

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA

Maksimiljan MRAVLJAK

**VPLIV VLAŽNOSTI LESA IN DEBELINE LEPILNEGA SPOJA NA ADHEZIJO
MED LESOM IN JEKLOM**

DOKTORSKA DISERTACIJA

**INFLUENCE OF WOOD MOISTURE CONTENT AND THICKNESS OF ADHESIVE
BOND ON ADHESION BETWEEN WOOD AND STEEL**

DOCTORAL DISSERTATION

Ljubljana, 2014

Doktorska disertacija je zaključek doktorskega podiplomskega študija bioloških in biotehniških znanosti na znanstvenem področju lesarstva na Biotehniški fakulteti Univerze v Ljubljani.

Eksperimentalno delo je bilo opravljeno v laboratorijih Katedre za lepljenje, lesne kompozite in obdelavo površin na Oddelku za lesarstvo Biotehniške fakultete Univerze v Ljubljani.

Na podlagi Statuta Univerze v Ljubljani ter po sklepu Senata Biotehniške fakultete in sklepa Senata Univerze z dne 11.9.2008 je bilo potrjeno, da kandidat izpolnjuje pogoje za neposreden prehod na doktorski Podiplomski študij lesarstva ter opravljanje doktorata znanosti. Za mentorja je bil imenovan prof. dr. Milan Šernek.

Komisija za oceno in zagovor:

- Predsednik: Prof. dr. Željko Gorišek; Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo
- Član: Prof. dr. Milan Šernek, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo
- Član: Doc. dr. Andreja Kutnar, Univerza na Primorskem, Fakulteta za matematiko, naravoslovje in informacijske tehnologije, Oddelek za aplikativno naravoslovje

Datum zagovora: 16.4.2014

Naloga je rezultat lastnega raziskovalnega dela.

Maksimiljan Mravljak

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

ŠD Dd
DK UDK 674.028.9(043.3)
KG adhezija/jeklo/les/lepilo/lepilni spoj/vlažnost lesa
AV MRAVLJAK, Maksimiljan, univ. dipl. inž. lesarstva
SA ŠERNEK, Milan (mentor)
KZ SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VIII/34
ZA Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Podiplomski študij bioloških in biotehniških znanosti, področje lesarstvo
LI 2014
IN VPLIV VLAŽNOSTI LESA IN DEBELINE LEPILNEGA SPOJA NA ADHEZIJO MED LESOM IN JEKLOM
TD Doktorska disertacija
OP XVII, 139 str., 11 pregl., 96 sl., 83 vir.
IJ sl
JI sl/en
AI Izvedena je bila raziskava vpliva vlažnosti lesa in debeline lepilnega spoja na adhezijo med lesom in jeklom. Z oscilatornim testom smo raziskali reološke lastnosti treh epoksidnih lepil pri konstantni frekvenci obremenjevanja in kot najustreznejše za nadaljnje raziskave izbrali epoksidno lepilo ERGO 7211. S tehniko »multiwave oscillation« smo proučili vpliv temperature (30 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C in 80 °C) in materiala (les/jeklo) na proces utrjevanja lepila. Raziskali smo tudi vpliv vlažnosti in orientacije lesnih vlaken na adhezijo med lesom in jeklom. Izdelali smo preizkušance s preklpom iz lesa in jekla ter jih izpostavili različnim klimatskim pogojem s pričakovanimi ravnovesnimi vlažnostmi lesa 8 %, 12 % in 20 % ter nato proučili strižno trdnost vezi. Prav tako smo izdelali tudi vezi iz vlepljenih jeklenih palic (VIVJP) ter proučili vpliv debeline lepilnega sloja, sidriščne dolžine in premera jeklene palice na maksimalno obremenitev. Ugotovili smo, da se je z naraščanjem temperature povečala hitrost utrjevanja epoksidnega lepila, medtem ko so bile mehanske lastnosti lepila pri višjih temperaturah bistveno manjše. Z naraščanjem ravnovesne vlažnosti lesa se je zelo zmanjšala strižna trdnost vezi s preklpom. Mesto porušitve se je iz kohezivne porušitve lesa oz. adhezivne porušitve med lesom in lepilom prestavilo na mesto kohezivne porušitve v lepilu oz. adhezivne porušitve med lepilom in jeklom. Orientacija lesnih vlaken je imela pomemben vpliv na strižno trdnost. Radialni preizkušanci s pričakovano 8 % ravnovesno vlažnostjo so imeli največjo strižno trdnost, sledili so tangencialni preizkušanci z 12 % vlažnostjo in radialni preizkušanci z 12 % vlažnostjo. Radialno-tangencialni preizkušanci s pričakovano 8 % vlažnostjo in vsi ostali preizkušanci z 20 % vlažnostjo so imeli bistveno nižjo strižno trdnost. Povprečna maksimalna obremenitev VIVJP je bila največja pri 0,5 mm debelem lepilnem sloju. S povečevanjem premera jeklene palice je naraščala povprečna maksimalna obremenitev vezi.

KEY WORDS DOCUMENTATION

DN Dd
DC UDC 674.028.9(043.3)
CX Adhesion/steel/wood/adhesive/adhesive bond/wood moisture
AU MRAVLJAK, Maksimiljan
AA ŠERNEK, Milan (supervisor)
PP SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VIII/34
PB University of Ljubljana, Biotechnical Faculty, Postgraduate Study of Biological and Biotechnical Sciences, Field: Wood Science and Technology
PY 2014
TI INFLUENCE OF WOOD MOISTURE CONTENT AND THICKNESS OF ADHESIVE BOND ON ADHESION BETWEEN WOOD AND STEEL
DT Doctoral Dissertation
NO XVII, 139 p., 11 tab., 96 fig., 83 ref.
LA sl
AL sl/en
AB Research was performed into the effect of wood moisture content and the thickness of the adhesive bond on adhesion between wood and steel. By means of oscillatory tests, the rheological properties of three epoxy adhesives were studied at a constant loading frequency, and the epoxy adhesive ERGO 7211 was selected as the most suitable adhesive for further studies. Using "multiwave oscillation" technology, the influence of temperature (30, 40, 50, 60 and 80 °C) and material (wood/steel) on the curing process of the adhesive was investigated. The effects of moisture content and of the orientation of wood fibres on the adhesion between the wood and steel were studied. Single lap joint specimens, prepared from wood and steel, were exposed to different climatic conditions in order to achieve expected equilibrium wood moisture contents of 8 %, 12 % and 20 %, and then examined for the shear strength of the bond. Joints including glued-in steel rods were also prepared, and the impact of the thickness of the adhesive layer, the anchorage length, and the diameter of the steel rods on the maximum achieved load was examined. It was found that increasing the temperature increased the cure rate of the epoxy adhesive, whereas the mechanical properties of the adhesive deteriorated importantly at higher temperatures. It was also found that the shear strength of the joints decreased greatly in the case of higher equilibrium wood moisture contents. The failure location shifted from either cohesive failure in the wood, or adhesive failure between the wood and the adhesive, to either cohesive failure in the adhesive, or adhesive failure between the adhesive and the steel. The orientation of the wood fibres had a significant impact on the measured shear strength. The radial specimens with expected 8 % moisture content had the greatest shear strength, followed by the tangential specimens with 12 % moisture content, and the radial specimens with 12 % moisture content. The radial-tangential specimens with expected 8 % moisture content, and all the specimens with 20 % moisture content, had significantly lower shear strengths. The greatest average maximum load which could be borne by the glued-in rods was achieved in the case of a 0,5 mm thick adhesive joint, with greater achieved maximum loads in the case of steel rods with larger diameters.

KAZALO VSEBINE

	str.
Ključna dokumentacijska informacija	III
Key words documentation	IV
Kazalo vsebine	V
Kazalo preglednic	VII
Kazalo slik	IX
1 UVOD	1
1.1 OPREDELITEV RAZISKOVALNEGA PROBLEMA	1
1.2 RAZISKOVALNE HIPOTEZE	1
1.3 CILJI RAZISKAVE	2
2 PREGLED OBJAV	3
2.1 VEZI IZ VLEPLJENIH JEKLENIH PALIC (VIVJP)	3
2.2 MEHANSKI DEJAVNIKI	4
2.2.1 Vpliv gostote lesa	4
2.2.2 Vpliv vlažnosti lesa	5
2.2.3 Vrsta in reološke lastnosti lepila	8
2.2.4 Mehanske lastnosti lepila	9
2.2.5 Tip in vrsta palic	10
2.3 GEOMETRIJSKI DEJAVNIKI	11
2.3.1 Debelina lepilnega sloja	11
2.3.2 Sidriščna dolžina	13
2.3.3 Prerez preizkušanca	15
2.3.4 Premier palice	17
2.3.5 Smer lesnih vlaken	18
2.4 REOLOŠKE LASTNOSTI LEPIL	19
2.4.1 Osnovni pojmi	20
2.4.2 Reometer	24
2.4.2.1 Geometrije merilnih orodij	26

2.4.2.2	Različne izvedbe meritev	27
2.4.3	Merjeni parametri	27
2.4.4	Spremljanje procesa utrjevanja lepil	30
3	MATERIAL IN METODE	38
3.1	PRIPRAVA MATERIALA IN PREIZKUŠANCEV ZA MERJENJE REOLOŠKIH LASTNOSTI LEPIL	38
3.1.1	Izbor in priprava lepila	38
3.1.2	Izdelava jeklenih diskov za proučevanje reoloških lastnosti lepil	39
3.1.3	Izdelava lesenih diskov za proučevanje reoloških lastnosti lepil	40
3.2	PRIPRAVA MATERIALA IN PREIZKUŠANCEV ZA PROUČEVANJE VPLIVA VLAŽNOSTI NA TRDNOST LEPILNEGA SPOJA MED LESOM IN JEKLKOM	40
3.2.1	Izdelava kovinskega dela preizkušancev s preklopom	40
3.2.2	Izdelava lesenega dela preizkušancev s preklopom	42
3.2.3	Sestava preizkušancev s preklopom	42
3.2.4	Izdelava čeljusti za trgalni stroj	44
3.2.5	Priprava lepila	46
3.3	PRIPRAVA MATERIALA IN PREIZKUŠANCEV ZA IZDELAVO VIVJP	46
3.3.1	Izdelava VIVJP	46
3.3.1.1	Izdelava lesenega dela VIVJP	46
3.3.1.2	Izdelava jeklenih palic za VIVJP	47
3.3.1.3	Sestava VIVJP	48
3.4	MERITVE REOLOŠKIH LASTNOSTI MED UTRJEVANJEM LEPIL	51
3.4.1	Tehnike merjenja z reometrom	53
3.4.1.1	Merjenje pri konstantni frekvenci obremenjevanja	53
3.4.1.2	Merjenje z več frekvencami obremenjevanja hkrati	54
3.5	DOLOČANJE VPLIVA VLAŽNOSTI LESA NA MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SPOJEV	56
3.6	MEHANSKE LASTNOSTI VIVJP	57
4	REZULTATI	60

4.1	REOLOŠKE LASTNOSTI LEPIL MED UTRJEVANJEM	60
4.1.1	Reološke lastnosti lepil pri konstantni frekvenci obremenjevanja	60
4.1.1.1	Reološka analiza	60
4.1.1.2	Vpliv temperature na proces utrjevanja lepil	61
4.1.1.3	Vpliv temperature na elastični strižni modul in viskozni strižni modul predhodno utrjenega lepila	65
4.1.2	Reološke lastnosti lepil pri obremenjevanju z več frekvencami hkrati	66
4.1.2.1	Reološka analiza sistema les-lepilo-jeklo	66
4.1.2.2	Vpliv temperature na proces utrjevanja lepila v sistemu les-lepilo-jeklo	67
4.1.2.3	Reološka analiza sistema les-lepilo-les	71
4.1.2.4	Vpliv temperature na proces utrjevanja lepila v sistemu les-lepilo-les	72
4.2	VPLIV VLAŽNOSTI LESA NA MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SLOJEV	78
4.2.1	Vpliv vlažnosti lesa na mehansko trdost preizkušancev s preklopom	78
4.2.1.1	Vpliv vlažnosti lesa na strižno trdnost preizkušancev s preklopom	78
4.2.1.2	Vpliv orientacije lesnih vlaken na strižno trdnost preizkušancev s preklopom	79
4.3	MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SPOJEV VIVJP	83
4.3.1	Tipi porušitev VIVJP	84
4.3.2	Obremenitveno- deformacijska krivulja VIVJP	88
4.3.3	Vpliv debeline lepilnega sloja na maksimalno obremenitev VIVJP	89
4.3.4	Vpliv premera jeklene palice na maksimalno obremenitev VIVJP	92
4.3.5	Vpliv sidriščne dolžine na maksimalno obremenitev VIVJP	96
5	RAZPRAVA IN SKLEPI	101
5.1	REOLOŠKE LASTNOSTI LEPIL MED UTRJEVANJEM	101
5.1.1	Reološke lastnosti epoksidnih lepil pri konstantni frekvenci obremenjevanja	101
5.1.1.1	Reološka analiza – splošni del	101
5.1.1.2	Vpliv temperature na proces utrjevanja lepil	102
5.1.1.3	Vpliv temperature na elastični strižni modul in viskozni strižni modul predhodno utrjenega lepila	106

5.1.2	Reološke lastnosti epoksidnih lepil pri obremenjevanju z več frekvencami hkrati	107
5.1.2.1	Reološka analiza sistema les-lepilo-jeklo	107
5.1.2.2	Vpliv temperature na proces utrjevanja lepila v sistemu les-lepilo-jeklo	108
5.1.2.3	Reološka analiza sistema les-lepilo-les	110
5.1.2.4	Vpliv temperature na proces utrjevanja lepila v sistemu les-lepilo-les	110
5.2	VPLIV VLAŽNOSTI LESA NA MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SPOJEV	113
5.2.1	Vpliv vlažnosti lesa na mehansko trdnost preizkušancev s preklopom	113
5.2.1.1	Vpliv vlažnosti lesa na strižno trdnost preizkušancev s preklopom	113
5.2.1.2	Vpliv orientacije lesnih vlaken na strižno trdnost preizkušancev s preklopom	115
5.3	MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SPOJEV VIVJP	117
5.3.1	Vpliv debeline lepilnega sloja na maksimalno obremenitev VIVJP	117
5.3.2	Vpliv premera jeklene palice na maksimalno obremenitev VIVJP	120
5.3.3	Vpliv sidriščne dolžine na maksimalno obremenitev VIVJP	121
5.4	SKLEPI	123
6	POVZETEK	126
7	SUMMARY	129
8	VIRI	133

KAZALO PREGLEDNIC

Preglednica 1: Značilne kratkoročne lastnosti epoksidnega lepila (Broughton in Hutchinson, 2001 a)	10
Preglednica 2: Parametri pri spremljanju reoloških lastnosti lepila ERGO 7211	55
Preglednica 3: Parametri pri proučevanju mehanskih lastnosti s standardom BS EN 26981:2001	58
Preglednica 4: Časi želiranja (t_{zel}) in zamreženja (t_{zam}) za proučevana lepila pri različnih temperaturah utrjevanja (T)	64
Preglednica 5: Vpliv temperature utrjevanja na elastični strižni (G') modul in viskozni strižni modul (G'')	66
Preglednica 6: Časi želiranja (t_{zel}) in zamreženja (t_{zam}) za proučevana lepila pri različnih temperaturah utrjevanja (T) v sistemu les-lepilo-jeklo	71
Preglednica 7: Časi želiranja (t_{zel}) in zamreženja (t_{zam}) za proučevana lepila pri različnih temperaturah utrjevanja (T) v sistemu les-lepilo-les	78
Preglednica 8: Vpliv vlažnosti na mehanske lastnosti lepilnih slojev preizkušancev s preklopom	80
Preglednica 9: Maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja za premer palice Ø 10 in Ø 12; sidriščna dolžina je bila 100 mm. $\bar{x}$ predstavlja povprečno vrednost; σ predstavlja standardni odklon	91
Preglednica 10: Maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja za premer palice Ø 10 in Ø 12; sidriščna dolžina je bila 150 mm. $\bar{x}$ predstavlja povprečno vrednost; σ predstavlja standardni odklon	92
Preglednica 11: Vitkost (I_s) pri različnih kombinacijah premera izvrtine ($\emptyset_i$) in sidriščne dolžine (l_s)	121

KAZALO SLIK

Slika 1 : Značilna začetna desorpcijska, adsorpcijska in sekundarna desorpcijska vlažnostna izoterma za les pri 25 °C (prirejeno po Simpson, 2008).....	5
Slika 2: Sprememba dimenzij lesa zaradi radialnega in tangencialnega krčenja (Simpson, 2008).....	6
Slika 3: Vpliv debeline lepilnega sloja na porazdelitev strižne napetosti; maksimalne strižne vrednosti z naraščanjem debeline lepilnega sloja vidno upadajo. Y je koordinata, ki ima prijemališče na koncu palice v lesu, kot prikazuje slika 3, Ø je premer palice (prirejeno po Del Senno in sod., 2004)	12
Slika 4: Vpliv debeline lepilnega sloja na porušitveno obremenitev (prirejeno po Broughton in Hutchinson;.....	13
Slika 5: Skica VIVJP.....	14
Slika 6: Porazdelitev strižne napetosti vzdolž jeklene palice pri VIVJP. α je definirana kot razmerje $(2a - \varnothing_i)/2\varnothing$, kjer je 2a širina preizkušanca, $\varnothing_i$ premer izvrtine in $\varnothing$ premer palice (prirejeno po Del Senno in sod., 2004)	14
Slika 7: Nominalna strižna obremenitev v odvisnosti od sidriščne dolžine. Uporabljeni so bili trije različni premeri palic; M12, M16 in M20 (prirejeno po Steiger in sod., 2006).....	15
Slika 8: Porazdelitev napetosti v lesnem elementu (prirejeno po Gardelle in Morlier, 2007)	16
Slika 9: Vpliv oddaljenosti palice od roba preizkušanca na aksialno obremenitev; l predstavlja sidriščno dolžino (prirejeno po Gardelle in Morlier, 2007)	17
Slika 10: Vpliv različne orientacije lesnih vlaken na obremenitveno - deformacijski odziv (prirejeno po Serrano, 2001).....	19
Slika 11: Linearno podaljšanje pravokotne palice (Steffe, 1996).....	20
Slika 12: Strižna deformacija pravokotne palice (Steffe, 1996)	20
Slika 13: Laminaren tok pri enostavnem strigu (prirejeno po Schoff in Kamarchik, 2004).....	21
Slika 14: Strižna napetost za diferencialno majhen element snovi (TA Instruments, 2008 b).....	22

Slika 15: Odvisnost strižne napetosti od strižne hitrosti za različne reološke tipe tekočin (Zupančič Valant, 2007)	22
Slika 16: Kelvin (Voigt) model (TA Instruments, 2008 b).....	24
Slika 17: Maxwellov model (TA Instruments, 2008 b)	24
Slika 18: Reometer z nastavljivo strižno deformacijo (a) in nastavljivo strižno napetostjo (b) (TA Instruments, 2008 b)	25
Slika 19: Geometrije orodij za reometer (TA Instruments, 2008 b)	26
Slika 20: Shematska ponazoritev zamreženja med utrjevanjem duromerov: 1- nezreagiran monomer, 2 – nastanek kratkih razvejanih molekul, 3 – točka želiranja, nastanek kovalentnih vezi v vzorcu, 4 – utrjen, zamrežen polimer z nekaj nezreagiranimi skupinami (Franck, 2004)	31
Slika 21: Meritve viskoznosti pri utrjevanju epoksidnega lepila (prirejeno po Franck, 2004).....	32
Slika 22: Spremljanje odvisnosti $\log G'$, $\log G''$ in temperature T v odvisnosti od časa pri isotermnih pogojih 80 °C za duromerno lepilo DGEBA (n=0)/m-XDA (prirejeno po Regueira in sod., 2005)	33
Slika 23: Merjenje minimalne viskoznosti in približne gel točke za utrjevanje epoksidne smole (prirejeno po Franck, 2004).	34
Slika 24: Točka želiranja določena v sečišču $\tan \delta$ krivulj pri različnih frekvencah (prirejeno po Franck, 2004)	35
Slika 25: Spremljanje utrjevanja fenol-formaldehidnega lepila za OSB plošče z »multiwave« tehniko (prirejeno po Zheng, 2002)	36
Slika 26: Jekleni diski za proučevanje reoloških lastnosti lepil.....	39
Slika 27: Jeklene plošče za izdelavo preizkušancev s preklopom	41
Slika 28: Jeklene plošče za izdelavo preizkušancev s preklopom po merjenju na trgalnem stroju	41
Slika 29: Šablona za izdelavo preizkušancev s preklopom.....	43
Slika 30: Sestava preizkušancev s preklopom z uporabo šablone	44
Slika 31: Čeljust za vpetje jeklenega dela preizkušanca s preklopom	45
Slika 32: Čeljust za vpetje kovinskega dela VIVJP	48

