATI.....	12
4.1	SEGREVANJE V KOMORI REOMETRA	12
4.2	SPREMINJANJE ELASTIČNEGA STRIŽNEGA MODULA MED UTRJEVANJEM.....	13
4.2.1	Primerjava utrjevanja pri različnih vlažnostih in enako stopnjo termične modifikacije	19
4.2.2	Čas želiranja utekočinjenega lesa.....	22
4.2.3	Čas zamreženja utekočinjenega lesa.....	23
5	RAZPRAVA IN SKLEP	25
5.1	VPLIV TERMIČNE MODIFIKACIJE SMREKOVINE NA UTRJEVANJE UTEKOČINJENEGA LESA.....	25
5.2	VLAŽNOSTI TERMIČNO MODIFICIRANE SMREKOVINE.....	27
5.3	ŽELIRANJE UTEKOČINJENEGA LESA.....	28
5.4	ZAMREŽENJE UTEKOČINJENEGA LESA	29
5.5	SKLEPI.....	29
6	VIRI.....	30

KAZALO SLIK

Slika 1: Lepilo iz utekočinjenega lesa	5
Slika 2: Dimenzije smrekovih diskov	6
Slika 3: Reometer Ares G2	7
Slika 4: Shematski prikaz rotacijskega reomera z nastavljivo strižno napetostjo.	8
Slika 5: Orodja različnih geometrij	8
Slika 6: Smrekovi diski za reološke meritve med utrjevanjem lepila	8
Slika 7: Spreminjanje temperature v odvisnosti od časa med reološkimi meritvami.....	12
Slika 8: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane smrekovine, klimatizirane pri 20 °C in 65 % RZV.	13
Slika 9: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 150 °C in klimatizirana pri 20 °C ter 65 % RZV.	13
Slika 10: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 170 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % RZV.....	14
Slika 11: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 190 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % RZV.....	14
Slika 12: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 210 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % RZV.....	15
Slika 13: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 230 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % RZV.....	15
Slika 14: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 150 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 75 % RZV.....	16
Slika 15: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 170 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 75 % RZV.....	16
Slika 16: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 190 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 75 % RZV.....	17
Slika 17: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 210 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 85 % RZV.....	17

Slika 18: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 230 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 85 % RZV.....	18
Slika 19: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 150 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 75 % RZV.	19
Slika 20: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 170 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 75 % RZV.	20
Slika 21: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 190 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 75 % RZV.	20
Slika 22: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 210 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 85 % RZV.	21
Slika 23: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 230 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 85 % RZV.	21
Slika 24: Časi želiranja med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane in termično modificirane smrekovine. Vzorci nemodificirane in termično modificirane smrekovine pri 150, 170, 190, 210 in 230 °C so bili klimatizirani pri 20 °C in 65 % RZV.....	22
Slika 25: Časi želiranja med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju termično modificirane smrekovine. Vzorci s stopnjo termične modifikacije pri 150, 170, 190 °C so bili klimatizirani v 75 % RZV, vzorci s stopnjo termične modifikacije 210 in 230 °C pa v 85 % RZV.....	22
Slika 26: Časi zamreženja med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane in termično modificirane smrekovine. Vzorci nemodificirane in termično modificirane smrekovine pri 150, 170, 190, 210 in 230 °C so bili klimatizirani pri 20 °C in 65 % RZV.....	23
Slika 27: Časi zamreženja med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju termično modificirane smrekovine. Vzorci s stopnjo termične modifikacije pri 150, 170, 190 °C so bili klimatizirani v 75 % RZV, vzorci s stopnjo termične modifikacije 210 in 230 °C pa v 85 % RZV.	24
Slika 28: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane in termično modificirane smrekovine pri 150, 170, 190, 210 in 230 °C, ki je bila klimatizirana pri 20 °C in 65 % RZV.....	25
Slika 29: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane in termično modificirane smrekovine, ki je bila klimatizirana pri 20 °C, pri čemer so bili vzorci s stopnjo modifikacije pri 150, 170, 190 °C, v 75 % RZV, vzorci s stopnje modifikacije pri 210 in 230 °C, pa v 85 % RZV.	26

- Slika 30: Vlažnost vzorcev nemodificirane in termično modificirane smrekovine s stopnjo 150, 170, 190, 210 in 230 °C, ki so bili klimatizirani v 65 % RZV pri 20 °C..... 27
- Slika 31: Vlažnost vzorcev s stopnjo termične modifikacije 150, 170, 190 °C, ki so bili klimatizirani pri 20 °C in 75 % RZV, vzorci s stopnjo modifikacije 210 in 230 °C pa so bili klimatizirani pri 20 °C in 85 % RZV. 28

1 UVOD

1.1 OPREDELITEV PROBLEMA

Utekočinjen les je produkt termokemijske reakcije med lesom (lesnimi ostanki), reagentom in katalizatorjem. Zaradi polimerne sestave in večjega števila prostih reaktivnih funkcionalnih mest je le-ta primeren za lepljenje. Lepljenje z lepilom na osnovi utekočinjenega lesa je običajno daljše in poteka pri višjih temperaturah, kot je to značilno za večino sintetičnih polikondenzacijskih lepil.

V diplomskem delu so predstavljene možnosti uporabe lepila iz utekočinjenega lesa za lepljenje termično modificirane smrekovine. Fizikalne in mehanske lastnosti spreminjanja lepila na osnovi utekočinjenega lesa pri različnih stopnjah modifikacije smrekovine so bile opazovane na podlagi reoloških preizkusov.

1.2 DELOVNI HIPOTEZI

Predvidevamo, da stopnja termične modifikacije smrekovine vpliva na hitrost utrjevanja lepila iz utekočinjenega lesa. Termično modificiran les je bolj kisel kot nemodificiran, zato bo utrjevanje potekalo hitreje pri uporabi vzorcev z večjo stopnjo termično modificirane smrekovine.

V okviru dodatne hipoteze je smiselno proučiti vpliv vlage termično modificirane smrekovine na čas želiranja in zamreženja lepila. Kot rezultat se pričakuje daljši čas želiranja in zamreževanja lepila pri večji vlažnosti lesa in obratno.

1.3 CILJ RAZISKAVE

Znano je, da se pri lepljenju termično modificiranega lesa z lepilom na osnovi utekočinjenega lesa poslabšajo določene fizikalne in mehanske lastnosti, le-te pa vplivajo na omočitev in utrjevanje lepila pri lepljenju. S tem namenom je smiselno proučiti utrjevanje lepila na osnovi utekočinjenega lesa pri uporabi termično modificiranih smrekovih vzorcev z različno stopnjo modifikacije, ki služi kot osnovna geometrija pri oscilatornem testu z reometrom.

2 PREGLED LITERATURE

2.1 OSNOVE REOLOGIJE

Reologija je interdisciplinarna veda o tokovnem obnašanju in deformaciji materiala, ki združuje znanja mnogih znanstvenih disciplin, kot so biologija, kemija, genetsko in kemijsko inženirstvo, medicina in fizika. Definicija reologije je podana kot proučevanje obnašanja snovi pod vplivom strižnih sil v območju delovanja Newtonovega in Hookovega zakona, pri čemer lahko gre za tekoče, poltrdne ali trdne snovi (Zupančič Valant, 2007).

Za lažje razumevanje reoloških lastnosti je potrebno poznati nekaj osnovnih pojmov, ki so predstavljeni v nadaljevanju.

2.1.1 Definicija viskoznosti

Viskoznost je lastnost tekočine, s katero označujemo njen odpor proti gibanju oz. pretakanju, ki ga povzroči zunanja sila. Po Newtonovem zakonu je viskoznost idealnih tekočin definirana kot proporcionalni faktor med strižno napetostjo in strižno hitrostjo, kar lahko zapišemo z naslednjo enačbo (1):

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}, \quad (1)$$

kjer je η [Pa s] dinamična viskoznost, T [Pa] strižna napetost in $\dot{\gamma}$ [s⁻¹] strižna hitrost.

2.1.2 Definicija strižnega toka

Strižni tok je pojav, ko se majhni delčki snovi premikajo drug mimo drugega. Pri tekočinah lahko to ponazorimo kot posamezne plasti, ki drsijo ena vzdolž druge. Tekočina se toku upira z viskoznostjo, za določeno hitrost toka pa potrebuje določeno silo. Pri enostavnem strigu imamo zvezno gibanje plasti tekočine ena mimo druge, medtem ko lahko v določenih primerih zaradi visokih strižnih sil pride do tvorbe vrtincev in turbulentnega strujanja tekočin.

2.1.3 Definicija strižne hitrosti

Tekočina ob meji s trdno plastjo prevzeme hitrost plošče, torej miruje, medtem ko se hitrost vsake naslednje plasti pri pogojih enostavnega striga linearno povečuje glede na predhodno. Strižno hitrost torej podamo kot spremembo hitrosti med plastmi, kar lahko zapišemo z naslednjo enačbo (2):

$$\gamma = \frac{dv}{dx}, \quad (2)$$

kjer je γ [s^{-1}] strižna hitrost, dv [m/s] hitrost premika plasti in dx [m] debelina plasti.

2.1.4 Definicija strižne napetosti

Strižna napetost je sila na enoto ploskve, ki deluje v smeri toka, kar lahko zapišemo z enačbo (3):

$$\tau = \frac{F_x}{A}, \quad (3)$$

kjer je T [Pa] strižna napetost, F_x [N] sila na enoto ploskve in A [mm^2] površina.

2.1.5 Definicija strižne deformacije

Strižna deformacija je tangens kota deformacije telesa zaradi delovanja strižne sile.

2.2 REOLOŠKA KLASIFIKACIJA TEKOČIN

Newtonske tekočine pri danem tlaku in temperaturi izkazujejo konstantno viskoznost, ki je neodvisna od smeri, jakosti in časa delovanja striga. Odvisnost med strižno napetostjo in strižno hitrostjo je zato linearna. Veliko realnih tekočin v določenem območju strižnih napetosti ali določenem temperaturnem območju izkazuje Newtonsko obnašanje.

Poleg Newtonskih tekočin poznamo tudi Nenewtonske tekočine. Nenewtonske tekočine so realne tekočine, katerih viskoznost pri danem tlaku in temperaturi ni konstantna, ampak se spreminja glede na jakost, smer ter čas delovanja strižne sile. Odvisnost med strižno hitrostjo in strižno napetostjo ni linearna. Realne tekočine pri povečanju strižne hitrosti izkazujejo strižno upadanje viskoznosti (pseudoplastičnost) ali pa strižno naraščanje viskoznosti (dilatancia). Preden začnejo teči, je pri nekaterih tekočinah potrebno preseči strižno silo (mejno napetost). Ko pa se strižni tok vzpostavi, izkazujejo podobne lastnosti kot tekočine, ki za tok ne potrebujejo mejne napetosti (Schoff in Kamarchik, 2004; Zupaničič Valant, 2007).