Slika 33: Čeljust za vpetje kovinskega dela VIVJP, vidna nosilna plošča in pritrditev vijaka z maticami	49
Slika 34: Pripravljena peresa preizkušancev	50
Slika 35: Izvrtine za enakomernejšo porazdelitev sil v območju vpetja preizkušanca	50
Slika 36: Vpetje lesenega dela preizkušanca v spodnjo čeljust trgalnega stroja (levo) in vpetje celotnega	51
Slika 37: Zasnova rotacijskih reometrov, desno ARES G2	52
Slika 38: Prikaz reoloških meritev utrjevanja lepila s programom Trios	53
Slika 39: Preizkušanci s preklopom po poružitvi na trgalnem stroju pripravljeni za vizualno določitev loma po lesu	57
Slika 40: Spremljanje meritev na trgalnem stroju.....	58
Slika 41: Merjenje mehanskih lastnosti VIVJP s trgalnim strojem Zwick Z100 in končna porušitev vezi	59
Slika 42: Profili utrjevanja proučevanih epoksidnih lepil pri 30 °C; G' – elastični strižni modul, G'' – viskozni	61
Slika 43: Elastični strižni modul (G') in viskozni strižni modul (G'') v odvisnosti od časa utrjevanja za lepilo ERGO 7211 pri izotermnem utrjevanju pri različnih temperaturah	62
Slika 44: Elastični strižni modul (G') in viskozni strižni modul (G'') v odvisnosti od časa utrjevanja za lepilo EPOX 201 pri izotermnem utrjevanju pri različnih temperaturah	63
Slika 45: Elastični strižni modul (G') in viskozni strižni modul (G'') v odvisnosti od časa utrjevanja za lepilo EP 101 pri izotermnem utrjevanju pri različnih temperaturah	64
Slika 46: Vpliv segrevanja in takojšnjega ohlajanja na elastični strižni modul in viskozni strižni modul za utrjeno lepilo EPOX 210; G' – elastični strižni modul, G'' – viskozni strižni modul	65
Slika 47: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 40 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo. Meritev je bila izvedena pri osnovni frekvenci 1Hz/ $5,0e^{-3}$ in harmoničnima frekvencama 4Hz/ $3,0e^{-3}$ in	

8Hz/ $1,0e^{-3}$. Amplituda je znašala 0,01 rad. Pozicija 1 – točka želiranja, pozicija 2 – sečišče obeh modulov in pozicija 3 – območje zamreženja.....	67
Slika 48: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 30 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo	68
Slika 49: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 40 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo	68
Slika 50: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 50 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo	69
Slika 51: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 60 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo	69
Slika 52: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 80 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo	70
Slika 53: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 40 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les. Meritev je bila izvedena pri osnovni frekvenci 1Hz/ $5,0e^{-3}$ in harmoničnima frekvencama 4Hz/ $3,0e^{-3}$ in 8Hz/ $1,0e^{-3}$. Amplituda je znašala 0,01 rad. Pozicija 1 – točka želiranja, pozicija 2 – sečišče obeh modulov in pozicija 3 – območje zamreženja.....	72
Slika 54: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 30 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les	73
Slika 55: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 40 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les	74

Slika 56: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 50 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les	75
Slika 57: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 60 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les	76
Slika 58: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 80 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les	77
Slika 59: Strižna trdnost lepilnega spoja preizkušancev z radialno orientacijo lesnih vlaken v odvisnosti od ravnovesne vlažnosti lesa. Vsak posamezen niz vlažnosti zajema 14 ponovitev. RZV – relativna zračna vlažnost.....	79
Slika 60: Preizkušanca s preklpom z radialno orientacijo lesnih vlaken po porušitvi na trgalnem stroju. Dobro je viden visok delež loma po lesu. Preizkušanci so bili klimatizirani pri temperaturi 20 °C in 43 % relativni zračni vlažnosti	81
Slika 61: Preizkušanca s preklpom s tangencialno orientacijo lesnih vlaken po porušitvi na trgalnem stroju. Dobro je viden visok delež loma po lesu. Preizkušanca sta bila klimatizirana pri temperaturi 20 °C in 66 % relativni zračni vlažnosti	82
Slika 62: Preizkušanca s preklpom s tangencialno orientacijo lesnih vlaken po porušitvi na trgalnem stroju. Vidna je adhezivna porušitev med jeklom in lepilom. Preizkušanca sta bila klimatizirana pri temperaturi 20 °C in 87 % relativni zračni vlažnosti.....	83
Slika 63: Standardna sila v odvisnosti od časa pri preizkušanju VIVJP; $\varnothing = 10$ mm, premer izvrtine = 12 mm, sidriščna dolžina = 100 mm. Število ponovitev je 6.....	84
Slika 64: Tipična porušitev VIVJP po lesnih vlaknih.....	85
Slika 65: Standardna sila v odvisnosti od časa pri preizkušanju VIVJP; $\varnothing = 12$ mm, premer izvrtine = 12 mm, sidriščna dolžina = 150 mm.....	86
Slika 66: Standardna sila v odvisnosti od časa pri preizkušanju VIVJP; $\varnothing = 10$ mm , premer izvrtine = 11 mm, sidriščna dolžina = 150 mm.....	87

Slika 67: Porušitev v jekleni palici; $\varnothing = 10$ mm, premer izvrtine = 11 mm, sidriščna dolžina = 150 mm	87
Slika 68: Obremenitveno deformacijska krivulja VIVJP; premer jeklene palice = 10 mm, sidriščna dolžina = 100 mm in debelina lepilnega sloja = 0 mm	88
Slika 69: Maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja za premer palice $\varnothing = 10$ mm; sidriščna dolžina je bila 100 mm. Število ponovitev = 6.....	89
Slika 70: Maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja za premer palice $\varnothing = 12$ mm; sidriščna dolžina je bila 100 mm. Število ponovitev = 6.....	90
Slika 71: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing 10$, $\varnothing 12$) pri debelini lepilnega sloja 0 mm; sidriščna dolžina je 100 mm. Število ponovitev = 6	93
Slika 72: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing 10$, $\varnothing 12$) pri debelini lepilnega sloja 0,5 mm; sidriščna dolžina je 100 mm. Število ponovitev = 6	94
Slika 73: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing 10$, $\varnothing 12$) pri debelini lepilnega sloja 1 mm; sidriščna dolžina je 100 mm. Število ponovitev = 6	94
Slika 74: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing 10$, $\varnothing 12$) pri debelini lepilnega sloja 0 mm; sidriščna dolžina je 150 mm. Število ponovitev = 6	95
Slika 75: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing 10$, $\varnothing 12$) pri debelini lepilnega sloja 0,5 mm; sidriščna dolžina je 150 mm. Število ponovitev = 6	95
Slika 76: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing 10$, $\varnothing 12$) pri debelini lepilnega sloja 1 mm; sidriščna dolžina je 150 mm. Število ponovitev = 6	96
Slika 77: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 0 mm; premer jeklene palice $\varnothing 10$ mm. Število ponovitev = 6.....	97
Slika 78: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 0,5 mm; premer jeklene palice $\varnothing 10$ mm. Število ponovitev = 6	98

Slika 79: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 1 mm; premer jeklene palice Ø 10 mm. Število ponovitev = 6.....	98
Slika 80: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 0 mm; premer jeklene palice Ø 12 mm. Število ponovitev = 6.....	99
Slika 81: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 0,5 mm; premer jeklene palice Ø 12 mm. Število ponovitev = 6	99
Slika 82: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 1 mm; premer jeklene palice Ø 12 mm. Število ponovitev = 6.....	100
Slika 83: Maksimalen viskozni strižni modul (Max G") v odvisnosti od temperature za epoksidno lepilo ERGO 7211	103
Slika 84: Maksimalen viskozni strižni modul (Max G") v odvisnosti od temperature za epoksidno lepilo EPOX 210	104
Slika 85: Maksimalen viskozni strižni modul (Max G") v odvisnosti od temperature za epoksidno lepilo EP 101	105
Slika 86: Odvisnost tangensa izgubnega kota od temperature utrjevanja za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo	108
Slika 87: Odvisnost časa želiranja in časa zamreženja od temperature utrjevanja za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo.....	109
Slika 88: Odvisnost tangensa izgubnega kota od temperature utrjevanja za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les.....	111
Slika 89: Odvisnost časa želiranja in časa zamreženja od temperature utrjevanja za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les.	112
Slika 90: Delež loma po lesu v odvisnosti od ravnovesne vlažnosti lesa in lepilnega sloja pri radialnih (R), tangencialnih (T) in radialno-tangencialnih (R/T) preizkušancih s preklpom	114
Slika 91: Ujet zrak v lepilnem sloju pri VIVJP z 0 mm debelim lepilnim slojem; Ø = 12, sidriščna dolžina = 100 mm in premeru izvrtine = 12 mm.....	117
Slika 92: Povprečna maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja pri sidriščni dolžini 100 mm za jeklene palice premera 10 mm in 12 mm.....	118

Slika 93: Povprečna maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja pri sidriščni dolžini = 150 mm za jeklene palice premera 10 mm in 12 mm	119
Slika 94: Ujet zrak v lepilnem sloju pri VIVJP z 1 mm debelim lepilnim slojem; $\emptyset$ = 12, sidriščna dolžina = 150 mm in premeru izvrtine = 14 mm.....	119
Slika 95: Porušitev v jekleni palici; $\emptyset$ = 10, sidriščna dolžina = 150 mm in premer izvrtine = 10 mm.....	120
Slika 96: Povprečna maksimalna obremenitev v odvisnosti od vitkosti.....	122

1 UVOD

1.1 OPREDELITEV RAZISKOVALNEGA PROBLEMA

Jeklene palice z metričnim navojem, ki se z lepilom usidrajo oziroma lepijo v les (glued-in rods), predstavljajo novo vrsto konstrukcijskih vezi, ki se uporabljajo za spajanje lesa in lesnih kompozitov. Lahko se uporabljajo tako pri izdelavi novih konstrukcij kot tudi pri restavriranju obstoječih objektov (Senno in sod., 2004; Davis, 1997). Pri večini dosedanjih raziskav, ki so se nanašale na trdnost vezi iz vlepljenih jeklenih palic (VIVJP), so vezi izdelali pri nižjih vlažnostih lesa (običajno 12 %). V praksi pa se dogaja, da je vlažnost lesenih konstrukcijskih elementov pogosto tudi višja (Mravljak in Šernek, 2009). Zaradi uporabe teh vezi v lesnih konstrukcijah, ki imajo med samo izdelavo oz. uporabo višjo vlažnost, je nujno in smiselno raziskati vpliv vlažnosti lesa na trdnost lepilnega spoja. Prav tako je za razumevanje adhezije in kohezije pri lepljenju lesa in kovine potrebno poznati reološke lastnosti lepila ter relevantne lastnosti lepljencev (vpliv vrste lesa in kovine). Pomemben vpliv na obnašanje teh vezi ima tudi geometrija izvrtine (globina in premer), morfologija izvrtine, ki je odvisna od načina izdelave, atomska smer lesa in potek lesnih vlaken, ter drugi dejavniki kot sta debelina lepilnega spoja oz. sloja in način obremenitve. Z raziskovanjem oziroma proučevanjem omenjenih dejavnikov bi bilo mogoče določiti njihov vpliv na trdnost vezi in s tem zagotoviti zanesljivo in varno uporabo VIVJP.

1.2 RAZISKOVALNE HIPOTEZE

VIVJP imajo zelo širok razpon uporabe. Uporabljajo se pri izdelavi novih konstrukcij in tudi pri restavriranju starih, pri čemer so lahko vezi izpostavljene različnim vremenskim vplivom. Za zanesljivo in varno uporabo teh vezi je zelo pomembno, da poznamo adhezijo med lesom in lepilom ter adhezijo med lepilom in kovino oz. jekleno palico. Zaradi izpostavljenosti vezi različnim vlažnostnim pogojem je potrebna tudi podrobna proučitev vpliva vlažnosti lesa na adhezijo omenjenega sistema: les-lepilo-jeklo. Na trdnost tega sistema odločilno vpliva vrsta uporabljenega lepila in same reološke lastnosti lepila. H končni trdnosti sistema les-lepilo-jeklo pomembno prispeva tudi debelina lepilnega sloja, zato je ta dejavnik potrebno prav tako podrobno proučiti.

Predpostavljamo, da:

- epoksidno lepilo omogoča izdelavo VIVJP z zadovoljivimi mehanskimi lastnostmi. Ta lepila vsebujejo praktično 100 % suhe snovi in se med utrjevanjem zelo malo krčijo. Prav tako imajo sposobnost lepljenja večjih vrzeli med lepljenci. Zlepijo lahko tudi neporozne in nepropustne materiale.
- reološke meritve omogočajo podrobno spremljanje celotnega procesa utrjevanja epoksidnega lepila in natančno določitev točke želiranja ter zamreženja lepila.
- hitrost utrjevanja epoksidnih lepil se povečuje z naraščajočo temperaturo.
- z naraščajočo vlažnostjo v lesu se zmanjšuje strižna trdnost vezi s preklopom. Za epoksidna lepila je značilna visoka polarnost in prisotnost vodikovih vezi. Zato so razmeroma občutljiva na vodo, ki lahko povzroči prekinitev vodikovih vezi med verigami polimera. Posledica takšne fizikalne hidrolize je zmanjšanje natezne trdnosti. Z naraščajočo končno vlažnostjo se zmanjša tudi trdnost lesa. Če prihaja do spremembe vlažnosti pod točko nasičenja celičnih sten (TNCS), se v lepilnem spoju dodatno pojavijo napetosti zaradi krčenja oz. nabrekanja lesa.
- maksimalna obremenitev VIVJP narašča z naraščajočo debelino lepilnega sloja.
- z naraščajočo sidriščno dolžino se povečuje maksimalna obremenitev VIVJP.

1.3 CILJI RAZISKAVE

Cilj raziskave je proučiti vpliv mehanskih in geometrijskih dejavnikov na natezno trdnost VIVJP v smrekovih elementih. Določili bomo vpliv vlažnosti na adhezijo med lesom in lepilom ter med lepilom in jeklom. Proučili bomo tudi vpliv reoloških lastnosti lepila in debeline lepilnega spoja oz. sloja na trdnost VIVJP.

S temeljito preučitvijo adhezije v sistemu les-lepilo-jeklo želimo prispevati k boljšemu razumevanju procesa lepljenja pri izdelavi VIVJP in s tem k optimiziranju postopka restavriranja oz. izdelave lesenih konstrukcij, narejenih iz smrekovine ali drugih iglavcev.

2 PREGLED OBJAV

2.1 VEZI IZ VLEPLJENIH JEKLENIH PALIC (VIVJP)

Lepljeni lamelirani nosilci »glued laminated timber« (glulam) so v primerjavi z drugimi gradbenimi materiali pogosto bolj konkurenčni, predvsem pri zgradbah, kjer so prisotni veliki razponi. To so lahko športne dvorane, paviljoni, garažne hiše in podobno. Dimenzije nosilcev so omejene s proizvodnimi zmogljivostmi, določene omejitve pa obstajajo tudi glede transporta od tovarne do gradbišča. Zato je na gradbišču za postavitve določene konstrukcije potrebno spajanje različnih konstrukcijskih elementov med sabo, za kar se večinoma uporabljajo vezi na osnovi vijakov z maticami ali pa mozniki (Mravljak in Šernek, 2009). Pri večjih konstrukcijah je lahko število vijakov oz. moznikov za posamezen spoj zelo veliko, kar predstavlja dodatno težavo pri sestavi. Prav tako pa so te vezi skoraj v celoti vidne in so lahko z estetskega vidika moteče (Gattesco in Urban, 2006; Kuhlmann in sod., 2001).

Danes se za spajanje lesa in lesnih kompozitov v želeno konstrukcijo uporabljajo tudi nove vrste vezi, ki so se skozi čas uveljavile v praksi. Novo vrsto konstrukcijskih vezi, ki se uporabljajo predvsem pri montaži lepljenih nosilcev, predstavljajo jeklene palice z metričnim navojem, ki jih z lepilom usidrajo oziroma lepijo v les. Te vezi imenujemo »glued-in rods« ali vezi iz vlepljenih jeklenih palic (VIVJP) in jih intenzivneje razvijajo zadnjih 30 let (Widmann in sod., 2007; Tlustochowicz in Serrano, 2011). Na trdnost VIVJP pomembno vpliva več dejavnikov. Za njihovo zanesljivo in varno uporabo je zelo pomembno, da poznamo vpliv osnovnih dejavnikov, ki neposredno vplivajo na trdnost omenjenih vezi. Rossignon in Espion, (2008) delita te dejavnike v dve skupini:

- **mehanski dejavniki**, ki so predvsem vezani na proizvodnjo in se nanašajo na vrsto in kakovost uporabljenega lesa, gostoto lesa, vlažnost lesa, vrsto in reološke lastnosti lepila, mehanske lastnosti lepila, tip in vrsto palic ipd.,
- **geometrijski dejavniki**, kot so sidriščna dolžina, premer jeklene palice in izvrtine, prerez preizkušanca, debelina lepilnega sloja, način izdelave izvrtine ipd.

2.2 MEHANSKI DEJAVNIKI

2.2.1 Vpliv gostote lesa

Vpliv gostote lesa na trdnost VIVJP se podaja s potenčno funkcijo (p^c) z eksponentom c . Vrednosti za eksponent c se gibljejo od 0 do 1,5; odvisno od kota med jekleno palico in smerjo lesnih vlaken (EN 1995-2 Second draft, 1995; Gehri, 2001).

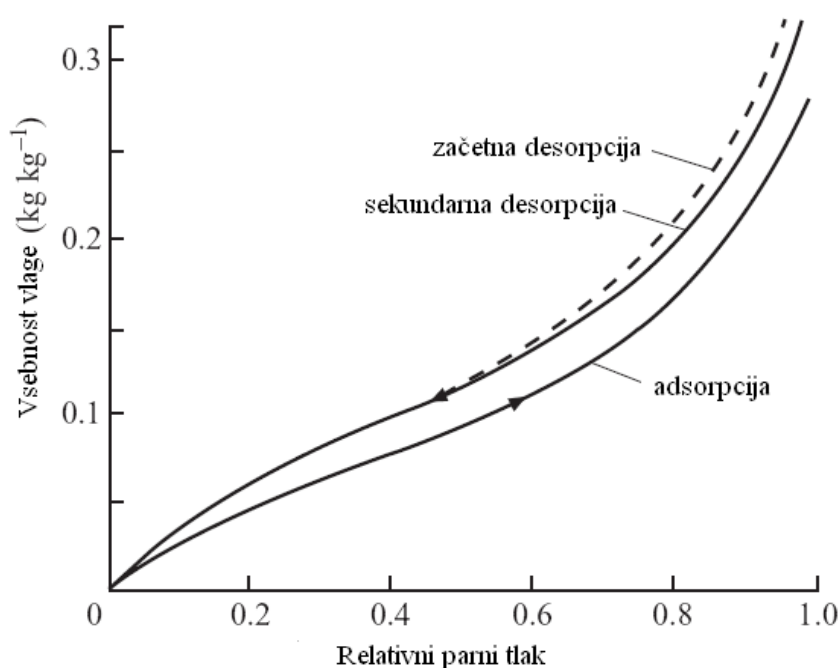
Rezultati raziskav glede vpliva gostote na natezno trdnost VIVJP se med sabo razlikujejo. Priporočila, ki so podana za izdelavo teh vezi, predpostavljajo, da je pri vzporednem poteku palice in vlaken, natezna trdnost odvisna tudi od gostote (EN 1995-2, 2003). Vendar je povezava med gostoto in natezno trdnostjo VIVJP zelo šibka. Pri lepljenih nosilcih iz smrekovine je pri vzporednem poteku vlaken in palice gostota podana z eksponentom $c = 0,55$. Pri pravokotnem poteku lesnih vlaken pa te odvisnosti ni oz. je zelo šibka; $c = 0,25$. Chans in sod., (2013) so ugotovili, da višja gostota lesa prispeva k višji povprečni natezni strižni trdnosti VIVJP, vendar povezava ni linearna.

Večina mehanskih lastnosti lesne vrste je neposredno povezana z njeno gostoto. Predvideva se, da se z višjo gostoto povečuje natezna trdnost VIVJP. Višja gostota tudi preprečuje upogibanje jeklenih palic in porušitve v lepilnem spoju. V primerjavi z vijaki se strižne sile pri vezeh z jeklenimi palicami prenašajo drugače. Jeklene palice so vstavljene v lesne elemente, ki imajo večjo izvrtino kot je premer palice. Vijaki so v neposrednem stiku z lesom, med tem ko se sile pri VIVJP prenašajo na površini med jekleno palico in lepilom. Pri teh vezeh prevladuje predvsem prenos obremenitev prek striga in ne prek kompresije zaradi navoja. Zaradi tega je vpliv gostote na strižno trdnost vezi manjši v primerjavi z vijaki in žebli z navojem, saj gostota lesa bolj vpliva na tlačno trdnost kot pa na strižno trdnost (Steiger in sod., 2006).

Vpliv gostote lesa na trdnost VIVJP je lahko zelo zapleten. Sprememba gostote lahko vpliva na spremembo adhezije med lepilom in lesom. Pomeni lahko tudi spremembo elastičnega modula, kar lahko povzroči spremembo trdnosti vezi zaradi spremembe porazdelitve napetosti v vezi (Serrano, 2001; Tlustochowicz in Serrano, 2011).

2.2.2 Vpliv vlažnosti lesa

Primarne komponente lesa so celuloza, lignin in hemiceluloze, med sekundarne komponente pa štejemo ekstraktivne snovi in pepel. Vsaka od primarnih komponent adsorbira vlago iz zraka in obratno, pri čemer so najbolj izrazite hemiceluloze. Les je torej higroskopen material in ima sposobnost sprejemanja (adsorpcija) in oddajanja (desorpcija) vlage v odvisnosti od temperature in relativne zračne vlažnosti okolice. Odvisnost med ravnovesno vlažnostjo lesa in relativno zračno vlažnostjo pri konstantni temperaturi lahko prikazemo s sorpcijskimi izotermami (slika 1) (Simpson, 2008).

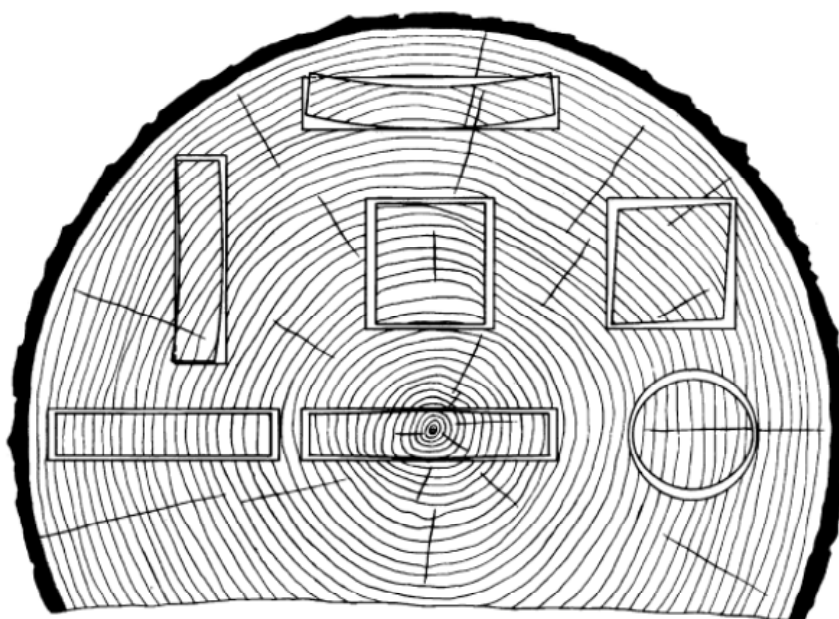


Slika 1 : Značilna začetna desorpcijska, adsorpcijska in sekundarna desorpcijska vlažnostna izoterma za les pri 25 °C (prirejeno po Simpson, 2008)

Figure 1: Typical initial desorption, adsorption, and secondary desorption moisture isotherm for wood at 25 °C (after Simpson, 2008)

Začetna desorpcija prikazuje desorpcijsko izotermo svežega lesa. Adsorpcija in sekundarna desorpcija pa prikazuje sorpcijske izoterme predhodno osušenega lesa. Desorpcijska izoterma je vedno višja od adsorpcijske izoterme. Na adsorpcijo in desorpcijo lesa vplivajo tudi mehanske obremenitve. Tako se pri konstantni relativni zračni vlažnosti z naraščanjem tlaka sorpcija zmanjšuje, pri natezni napetosti pa povečuje (Skaar, 1988). Krčenje in

nabrekanje lesa je posledica izgube oz. prejetanja vodnih molekul v celični steni in se prične, ko ravnovesna vlažnost lesa pade pod točko nasičenja celičnih sten (TNCS). Vodne molekule so z vodikovimi vezmi vezane na adsorpcijska mesta hemiceluloznih in celuloznih molekul v amorfnih področjih mikrofibril. Celulozne molekule so osnovni gradniki mikrofibril, te pa sestavljajo posamezne sloje celične stene. Zaradi orientacije mikrofibril v posameznem sloju in debeline posameznega sloja je krčenje oz. nabrekanje v vzdolžni ali longitudinalni smeri najmanjše, največje pa v tangencialni smeri. V radialni smeri pa so dimenzijske spremembe za približno polovico manjše kot v tangencialni smeri (Simpson, 2008; Bulian in Graystone, 2009). Slika 2 prikazuje značilno krčenje, ki se pojavi kot posledica radialnega in tangencialnega krčenja: koritavost, rombični prerez in eliptični prerez.



Slika 2: Sprememba dimenzij lesa zaradi radialnega in tangencialnega krčenja (Simpson, 2008)

Figure 2: Distortion caused by differences in tangential and radial shrinkage (Simpson, 2008)

Spremembe dimenzij lesa opišemo s koeficienti krčenja in nabrekanja. Volumenski skrček popolnoma svežega lesa, ki ga posušimo na 0 % vlažnost, znaša 10 % – 16 %. Tangencialni skrčki znašajo 5 % – 10 %, radialni 3 % – 6 % in longitudinalni 0,1 % – 0,2 %. Koeficienti so odvisni od drevesne vrste in vsebnosti ekstraktivov. Pri aksialnem krčenju in nabrekanju obstajajo tudi izjeme, kjer lahko koeficienti krčenja dosežejo celo

vrednosti 1 % – 2 %, kar je predvsem značilno za juvenilni in reakcijski les (Simpson, 2008).

Vlažnost lesa ima pomemben vpliv na oblikovanje lepilnega spoja in posledično na njegovo trdnost. Mobilnost nanesenega lepila na površini lesa je odvisna od količine vode v lesu oziroma od lesne vlažnosti. Kadar je vlažnost lesa nizka, se lahko lepilo takoj po nanosu hitro izsuši, saj nizka vlažnost predstavlja močno atrakcijo med suhim lesom in vodo v lepilu. Pri suhem lesu je vlažnostni gradient na področju lepilnega spoja zelo visok, kar povzroči intenzivno penetracijo vode iz lepila v les, lepilo pa ostane koncentrirano na površini. Penetracija lepila je v tem primeru pičla, trdnost spoja pa nezadostna. Kadar pa les vsebuje veliko vlage, se mu sposobnost vpijanja vode iz lepila zmanjša. Visoka vlažnost tudi preprečuje hitro naraščanje viskoznosti lepila zaradi procesa utrjevanja, zato lepilo dlje časa obdrži dobro mobilnost, kar je zaželeno za učinkovito penetracijo lepila (Šernek in sod., 1999). Seveda pa lahko dobra mobilnost lepila privede do nezaželenega preboja lepila skozi tanek lepljenec (npr. furnir) pri stiskanju, kar se pogosto zgodi pri lesovih z velikimi porami in dobro permeabilnostjo. Pri vročem lepljenju lahko visoka vlažnost lesa povzroči nastanek mehurjev in prepreči popolno zamreženje duromernih lepil, medtem ko je hladno lepljenje lesa s povišano vlažnostjo manj problematično (Mravljak in Šernek, 2012; Sterley in sod. 2004).

Les pred lepljenjem običajno sušimo ali klimatiziramo na ustrezno vlažnost, ki je bistveno nižja od TNCS in v splošnem znaša 6 % – 14 %. Nekateri postopki vročega lepljenja lesnih plošč zahtevajo zelo nizko vlažnost (2 % – 6 %), da se zmanjša možnost nastanka visokega parnega tlaka, ki bi utegnil povzročiti poškodbe in delaminacijo lepilnega sloja. Pri hladnem lepljenju s prirejenimi lepili pa lahko uporabljamo les z vlažnostjo tudi do 18 %. Sodobne tehnologije in nekatera lepila omogočajo tudi lepljenje vlažnega oziroma svežega lesa. Zelo dobro uveljavljeno je dolžinsko spajanje svežega lesa z zobatim spojem in modificiranim fenol-resorcinol-formaldehidnim lepilom ali enokomponentnim poliuretanskim lepilom (Šernek in Kuronja, 2007; Verreault, 1999; Lange in sod., 2000).

Optimalna vlažnost lesa za lepljenje je odvisna predvsem od vrste lepila in lesa, načina in tehnike lepljenja ter vrste ali mesta uporabe lepljenega proizvoda (Marra, 1992). Smiselno je, da les lepimo pri vlažnosti, ki je čim bolj podobna ravnovesni vlažnosti, ki jo bo imel

lepljeni izdelek med uporabo oziroma vgradnjo. V tem primeru ne bo prišlo do bistvenih dimenzijskih sprememb lesa, ki bi povzročile napetosti v lepilnem spoju in s tem popuščanje, pokanje ali porušitev lepilnega spoja (Mravljak in Šernek, 2012).

Spreminjanje vlažnosti v lesu negativno vpliva na adhezijo med lesom in jeklom in s tem na zmanjšanje trdnosti vezi (Broughton in Hutchinson, 2001 a; Broughton in Hutchinson, 2001 c; Jönsson in Thelandersson, 2003; Aicher in Dill-Langer, 2001). Nastanek notranjih napetosti v lesu je povezan s spremembo vlažnosti v preizkušancih. Vlažnostni gradienti lahko v preizkušancu tako pozitivno kot tudi negativno vplivajo na natezno trdnost VIVJP. Natezna trdnost se med navlaževanjem zmanjša, pri sušenju pa poveča (Jönsson in Thelandersson, 2003).

Vpliv vlažnosti na trdnost VIVJP je zelo odvisen od vrste uporabljenega lepila. Kot najbolj odporno lepilo na povišano vlažnost preizkušancev se je izkazalo epoksidno lepilo (Wheeler in Hutchinson, 1998; Aicher in Dill-Langer 2001). V nasprotju z večino avtorjev pa Feligioni in sod. (2003) ugotavljajo, da ima vlažnost lesa zelo majhen vpliv na natezno trdnost vezi. Večji vpliv na obnašanje vezi naj bi imele reološke lastnosti lepila in debelina lepilnega spoja oz. sloja.

Podoben vpliv kot pri VIVJP ima vlažnost tudi pri vezeh z jeklenimi mozniki (steel-timber dowel joint). Trdnost teh vezi se zmanjša, če je les v območju vezi izpostavljen sušenju. Z daljšim časom izpostavitve preizkušancev sušenju, se zelo poveča tudi krhkost vezi. Kot možno razlago tega pojava navajajo razpoke in napetosti, ki se zaradi vlažnostnih gradientov med sušenjem pojavijo v lepilnem spoju (Sjödin in Johansson, 2007; Sjödin in Serrano, 2008).

2.2.3 Vrsta in reološke lastnosti lepila

Danes se za lepljenje VIVJP večinoma uporabljajo dvokomponentna epoksidna in poliuretanska lepila, odvisno od samega namena uporabe vezi. Akrilna in fenol-resorcinol-formaldehida lepila ne dosegajo zadovoljive trdnosti (Broughton in Hutchinson, 2001 b.; Marra 1992; Davis 1997; Bernasconi 2001; Tlustochowicz in Serrano, 2011; Pizzo in sod., 2013). Njihova glavna slabost je zelo majhna trdnost pri debelejših nanosih. Pri teh lepilih

prihaja do kohezivne porušitve v lepilnem sloju ali pa do adhezivne porušitve med lesom in lepilom, ki pa je znatno nižja kot pri epoksidnem lepilu (Broughton in Hutchinson, 2001 b). O potencialni prednosti epoksidnih lepil poročajo tudi drugi raziskovalci (Marra 1992; Davis 1997; Bernasconi 2001). Epoksidna lepila so tekočine s skoraj 100 % vsebnostjo suhe snovi in tako ne vsebujejo topil. Pri utrjevanju se zanemarljivo krčijo in imajo odlično adhezijo tudi pri debelejših nanosih (Lee in Neville, 1967; Broughton in Hutchinson, 2001 b). Obstajajo tudi posebne sestave teh lepil, ki omogočajo zelo debele lepilne spoje oz. sloje in imajo odlično tlačno trdnost.

Fenol-resorcinol-formaldehidno lepilo se je za lepljenje VIVJP izkazalo kot neprimerno. Pri utrjevanju pride do izgube vlažnosti v lepilu, ter posledično do krčenja in odstopanja lepila od jeklene palice. (Bainbridge in sod., 2002; Bengtsson in Johansson, 2001; Serrano, 2001; Gustafsson in sod., 2001).

Podobno kot fenol-resorcinol-formaldehidno lepilo ima tudi poliuretansko lepilo neustrezen način utrjevanja. Pri utrjevanju se zaradi kemične reakcije ustvarja CO₂, ki ostaja ujet v lepilnem sloju (Banibridge in sod., 2002) . Takšen proces nastanka mehurjev je posebej intenziven pri lepljenju, kjer ni prisoten tlak. Mehurčasta tvorba se pojavi na prosti površini lepila in na površini lesa, kjer je višja koncentracija vlažnosti. Ta pojav pojasnjuje vzrok za porušitev VIVJP v bližini stika med lesom in lepilom (Serrano 2001).

2.2.4 Mehanske lastnosti lepila

Mehanske lastnosti lepila so pomembne za zagotovitev ustrezne trdnosti lepilnega spoja (kohezija), vendar še ne določajo končne trdnosti VIVJP. Epoksidna lepila, ki se najpogosteje uporabljajo za VIVJP, imajo boljše mehanske lastnosti (preglednica 1) kot druga lepila za te namene. Pomembno vlogo pri končni trdnosti VIVJP ima adhezija med kovino in lepilom ali med lesom in lepilom. Kot zelo pomembna dejavnika, ki vplivata na končno trdnost, sta se izkazala debelina lepilnega sloja in viskoznost lepila med fazo zapolnjevanja vmesnega prostora med jekleno palico in površino izvrtine v nosilcu oz. preizkušancu (Rossignon in Espion, 2008; Del Senno in sod., 2004). Lepila z nižjo viskoznostjo dosegajo boljše končne trdnosti vezi kot tista z višjo viskoznostjo, kar je

predvsem posledica boljšega in učinkovitejšega zapolnjevanja vrzeli med lesom in kovino (Del Senno in sod., 2004).

Preglednica 1: Značilne lastnosti epoksidnega lepila (Broughton in Hutchinson, 2001 a)

Table 1: Typical properties of epoxy adhesive (Broughton in Hutchinson, 2001 a)

Lastnosti (20 °C)	Epoksidno lepilo
Gostota (kg/m^3)	1500
Natezni modul (GPa)	4
Strižni modul (GPa)	1,5
Natezna trdnost (MPa)	30
Strižna trdnost (MPa)	25
Natezna trdnost do porušitve (%)	1-10
Poissonovo razmerje	0,35
Koeficient termičnega raztezka ($10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)	30
Temperatura steklastega prehoda ($^\circ\text{C}$)	55

2.2.5 Tip in vrsta palic

Za izdelavo VIVJP se danes uporabljajo palice različnih oblik in materialov. Najpogosteje uporabljen material je jeklo. Kot alternativa jeklu se uporabljajo posebni polimeri, ojačani s steklenimi vlakni in polimeri, ojačani s karbonskimi vlakni. Redkeje se uporabljajo mozniki iz lesa listavcev in posebna visokozmogljiva jekla (Broughton in Hutchinson 2001 c; Cimadevila in sod., 2013; Koizumi in sod., 2001; Tlustochowicz in Serrano, 2011; Kangas in Kevarinmäki, 2001; Kangas, 2000; Müller in Von Roth, 1991; Fava in sod., 2013; Pizzo in sod., 2013).

Palice so površinsko obdelane tako, da omogočajo kombinacijo adhezije in mehanskega sidranja med lepilom in lesom. Palice so običajno površinsko obdelane; lahko imajo teksturo (navoj), lahko so deformirane (na površini so posebna rebra), ali pa so kemično obdelane. Jeklene palice so lahko lepljene v les pod različnimi koti – tako imenovane V vezi. Uporabljajo se tudi palice z zmanjšanim prerezom. S tem načinom priprave dosežemo poleg večje adhezije tudi učinkovito mehansko sidranje palice (Bainbridge in sod., 2002; Bernasconi, 2001; Broughton in Hutchinson 2001 c; Cimadevila in sod., 2007; Cimadevila in sod., 2013; Steiger in sod., 2006; Tlustochowicz in Serrano, 2011).

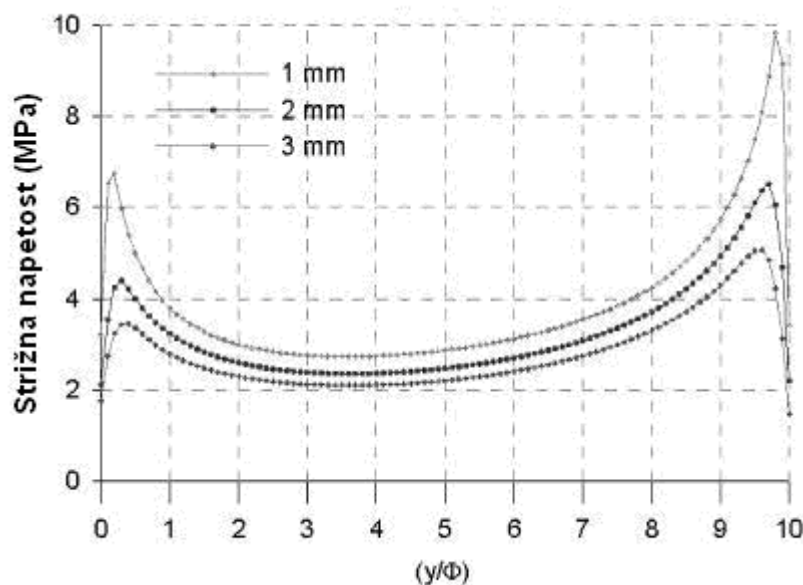
Dolžina in premer palic sta odvisna od trdnosti vezi, ki jo je potrebno zagotoviti. Pri palici, katere premer je večji od 10 mm, je z vijačenjem v les nemogoče zagotoviti zadovoljivo trdnost vezi, za zagotovitev ustrezne trdnosti vezi se zato uporablja lepljenje (Bernasconi, 2001).

Pri tanjših lepilnih spojih je zaželena dobra adhezija med lepilom in površino jeklene palice, ker mehansko sidranje ni tako zanesljivo (Broughton in Hutchinson 2001 c). Zaželeno je tudi razmaščevanje, peskanje in odstranjevanje prahu s površine palic. Razmaščevanje predstavlja prvo fazo priprave jeklenih palic. S peskanjem se razkrije sveža in čista površina, ki omogoča dobro adhezijo. Broughton in Hutchinson (2001 c) prav tako priporočata uporabo temeljnih premazov in sredstev za izboljšanje adhezije, če obstaja nevarnost slabše adhezije med lesom in lepilom oziroma jeklom in lepilom.

2.3 GEOMETRIJSKI DEJAVNIKI

2.3.1 Debelina lepilnega sloja

Debelina lepilnega sloja je razlika med polovico premera izvrtine in polovico premera palice; $\frac{\emptyset_i}{2} - \frac{\emptyset_p}{2}$ (slika 5). Debelina lepilnega sloja pri VIVJP je odvisna od vrste uporabljene palice in predvsem od vrste uporabljenega lepila. Običajna debelina lepilnega sloja je nekje od 0,5 mm do 3 mm (Tlustochowicz in Serrano, 2011). Pri VIVJP za visoke obremenitve se uporabljajo posebne palice z rebri, debelina lepilnega sloja je lahko tudi do 8 mm (Bernasconi, 2001; Broughton in Hutchinson 2001 c; Bainbridge in sod., 2002). Za izboljšanje mehanskih lastnosti vezi se namesto klasične izvrtine za palico lahko izdelajo posebne izvrtine z razširitvami oz. izboklinami, ki omogočajo sprejetje večje količine lepila (Cimadevila in sod., 2013). Z večanjem debeline lepilnega sloja se povečuje natezna trdnost in togost VIVJP. Naraščanje debeline lepilnega sloja se hkrati odraža tudi v bolj postopni porušitvi (Cimadevila in sod., 2007). Povečanje debeline lepilnega sloja tudi spremeni porazdelitev strižne napetosti (slika 3). S povečevanjem debeline lepilnega filma se zmanjšuje strižna napetost v sloju. Pri tanjših lepilnih slojih na mehanske lastnosti vezi zelo vpliva viskoznost lepila (Del Senno in sod., 2004).

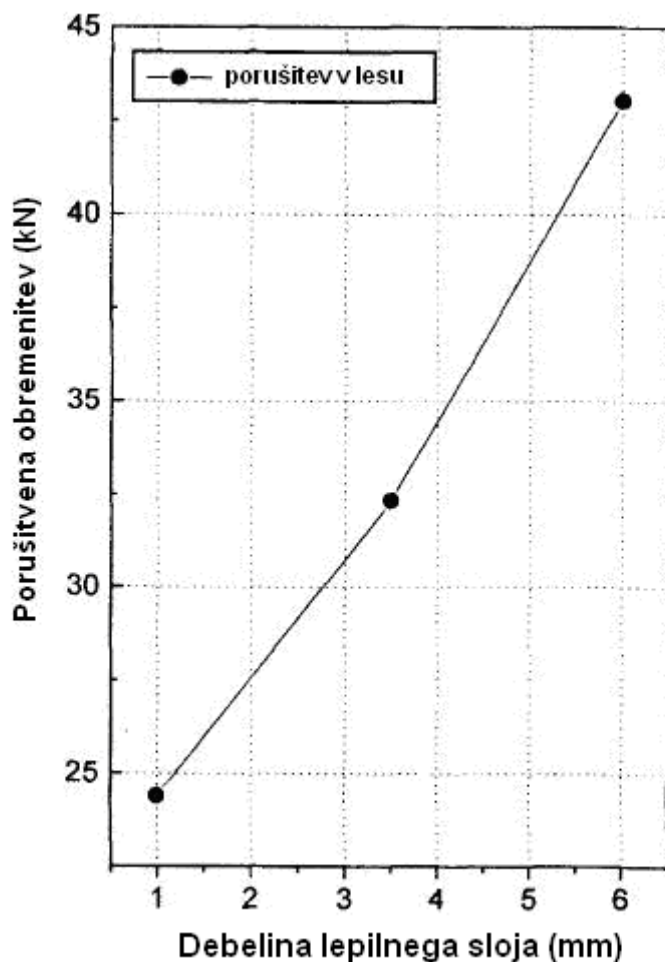


Slika 3: Vpliv debeline lepilnega sloja na porazdelitev strižne napetosti; maksimalne strižne vrednosti z naraščanjem debeline lepilnega sloja vidno upadajo. Y je koordinata, ki ima prijemališče na koncu palice v lesu, kot prikazuje slika 3, Φ je premer palice (prirejeno po Del Senno in sod., 2004)

Figure 3: Effect of the glue line thickness on the shear stress distribution: shear stress peak values tend to flatten increasing the glue line thickness. Y is the ordinate from the inside bar end as depicted in figure 3, Φ is the bar diameter (after Del Senno et al., 2004)

Debelina lepilnega sloja je tudi zelo pomemben dejavnik, ki vpliva na natezno trdnost in tip porušitve. Omogoča namreč optimizacijo prenosa obremenitve iz palice v les, omejuje koncentracijo napetosti in plastične deformacije v vezi (Feligioni in sod., 2003).