2.2.1 Lepilo iz utekočinjenega lesa

Utekočinjen les je produkt solvolize lesa ob uporabi reagenta (topila) in katalizatorja. Uporablja se lahko kot sredstvo za lepljenje lesa v kombinaciji s komercialnimi lepili (Kunaver in sod., 2010; Ugovšek in sod., 2010) ali kot soroagent pri izdelavi polimerov za izdelavo lepil (Kobayashi in sod., 2001) pa tudi kot samostojna komponenta za lepljenje lesa (Ugovšek, 2010). V slednjem primeru sta največja problema nizka strižna trdnost in trajnost zlepljenih spojev, kar pomeni, da so lepljenci praktično neuporabni (Šernek in sod., 2010). Trajnost spojev, zlepljenih zgolj z lepilom iz utekočinjenega lesa, je odvisna od uporabljenega utekočinjevalnega reagenta ter končnega razmerja med lesom in reagentom v utekočinjenem produktu. Uporaba etilen glikola kot reagenta namesto glicerola se je izkazala za učinkovito rešitev, saj strižna trdnost zlepljenih spojev med izpostavljenostjo standardnim klimatskim pogojem ne upade. Poleg tega se je izkazalo, da nižje razmerje med reagentom in lesom v utekočinjenem lesu pripomore k trajnejšim in trdnejšim spojem (Ugovšek in sod., 2010).

2.3 TERMIČNA MODIFIKACIJA LESA

Termična modifikacija lesa je industrijski postopek, s katerim zaščitimo les pred škodljivci, zmanjšamo delovanje lesa in zmanjšamo higroskopnost. Pri tem postopku se v celični steni spremeni struktura osnovnih polimerov. Posledica le-tega so spremembe v lastnosti lesa. Učinek modifikacije je odvisen od parametrov, v katerih obdelava poteka (temperatura, čas, tlak, uporaba katalizatorjev in plinov), in od materiala (drevesna vrsta lesa, vlažnost, dimenzije vzorcev). Pri nižjih oz. normalnih temperaturah je učinek modifikacije minimalen, kar pa ne drži za modifikacije pri višjih temperaturah (do 300 °C). Pri tem obstaja verjetnost, da pride do vžiga. Zato le-ti potekajo brez prisotnosti kisika v inertnem okolju, vakuumu in nasičeni pari. Termično modificiran les je v primerjavi z nemodificiranim temnejši in ima neprijeten vonj. Njegova barva je odvisna od temperature, pri kateri poteka obdelava.

Na trgu najdemo različne postopke termične obdelave, kot so Plato, ThermoWood, OHT ... Termično modificiran les se najpogosteje uporablja za pode, obloge (notranje in zunanje lesene pode, talne podloge lesene terase, mansardna tla, parket, balkonska tla in ograje ...), stene, strope, strehe in celotne rešitve (montažne hiše, pomoli, mostovi, savne, okna in vrata) (Rep, 2008).

3 MATERIALI IN METODE

3.1 PRIPRAVA UTEKOČINJENEGA LESA

Za izdelavo lepila iz utekočinjenega lesa smo uporabili frakcijo topolove žagovine. Pred uporabo smo jo sušili v laboratorijskem sušilniku pri temperaturi 103 °C. Utekočinjanje lesa smo izvajali 120 minut v steklenem reaktorju pri 180 °C. Za reagent smo vzeli etilen glikol, za katalizator pa 97 % žveplovo (VI) kislino. Dodan katalizator je znašal 3 % glede na maso etilen glikola. Masno razmerje med topolovino in etilen glikolom je znašalo 1 proti 3. Nato smo utekočinjen les razredčili z raztopino 1,4-dioksana in vode (v masnem razmerju 4 proti 1) ter ga prefiltrirali preko filtrirnih papirjev s pomočjo podtlaka. Filtrirni papir smo skupaj z netopnim ostankom posušili. Po sušenju smo izmerili mase in na podlagi le-teh izračunali delež utekočinjenega lesa (enačba 4).

$$DUL = \left(\frac{1 - W_1 - W_2}{W_3} \right) \cdot 100\%, \quad (4)$$

kjer je W_1 masa suhega filtrirnega papirja skupaj z netopnim ostankom, W_2 masa filtrirnega papirja in W_3 masa topolovine.

Dobljeni utekočinjen les (slika 1) je imel masno razmerje 1 : 1 med topolovino in etilen glikolom. Le-ta je bil uporabljen za nadaljnjo raziskavo.



Slika 1: Lepilo iz utekočinjenega lesa

3.2 POSTOPEK IZDELAVE TERMIČNO MODIFICIRANEGA LESA

Pri meritvah smo uporabljali les navadne smreke (*Picea abies L.*), ki je bil termično modificiran po postopku segrevanja lesa z začetnim vakuumom. Modifikacija lesa je potekala pri petih temperaturah: 150, 170, 190, 210 in 230 °C.

Postopek izdelave termično modificirane smrekovine:

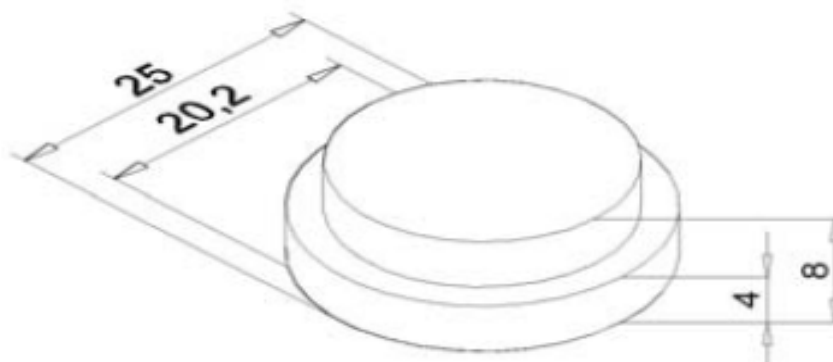
- segrevanje smrekovine pri temperaturi 100 °C za 30 minut,
- vakuumiranje pri absolutnem tlaku 25 kPa za 30 minut,
- modifikacija pri želeni temperaturi za 180 minut,
- izsesavanje plinov iz komore s pomočjo vakuumske črpalke,
- ohlajevanje smrekovega lesa, ki je potekalo v komori,
- po ohlajanju smrekovine (nižja tem. od 120 °C) je bilo moč komoro odpreti.

3.3 IZDELAVA VZORCEV

Po modifikaciji smrekovega lesa smo začeli z izdelovanjem lesenih diskov. Ker je že znotraj iste drevesne vrste prisotna razlika med lesovi, si je potrebno določiti kriterije, po katerih je les smiselno razporediti. V našem primeru so bili to naslednji kriteriji:

- vrednost gostote lesa, ki je znašala od 440 kg/m³ do 460 kg/m³,
- izrazito radialna tekstura lesa,
- enakomerna širina branik.

Ko smo smrekov les razporedili na osnovi zgoraj navedenih kriterijev, smo začeli z izdelavo lesenih diskov. Na CNC-stroju smo v les vrezali obliko diskov in jih nato s pomočjo miznega krožnega žagalnega stroja izžagali. Dimenzije smrekovega diska so prikazane na sliki 2.



Slika 2: Dimenzije smrekovih diskov

3.4 MERJENJE REOLOŠKIH LASTNOSTI

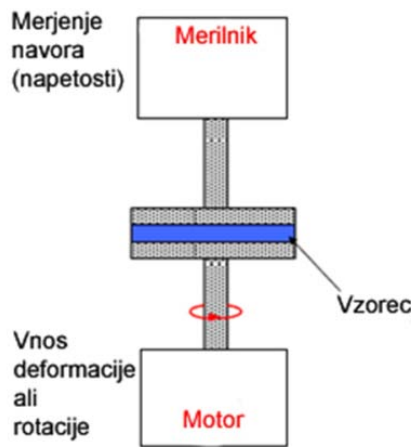
Merjenje reoloških lastnosti se večinoma uporablja za spremljanje kakovosti izdelkov in njihovih lastnosti v proizvodnji hrane, kozmetike, gume, plastičnih mas, barv, črnih ter mnogih drugih izdelkov. Spremljanje utrjevanja lepil z merjenjem sprememb reoloških lastnosti z reometrom je razmeroma nova tehnika, ki omogoča merjenje dinamičnega strižnega modula, spremembe viskoznosti in izgubnega kota med utrjevanjem proučevanega lepila. V osnovi je podobna klasični dinamični mehanski analizi, saj vzorec materiala med utrjevanjem dinamično obremenjujemo in merimo njegov odziv na obremenitev. Rezultati reoloških meritev omogočajo natančno določitev točke želiranja in zamreženja lepil. Z dodatno opremo lahko hkrati spremljamo tudi spremembe dielektričnih lastnosti lepila med utrjevanjem ter na ta način ugotovimo povezavo med njegovimi dielektričnimi in reološkimi lastnostmi, kar je izjemno pomembno za aplikacijo v industriji lepljenega lesa (Kariž in Šernek, 2012).

3.5 REOMETER

Reometer Ares G2 (slika 3) omogoča merjenje strižne deformacije in strižne hitrosti. Prednost tega je, da ima merilni del ločen od mehanskega, kar zagotavlja manjši vpliv slednjega na meritve. Na zgornji osi reometra je postavljen merilnik, na osnovi katerega smo merili reološke lastnosti uporabljenega lepila (slika 4). Torzijsko obremenitev je generiral motor, ki je preko spodnje osi to prenesel na zgornjo os.

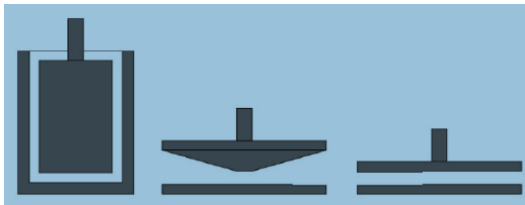


Slika 3: Reometer Ares G2



Slika 4: Shematski prikaz rotacijskega reomera z nastavljivo strižno napetostjo.