Pri proučevanju trdnosti VIVJP v slojnatem furnirnem lesu (laminated veneer lumber - LVL) je bila ugotovljena neposredna povezava med debelino lepilnega sloja in porušitveno obremenitvijo za epoksidno lepilo (slika 4) (Broughton in Hutchinson, 2001 b). Prav tako je bilo ugotovljeno, da je mogoče s povečevanjem debeline lepilnega sloja preprečiti porušitev v lesu. Maksimalna natezna trdnost je tako določena s strižno trdnostjo lepila na meji med lepilom in palico ali pa z natezno trdnostjo same palice.



Slika 4: Vpliv debeline lepilnega sloja na porušitveno obremenitev (prirejeno po Broughton in Hutchinson; 2001 b)

Figure 4: Influence of annular bond line thickness on failure load (after Broughton and Hutchinson; 2001 b)

2.3.2 Sidriščna dolžina

Sidriščna dolžina (l_s) je dolžina, na kateri je palica z lepilom vlepljena v les in prenaša obremenitve (slika 5). Vpliv sidriščne dolžine na porušitveno obremenitev ni popolnoma pojasnjen. Z naraščajočo sidriščno dolžino narašča absolutna obremenitev vezi, med tem ko se nominalna strižna trdnost vezi zmanjšuje (Broughton in Hutchinson, 2001 b; Rossignon in Espion, 2008) (slika 7). Ta fenomen je posledica neenakomerne porazdelitve strižne napetosti vzdolž jeklene palice. Z metodo končnih elementov je na sliki 6 prikazana porazdelitev strižne napetosti vzdolž jeklene palice pri VIVJP (Del Senno in sod., 2004).

Diagram illustrating a lap joint (lepljeni spoji) configuration. The diagram shows a cross-section of two overlapping plates. The top plate is labeled "lepljeni sloj" (adhesive layer) and the bottom plate is labeled "preizkušanece" (specimen). The adhesive layer is shown with a hatched pattern. The specimen is labeled "jeklena palica" (steel rod). The diagram includes dimensions: $2a$ for the total thickness of the adhesive layer, $\varnothing_i$ for the inner diameter of the specimen, and l_s for the length of the specimen. A coordinate system with Y is shown on the right.

Figure 5: Sketch of glued-in rod

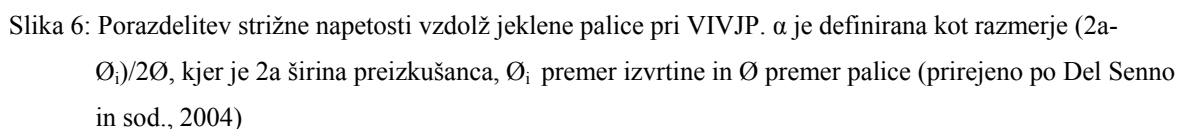
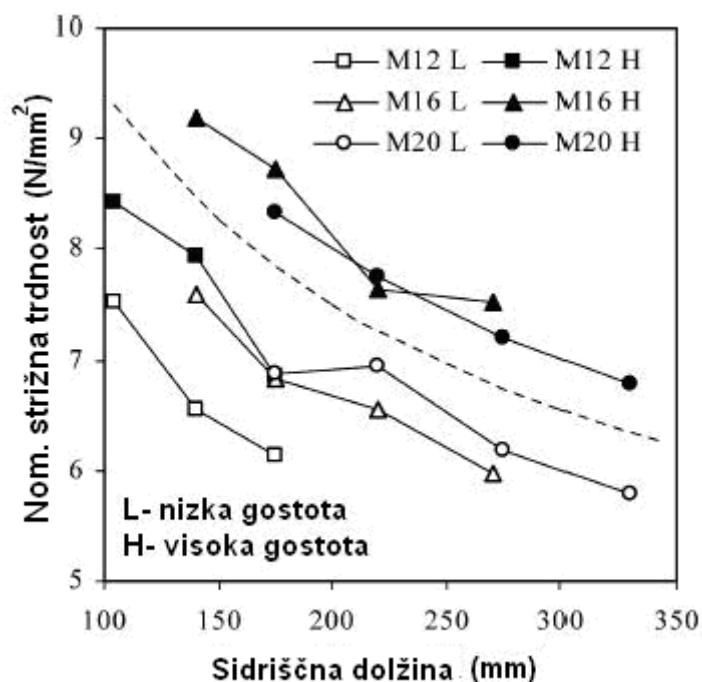


Figure 6: Shear stresses distribution along the steel bar at glued-in rod. The ratio α is defined as $(2a - \varnothing_i)/2\varnothing$, where $2a$ is the width of the test piece. $\varnothing_i$ is the diameter of the hole, and $\varnothing$ is the diameter of the bar (after Del Senno et al., 2004)



Slika 7: Nominalna strižna trdnost v odvisnosti od sidriščne dolžine. Uporabljeni so bili trije različni premeri palic; M12, M16 in M20 (prirejeno po Steiger in sod., 2006)

Figure 7: Nominal shear strength versus anchoring length for three different diameters of rod, M12, M16 and M20 (after Steiger et al., 2006)

Teoretični pristopi, ki se ukvarjajo z vplivom sidriščne dolžine na trdnost VIVJP, se med seboj zelo razlikujejo. Tako sta mejna primera idealno plastično obnašanje, kjer je natezna obremenitev premo sorazmerna s sidriščno dolžino in model linearno elastične mehanike loma, ki predvideva, da sidriščna dolžina nima vpliva na natezno obremenitev vezi (Tlustochowicz in Serrano, 2011; Bengtsson in Johansson, 2001 a).

2.3.3 Prerez preizkušanca

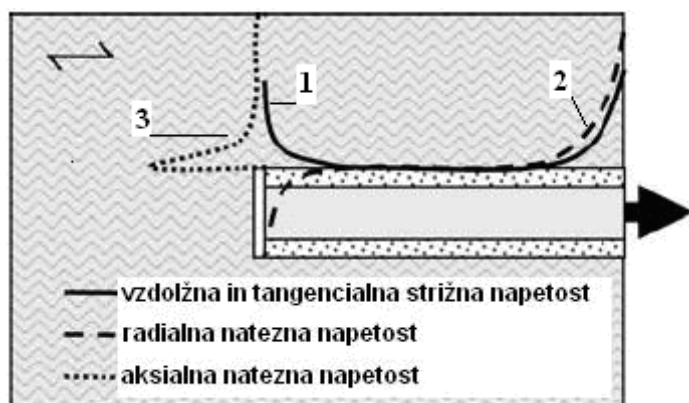
Pomemben vpliv na trdnost vezi ima tudi razdalja med jekleno palico in robom lesnega elementa oziroma prerez preizkušanca. Za preprečitev cepljenja preizkušancev zaradi različnih smeri obremenitev jeklenih palic je potrebna zadostna razdalja med robom preizkušanca in osjo jeklene palice. Razdalje se določijo glede na premer palice ($\varnothing$) in način razporeditve jeklenih palic. Blass in Laskewitz (1999) tako navajata, da razdalja od roba lesa naj ne bi bila manjša od $2,5 \varnothing$; razdalja med palicami pa $5 \varnothing$. Razdalja od roba lesa nikoli ne bi smela biti manjša od $2 \varnothing$. S tem se prepreči zmanjšanje trdnosti vezi

zaradi netočnosti pri vrtanju. V večini raziskav se je razdalja od roba preizkušanca gibala v razponu od $\geq 2 \varnothing$ do $4 \varnothing$ (Steiger in sod., 2006; Gehri, 2001; Gattesco in Gubana, 2001; EN 1995-2, 2003; Serrano, 2001). Zaradi optimalnega prenosa obremenitve iz palice v les je nujno uporabiti palice z manjšim premerom (Steiger in sod. 2006). Gehri (2001) navaja, da je optimalno razmerje med prerezom preizkušanca in prerezom jeklene palice med 16 in 20.

Pri proučevanju vpliva geometrijskih parametrov na aksialno obremenitev vezi je bilo ugotovljeno, da na lesni preizkušanelec pri VIVJP delujejo štiri vrste obremenitev (Gardelle in Morlier, 2007):

- longitudinalna strižna napetost (1),
- radialna natezna napetost (2),
- tangencialna strižna napetost (1) in
- aksialna natezna napetost (3).

Prve tri napetosti potekajo vzporedno z vlepljeno palico in imajo maksimum v neposredni bližini le-te, medtem ko zadnja poteka pravokotno glede na potek palice in izkazuje svoj maksimum takoj za njo (slika 8).

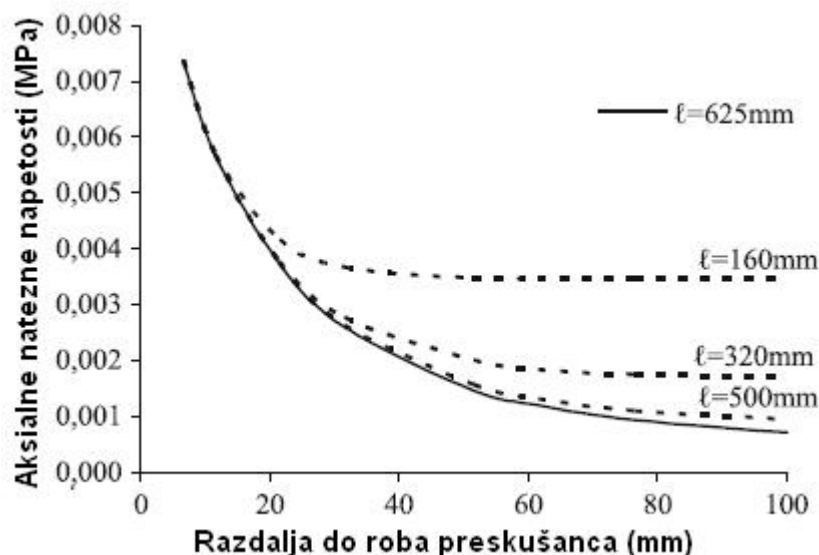


Slika 8: Porazdelitev napetosti v lesnem elementu (prirejeno po Gardelle in Morlier, 2007)

Figure 8: Stress distributions in a timber element (after Gardelle and Morlier, 2007)

Pri prvih treh obremenitvah se s povečanjem razdalje med palico in robom preizkušanca poveča tudi intenzivnost obremenitve. Zmanjša se tudi aksialna natezna napetost (slika 9). Za aksialno obremenjene vezi je najpogostejša strižna porušitev v bližini površine med

lesom in lepilom. Druge možne porušitve se običajno učinkovito prepreči z zadostnim volumnom lesa okoli jeklene palice. Povečanje razdalje med palico in robom preizkušanca ima edino pri aksialni natezni napetosti pozitiven učinek (Gardelle in Morlier, 2007).



Slika 9: Vpliv oddaljenosti palice od roba preizkušanca na aksialno obremenitev; l predstavlja sidriščno dolžino (prirejeno po Gardelle in Morlier, 2007)

Figure 9: Influence of the distance to the beam edge on axial stresses; l represents the anchorage length (after Gardelle and Morlier, 2007)

2.3.4 Premer palice

Premer palice oz. premer izvrtine je eden najpogostejše proučevanih parametrov, ki vplivajo na natezno trdnost VIVJP. Vendar je vpliv tega parametra težko določiti. Številne raziskave tako ne pripisujejo posebnega vpliva premera palice na natezno trdnost vezi (Tlustochowicz in Serrano, 2011). S povečevanjem premera palice in s tem posledično kontaktne površine med jeklom in lepilom bi se morala povečati tudi porušitvena trdnost VIVJP. Vendar v primeru, ko je lepilna površina med lesom in lepilom za določeno obremenitev dovolj velika, premer palice več ne vpliva bistveno na porušitveno trdnost vezi (Broughton in Hutchinson, 2001 b). V tem primeru se lahko premer palice izbere glede na konstrukcijske zahteve; lahko se izbere npr. manjši premer palice, če želimo, da pride do porušitve v sami palici. Če se uporabljajo jeklene palice večjih premerov, se na območju stika med lepilom in jekleno palico strižna napetost zmanjša. Zaradi večje lepilne

površine se tako posledično tudi zmanjša možnost porušitve vezi (Broughton in Hutchinson, 2001 b). Z nekaterimi raziskavami je bil ugotovljen določen vpliv premera palice na natezno trdnost vezi (Gustafsson in sod., 2001; Aicher in sod., 1999). Aicher (1999) tako predlaga, da se premer jeklene $\varnothing_i$ palice poda skupaj s sidriščno dolžino l_s kot vitkost $\lambda = l_s / \varnothing_i$. Steiger (2006) v svoji raziskavi podaja premer palice in sidriščno dolžino kot skupen parameter- vitkost.

Teoretični modeli z različnimi pristopi predvidevajo različne vplive premera palice na natezno trdnost vezi. Tako pri standardni analizi trdnosti ni vpliva, kot druga skrajnost je odvisnost v obliki kvadratnega korena pri modelu linearno elastične mehanike loma (Tlustochowicz in Serrano, 2011; Bengtsson in Johansson, 2001 a).

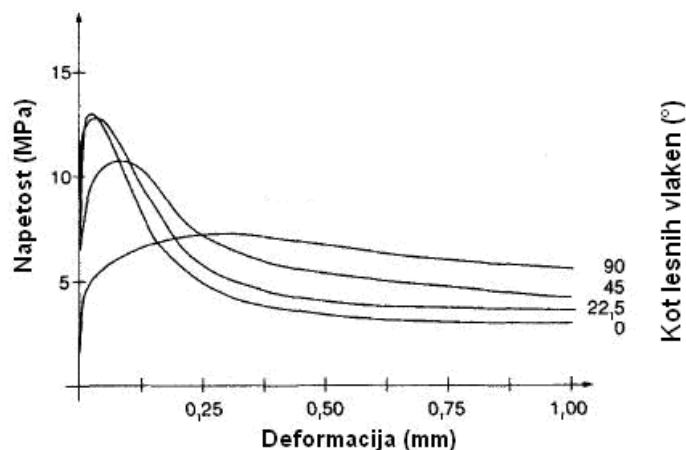
Če je oblika in priprava palice ter penetracija lepila optimalna, potem je les najšibkejši material (člen) in določa trdnost vezi. Pri načrtovanju VIVJP je zaželeno, da se uporabi takšen premer palice, da predstavlja palica najšibkejši člen vezi, v nasprotnem primeru pride do porušitve v lesu, kar je pri praktični uporabi nezaželeno (EN 1995 - 2, 2003; Broughton in Hutchinson, 2001 b). Trdnost vezi je tako določena z natezno trdnostjo jeklene palice.

2.3.5 Smer lesnih vlaken

Raziskave vpliva poteka lesnih vlaken na trdnost vezi se razlikujejo v ugotovitvah. Gustafsson in Serrano (2001) tako navajata, da je natezna trdnost VIVJP večja pri vzporednem poteku lesnih vlaken glede na potek jeklene palice. Ravno nasprotno pa Widmann in Steiger (2007) ugotavljata, da je pri vzporednem poteku lesnih vlaken, glede na potek jeklene palice v vezi, natezna trdnost aksialno obremenjene vezi za 20 % do 50 % manjša kot pri pravokotnem poteku lesnih vlaken. Pri lepljenju s steklenimi vlakni okrepljenih palic iz polimera v furniran les vpliv poteka vlaken na trdnost vezi ni imel posebnega vpliva (Harvey in Ansell, 2000).

Vpliv različne smeri lesnih vlaken na obnašanje VIVJP je zelo kompleksen. S spreminjanjem obremenitve glede na smer lesnih vlaken se spremeni modul elastičnosti lesa. Z različno orientacijo lesnih vlaken vplivamo tudi na adhezijo med lepilom in lesom,

saj je površinska hrapavost izvrtin odvisna od orientacije vlaken. Če je smer obremenitve glede na kot lesnih vlaken različna od 0° , potem je del lesa obremenjen z longitudinalno strižno obremenitvijo, del pa s tangencialno. Slika 10 prikazuje obremenitveno deformacijski odziv z elastično deformacijo. Trdnost preizkušancev se je močno zmanjšala, ko se je kot vlaken spremenil od 0 do 90° (Serrano, 2001).



Slika 10: Vpliv različne orientacije lesnih vlaken na obremenitveno - deformacijski odziv (prirejeno po Serrano, 2001)

Figure 10: Influence of load-to-grain angle on stress-displacement response (after Serrano, 2001)

2.4 REOLOŠKE LASTNOSTI LEPIL

Reologijo kot pojem naj bi prvi uporabil Eugene C. Bingham okoli leta 1928. Beseda izhaja iz grške besede “panta rhei” po Grškem filozofu Heraclitu in pomeni “vse teče”. Reologija je danes uveljavljena kot znanost, ki se ukvarja s proučevanjem deformacije in toka snovi. Je študija odziva materiala na prisotno napetost ali deformacijo (Steffe, 1996). Zupančič Valant-ova (2007) reologijo definira kot interdisciplinarno vedo o tokovnem obnašanju in deformaciji materiala, ki združuje znanja mnogih znanstvenih disciplin kot so kemija, biologija, genetsko in kemijsko inženirstvo, medicina in fizika. Gre za proučevanje obnašanja snovi pod vplivom strižne sile v območju delovanja Newtonovega in Hookovega zakona, pri čemer lahko gre za tekoče, poltrdne ali trdne snovi. Tako tudi ločimo različne odzive materiala, kot so nepovraten viskoelastičen tok, povratna elastična deformacija ali kombinacija obeh (Kariž in Šernek, 2009; Steffe, 1996; Mezger, 2006; Zupančič Valant, 2007).

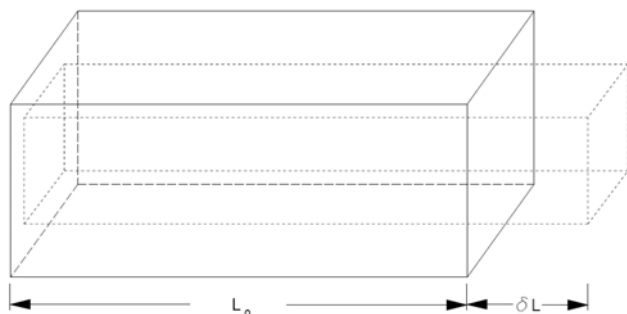
2.4.1 Osnovni pojmi

➤ Deformacija

Deformacijo si lahko razložimo na primeru pravokotne palice, ki se zaradi delovanja natezne sile nekoliko podaljša (slika 11). Začetna dolžina palice je L_0 . Po deformaciji pa je

končna dolžina palice $L = L_0 + \delta L$; pri čemer δL predstavlja povečanje dolžine. Tako se inženirska deformacija lahko zapiše kot:

$$\varepsilon_c = \frac{L}{L_0} - 1 \quad \dots (1)$$



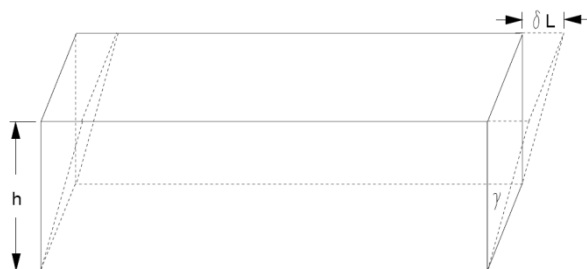
Slika 11: Linearno podaljšanje pravokotne palice (Mezger, 2006)

Figure 11: Linear extension of a rectangular bar (Mezger, 2006)

➤ Strig

Strig lahko predstavimo s pravokotno palico (slika 12) višine h . Spodnja ploskev palice je fiksirana, medtem ko je zgornja ploskev linearno prestavljena za vrednost δL . Tako lahko kot striga γ izračunamo kot:

$$\tan(\gamma) = \frac{\delta L}{h} \quad \dots (2)$$



Slika 12: Strižna deformacija pravokotne palice (Mezger, 2006)

Figure 12: Shear deformation of a rectangular bar (Mezger, 2006)

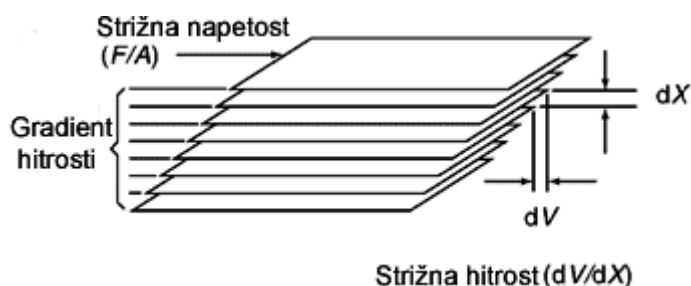
➤ Strižna deformacija

Pri majhnih deformacijah lahko predpostavimo, da je kot striga (v radianih) enak strižni deformaciji.

$$\tan \gamma = \gamma \quad \dots (3)$$

➤ Strižni tok

To je pojav, pri katerem se delci snovi premikajo drug mimo drugega. Pri tekočinah lahko to predstavimo kot posamezne plasti, ki drsijo ena mimo druge (slika 13). Za določeno hitrost strižnega toka potrebujemo določeno silo, pri čemer se tekočina toku upira z določeno viskoznostjo.



Slika 13: Laminaren tok pri enostavnem strigu (Mezger, 2006)

Figure 13: Laminar flow in simple shear (Mezger, 2006)

➤ Viskoznost (η)

Viskoznost je odpor proti drsenju tekočine ali "notranje trenje tekočin". Pri idealnih tekočinah je viskoznost po Newtonovem zakonu določena kot proporcionalni faktor med strižno napetostjo in strižno hitrostjo.

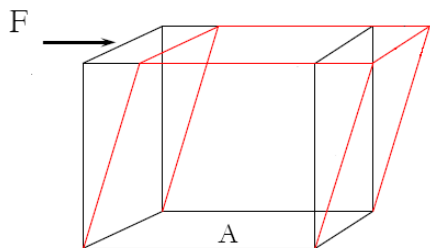
$$\tau = \eta \times \dot{\gamma} \dots \left[\frac{N}{mm^2} \right] \quad \dots (4)$$

Viskoznost η ima enoto Pas.

➤ Strižna napetost (τ)

To je sila, ki nastane s tokom in deluje v smeri toka (slika 14).

$$\tau = \frac{F_x}{A} \dots \left[\frac{N}{mm^2} = MPa \right] \quad \dots (5)$$



Slika 14: Strižna napetost za diferencialno majhen element snovi (Mezger, 2006)

Figure 14: Shear stress for an infinitesimal small part of a liquid (Mezger, 2006)

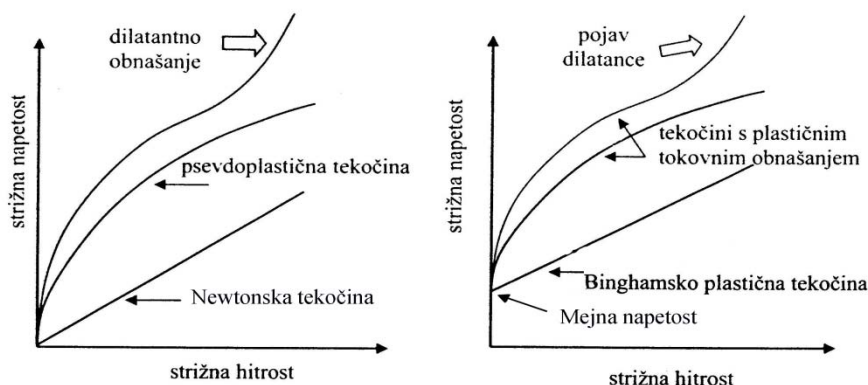
➤ Strižna hitrost ($\dot{\gamma}$)

Strižna hitrost predstavlja spremembo hitrosti med plastmi. Če predpostavimo, da tekočina ob meji s trdno plastjo miruje, potem se hitrost vsake nadaljnje plasti pri pogojih enostavnega striga linearno povečuje glede na predhodno plast (slika 13).

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dx} \dots \left[s^{-1} = \frac{m}{s \times m} \right] \quad \dots (6)$$

➤ Newtonske tekočine

Newtonske tekočine pri danem tlaku in temperaturi izkazujejo konstantno viskoznost. Ta je neodvisna od smeri, jakosti in časa delovanja striga (slika 15). Kot je razvidno iz slike 15 je odvisnost med strižno hitrostjo in strižno napetostjo linearna. Za večino realnih tekočin je značilno, da vsaj v določenem območju izkazuje takšno odvisnost.



Slika 15: Odvisnost strižne napetosti od strižne hitrosti za različne reološke tipe tekočin (Zupančič Valant, 2007)

Figure 15: Shear stress vs. shear rate for different types of flow behavior (Zupančič Valant, 2007)

➤ Nenevtonske tekočine

So realne tekočine, katerih viskoznost pri danem tlaku in temperaturi ni konstantna, ampak se spreminja glede na jakost, smer in čas delovanja strižne sile. Pri realnih tekočinah lahko pride do pojava »shear thinning« (pseudoplastičnost); pri povečanju strižne hitrosti pride do upadanja strižne viskoznosti (slika 15). Nasprotno od tega pojava je »shear thickening« (dilatancia), ko pri povečanju strižne hitrosti pride do povečanja strižne viskoznosti. Pri nekaterih tekočinah je potrebno preseči določeno mejno napetost oz. strižno silo preden pričnejo teči, ko se tok vzpostavi, pa imajo podobne lastnosti kot tekočine, ki za tok ne potrebujejo mejne napetosti (Kariž in Šernek, 2009).

➤ Hookov zakon

Idealno trdno telo lahko ponazorimo z odzivom vzmeti. Pod vplivom sil se elastično deformira, energija se akumulira in po prenehanju delovanja sile omogoča povrnitev oblike v začetno stanje. Strižna napetost je tako premo sorazmerna deformaciji – Hookov zakon. Premosorazmernostni faktor imenujemo strižni modul (G).

$$\tau = G \times \gamma \dots \left[\frac{N}{mm^2} \right] \quad \dots (7)$$

➤ Newtonov zakon

Idealno tekočino lahko ponazorimo z odzivom dušilke. Pod vplivom sile se ireverzibilno deformira, tako da se po prenehanju delovanja le-te ne povrne v začetno stanje. Energija se porabi v obliki toplote. Strižna napetost je premo sorazmerna hitrosti deformacije.

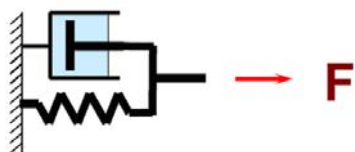
$$\tau = \eta \times \frac{d\gamma}{dt} = \eta \times \dot{\gamma} \dots \left[\frac{N}{mm^2} \right] \quad \dots (8)$$

Večina realnih snovi izkazuje tako viskozne kot elastične lastnosti - odvisno od pogojev in časa delovanja strižne sile. Viskoznost in elastičnost sta tako osnovni lastnosti materialov kot odziv na delovanje nateznih, strižnih in tlačnih sil. Snovi, ki imajo sposobnost, da del vstopajoče energije shranijo in del deformacije po prenehanju delovanja sile povrnejo, imenujemo viskoelastične. Odziv viskoelastične snovi lahko ponazorimo z modelom, ki je sestavljen iz dušilke in vzmeti.

➤ Kelvin-Voightov mehanski model

Model opisuje odziv viskoelastične trde snovi na delovanje strižne sile. Sestavljen je iz vzporedno vezane dušilke in vzmeti. Deformacija dušilke je enaka deformaciji vzmeti, napetost pa je enakomerno porazdeljena po obeh elementih (slika 16).

$$\tau = G \times \gamma + \eta \times \frac{d\gamma}{dt} \dots \left[\frac{N}{mm^2} \right] \quad \dots (9)$$



Slika 16: Kelvin (Voigt) model (Mezger, 2006)

Figure16: Kelvin (Voigt) model (Mezger, 2006)

➤ Maxwellov mehanski model

Model opisuje odziv viskoelastičnih tekočin na delovanje strižne sile. Sestavljen je iz zaporedno vezane vzmeti in dušilke. Strižna napetost je enakomerno porazdeljena po obeh elementih in je enaka strižni napetosti, ki deluje na celoten sistem. Deformacija celotnega sistema pa je enaka vsoti deformacij obeh komponent (slika 17).

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{d\gamma_d}{dt} + \frac{d\gamma_v}{dt} \quad \dots (10)$$

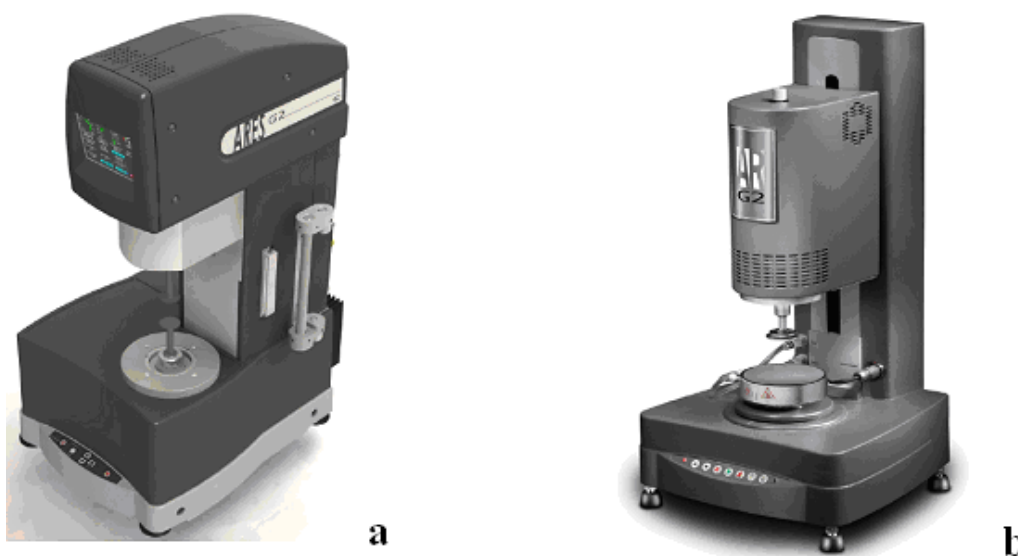


Slika 17: Maxwellov model (Mezger, 2006)

Figure 17: Maxwell model (Mezger, 2006)

2.4.2 Reometer

Merilno napravo s katero spremljamo reološke lastnosti snovi imenujemo reometer. Glede na način merjenja poznamo reometre z nastavljivo strižno hitrostjo in reometre z nastavljivo strižno napetostjo (slika 18).



Slika 18: Reometer z nastavljlivo strižno deformacijo (a) in nastavljlivo strižno napetostjo (b) (TA Instruments, 2008 b)

Figure 18: Rheometer with controlled strain (a) and with controlled stress (b) (TA Instruments, 2008 b)

➤ Reometri z nastavljlivo strižno hitrostjo

Ti reometri so zgrajeni iz statičnega in rotirajočega dela. Vzorec proučevanega materiala izpostavimo strigu pri določeni strižni deformaciji ali strižni hitrosti in merimo strižno napetost. Strižna hitrost je sorazmerna nastavljeni obodni hitrosti, strižna napetost pa je sorazmerna izmerjenemu navoru, ki je posledica upora tekočine proti strigu (Kariž in Šernek, 2009).

➤ Reometri z nastavljlivo strižno napetostjo

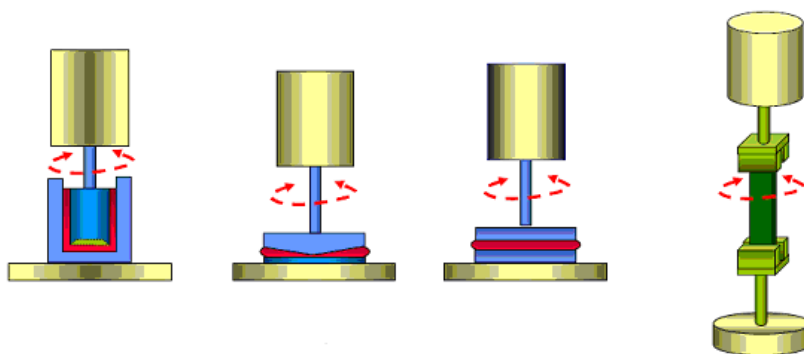
Pri teh napravah je nastavljliva količina strižna napetost, merimo pa strižno deformacijo ali strižno hitrost. Ti reometri so novejšje generacije in imajo natančnejšo meritev v širšem območju delovanja striga. Zasnova teh naprav je v primerjavi z reometri z nastavljlivo strižno hitrostjo drugačna. Rotirajoči del senzorskega sistema poganja motor, katerega vrednost navora je predhodno nastavljena. Električni vnos moči je linearno povezan z vrednostjo navora. Odpor vzorca proučevanega materiala proti uporabljeni strižni napetosti pa povzroči, da se rotor odmakne od začetne lege. Lahko pa se vrti z določeno kotno hitrostjo. Hitrost rotorja in pozicija deformacije sta merjeni z digitalnim optičnim

kodirnikom, ki zabeleži najmanj 0,04 μ ard velike odmike od začetne lege senzorja, prav tako pa tudi zelo visoke kotne hitrosti (Kariž in Šernek, 2009).

Glavne prednosti reometrov z nastavljivo strižno napetostjo so v izvajanju meritev pri zelo nizkih strižnih deformacijah pri stacionarnih in oscilatornih tokovnih pogojih. Možna je uporaba večjega števila tehnik merjenja in testiranje vzorcev v neprekinjenem procesu v zelo širokem območju strižnih napetosti (Kariž in Šernek, 2009; Zupančič Valant, 2007).

2.4.2.1 Geometrije merilnih orodij

Izbira geometrije merilnega orodja je odvisna od proučevanega materiala in izbrane merilne tehnike. Tako so lahko orodja v obliki vzporednih plošč različnih premerov, konične plošče in valji oz. mešala (slika 19). Pri spremljanju utrjevanja lepil se običajno uporabljajo plošče oz. diski premera 8, 25 in 40 mm. Lahko so iz nerjavečega jekla, aluminija, plastike in titana. Za spremljanje utrjevanja lepila se lahko uporabljajo leseni diski (Witt, 2004) ali podoben porozen material, ki vpija topila iz lepila in se obnaša podobno kot les.



Slika 19: Geometrije orodij za reometer (TA Instruments, 2008 b)

Figure 19: Geometries used for rheometer (TA Instruments, 2008 b)

Med samo izvedbo meritev je potrebno zagotoviti konstantne pogoje, ki zagotavljajo primerljivost meritev. Zahtevana temperatura preizkušanca se lahko doseže z električnimi Peltierjevimi grelnimi ploščami, ki imajo temperaturni razpon od $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $200\text{ }^{\circ}\text{C}$; hitrost gretja je $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Za doseganje želene temperature se lahko uporabi tudi konvekcijska komora s temperaturnim razponom od $-160\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $600\text{ }^{\circ}\text{C}$; hitrost segrevanja je do 60

°C/min. Obstajajo tudi posebne izvedbe komor, ki omogočajo meritve pri UV svetlobi, inertno ali s topilom nasičeno atmosfero, ki zmanjšuje izhajanje topil iz proučevanega materiala in visok tlak (Baiardo, 2008; Kariž in Šernek, 2009; TA Instruments-Rheometers, 2006).

2.4.2.2 Različne izvedbe meritev z reometrom

Poznamo dva načina izvedbe meritev z reometrom; rotacija in oscilacija. Oscilacija je primerna za proučevanje reologije viskoelastičnih snovi, medtem ko je rotacija primernejša za raziskavo kompleksnejšega obnašanja, kot je naprimer psevdoplastičnost (Mezger, 2006; Falcone in sod., 2008). Oscilatoren način preskušanja materiala je zelo podoben dinamični mehanski analizi DMA (dynamic mechanical analysis), ki je med drugim primerna za spremljanje procesa utrjevanja polimerov. Ob primerni amplitudi ne pride do porušitve vezi, ki so nastale med procesom utrjevanja, zato omogoča nedestruktivno spremljanje procesa utrjevanja. Za pravilno določitev reoloških lastnosti materiala je zelo pomembno, da je amplituda meritve v območju linearno viskoelastičnih deformacij materiala. V tem območju je odziv materiala neodvisen od velikosti deformacije. Pri takšni amplitudi tudi ne pride do porušitev v sami strukturi materiala (Thermal solutions, 1999).

2.4.3 Merjeni parametri

Reometer je instrument, ki meri viskoznost in viskoelastičnost tekočin, poltrdnih in trdnih snovi. Poda nam naslednje informacije:

- ❖ viskoznost kot funkcija strižne hitrosti ali napetosti, časovne in temperaturne odvisnosti,
- ❖ viskoelastične lastnosti (elastični strižni modul, viskozni strižni modul, dinamična viskoznost) v odvisnosti od časa, temperature, frekvence ter striga ali napetosti,
- ❖ časovno odvisne deformacije (relaksacija, lezenje).

V osnovi z rotacijskim reometrom merimo navor, kotno hitrost ter spremembo kota med oscilacijo oz. rotacijo (Baiardo 2008).

Navor je merilo, koliko sila F , ki deluje na telo, vpliva na vrtenje le-tega. Telo se vrti okoli točke, ki jo imenujemo os. Razdalja med osjo in točko, na katero deluje sila, imenujemo ročica r .

V reometru se napetost izračuna iz navora po naslednji formuli:

$$\sigma = K_{\sigma} \times M \dots [Pa] \quad \dots (11)$$

K_{σ} ... napetostna konstanta, ki je odvisna od geometrije [m^{-3}] ,

M ... navor [mNm].

Sprememba kota opisuje spremembo kota oz. razdaljo, skozi katero gre rotirajoče telo.

$$s = r \times \theta \dots [arc - razdalja] \quad \dots (12)$$

r ... radij kroga

θ ... centralni kot v rad

Pri reometrih z nastavljivo strižno napetostjo je sprememba kota neposredno povzročena preko motorja. Tako lahko preko spremembe kota izračunamo strižno deformacijo po naslednji formuli:

$$\gamma = K_{\gamma} \times \theta \quad \dots (13)$$

K_{γ} ... deformacijska konstanta, odvisna od geometrije

θ ... sprememba kota v rad

Kotna hitrost se lahko zapiše kot sprememba deformacije na enoto časa meritve. Iz kotne hitrosti lahko izračunamo strižno hitrost po naslednji formuli:

$$\dot{\gamma} = K_{\gamma} \times \Omega \quad \dots (14)$$

K_{γ} ... deformacijska konstanta, odvisna od geometrije

Ω ... kotna hitrost motorja v rad/s

Spremljanje reoloških lastnosti materiala z reometrom (npr. utrjevanje lepila pri povišani temperaturi) nam omogoča, da lahko reološko informacijo neposredno povežemo z mehanskimi lastnostmi materiala. Tega ni mogoče doseči z nobeno drugo tehniko, kot je npr. diferenčna dinamična kalorimetrija (ang. differential scanning calorimetry - DSC) (Zheng, 2002). Med oscilacijskim merjenjem vzorec materiala (lepila) obremenjujemo

sinusoidno pri določeni frekvenci in merimo odziv materiala. Zamik; fazni kot - δ med odzivom in napetostjo obremenjevanja je odvisen od narave materiala. Za popolnoma elastične materiale velja, da je fazni kot $\delta = 0^\circ$. Pri viskoznih materialih je fazni kot $\delta = 90^\circ$. Pri viskoelastičnih materialih pa je fazni kot med 0° in 90° . Pri utrjevanju lepil spremljamo kompleksno viskoznost (η^*) in dinamični strižni modul (G) z dvema ločenima komponentama, ki ju delimo na realno komponento (G') oz. elastični strižni modul ali modul akumulacije energije (»storage modulus«) in njegovo imaginarno komponento (G'') oz. viskozni strižni modul (»loss modulus«) ali modul energetske izgube (Das, 2005).

$$|G| = (G'^2 + G''^2)^{1/2} \dots \left[\frac{N}{mm^2} \right] \quad \dots (15)$$

Razmerje med elastičnim strižnim modulom in viskoznim strižnim modulom je določeno z tangensom faznega kota. Med obremenjevanjem se napetost v materialu spreminja sinusoidno z enako frekvenco, vendar z določenim zamikom – faznim kotom δ . Tako velja:

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad \dots (16)$$

Za opis viskoelastičnih količin pri oscilatornih strižnih pogojih izračunamo kompleksno viskoznost (η^*), ki predstavlja celoten odpor snovi proti toku. Lahko jo zapišemo kot:

$$\eta^* = \frac{G^*}{i\omega} \text{ ali } \left((G'^2 + G''^2)^{\frac{1}{2}} \right) / \omega \quad \dots (17)$$

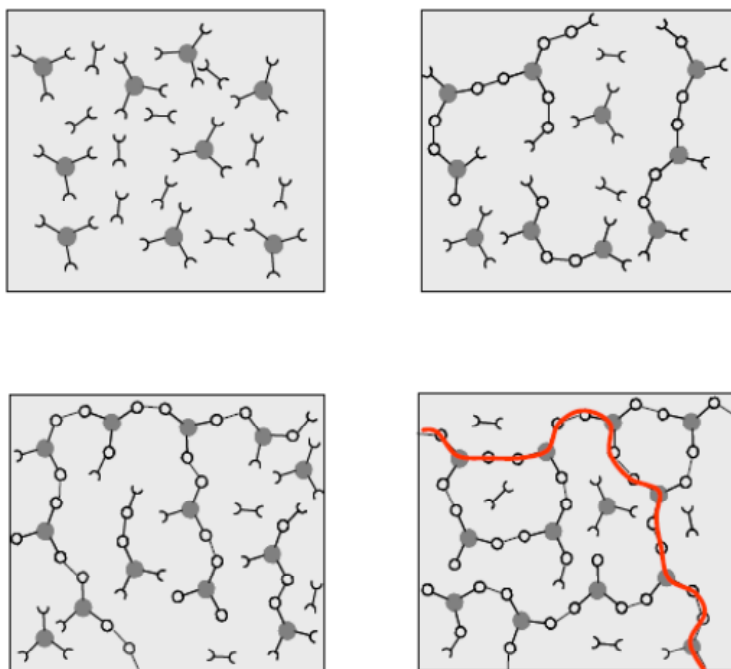
ω ... kotna frekvenca oscilacije

Za viskoelastične tekočine velja t.i. Cox-Merz-ovo pravilo, po katerem lahko iz meritev pri oscilatornih strižnih pogojih določimo strižno viskoznost pri destruktivnih strižnih pogojih (Zheng, 2002; Zupančič Valant, 2007; TA Instruments 2008). Potrebno je poudariti, da to pravilo ne drži za duromere (Zheng, 2002).