Pri ugotavljanju reoloških lastnosti lahko uporabljamo orodja različnih geometrij, kot so vzporedne plošče različnih dimenzij, konične plošče ter valje (slika 5). Izbira orodij je odvisna od merilnih tehnik in materialov, ki jih želimo uporabljati. Za spremljanje utrjevanja lepila se pogosto uporabljajo vzporedna orodja (diski), ki so narejena iz aluminija, plastike, titana, nerjavečega jekla in različnih vrst lesa. Primer diska iz smrekovega lesa je prikazan na sliki 6.



Slika 5: Orodja različnih geometrij



Slika 6: Smrekovi diski za reološke meritve med utrjevanjem lepila

Ob pravilni izbiri geometrije orodij pa je potrebno zagotoviti konstante pogoje pri izvajanju meritev. Želena temperaturo vzorca je moč doseči z električnimi grelniki. V ta namen se pogosto uporablja Peltierjeva plošča, ki zagotavlja temperaturo od -40 do 200 °C s hitrostjo gretja do 20 °C/min ali s konvekcijsko komoro, ki omogoča temperaturo od 160 do 600 °C s hitrostjo segrevanja do 60 °C/min. Prednost konvekcijske komore je v tem, da je mogoče ustvariti poleg zelene temperature tudi visoke tlake, UV-svetlobo, inertno ali s topilom nasičeno atmosfero, ki zmanjšuje izhajanje topil iz proučevanega materiala (TA Instrumeters-Rheometers, 2006; Baiardo, 2008).

3.5.1 Oscilatorni testi

Oscilatorni testi se uporabljajo pri raziskavah vseh vrst viskoelastičnih materialov, polimernih raztopin, mešanic, gelov, elastomerov in celo nekaterih trdnih snovi. Pri oscilaciji spremljamo deformacijo (amplitudo) in frekvenco obremenjevanja (Mezger, 2006). Oscilatorski test se pogosto uporablja za spremljanje utrjevanja polimerov, saj nam je v primeru izbrane amplitude omogočeno spremljanje procesa utrjevanja, pri čemer ne pride do porušitve vezi.

Različni pogoji izvajanja meritev in dinamike obremenjevanja vplivajo na rezultate, saj lahko neprimerna velikost amplitude povzroči porušitev vezi v materialu in s tem spremeni njegove lastnosti. V primeru previsoke frekvence pa zakrije viskoznost materiala. Velikost obeh zgoraj omenjenih veličin je odvisna od vrste materiala in namena uporabe. Pri tem je potrebno zagotoviti, da je amplituda v linearnem območju viskoelastičnih deformacij materiala, saj v nasprotnem primeru dobimo napačne rezultate (Thermal solutions, 1999).

Polimerni materiali, kot so lepila in premazi, so pri prečrpavanju, nanašanju s čopiči ali valji ter brizganju izpostavljeni različnim strižnim hitrostim. Pri procesu lepljenja je hitrost kapljanja lepila, razlivanja po površini lepljenca in penetracija lepila v les manjša od s^{-1} (Zheng, 2002), zato je strižna hitrost obremenjevanja, ki se najpogosteje uporablja pri meritvah utrjevanja lepil, približno s^{-1} (Whittingstall, 1997).

3.5.2 Merjeni parametri

S pomočjo reometra lahko z merjenjem navora, deformacije in kotne hitrosti določimo naslednje fizikalne lastnosti:

- viskoelastične lastnosti materiala v odvisnosti od časa, temperature, frekvence in amplitude oz. napetosti,
- viskoznost v odvisnosti od strižne hitrosti, časa in temperature,
- časovno odvisnost deformacije (relaksacije, lezenje) materialov (Baiardo, 2008).

Pri utrjevanju lepil najpogosteje spremljamo dinamični strižni modul (G) oz. njegovo realno (G') in imaginarno (G'') komponento. Matematična povezava med realno in imaginarno komponento je prikazana v spodnji enačbi (5).

$$|G| = \sqrt{(G')^2 + (G'')^2} \quad (5)$$

G' predstavlja elastičen strižni modul (angl. storage modulus), medtem ko G'' predstavlja viskozni strižni modul (angl. loss modulus) (Kariž in Šernek, 2012).

Idealna elastična snov je predstavljena s komponento G' , medtem ko je idealna viskoznost snovi predstavljena s komponento G'' . V realnosti skoraj vsi materiali izkazujejo elastične in viskozne lastnosti, zato jih lahko z vidika reologije natančno opišemo le s proučevanju obeh modulov skupaj (Witt, 2004; Das, 2005).

3.5.3 Ugotovitev točke želiranja in zamreženja

Točka želiranja je stanje polimera, pri katerem začnejo nastajati prve kovalentne vezi v lepilu (nastanek tridimenzionalne mreže). Molekulska masa polimera pa nastane proti neskončni vrednosti (Laborie, 2002; Franch, 2004; Christjanson in sod., 2004).

Želiranje je prehod iz tekočega v želatinasto stanje. Podobno relacijo je moč narediti v primeru zamreženja, ki je prehod iz elastične v trdno snov (Zheng, 2002; Laborie, 2002; Schott, 2002). Pri tem je več različnih kriterijev za ugotavljanje točk želiranja in zamreženja pri merjenju reoloških lastnosti utrjevanja lepila (Zheng, 2002; Garnier in sod., 2002). V dostopni literaturi se za ugotavljanje točke želiranja pojavljata dva kriterija, ki sta:

- $\tan \delta$ postane neodvisen od frekvence obremenjevanja,
- krivulji elastičnega in viskoznega strižnega modula se sekata.

Podobne kriterije lahko navedemo tudi za določevanje točke zamreženja, ki so:

- preskok v odvisnosti elastičnega strižnega modula od frekvence obremenjevanja,
- vrh v krivulji $\tan \delta$ pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz,
- vrh pri krivulji viskoznega strižnega modula pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz,
- konec frekvenčne odvisnosti elastičnega strižnega modula.

Dobljene točke želiranja in zamreženja po zgoraj navedenih kriterijih se med seboj razlikujejo (Lange, 2000; Witt, 2004). Eden izmed zanesljivejših kriterijev za določevanje točke želiranja je ta, kjer je $\tan \delta$ neodvisen od frekvence obremenjevanja.

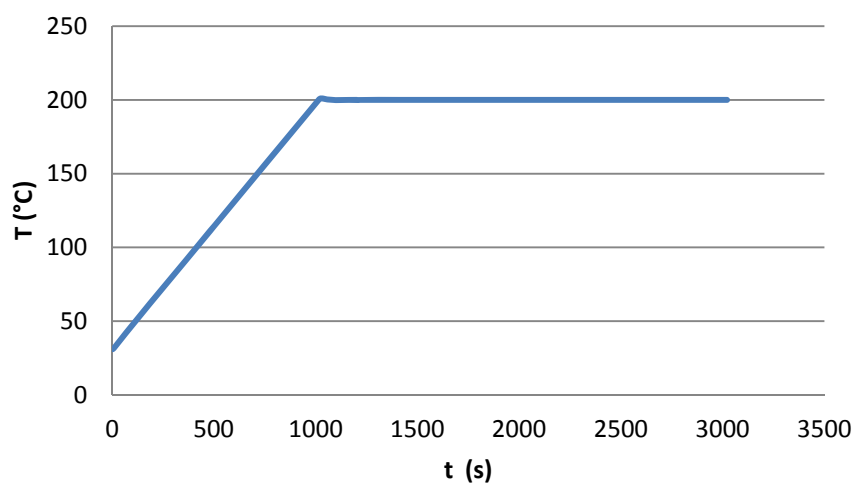
3.5.4 Lepljenje z utekočinjenim lesom

Reološke meritve smo izvajali tako, da smo lesni disk vstavili med spodnjo in zgornjo čeljust reometra. Na površino spodnjega diska smo nanесли lepilo iz utekočinjenega lesa. Debelina nanosa je znašala 1 mm po celotni površini. Nato smo zgornjo in spodnjo čeljust približali tako, da je razmik med njima znašal 0,3 mm. Lepilo, ki je odteklo, smo obrisali ter zaprli komoro. Nato smo pričeli z merjenjem reoloških lastnosti lepil iz utekočinjenega lesa. Pri tem smo diska z utekočinjenim lesom segrevali od 30 do 200 °C. Hitrost segrevanja je bila 10 °C/min

4 REZULTATI

4.1 SEGREVANJE V KOMORI REOMETRA

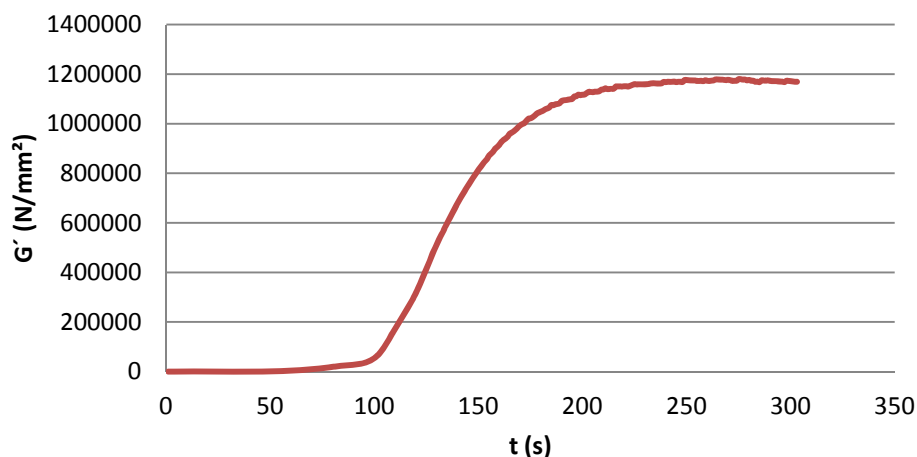
Meritve smo izvedli v temperaturnem območju od 30 do 200 °C pri hitrosti segrevanja 10 °C/min. Segrevanje je potekalo v dveh fazah. V prvi fazi je temperatura narasla od 30 do 200 °C v 1020 sekundah. V drugi fazi pa je bila temperatura konstantna in je znašala 200 °C, kar je prikazano na sliki 7.



Slika 7: Spreminjanje temperature v odvisnosti od časa med reološkimi meritvami.

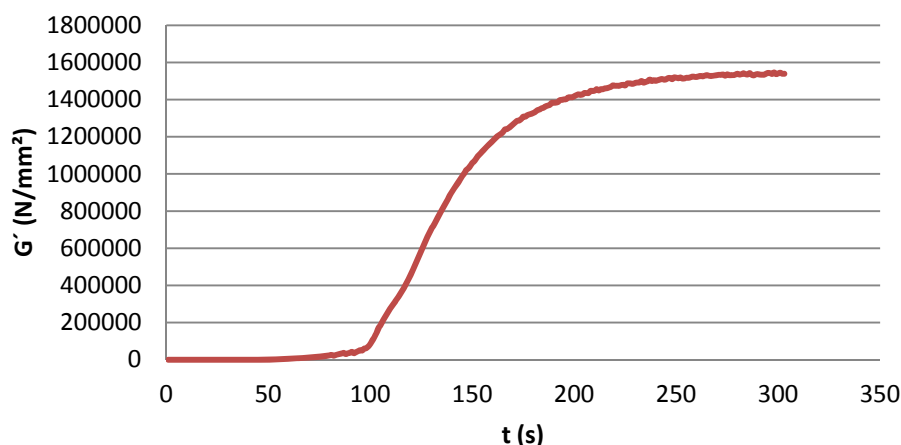
4.2 SPREMINJANJE ELASTIČNEGA STRIŽNEGA MODULA MED UTRJEVANJEM

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema nemodificiranima smrekovima diskoma spreminjal. Elastičen strižni modul je v 110 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narastel do vrednosti 1100000 N/mm^2 v 150 sekundah in se nato ustalil (slika 8).



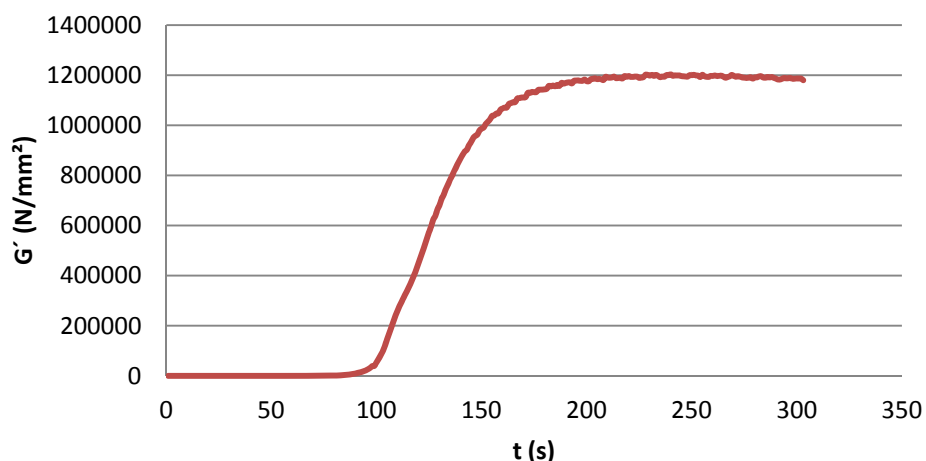
Slika 8: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane smrekovine, klimatizirane pri $20 \text{ }^\circ\text{C}$ in 65% RZV.

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri $150 \text{ }^\circ\text{C}$. Elastičen strižni modul je v 100 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narastel do vrednosti 1500000 N/mm^2 v 140 sekundah in se nato ustalil (slika 9).



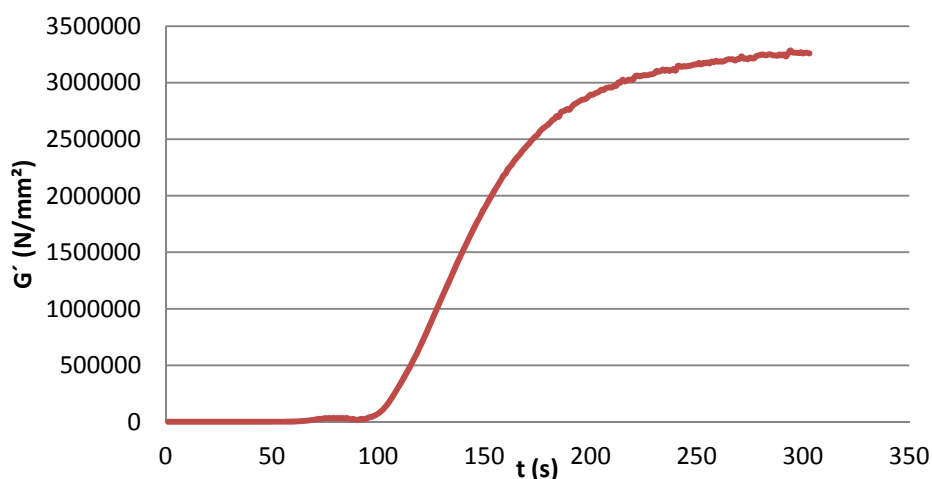
Slika 9: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri $150 \text{ }^\circ\text{C}$ in klimatizirana pri $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ter 65% RZV.

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri 170 °C. Elastičen strižni modul je v 95 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narastel do vrednosti 1200000 N/mm² v 100 sekundah in se nato ustalil (slika 10).



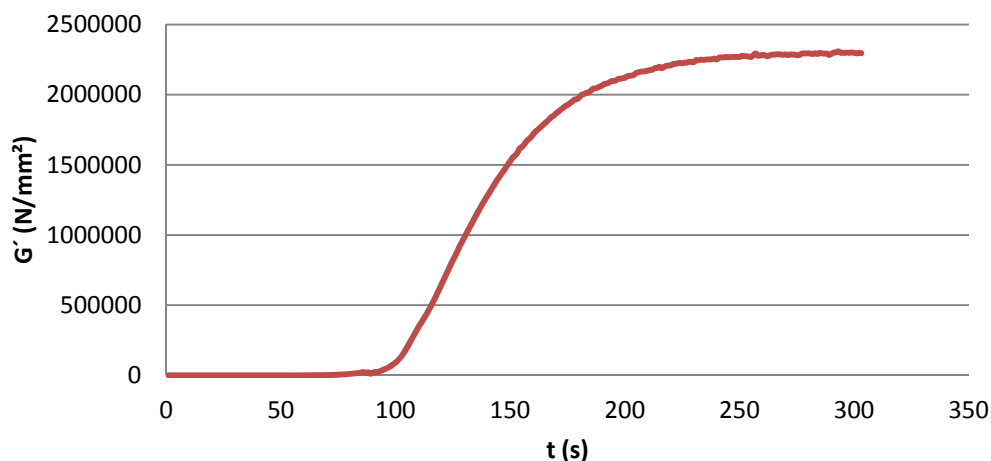
Slika 10: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 170 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % RZV.

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri 190 °C. Elastičen strižni modul je v 105 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narastel do vrednosti 2750000 N/mm² v 80 sekundah. V naslednjih 135 sekundah je elastičen strižni modul dosegel vrednost 3200000 N/mm² (slika 11).



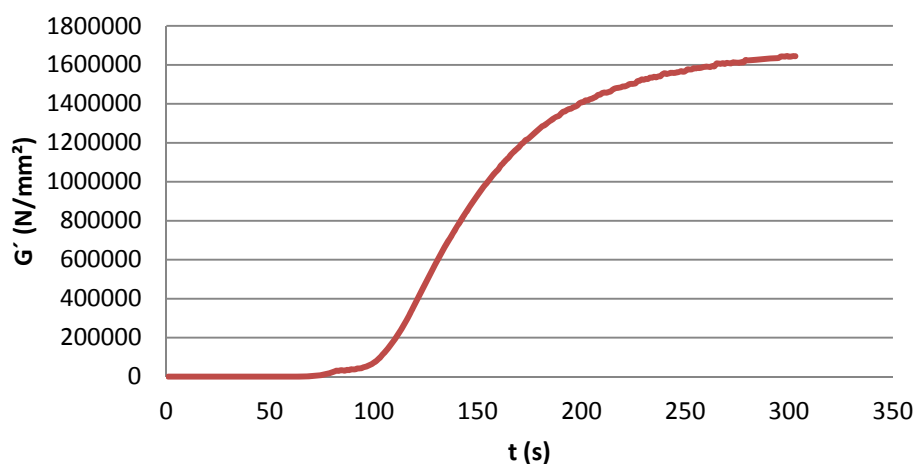
Slika 11: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 190 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % RZV.

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri 210 °C. Elastičen strižni modul je v 103 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narasel do vrednosti 2300000 N/mm² v 120 sekundah in se nato ustalil (slika 12).



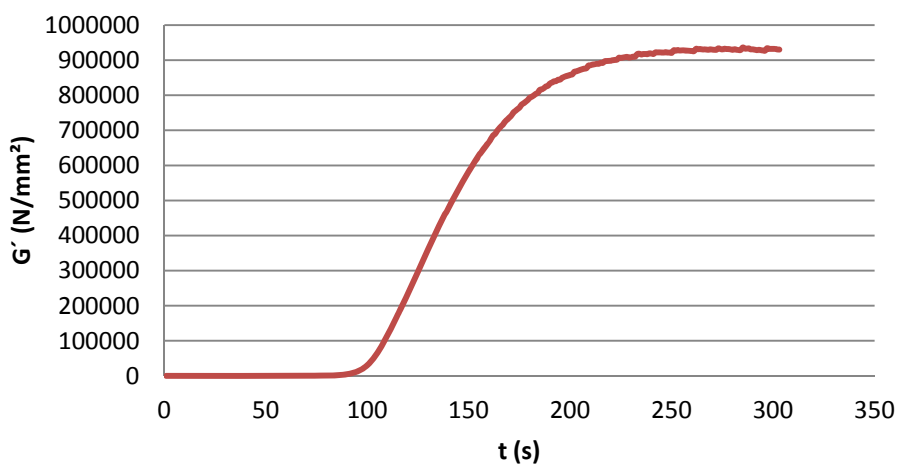
Slika 12: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 210 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % RZV.

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri 230 °C. Elastičen strižni modul je v 100 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narasel do vrednosti 1400000 N/mm² v 100 sekundah. V naslednjih 120 sekundah je elastičen strižni modul dosegel vrednost 1600000 N/mm² (slika 13).