2.4.4 Spremljanje procesa utrjevanja lepil

Polimere lahko v osnovi delimo na naravne (celuloza, svila, naravni kavčuk ...) in sintetične, ki jih umetno pridobimo v kemičnih reaktorjih. Sintetične polimere lahko delimo na termoplaste, duroplaste in elastomere. Za termoplaste je značilno, da so topni v organskih topilih, taljivi, pri segrevanju se zmehčajo, pri čemer jih lahko oblikujemo. Tudi po ponovnem segrevanju jih lahko oblikujemo in obdržijo obliko. Duroplasti so netaljivi, pri segrevanju pa postanejo trdni. Ponovno segrevanje polimera ne omehča, zato je oblikovanje možno samo pri prvem segrevanju. Za elastomere je značilno, da pri vleku ali pritisku spremenijo obliko in po prenehanju delovanja obdržijo prvotno obliko.

Tipični predstavniki duromerov so fenolna in urea-formaldehidna lepila, nenasičeni poliestri in epoksidna lepila (Pascault in sod., 2002). Duromeri utrdijo skozi tri faze. V A fazi, imenovani tudi rezol, je smola še topna in taljiva. V B fazi je smola skoraj netopna, vendar je še vedno termoplastična. V tej fazi je smola relativno kratek čas, saj temperatura, ki povzroči tok, hkrati prične tudi zamreženje. Zamreženje se zaključi z zadnjo fazo polimerizacije - C fazo. V tej fazi produkt pri določeni temperaturi in tlaku v določenem času dokončno zamreži; nastane tridimenzionalna notranja struktura močno zamreženih polimernih verig (slika 20).



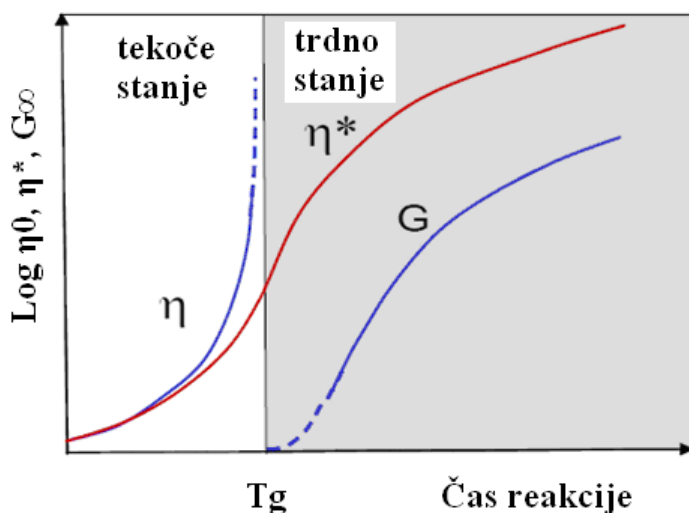
Slika 20: Shematska ponazoritev zamreženja med utrjevanjem duromerov: 1- nezreagiran monomer, 2 – nastanek kratkih razvejanih molekul, 3 – točka želiranja, nastanek kovalentnih vezi v vzorcu, 4 – utrjen, zamrežen polimer z nekaj nezreagiranimi skupinami (Franck, 2004)

Figure 20: Schematic representation of structural development during thermoset curing: 1- unreacted monomers, 2- formation of small branched molecules, 3- the gel point, 4- the cured, crosslinked polymer with some unreacted groups and reactants (Franck, 2004)

Pri utrjevanju duromerov pride do številnih reoloških sprememb. V začetku imamo lahko taljivo termoplastično smolo, ki se spremeni v tekočino z nizko viskoznostjo. Sledi gel stanje in končen trden proizvod. Poznavanje reoloških lastnosti v posamezni fazi je zelo pomembno, saj lahko tako material uporabimo čim bolj ekonomično in učinkovito. Tako na primer pri proizvodnji laminatov tok lepila vpliva na poroznost, homogenost utrjenega materiala in podobno.

Reologija duromerov se lahko proučuje s testi s stalnim strigom ali z dinamičnimi oscilatornimi testi. Prva skupina testov omogoča spremljanje viskoznosti duromerov samo v začetni fazi. Pri točki želiranja viskoznost pri stalnem strigu močno naraste in postane nemerljiva; preizkušane se zlomi ali počni. Dinamične oscilatorne meritve pa omogočajo

merjenje viskoznosti preko gel točke, vse do končno utrjenega preizkušanca (slika 21). To je mogoče, ker so meritve izvedene pri tako majhni deformaciji amplitude, da ne pride do porušitev vezi v gel stanju nastajajočega materiala (Franck, 2004).



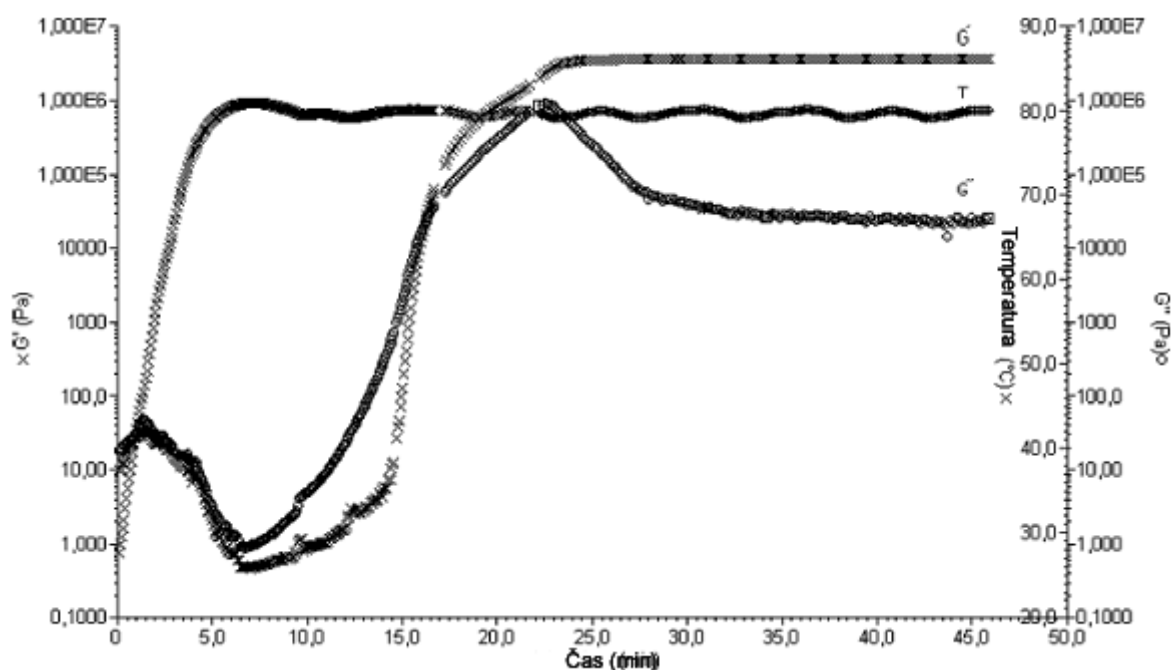
Slika 21: Meritve viskoznosti pri utrjevanju epoksidnega lepila (prirejeno po Franck, 2004)

Figure 21: Measurement of the viscosity of a curing epoxy resin (after Franck, 2004)

Tipičen primer spremljanja utrjevanja duromernega lepila z reometrom je prikazan na sliki 22. Oba modula (elastični strižni modul in viskozni strižni modul) na začetku s časom upadata, kar je posledica naraščanja temperature in s tem zmanjševanja viskoznosti. Zaradi tega je treba pri primerjavi rezultatov z ostalimi tehnikami upoštevati čas, ki je potreben za reometer, da doseže temperaturo utrjevanja. Ugotovimo lahko, da za porast temperature na 80 °C potrebujemo približno 5 min. Drugi problem, ki se pojavi pri meritvi, je majhno nihanje temperature zaradi nepopolnega uravnavanja. Ta vpliv na oba modula je sicer zelo majhen, viden predvsem na začetku procesa.

Po približno 7 min sledi močno povečanje viskoznega strižnega modula, kar odgovarja povečanju realne komponente kompleksne dinamične viskoznosti η' ($G'\omega$) kot posledica povečanja molekularne mase polimera. Pri nizkih frekvencah je elastični strižni modul majhen in se približuje ničli. V tem območju je viskozni strižni modul večji kot elastični strižni modul, zato je $\delta > 1$. Nato se elastični strižni modul nenadoma močno poveča in seka viskozni strižni modul; v točki, kjer se sekata, je $\tan \delta = 1$. Po tej točki je elastični

strižni modul večji kot viskozni strižni modul, zato postane $\tan \delta$ manjši kot 1. V začetku je veljalo, da je pri $\tan \delta = 1$ točka želiranja. Kasneje se je izkazalo, da je čas za doseg točke želiranja odvisen od frekvence. Na koncu elastični strižni modul zelo počasi narašča. Ko je temperatura utrjevanja pod temperaturo steklastega prehoda (T_{go}), vrh v krivulji viskoznega strižnega modula predstavlja točko zamreženja, nato se viskozni strižni modul uravnovesi in se ne spreminja več (Regueira in sod., 2005).

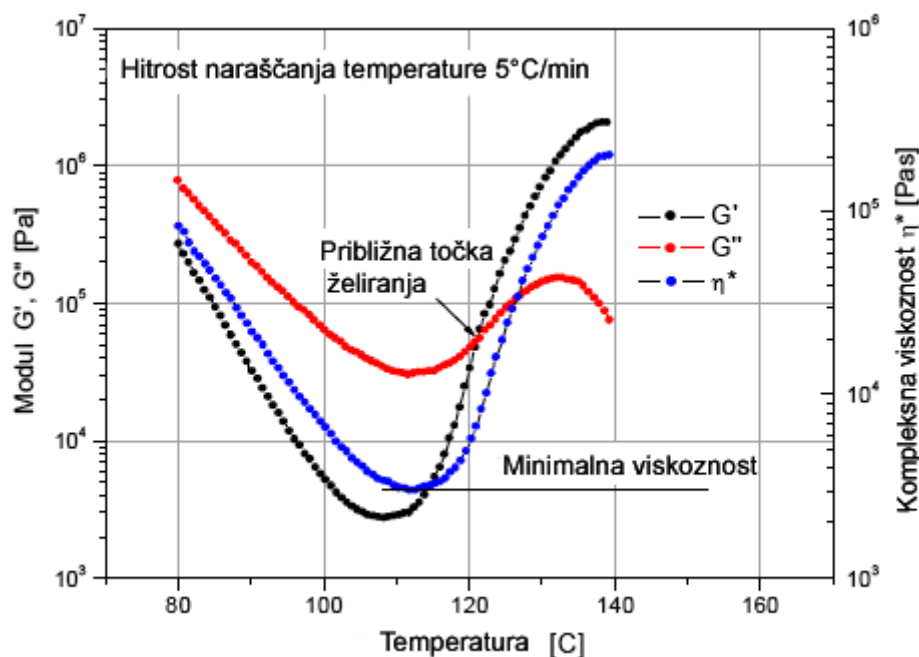


Slika 22: Spremljanje odvisnosti $\log G'$, $\log G''$ in temperature T v odvisnosti od časa pri isotermnih pogojih 80 °C za duromerno lepilo DGEBA ($n=0$)/m-XDA (prirejeno po Regueira in sod., 2005)

Figure 22: Plots of $\log G'$, $\log G''$ and temperature against time for the isothermal cure at 80 °C of the system DGEBA ($n=0$)/m-XDA (after Regueira in sod., 2005)

Točka želiranja predstavlja temperaturo ali čas, ki povzroči prvo vzpostavitev kovalentnih vezi preko celotnega vzorca polimera (začetek tridimenzionalne strukture). Molekulska masa pa postane neskončno velika. Točka zamreženja predstavlja prehod med elastično oz. tekočo snovjo v trdno snov. Točka želiranja je zelo pomembna pri določanju časa in temperature, pri kateri mora nastopiti tlak stiskanja. Ker so duromeri viskoelastični, z merjenjem viskoznosti preko gel točke pokrijemo samo viskozni del, ne pa tudi

elastičnega. Informacijo o elastičnih lastnostih materiala pridobimo z merjenjem dinamičnega strižnega modula (G) oz. njegovih komponent; elastični strižni modul (G') in viskozni strižni modul (G''); glej poglavje 2.4.3. Sečišče obeh modulov predstavlja točko, v kateri se prične gel stanje (slika 23).



Slika 23: Merjenje minimalne viskoznosti in približne gel točke za utrjevanje epoksidne smole (prirejeno po Franck, 2004)

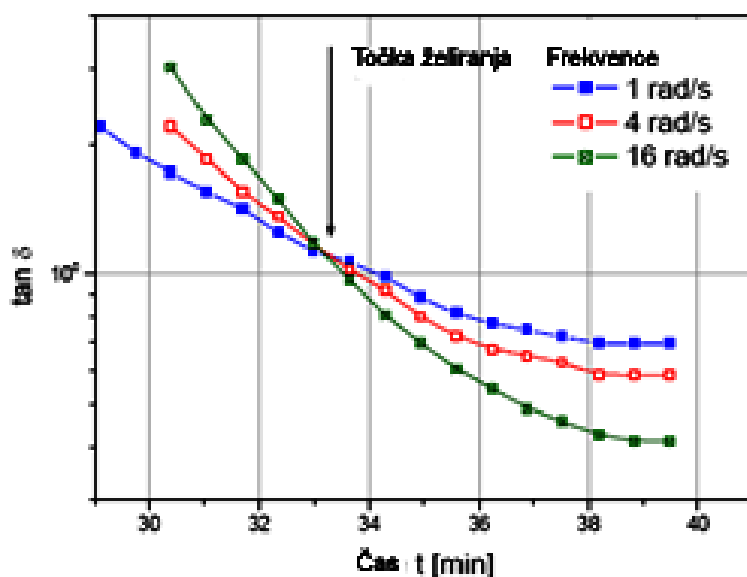
Figure 23: Measurement of the minimum viscosity and approximate gel point of a curing epoxy molding compound (after Franck, 2004)

Vendar je presečišče obeh modulov samo približna točka, kjer se začne želiranje. Ko se prične prehod v gel stanje, pride do sproščanja napetosti. Zato je potrebno za določitev točne gel točke izvesti veliko število zaporednih meritev, saj drugače napetosti, ki se sproščajo med formiranjem tridimenzionalne mreže, vplivajo na določitev točnega časa želiranja (Franck, 2004; Núñez in sod., 2005; Winter in sod., 1988; Laza in sod., 1998). Winter (1988) tako navaja, da se želiranje prične, ko je $\tan \delta$ neodvisen od frekvence meritev (slika 24). Ta metoda velja za najbolj zanesljivo za določanje točke želiranja. Točko, v kateri je $\tan \delta$ neodvisen od frekvence, lahko določimo s tehniko, ki omogoča izvajanje meritev pri večjih frekvencah hkrati (multiwave technique) (slika 25). Tako se

meritev izvaja pri osnovni frekvenci in večih harmoničnih frekvencah osnovne frekvence. Deformacija se meri za vsako frekvenco posebej in seštevek teh deformacij ne sme preseči linearnega viskoelastičnega področja preskušane materiala. Odziv »multiwave« oscilacije je nato s Fourier-jevo transformacijo pretvorjen v posamezen odziv za posamezno deformacijo. Ta tehnika je predvsem uporabna za hitro-utrujujoče materiale, ker so podatki za vse frekvence zbrani naenkrat, kar ne velja za ostale tehnike (npr. DMA).

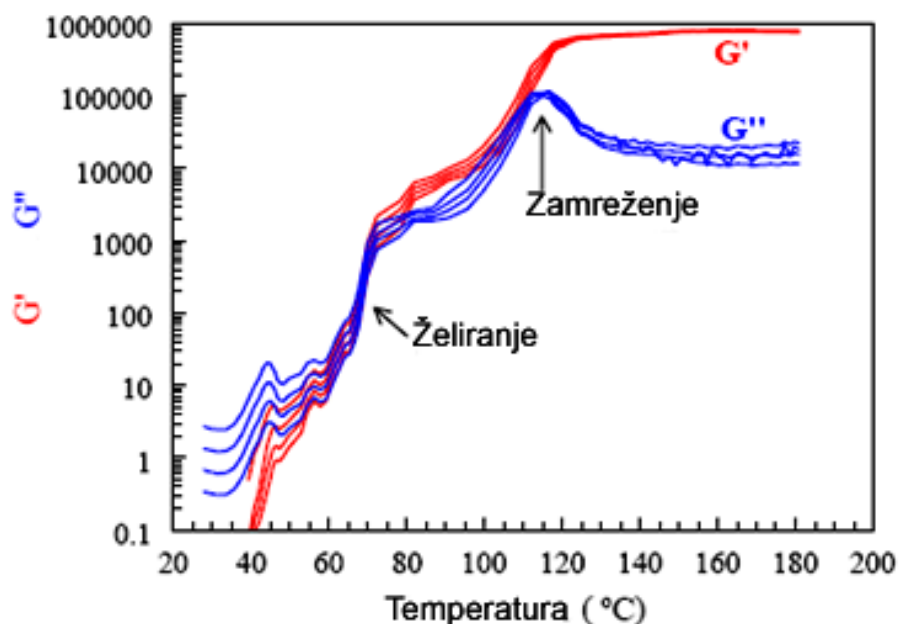
Za utrjevanje lepil je poleg točke želiranja pomembna tudi točka zamreženja. Poleg že omenjene metode pri kateri točko zamreženja predstavlja vrh v krivulji viskoznega strižnega modula pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz (ko je temperatura utrjevanja pod temperaturo steklastega prehoda), lahko točko zamreženja določimo še po naslednjih spremembah (Zheng, 2002):

- Preskok v odvisnosti elastičnega strižnega modula od frekvence obremenjevanja
- Vrh v krivulji $\tan \delta$ pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz
- Konec frekvenčne odvisnosti elastičnega strižnega modula



Slika 24: Točka želiranja, določena v sečišču $\tan \delta$ krivulj pri različnih frekvencah (prirejeno po Franck, 2004)

Figure 24: The precise gel point of a curing resin is identified by the intersection of $\tan \delta$ curves generated in several simultaneous frequency sweeps (after Franck, 2004)



Slika 25: Spremljanje utrjevanja fenol-formaldehidnega lepila za OSB plošče z »multiwave« tehniko
(prirejeno po Zheng, 2002)

Figure 25: A temperature ramp experiment on OSB phenol formaldehyde adhesive with multiwave technique
(after Zheng, 2002)

Poleg točke želiranja in točke zamreženja lahko z reometrom spremljamo tudi spremembe v viskoznosti materiala. Minimalna viskoznost predstavlja viskoznost, pri kateri je odpornost proti tečenju minimalna. Tako je pri proizvodnji laminatov pomembno, da je viskoznost dovolj nizka, da enakomerno omoči vlakna, hkrati pa ne sme biti prenizka, ker lahko pride do iztekanja na robovih (excessive bleeding) (Franck, 2004).

Reometer omogoča tudi spremljanje hitrosti segrevanja lepila. Hitrost segrevanja mora biti optimalna, ker vpliva na čas, ki je potreben za doseganje minimalne viskoznosti. Prehitro segrevanje povzroči nezaželene temperaturne gradiente, neenakomerno utrjevanje v materialu in neenakomerno poroznost le-tega (Rosca in Vergnaud, 2004; Franck, 2004).

Merjenje z reometrom nam omogoča, da eno oz. obe plošči reometra (jekleni, aluminijasti) nadomestimo z lesenimi ploščami oz. s podobnim poroznim materialom. Pri tem lahko nastanejo različni problemi, ki vplivajo na rezultate meritev. Witt (2004) poroča, da pri

uporabi fenol-resorcinol-formaldehidnega lepila pogosto pride do nastanka kože na površini lepila, ki je v direktnem stiku z atmosfero. Tako se na robovih lepilnega sloja med ploščama reometra ustvari koža na lepilni površini, ki vpliva na rezultate meritev. To se lahko prepreči z uporabo silikonskih olj na površini lepila, ki je v stiku z atmosfero. Lahko pa se okoli merilne geometrije ustvari nasičena atmosfera, ki zmanjša izhajanje topila iz lepila (ang. »solvent trap«). Pri uporabi lesenih merilnih plošč oz. diskov je zelo težko zagotoviti popolno vzporednost le-teh. Pogosto prihaja zaradi utrjevanja lepil do izhajanja topil v les in s tem posledično do nabrekanja merilnih plošč (Witt, 2004). Pri uporabi lesenih merilnih plošč mora reometer omogočati kompenzacijo temperaturnih raztezkov zaradi segrevanja ter krčenje in nabrekanje lesa zaradi navlaževanja s topilom in sušenje površine zaradi segrevanja (Zheng, 2002; Kariž in Šernek, 2009).

3 MATERIAL IN METODE

Eksperimentalni del naloge je bil sestavljen iz treh sklopov meritev. Prvi sklop je zajemal ugotavljanje reoloških lastnosti različnih epoksidnih lepil. V drugem sklopu smo proučevali vpliv vlažnosti na trdnost epoksidnega lepilnega spoja med lesom in jeklom. V tretjem sklopu pa smo izdelali VIVJP in ugotovili vpliv debeline lepilnega sloja in sidriščne dolžine na trdnost teh vezi.