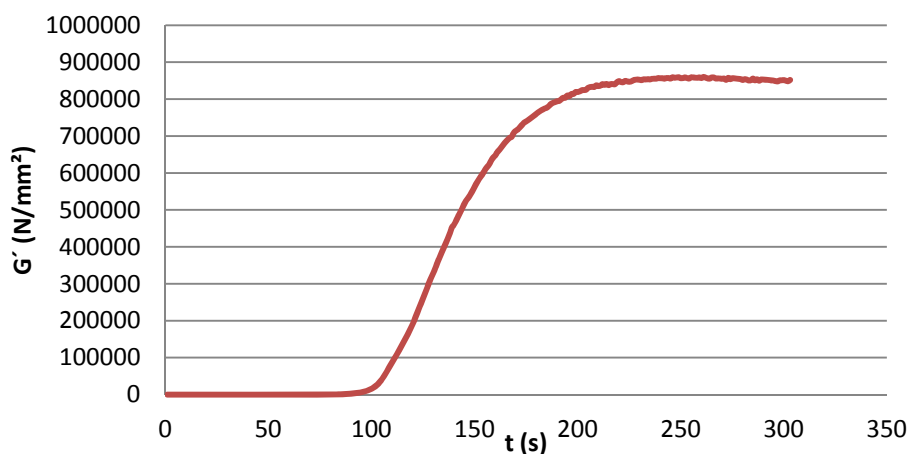
Slika 13: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 230 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % RZV.

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri 150 °C. Elastičen strižni modul je v 93 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narastel do vrednosti 920000 N/mm² v 115 sekundah in se nato ustalil (slika 14).



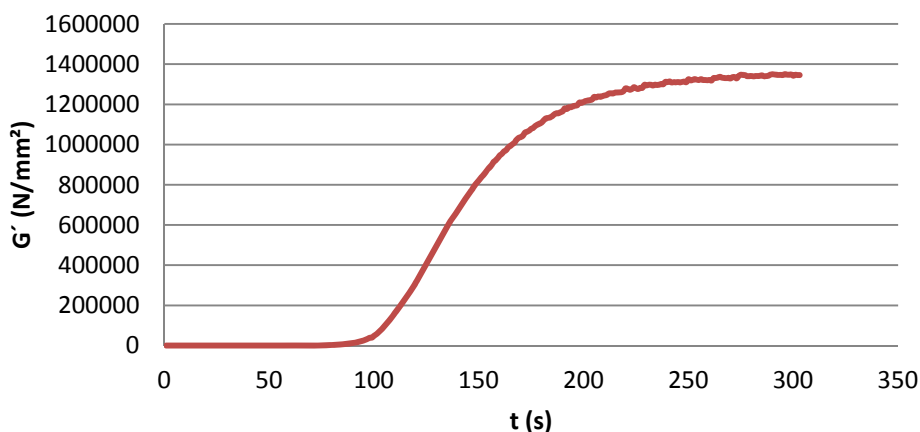
Slika 14: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 150 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 75 % RZV.

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri 170 °C. Elastičen strižni modul je v 100 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narastel do vrednosti 950000 N/mm² v 120 sekundah in se nato ustalil (slika 15).



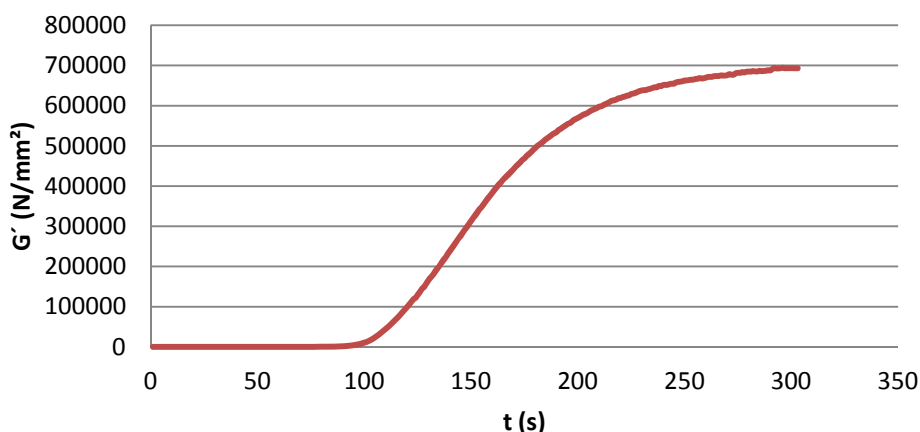
Slika 15: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 170 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 75 % RZV.

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri 190 °C. Elastičen strižni modul je v 110 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narastel do vrednosti 1100000 N/mm² v 70 sekundah. V naslednjih 140 sekundah je elastičen strižni modul dosegel vrednost 1370000 N/mm² (slika 16).



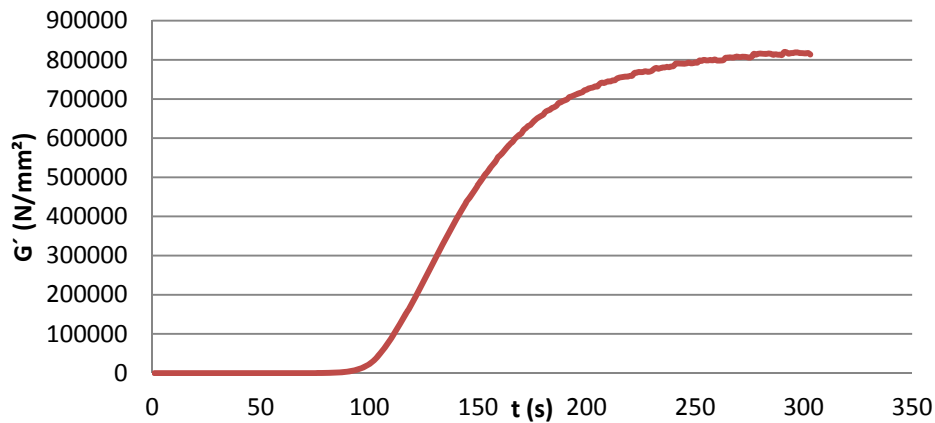
Slika 16: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 190 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 75 % RZV.

Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri 210 °C. Elastičen strižni modul je v 105 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narastel do vrednosti 600000 N/mm² v 110 sekundah. V naslednjih 105 sekundah je elastičen strižni modul dosegel vrednost 700000 N/mm² (slika 17).



Slika 17: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 210 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 85 % RZV.

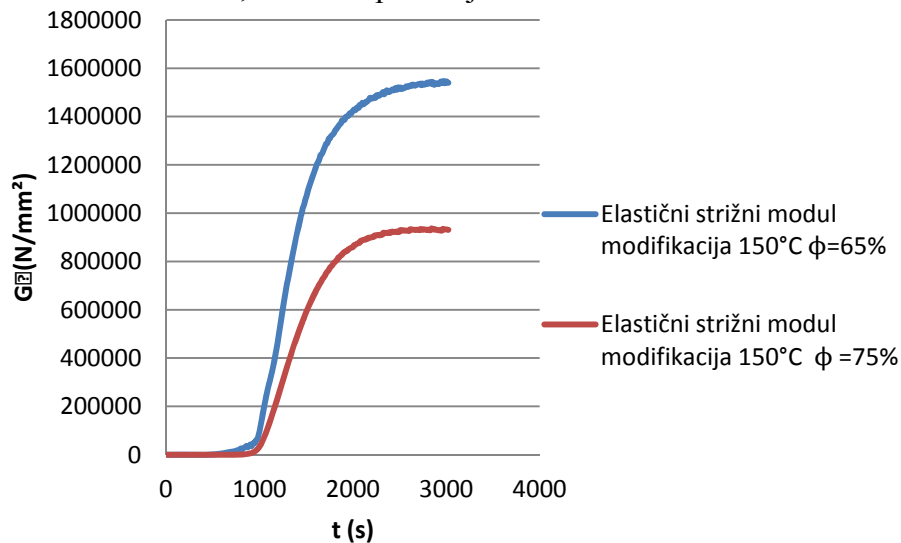
Elastični strižni modul se je med utrjevanjem utekočinjenega lesa med dvema smrekovima diskoma, ki sta bila termično modificirana pri 230 °C. Elastičen strižni modul je v 80 sekundah počasi naraščal, nakar je skokovito narastel do vrednosti 700000 N/mm² v 85 sekundah. V naslednjih 155 sekundah je elastičen strižni modul dosegel vrednost 810000 N/mm² (slika 18).



Slika 18: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 230 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 85 % RZV.

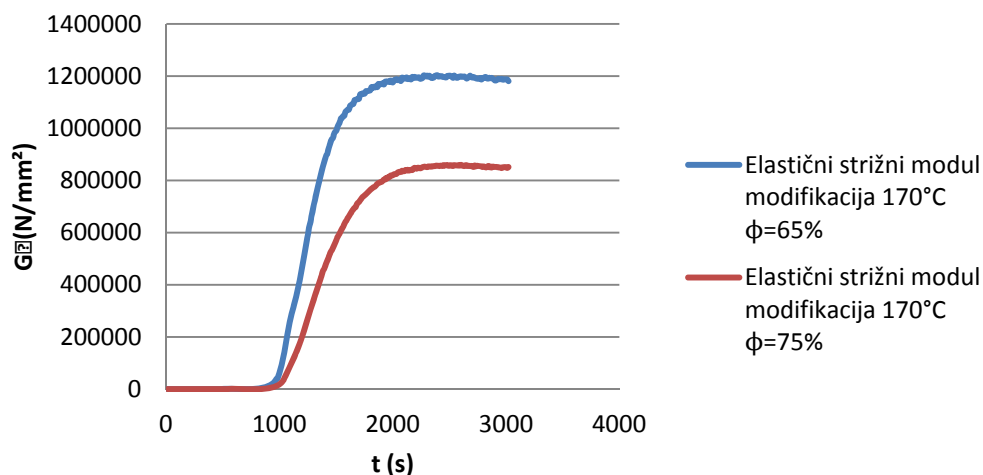
4.2.1 Primerjava utrjevanja pri različnih vlažnostih in enako stopnjo termične modifikacije

Primerjava elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri enaki stopnji termične modifikacije 150 °C in pri različnih vlažnostih. Opazimo, da vzorci, ki so bili klimatizirani v 65 % relativni zračni vlažnosti, dosežejo skoraj enkrat večji elastičen strižni modul kot tisti, ki so bili postavljeni v 75 % relativno zračno vlažnost (slika 19).



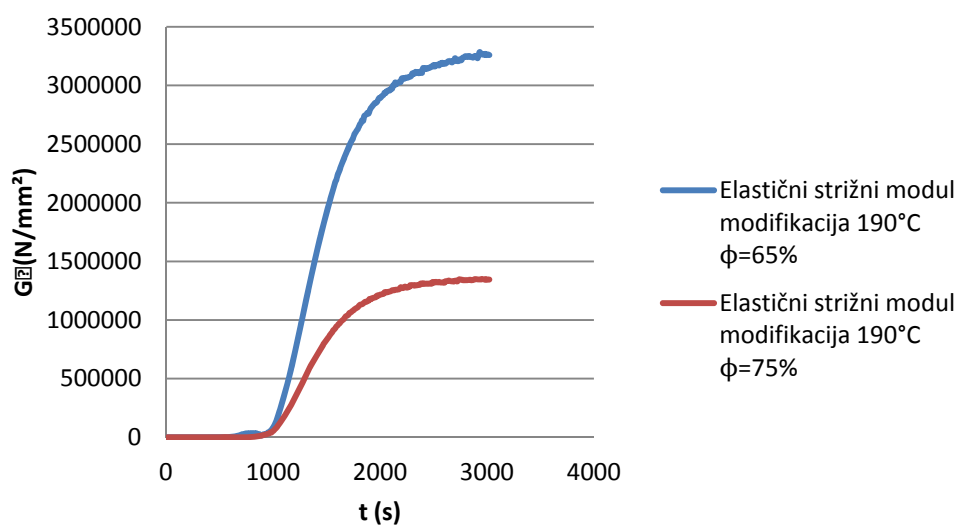
Slika 19: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 150 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 75 % RZV.

Primerjava elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri enaki stopnji termične modifikacije 170 °C in pri različnih vlažnostih. Opazimo, da vzorci, ki so bili klimatizirani v 65 % relativni zračni vlažnosti, dosežejo za 400000 N/mm² večji elastičen strižni modul kot tisti, ki so bili postavljeni v 75 % relativno zračno vlažnost (slika 20).



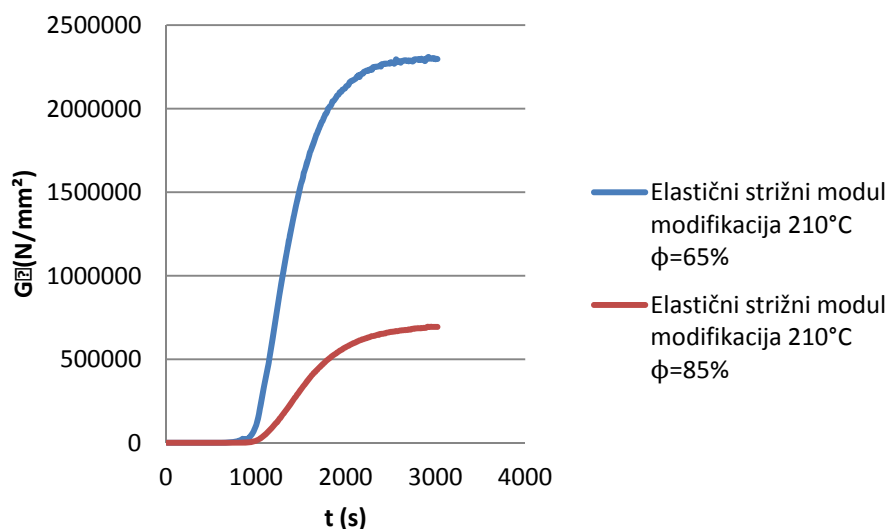
Slika 20: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 170 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 75 % RZV.

Primerjava elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri enaki stopnji termične modifikacije 190 °C in pri različnih vlažnostih. Opazimo, da vzorci, ki so bili klimatizirani v 65 % relativni zračni vlažnosti, dosežejo skoraj enkrat večji elastičen strižni modul kot tisti, ki so bili postavljeni v 75 % relativno zračno vlažnost (slika 21).



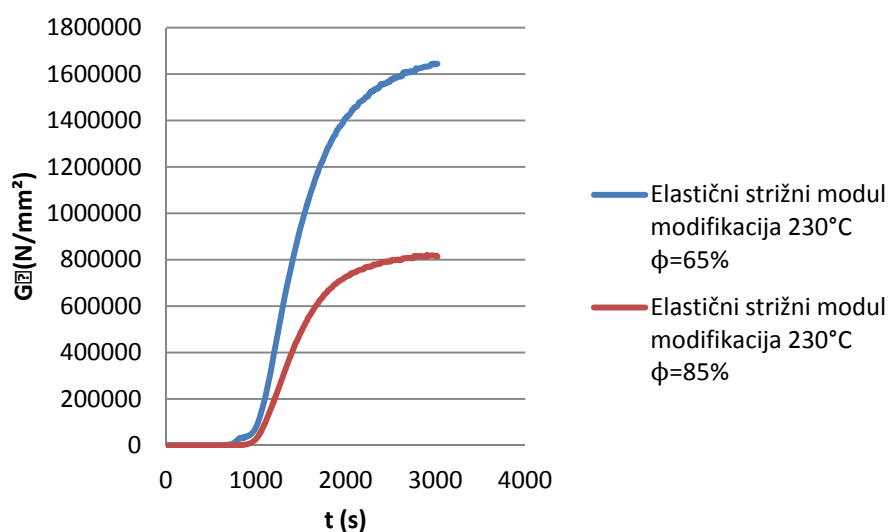
Slika 21: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 190 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 75 % RZV.

Primerjava elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri enaki stopnji termične modifikacije 210 °C in pri različnih vlažnostih. Opazimo, da vzorci, ki so bili klimatizirani v 65 % relativni zračni vlažnosti, dosežejo skoraj petkrat večji elastičen strižni modul kot tisti, ki so bili postavljeni v 85 % relativno zračno vlažnost (slika 22).



Slika 22: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 210 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 85 % RZV.

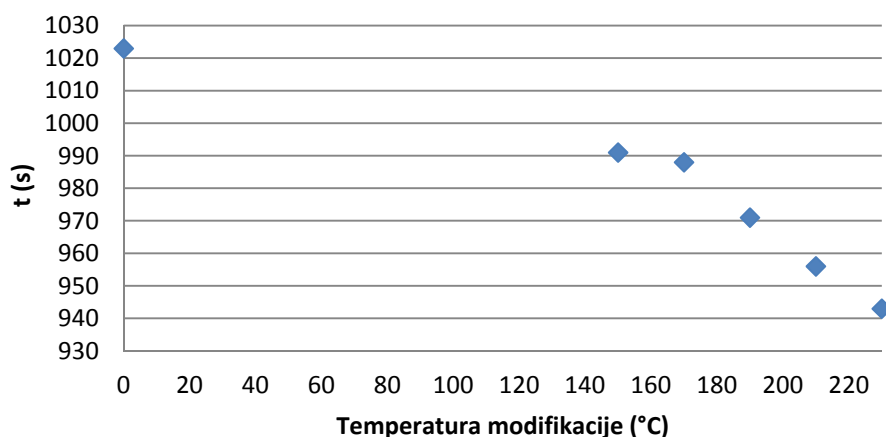
Primerjava elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri enaki stopnji termične modifikacije 230 °C in pri različnih vlažnostih. Opazimo, da vzorci, ki so bili klimatizirani v 65 % relativni zračni vlažnosti, dosežejo skoraj dvakrat večji elastičen strižni modul kot tisti, ki so bili postavljeni v 85 % relativno zračno vlažnost (slika 23).



Slika 23: Spremembi elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju smrekovine, termično modificirane pri 230 °C in klimatizirane pri 20 °C ter 65 % in 85 % RZV.

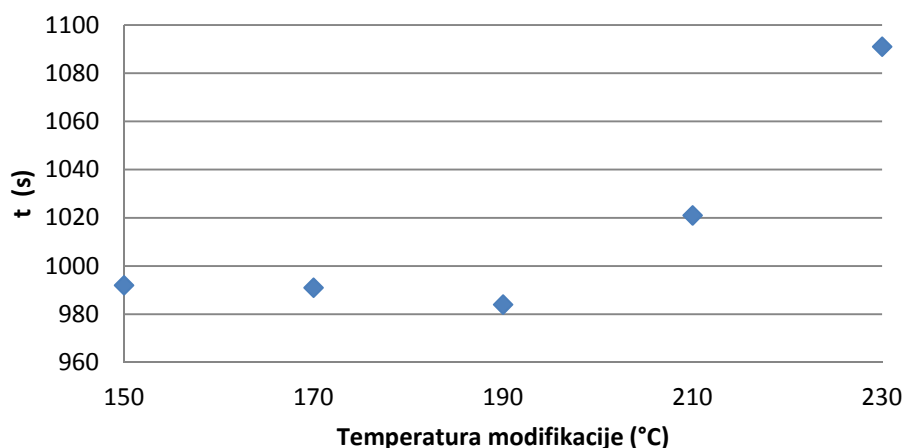
4.2.2 Čas želiranja utekočinjenega lesa

Točke želiranja smo določili na podlagi presečišča krivulj $\tan \delta$ pri različnih amplitudah. Čas želiranja utekočinjenega lesa se je skrajševal glede na naraščajočo stopnjo termične modifikacije. Kot vidimo na sliki 24, je do točke želiranja najhitreje prišlo pri termično modificiranem lesu s stopnjo 230 °C, najpočasneje pa pri nemodificiranem lesu.



Slika 24: Časi želiranja med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane in termično modificirane smrekovine. Vzorci nemodificirane in termično modificirane smrekovine pri 150, 170, 190, 210 in 230 °C so bili klimatizirani pri 20 °C in 65 % RZV.

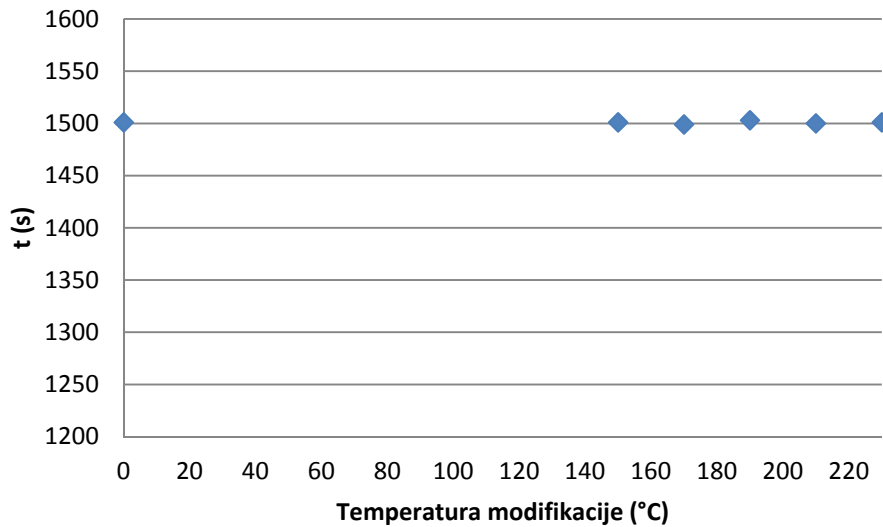
Tudi vlažnost lesa je vplivala na čas želiranja, in sicer je utekočinjen les pri višji vlažnosti počasneje želiral kljub večji stopnji termične modifikacije (slika 25).