3.1 PRIPRAVA MATERIALA IN PREIZKUŠANCEV ZA MERJENJE REOLOŠKIH LASTNOSTI LEPIL

3.1.1 Izbor in priprava lepila

Na začetku raziskave smo uporabili tri epoksidna lepila, raziskali njihove reološke lastnosti med utrjevanjem pri različnih temperaturah in nato izbrali najustreznejše lepilo za nadaljnje raziskave lepljenja lesa in jekla. Proučili smo tri različna komercialna epoksidna lepila. Vsa lepila so bila pripravljena po navodilih proizvajalcev. Za vsako lepilo smo pridobili varnostni list s podatki o lepilu.

Prvo lepilo ERGO 7211 EPOXY 2K 50 ml (7211) je bilo dvokomponentno lepilo s komponento A (brezbarvna) in komponento B (rumene barve). Viskoznost lepila pri 23 °C je 30000-45000 mPas. Razpon temperaturne obstojnosti je od -40 °C do +100 °C. Čas uporabnosti lepilne mešanice pri 23 °C je 100 min. Lepilo vsebuje N'-(3-aminopropil)-N,N-dimetilpropan-1,3-diamin. Reaktivni produkt je bisfenol-A-(epikloridin) epoksi smolo (skupna molekulska masa je 700) in bisfenol-F-(epikloridin). Pred uporabo se obe komponenti zmešata v razmerju 1:1. Lepilo proizvaja ERGO®.

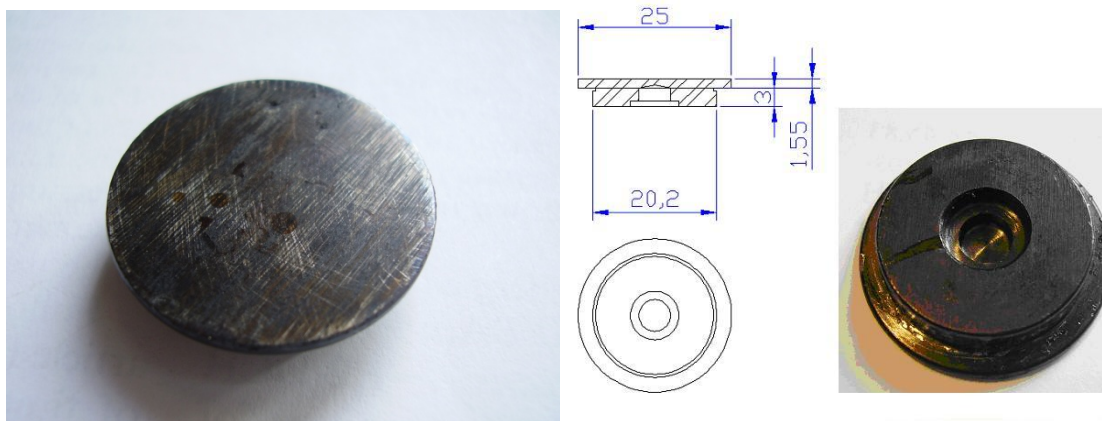
Kot drugo lepilo smo uporabili EPOX 210 A+B (EPOX 210). To je dvokomponentno lepilo s komponento A (brezbarvna) in komponento B (rumene barve). Viskoznost komponente A pri 25 °C je 500-900 mPas, komponente B pa 250 mPas. Viskoznost mešanice po 5 min je 600 mPa.s. Čas uporabnosti lepilne mešanice pri 20 °C je 30 min za 100 g in 11 min za 200 g. Komponenta A vsebuje 3-aminometil-3,5,5-tri-metil-cikloheksilamin, Benzil alkohol, m-ksililendi-amin in nonilfenol. Komponenta B vsebuje

epoksi smolo, C12-C14-Alkilglicideter. Razmerje mešanice obeh komponent je A:B = 2:1. Lepilo prodaja SAMSON KAMNIK d.o.o..

Tretje lepilo je bilo NEOSTIK EP 101 (EP 101). To je modificirano dvokomponentno epoksidno lepilo s komponento A (brezbarvna) in komponento B (rumeno- rjave barve). Viskoznost za komponento A pri 20 °C je 600 mPas. Komponenta A vsebuje 4,4'-(1-metiletilidene) bisfenol polimer z 2-(klorometil)oksiran s povprečno molekulsko maso $\leq 700\text{g/mol}$ in 2-[(2-metilfenoxy)metil]oksiran. Komponenta B vsebuje N,N'-bis(2-aminoetil)-1,2-etandiamin. Mešalno razmerje med komponentami je 1:1. Lepilo proizvaja Belinka Kemostik.

3.1.2 Izdelava jeklenih diskov za proučevanje reoloških lastnosti lepil

Za proučevanje reoloških lastnosti lepil se najpogosteje uporabi geometrija vzporednih plošč (ang. parallel plate). Standardni diski so največkrat narejeni iz aluminija ali jekla. Za ugotavljanje reoloških lastnosti lepil smo izdelali jeklene diske s premerom 25 mm in z nominalno natezno trdnostjo $f_u = 900 - 1000 \text{ N/mm}^2$ (slika 26).



Slika 26: Jekleni diski za proučevanje reoloških lastnosti lepil

Figure 26: Steel discs for studying the rheological properties of adhesives

Z uporabo te vrste jekla smo zagotovili podobne pogoje za utrjevanje lepil kot nastopajo pri VIVJP, saj so jeklene palice izdelane iz enake kvalitete jekla. Na hrbtni strani so imeli diski izdelan utor, v katerega smo vstavili senzor za spremljanje temperature.

3.1.3 Izdelava lesenih diskov za proučevanje reoloških lastnosti lepil

Za določitev reoloških lastnosti lepil smo poleg jeklenih diskov izdelali še lesene diske. Uporaba lesenih diskov nam je omogočila natančno proučevanje reoloških lastnosti lepil v sistemu les-lepilo-jeklo. Tako smo pri merjenju reoloških lastnosti lepil z reometrom uporabili tri kombinacije dveh diskov:

- jeklo - lepilo - jeklo,
- jeklo - lepilo - les,
- les - lepilo - les.

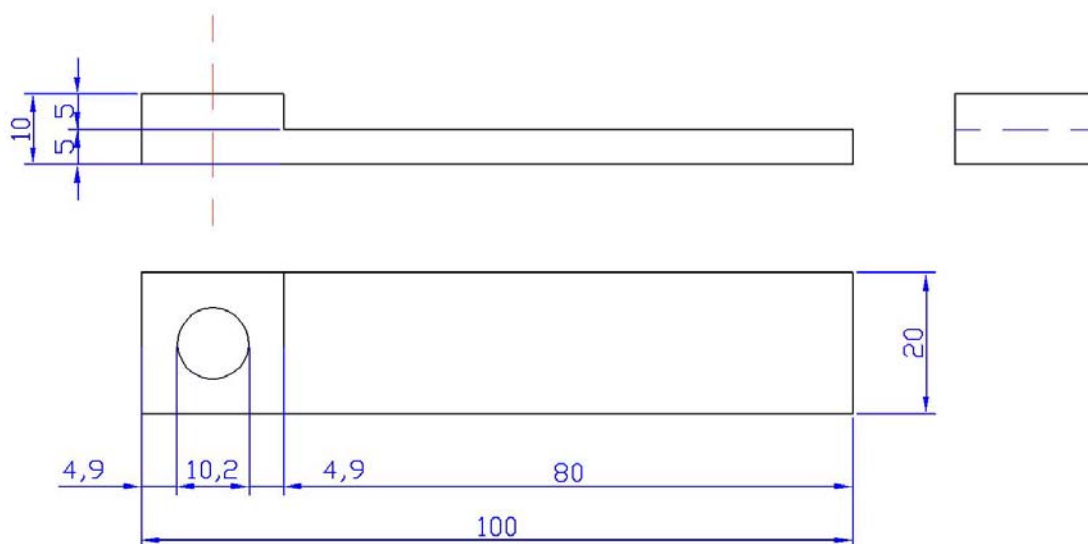
Lesene diske smo izdelali iz zračno suhih smrekovih lamel (*Picea abies* L.) z gostoto med 440 kg/m^3 in 460 kg/m^3 . Smrekove lamele so imele prevladujočo radialno strukturo z enakomernimi branikami. Diske smo izdelali tako, da smo lamele z vakuumskimi nastavki vpeli na mizo CNC nadmiznega rezkarja in v lamelo vrezali želeno obliko diskov z dvorezilnim rezkarjem $\varnothing 6 \text{ mm}$. Nato smo z rezkarjem v obliki krožne žage diske izžagali iz lamele. Sledila je kontrola kakovosti in ročno brušenje diskov. Nato smo jih klimatizirali v standardni klimi pri temperaturi $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ in relativni zračni vlažnosti (RZV) 65 %.

3.2 PRIPRAVA MATERIALA IN PREIZKUŠANJEV ZA PROUČEVANJE VPLIVA VLAŽNOSTI NA TRDNOST LEPILNEGA SPOJA MED LESOM IN JEKLKOM

3.2.1 Izdelava kovinskega dela preizkušancev s preklpom

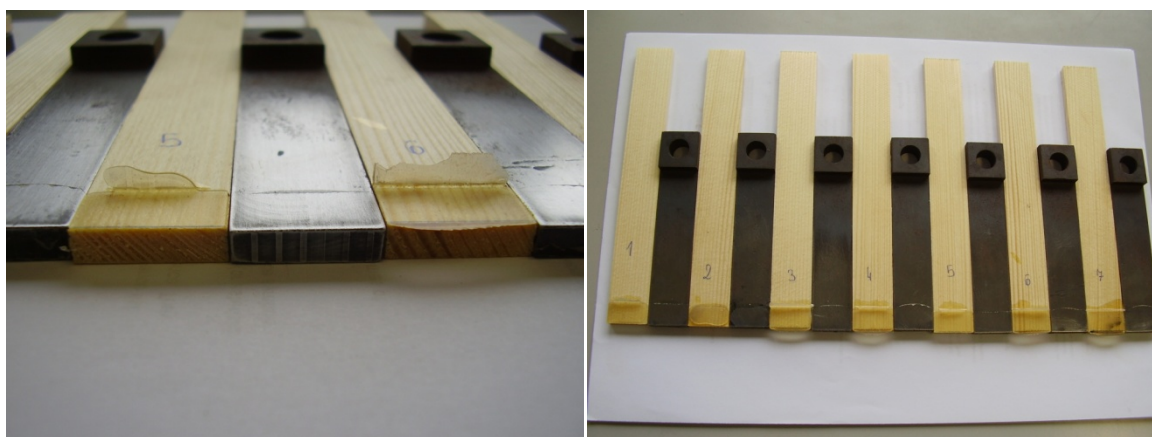
Za proučevanje vpliva vlažnosti na trdnost epoksidnega lepilnega spoja med lesom in jeklom smo izdelali preizkušance s preklpom. Preizkušance smo naredili tako, da je bil en del preizkušanca iz lesa, drugi del preizkušanca pa iz jekla. Oba dela preizkušanca smo med seboj zlepili. V ta namen smo izdelali posebne jeklene plošče ustreznih dimenzij, ki smo jih uporabili za izdelavo preizkušancev (sliki 27 in 28). Plošče smo izdelali iz jekla z nominalno natezno trdnostjo $f_u = 900 \text{ N/mm}^2 - 1000 \text{ N/mm}^2$, ter tako ustvarili enake pogoje za adhezijo, kot nastopajo pri VIVJP. Izdelali smo 14 merilnih plošč in tako zagotovili 14

ponovitev pri merjenju trdnosti lepilnega spoja za posamično proučevano vlažnost. Po vsaki meritvi smo plošče s povišano temperaturo očistili in pripravili za naslednje lepljenje.



Slika 27: Jeklene plošče za izdelavo preizkušancev s preklopom

Figure 27: Steel plates for the production of specimens with a single lap joint



Slika 28: Jeklene plošče za izdelavo preizkušancev s preklopom po merjenju na trgalnem stroju

Figure 28: Steel plates for the production of specimens with a single lap joint after measurements have been performed on a tensile testing machine

3.2.2 Izdelava lesenega dela preizkušancev s preklopom

Za izdelavo lesenega dela preizkušancev s preklopom smo iz zračno suhih smrekovih plohov (*Picea abies* L) s krožnim žagalnim strojem in debelinskim skobelnim strojem izdelali lamele, ki so bile 150 mm dolge, 20 mm široke in 5 mm debele. Izdelali smo tri sklope lamel glede na orientacijo lesnih vlaken:

- lamele s prevladujočo radialno orientacijo,
- lamele s tangencialno orientacijo in
- lamele z radialno - tangencialno orientacijo.

Pri izdelavi smo pazili, da so imele lamele enakomerno široke branike. Lamele smo nato klimatizirali v standardni klimi pri temperaturi 20 °C in relativni zračni vlažnosti 65 %. Vse tri skupine lamel so bile izdelane iz lesa s povprečno gostoto 481,9 kg/m³ s standardnim odklonom (σ) 60,2 kg/m³.

3.2.3 Sestava preizkušancev s preklopom

Za izdelavo preizkušancev s preklopom smo izdelali železno šablono, ki je služila za fiksiranje preizkušancev med lepljenjem. Ploščo smo izdelali tako, da je bila polovica plošče po širini tanjša za 5,5 mm (slika 29). Jeklene plošče in preizkušanci iz lesa so bili debeline 5 mm. Te smo položili na izdelano šablono, kot prikazuje slika 30. Ker je bil jekleni del preizkušanca s preklopom debeline 5 mm, šablone pa 5,5 mm, smo tako dobili 0,5 mm debel lepilni sloj med obema lepljencema (pozicija 3 na sliki 30). Da smo preprečili dotikanje preizkušancev med seboj in s tem povezano sprijemanje, smo mednje namestili lesene distančne ploščice. Za čim bolj natančno prileganje lesenih lamel na šablono smo le te še dodatno obtežili. Lepljenje smo izvedli pri $T = 20 \pm 2$ °C in $RZV = 65 \pm 5$ %. Preizkušance smo v šablono pustili vsaj 48 ur.

Ker smo proučevali vpliv vlažnosti na trdnost lepilnega spoja, smo preizkušance po lepljenju premestili v klimatske komore s temperaturo 20 °C in z različnimi RZV:

- 43 % – 44 % (pričakovana ravnovesna vlažnost lesa 8 %),
- 66 % – 67 % (pričakovana ravnovesna vlažnost lesa 12 %) in
- 87 % – 88 % (pričakovana ravnovesna vlažnost lesa 20 %).

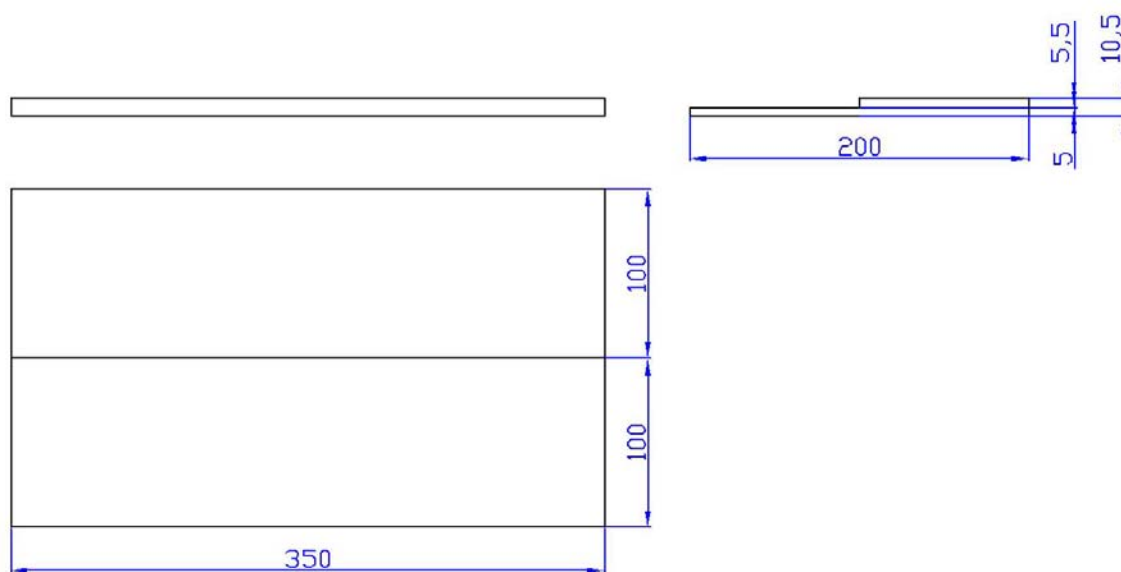
Izdelali smo 14 preizkušancev za vsako od devetih proučevanih skupin (3 strukture x 3 vlažnosti) ali skupaj 126 preizkušancev. Poleg preizkušancev smo v vsako klimatsko komoro priložili še 6 kontrolnih lamel, s katerimi smo s tehtanjem spremljali proces uravnovešanja lamel na željeno ravnovesno vlažnost. Ko se masa kontrolnih lamel ni več spreminjala, smo z gravimetrijsko metodo določili vlažnost lamel po naslednji formuli:

$$u(\%) = \frac{m_u - m_0}{m_0} * 100 \quad \dots (18)$$

u ... odstotek vlažnosti lesa (%)

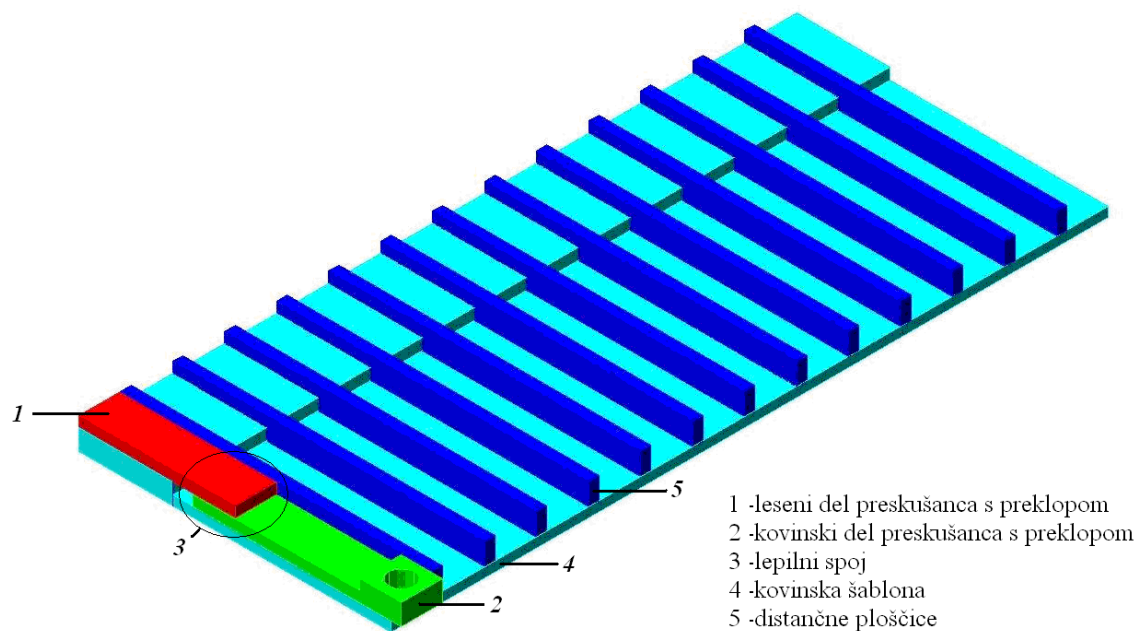
m_u ... masa vlažnega lesa (kg)

m_0 ... masa suhega lesa (kg)



Slika 29: Šablona za izdelavo preizkušancev s preklpom

Figure 29: The model for the production of specimens with a single lap joint

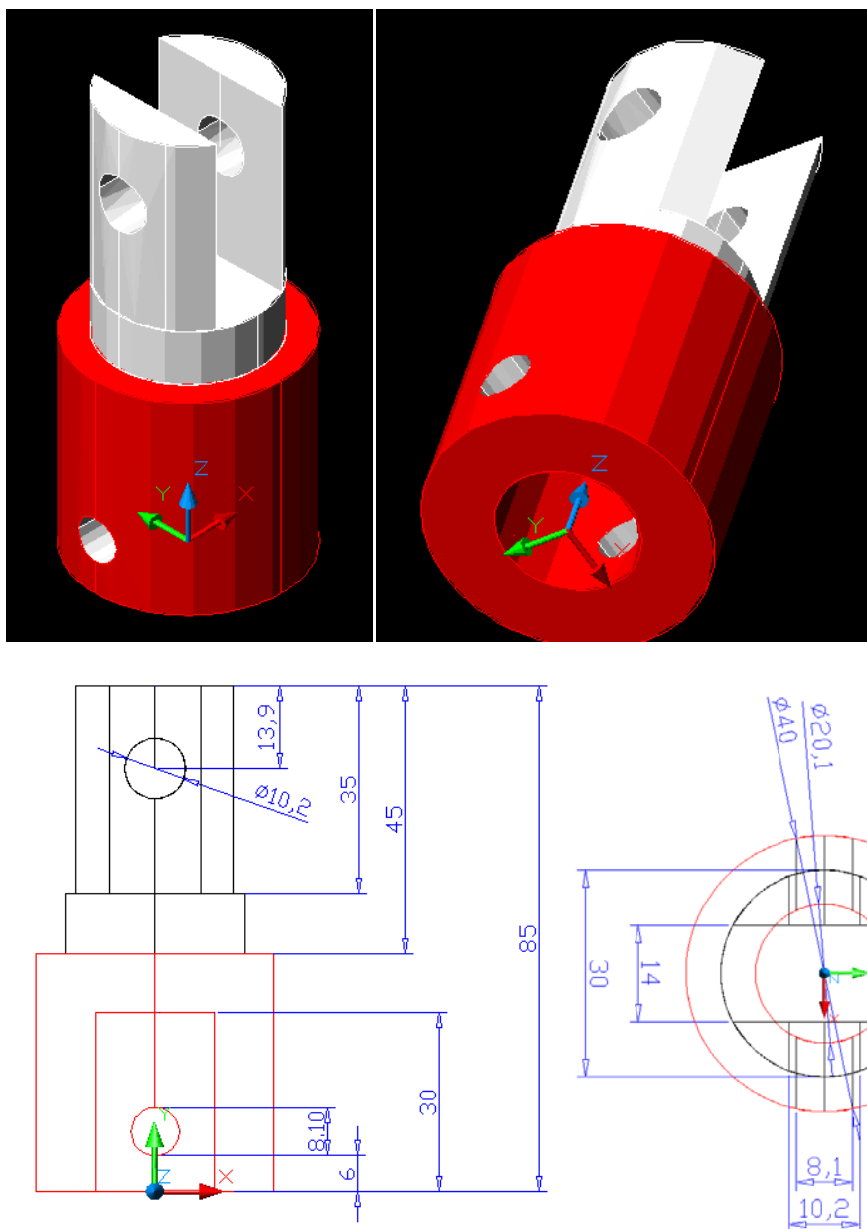


Slika 30: Sestava preizkušancev s preklopom z uporabo šablone

Figure 30: Composition of the test specimens with single lap joints using a model

3.2.4 Izdelava čeljusti za trgalni stroj

Za izvedbo meritev strižne trdnosti lepilnega spoja na trgalnem stroju smo morali izdelati čeljust, v katero smo vpeli jekleni del preizkušancev s preklopom (slika 31).