Slika 25: Časi želiranja med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju termično modificirane smrekovine. Vzorci s stopnjo termične modifikacije pri 150, 170, 190 °C so bili klimatizirani v 75 % RZV, vzorci s stopnjo termične modifikacije 210 in 230 °C pa v 85 % RZV.

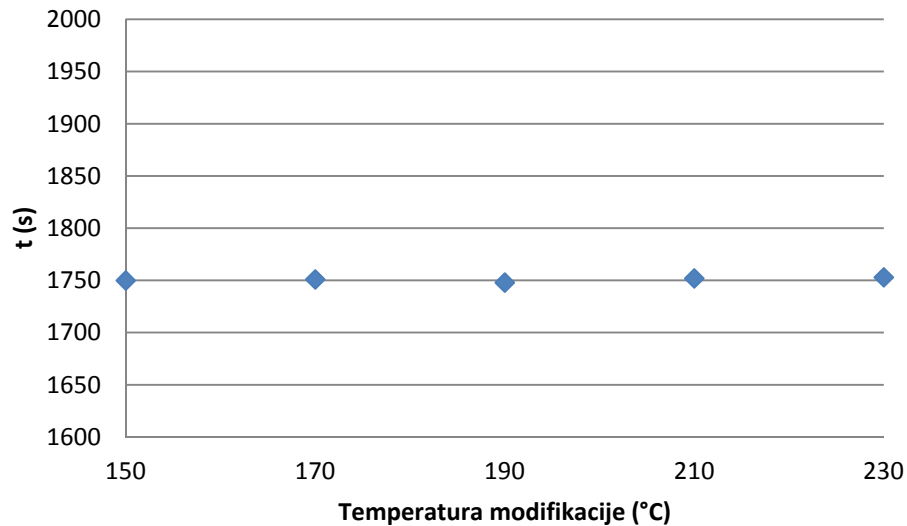
4.2.3 Čas zamreženja utekočinjenega lesa

Točke zamreženja smo določili kot vrh v krivulji viskoznega strižnega modula pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz. Ugotovili smo, da stopnja termične modifikacije ni bistveno vplivala na čas zamreženja utekočinjenega lesa (slika 26).



Slika 26. Časi zamreženja med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane in termično modificirane smrekovine. Vzorci nemodificirane in termično modificirane smrekovine pri 150, 170, 190, 210 in 230 °C so bili klimatizirani pri 20 °C in 65 % RZV.

Ugotovili smo, da je vlažnost lesnih diskov vplivala na čase zamreženja. Pri višji vlažnosti je lepilo iz utekočinjenega lesa potrebovalo 250 sekund več časa, kot pri nižji vlažnosti. Stopnja termične modifikacije pa pri tem ni imela bistvenega vpliva (slika 27).

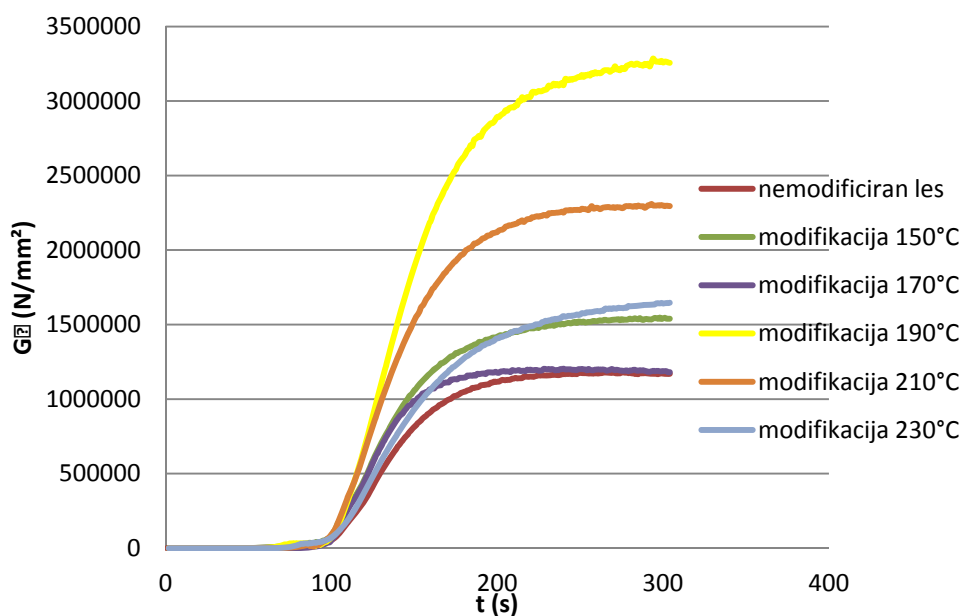


Slika 27: Časi zamreženja med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju termično modificirane smrekovine. Vzorci s stopnjo termične modifikacije pri 150, 170, 190 °C so bili klimatizirani v 75 % RZV, vzorci s stopnjo termične modifikacije 210 in 230 °C pa v 85 % RZV.

5 RAZPRAVA IN SKLEP

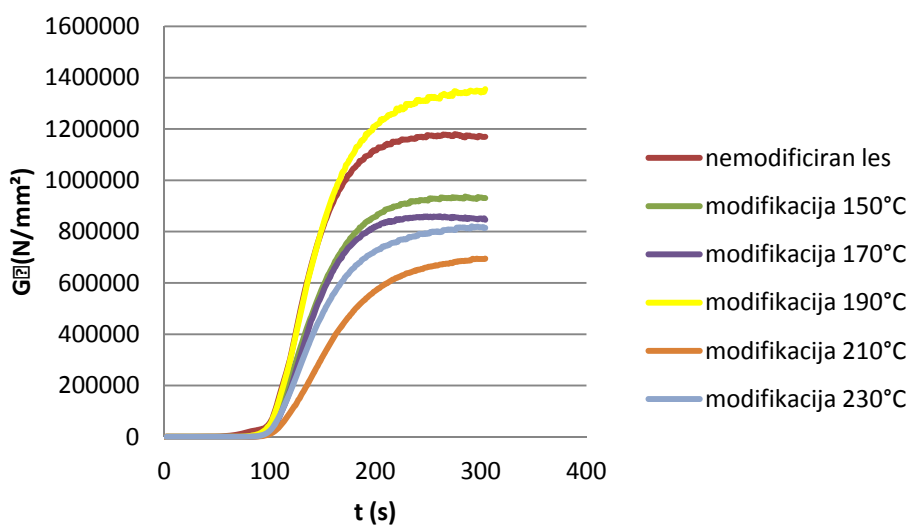
5.1 VPLIV TERMIČNE MODIFIKACIJE SMREKOVINE NA UTRJEVANJE UTEKOČINJENEGA LESA

Primerjava elastičnih strižnih modulov med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri nemodificirani in termično modificirani smrekovini pri 150, 170, 190, 210 in 230 °C. Vsi diski so bili klimatizirani pri 65 % relativni zračni vlažnosti. Na sliki 28 je razvidno, da je najmanjše vrednosti dosegel nemodificiran les. Med različnimi stopnjami termične modifikacije in elastičnem strižnem modulu pa ni korelacij.



Slika 28: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane in termično modificirane smrekovine pri 150, 170, 190, 210 in 230 °C, ki je bila klimatizirana pri 20 °C in 65 % RZV.

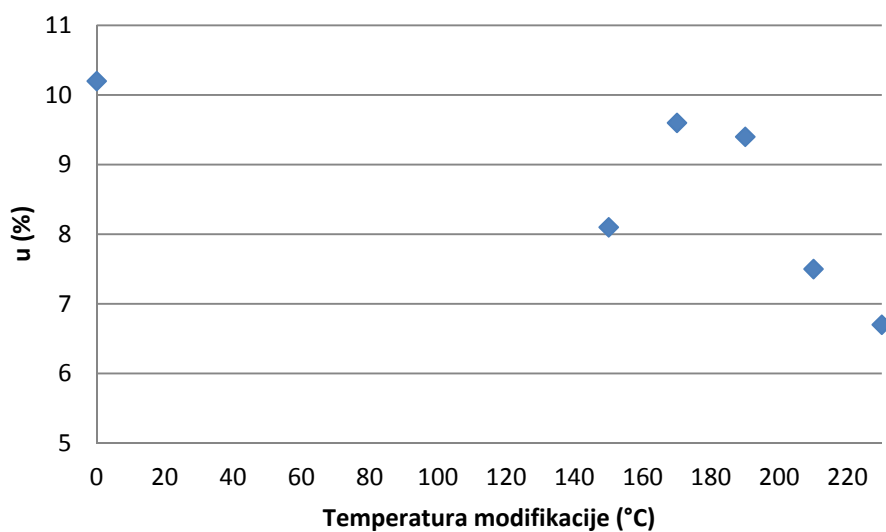
Primerjava elastičnih strižnih modulov med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri termično modificirani smrekovini je prikazana na sliki 29. Diski s stopnjo modifikacije pri 150, 170, 190 °C so bili klimatizirani pri 75 % relativni zračni vlažnosti, diski s stopnjo termične modifikacije pri 210 in 230 °C pa v 85 % relativni zračni vlažnosti. Opazimo, da tudi pri višjih vlažnostih ne obstaja korelacija med stopnjo termično modificirane smrekovine in elastičnim strižnim modulu.



Slika 29: Spremembe elastičnega strižnega modula med utrjevanjem utekočinjenega lesa pri lepljenju nemodificirane in termično modificirane smrekovine, ki je bila klimatizirana pri 20 °C, pri čemer so bili vzorci s stopnjo modifikacije pri 150, 170, 190 °C, v 75 % RZV, vzorci s stopnje modifikacije pri 210 in 230 °C, pa v 85 % RZV.

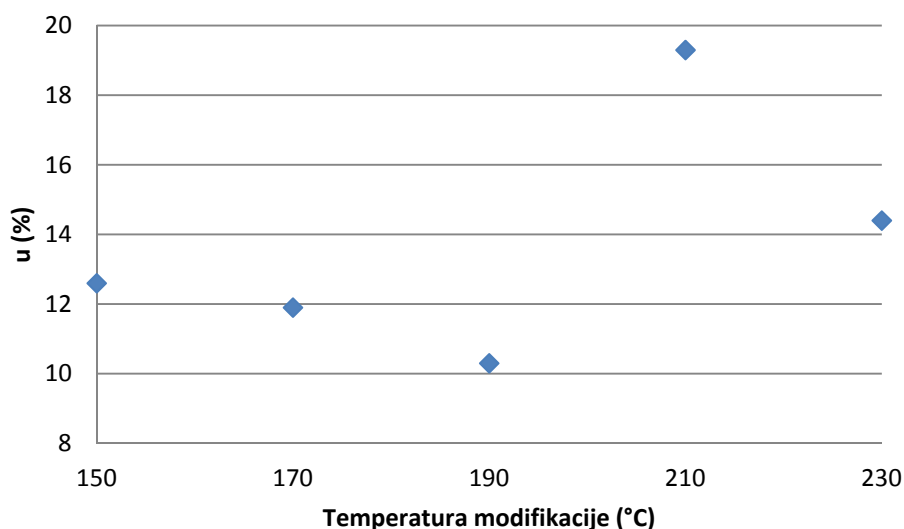
5.2 VLAŽNOSTI TERMIČNO MODIFICIRANE SMREKOVINE

Smrekovi diski so bili sedem dni klimatizirani v 65 % relativni zračni vlažnosti pri 20 °C. Vzorci so imeli različne stopnje termične modifikacije. Iz grafa (slika 30) je razvidno, da višja kot je stopnja termične modifikacije, manj je les higroskopen, zato je tudi vlažnost vzorcev različna. Želi bi, da imajo vzorci enako vlažnost, kar bi bilo moč doseči z daljšo izpostavljenostjo v klimatizirani komori in prilagojenimi parametri (T ali RZV).



Slika 30: Vlažnost vzorcev nemodificirane in termično modificirane smrekovine s stopnjo 150, 170, 190, 210 in 230 °C, ki so bili klimatizirani v 65 % RZV pri 20 °C.

Diske s stopnjo termične modifikacije 150, 170 in 190 °C smo klimatizirali pri 75 % relativni zračni vlažnosti, vzorce s termično modifikacijo pri 210 in 230 °C pa v 85 % relativni zračni vlažnosti. Izpostavili smo jih v dve različni klimi, da bi vsebovali približno enako vlažnost po sedmih dneh klimatiziranja. Iz slike 31 je razvidno, da se vlažnosti med različnimi stopnjami termične modifikacije razlikujejo. Za enotnejše rezultate bi potrebovali več časa ali drugačne parametre (T ali RZV).



Slika 31: Vlažnost vzorcev s stopnjo termične modifikacije 150, 170, 190 °C, ki so bili klimatizirani pri 20 °C in 75 % RZV, vzorci s stopnjo modifikacije 210 in 230 °C pa so bili klimatizirani pri 20 °C in 85 % RZV.

5.3 ŽELIRANJE UTEKOČINJENEGA LESA

Na sliki 24 je razvidno želiranje lepila iz utekočinjenega lesa pri diskah, ki so bili klimatizirani v 65 % relativni zračni vlažnosti. Pri nemodificiranem lesu točka želiranja nastopi najkasneje, z vsako naslednjo stopnjo modifikacije pa se časi krajšajo. Kot vidimo, je največja razlika med časom želiranja pri nemodificiranem lesu in pri prvi stopnji modifikacije (150 °C). Med naslednjimi stopnjami modifikacije pa razlika ni več tako velika.

Pri diskah, ki so bili klimatizirani pri 75 % relativni zračni vlažnosti (stopnja modifikacije 150, 170 in 190 °C), je točka želiranja nastopila prej kot pri diskah, ki so bili klimatizirani v 65 % relativni zračni vlažnosti. Pri diskah, ki so bili klimatizirani v 85 % relativni zračni vlažnosti (stopnja modifikacije 210 in 230 °C), pa je točka želiranja nastopila najkasneje. Razlog kasnejšega želiranja je v višji vlažnosti vzorcev (slika 25).

5.4 ZAMREŽENJE UTEKOČINJENEGA LESA

Pri diskih, ki so bili klimatizirani v klimi s 65 % relativno zračno vlažnostjo, je točka zamreženja nastopila pri nemedificirani in modificirani smrekovini pri enakih časih, kar pomeni, da stopnja modifikacije ni bistveno vplivala na čase zamreženja (slika 26). Prav tako je bilo pri diskih, ki so bili klimatizirani v 75 in 85 % relativni zračni vlažnosti (slika 27).

Do razlik je prišlo v časih zamreženja pri vzorcih, ki so bili klimatizirani v različnih klimah. Daljši časi so bili potrebni pri vzorcih, ki so bili v klimi z višjo vlažnostjo. Razlog daljšega časa pa je v višji vlagi vzorcev lesa, saj je morala najprej izhlapeti odvečna vlaga v lesu, nato pa še hlapne komponente lepila iz utekočinjenega lesa.

5.5 SKLEPI

V diplomskem projektu smo merili reološke lastnosti lepila iz utekočinjenega lesa in ugotavljali vpliv termične modifikacije smrekovine pri 150, 170, 190, 210 in 230 °C na njegovo utrjevanje.

Ugotovili smo, da:

- je pri nemedificiranemu lesu lepilo iz utekočinjenega lesa potrebovalo daljši čas za želiranje,
- lepilo iz utekočinjenega lesa hitreje želira pri višji stopnji termične modifikacije lesa,
- stopnja termične modifikacije lesa ni bistveno vplivala na čas zamreženja lepila iz utekočinjenega lesa,
- pri višji vlažnosti lesa potrebuje lepilo iz utekočinjenega lesa dlje časa da zamreži,
- večja kot je vlažnost, manjše vrednosti doseže elastični strižni modul pri enaki termični modifikaciji lesa in obratno.

6 VIRI

- Baiardo M. 2008. Ta Instruments-ARES-G2. TA Instruments: 23 str.
- Christjanson P., Suurpere A., Siimer K. 2004. Rheological behaviour of urea-formaldehyde adhesive resins. *Polymers*, 37: 1–10 str.
- Das S. 2005. Wood/polymeric isocyanate resin interactions: species dependence. PhD, Blacksburg, Virginia: 278 str.
- Franck A. J. 2004. Understanding rheology of thermosets. TA Instruments. 14
http://www.tainstruments.com/library_download.aspx?file=AAN015_V1c_U_Thermoset.pdf (1. 10. 2008).
- Garnier S., Pizzi A., Vorster O. C., Halasz L. 2002 Rheology of polyflavonoid tannin-formaldehyde reactions before and after gelling. *Journal of applied polymer science*, 86:852-863.
- Kariž M., Šernek, M. 2012. Spremljanje reoloških lastnosti lepil med utrjevanjem. *Les*, 61: 5.
- Kobayashi M., Hatano Y., Tomita B. 2001 Viscoelastic Properties of Liquefied Wood/Epoxy Resin and its Bond Strength. *Holzfor-schung*, 55: 667–671.
- Kunaver M., Medved S., Čuk N., Jasiukaityte E., Poljanšek I., Strnad T. 2010. Application of liquefied wood as a new particle board adhesive system. *Bioresurce Technology*, 101: 1361–1368.
- Laborie M. P. G. 2002. Investigation of the wood/phenolformaldehyde adhesive. PhD, Blacksburg, Virginia: 232 str.
- Lange J., Altmann N., Kelly C. T., Halley P. J. 2000 Understanding vitrification during cure of epoxy resins using dynamic scanning calorimetry and rheological techniques. *Polymer*, 41: 5949–5955.
- Mezger T. G. 2006 *The reology handbook*. Vincentt, Hannover: 299 str.
- Rep G. 2008 Modificiran les. *Lesarski utrip*, 14, 2: 22–23.
- Schoff C. K., Kamarchik P.Jr. 2004 Rheological measurements.V: *Encyclopedia of polymer science and technology*. Herman M. F., Yohn Wiley & Sons Inc. New York: 473–547.
- Scott B. C. 2005 Evaluation of phenol formaldehyde resin cure rate. MSc, Blacksburg, Virginia: 81 str.

Šernek M., Kariž M., Budija F., Petrič M., Ugovšek A. 2010 The strength and durability of novel adhesives using liquefied wood. V: *Ecwood: abstracts book*. Porto: Universidale Fernando Pessoa, 2010: 25 str.

Ta Instruments-rheometers. 2006 TA Instruments: 54 str.

Thermal solutions, determination of the linear viscoelastic region of a polymer using a strain sweep on the DMA 2980. 1999 TA Instruments.
http://www.tainstruments.com/library_download.aspx?file=TS61.pdf (29. 10. 2008).

Ugovšek A., Kariž M., Šernek M. 2010 Bonding of beech wood with an adhesive mixture made of liquefied wood and phenolic resin, V: Németh R. and Teischinger A. (ur), *Proceedings of the □ Hardwood Science and Technology□ - The 4th conference on hardwood research and utilisation in Europe*. Sopron, Hungary, 17-18 May 2010: 64–68.

Ugovšek A., Kariž M., Šernek M. 2010 Bonding of wood with adhesive mixtures made of liquefied wood combined with tannin or phenolic resin. V: Ristić R, Madarević M, Popović Z (ur.), *Congress Abstracts of the □Future with forst□ - First Serbian forestry congress*. Beograd, Serbia, 11–13 November 2010: 263–264.

Whittingstall P. 1997 Monitoring the cure of adhesives. TA instruments.
Http://www.tainstruments.com/library_download.aspx?file=RS12.PDF. (15. 10. 2008).

Witt M. 2004 Novel plate rheometer configuration allows monitoring real-time wood adhesive curing behavior. *J. Adhesion Sci. Technol*, 18, 8:893–904.

Zheng J. 2002 Studies of PF resole/isocyanate hybrid adhesives. PhD, Blacksburg, Virginia: 213 str.

Zupančič Valant A. 2007 Uvod v reologijo. Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo, Ljubljana: 97 str.

ZAHVALA

Zahvaljujem se izr. prof. dr. Milanu Šerneku za vso strokovno pomoč ter nasvete pri pisanju diplomskega projekta. Zahvale gredo tudi prof. dr. Francu Pohlevnu za strokovno recenzijo diplomskega projekta.

Posebna zahvala velja mojim staršem za vso moralno in finančno podporo tekom študija.

Hvala prof. Meliti Kompolšek in asist. Samu Simončiču za tehnično pomoč in spodbudne besede.