Slika 31: Čeljust za vpetje jeklenega dela preizkušanca s preklopom

Figure 31: Jaws for clamping the steel part of the test specimens with single lap joints

Čeljust smo izdelali iz jekla z nominalno natezno trdnostjo $f_u = 900 \text{ N/mm}^2 - 1000 \text{ N/mm}^2$. Debelejši odebeljeni del čeljusti smo s sornikom vpeli na zgornji trn trgalnega stroja. V spodnji ožji del čeljusti pa smo vstavili kovinski del preizkušanca s preklopom in ga s sornikom vpeli v čeljust. Drugi (leseni) del preizkušanca pa smo vpeli v spodnjo standardno čeljust trgalnega stroja. Pri tem smo pazili, da je bil celoten preizkušanec poravnan v vertikalni smeri.

3.2.5 Priprava lepila

Za lepljenje preizkušancev s preklpom smo uporabili lepilo ERGO 7211 EPOXY 2K, katerega priprava in uporaba je opisana v poglavju 3.1.1.

3.3 PRIPRAVA MATERIALA IN PREIZKUŠANCEV ZA IZDELAVO VIVJP

3.3.1 Izdelava VIVJP

3.3.1.1 Izdelava lesenega dela VIVJP

V tretjem sklopu meritev smo izdelali VIVJP ter ugotavljali vpliv debeline lepilnega sloja in sidriščne dolžine na trdnost same vezi. Leseni del VIVJP smo izdelali iz smrekovega lesa. Iz zračno suhih smrekovih plohov smo s tračnim žagalnim strojem izžagali preizkušance ustreznega prereza in dolžine z nadmero. Pri razžagovanju smo pazili, da so branike potekale vzdolžno, torej vzporedno z dolžino preizkušanca. Končne dimenzije preizkušancev smo dosegli s skobljanjem na debelinskem skobeljnem stroju. Tako smo pripravili naslednje kombinacije preizkušancev:

- trije različni premeri izvrtin oz. tri različne debeline lepilnega sloja: 0,0 mm; 0,5 mm in 1,0 mm,
- dve sidriščni dolžini: 100 mm in 150 mm,
- dva različna premera palic: 10 mm in 12 mm,

Izdelali smo šest preizkušancev za vsako kombinacijo oz. skupaj 72 preizkušancev. Dolžina lesenega dela preizkušancev je bila 650 mm. S takšno dolžino preizkušanca smo zagotovili dovolj veliko oddaljenost mesta porušitve med lesom in kovino od mesta pokanja lesa, ki se je pojavilo ob vpetju lesa v spodnjo čeljust trgalnega stroja. S tem smo preprečili vpliv porušitve lesa v spodnji čeljusti na rezultat meritve. Prerez preizkušancev smo določili glede na premer vlepljene palice, pri čemer smo upoštevali varnostno razdaljo od roba preizkušanca, ki je potrebna, da ni prišlo do nezaželenega prečnega pokanja po lesu med palico in robom preizkušanca. Minimalna razdalja od roba preizkušanca do palice ni bila manjša od 2 do 4-kratnega premera jeklene palice. Razdaljo od roba preizkušanca do palice smo izračunali po formuli, ki predpisuje naslednje razmerje ploščin med palico in prerezom preizkušanca:

$$\frac{A_{lesa}}{A_{palice}} = 37 - 39 \quad \dots (19)$$

A_{lesa} ... ploščina prereza preizkušanca

A_{palice} ... ploščina prereza palice

Tako smo izdelali 36 lesenih preizkušancev s kvadratnim prerezom 56 mm × 56 mm in 36 preizkušancev s kvadratnim prerezom 67 mm × 67 mm. V vsako skupino preizkušancev smo nato izvrtali tri različne premere izvrtin. V skupini preizkušancev z manjšim prerezom stranice (56 mm × 56 mm) smo naredili šest preizkušancev s premerom izvrtine Ø_i 10 mm, šest s premerom izvrtine 11 mm in šest s premerom izvrtine 12 mm. Tako smo pri premeru jeklene palice Ø 10 mm zagotovili tri debeline lepilnega sloja: 0,0 mm; 0,5 mm in 1,0 mm. Izdelali smo 18 preizkušancev s sidriščno dolžino 100 mm. Ker smo proučevali tudi vpliv sidriščne dolžine, smo izdelali še 18 enakih preizkušancev s sidriščno dolžino 150 mm.

V skupini preizkušancev z večjim prerezom stranice (67 mm × 67 mm) smo naredili šest preizkušancev s premerom izvrtine Ø_i 12 mm, šest s premerom izvrtine 13 mm in šest s premerom izvrtine 14 mm. Tako smo pri premeru jeklene palice Ø 12 mm dobili 0,0 mm; 0,5 mm in 1,0 mm debel lepilni sloj. Skupaj smo tako izdelali 18 preizkušancev s sidriščno dolžino 100 mm. Enako kot pri manjšem prerezu smo tudi tu izdelali še 18 preizkušancev s sidriščno dolžino 150 mm.

3.3.1.2 Izdelava jeklenih palic za VIVJP

Iz metrskih jeklenih palic (nominalna natezna trdnost palice je bila $f_u = 900 \text{ N/mm}^2 - 1000 \text{ N/mm}^2$) premera Ø 10 mm in Ø 12 mm z metričnim navojem smo s kotnim brusilnikom narezali palice krajše dolžine. Za preizkušance z globino izvrtine 100 mm smo izdelali palice dolžine 150 mm. Za preizkušance z globino izvrtine 150 mm pa smo izdelali jeklene palice dolžine 200 mm. Tako smo zagotovili 50 mm jeklene palice izven lesenega dela, ki je potrebna za učinkovito vpetje v zgornjo čeljust trgalnega stroja. Jeklene palice smo po razrezu še primerno obdelali; potrebno je bilo popraviti navoj na mestu razreza, ki je potreben za vpetje v čeljust. Pred lepljenjem smo palice temeljito sprali s trikloretilenom

ter jih tako očistili in razmastili. Tako smo preprečili vnos nečistoč v epoksidno lepilo oz. lepilni sloj.

3.3.1.3 Sestava VIVJP

Po izdelavi izvrtin smo ustrezno pripravili lepilo in ga s posebno dozirno cevjo, ki je hkrati tudi mešala obe komponenti v razmerju 1:1, nanесли v izvrtino. Količina vnešenega lepila je bila odvisna od kombinacije premera palice, sidriščne dolžine in premera izvrtine. Pri enakem premeru jeklene palice in izvrtine je bila količina vnesenega lepila enaka volumnu prostora v metričnem navoju palice. Nato smo vstavili jekleno palico. Pri tem smo pazili, da je bila palica pri izvrtinah z nadmero vedno v sredini izvrtine. Tako smo zagotovili enakomerno debelino sloja po celotni dolžini vlepljanja jeklene palice. Prav tako smo pazili, da smo izločili ves zrak, ki se je ujel v lepilni sloj med samim lepljenjem. Po končanem lepljenju smo preizkušance pustili 48 ur, da je lepilo dokončno utrdilo.

Del preizkušanca z jekleno palico smo v trgalni stroj vpeli s posebno čeljustjo. Čeljust smo izdelali iz železnih profilov pravokotne oblike s prerezom 10 mm × 70 mm in nosilne plošče 15 mm × 70 mm, ki smo jih med sabo zvarili (slika 32).



Slika 32: Čeljust za vpetje kovinskega dela VIVJP

Figure 32: Jaws for clamping the metal part of the glued-in rod

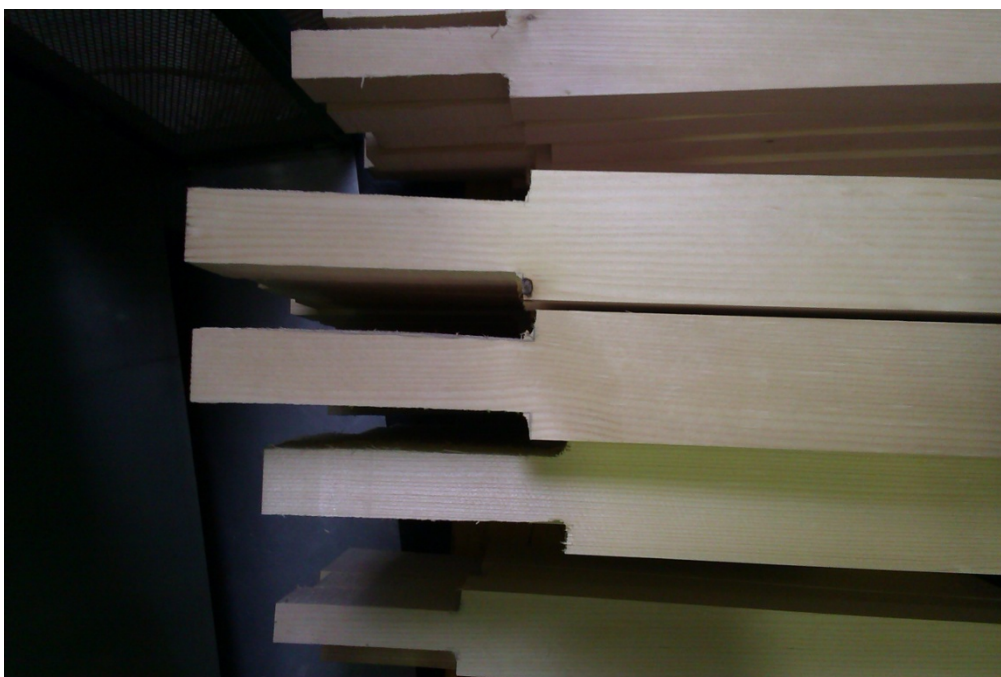
Čeljust je bila narejena tako, da smo lahko ploščati del stisnili med standardne čeljusti trgalnega stroja, spodnji del čeljusti pa je imel debelejšo ploščo z izvrtino, skozi katero smo nato vstavili del jeklene palice, ki je bila vlepljena v les, in jo pritrdili z ustreznimi maticami odvisno od premera palice. Premer izvrtine nosilne plošče je bil 13 mm (slika 33).



Slika 33: Čeljust za vpetje kovinskega dela VIVJP, vidna nosilna plošča in pritrditev vijaka z maticami

Figure 33: Jaws for clamping the metal part of a glued-in rod, showing load-bearing plate and the fixing of bolts with nuts

Za vpetje lesenega dela preizkušanca v čeljust trgalnega stroja smo na koncu lesenega dela preizkušanca izdelali pero dolžine 150 mm in širine 33 mm (slika 34). Tako smo omogočili trdno vpetje preizkušanca v čeljust. Pri prehodu peresa v preizkušaneč smo se odločili za izdelavo izvrtine, ki je pri obremenjevanju onemogočila pokanje lesa vzdolž peresa (slika 35). Preizkušaneč smo vedno vpeli tako, da je 30 mm peresa segalo čez spodnji rob vpenjalne čeljusti. Zaradi velike sile pri zapiranju čeljusti je prišlo do porušitve lesa na območju vpetja. Del peresa, ki je segal čez spodnji rob čeljusti, je tako ustvaril klin, ki je preprečil drsenje preizkušanca med obremenjevanjem (slika 36).



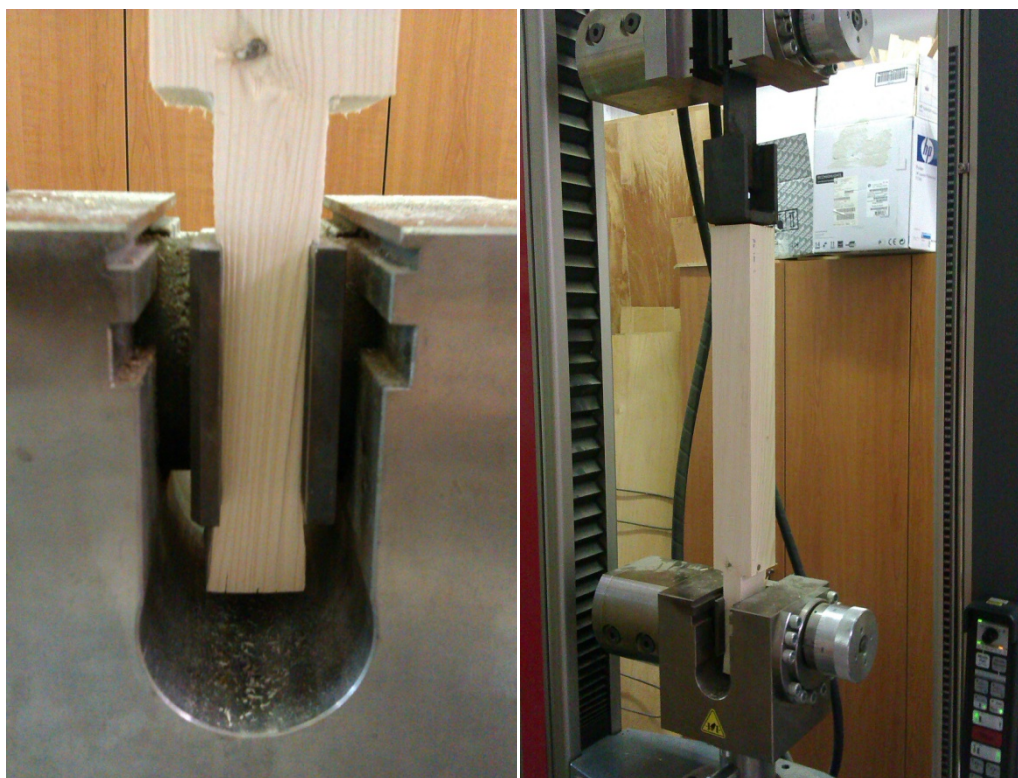
Slika 34: Pripravljena peresa preizkušancev

Figure 34: Prepared test specimens for clamping in the wooden part



Slika 35: Izvrtine za enakomernejšo porazdelitev sil v območju vpetja preizkušanca

Figure 35: Holes for the uniform distribution of clamping forces in the area of clamping

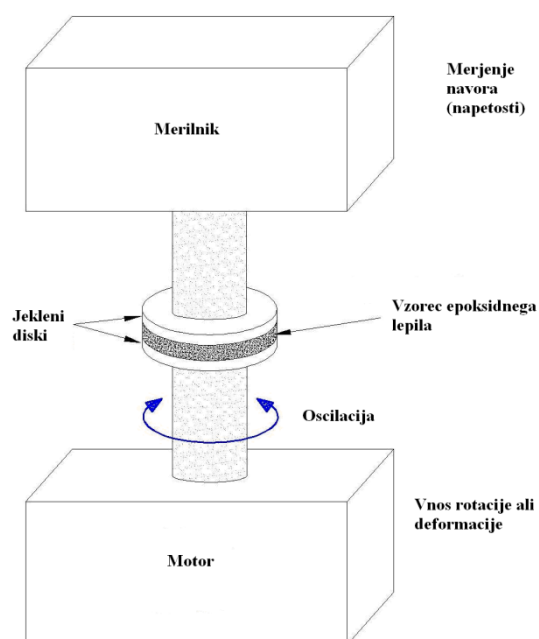


Slika 36: Vpetje lesenega dela preizkušanca v spodnjo čeljust trgalnega stroja (levo) in vpetje celotnega preizkušanca (desno)

Figure 36: Fixing of the wooden part of the specimen in the lower jaws of the tensile testing machine (left) and installation of the whole test specimen (right)

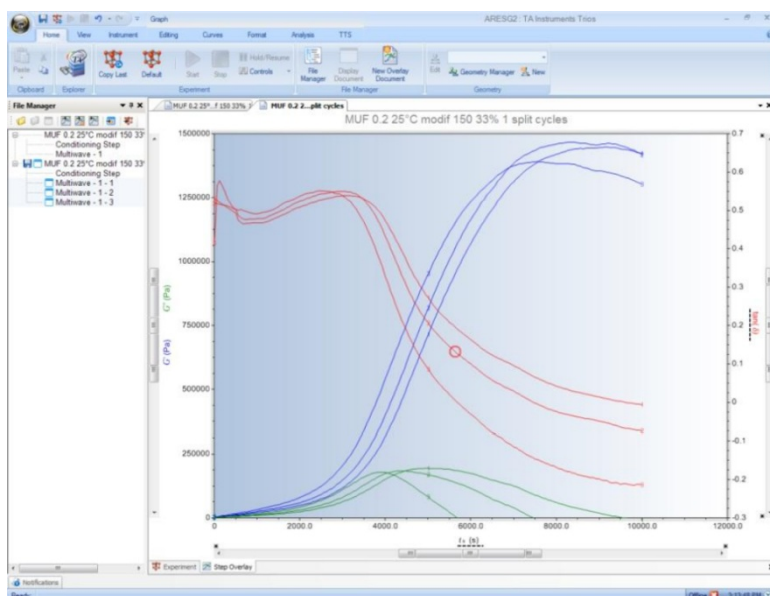
3.4 MERITVE REOLOŠKIH LASTNOSTI MED UTRJEVANJEM LEPIL

Reološke meritve smo izvedli z reometrom ARES G2 oz. Advanced Rheometric Expansion System proizvajalca TA Instruments (slika 37). Reometer ima nastavljivo strižno napetost, ločen motor in merilnik ter zračne ležaje osi motorja in merilnika. Lahko meri pri frekvencah do 100 Hz, maksimalen navor pa znaša 200 mNm. Posebni senzorji omogočajo direktno merjenje temperature v spodnji in zgornji plošči. S programsko opremo Trios lahko načrtujemo in spremljamo meritve (slika 38).



Slika 37: Zasnova rotacijskih reometrov, desno ARES G2

Figure 37: Design of the rotational rheometers, right ARES G2



Slika 38: Prikaz reoloških meritev utrjevanja lepila s programom Trios

Figure 38: Example of rheological measurements of adhesive curing using Trios software

Za doseganje kontroliranih ponovljivih pogojev pri meritvah ima reometer konvekcijsko komoro, ki omogoča temperaturni razpon od $-160\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. Hitrost segrevanja znaša do $60\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

3.4.1 Tehnike merjenja z reometrom

V naši raziskavi smo uporabili dva načina določevanja značilnih sprememb v lepilu med utrjevanjem. Točko želiranja in točko zamreženja smo določili pri konstantni frekvenci obremenjevanja in nato še s tehniko, kjer se meritev izvaja pri osnovni frekvenci in več harmoničnih frekvencah osnovne frekvence (multivawe oscillation).

3.4.1.1 Merjenje pri konstantni frekvenci obremenjevanja

V prvem sklopu reoloških meritev smo točko želiranja in točko zamreženja določili pri konstantni frekvenci obremenjevanja. Uporabili smo merilno geometrijo dveh vzporednih plošč-diskov s premerom 25 mm, narejenih iz jekla z nominalno natezno trdnostjo $f_u = 900 - 1000\text{ N/mm}^2$ (slika 26). Vse meritve so bile izvedene pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz. Deformacija je bila 0,01 rad, razmik med ploščama pa je znašal 0,5 mm. Prostornina lepila med ploščama je bila $245,43\text{ mm}^3$. V vseh eksperimentih je bila uporabljena sinusoidna

obremenitev, ki je osnova za izračun elastičnega strižnega modula (G') in viskoznega strižnega modula (G'').

Vsa lepila so bila pripravljena po navodilih proizvajalcev (poglavje 3.1.1). Ko je bilo lepilo pripravljeno, smo potrebno količino takoj nanесли na spodnji merilni disk reometra. Nato smo približali zgornji merilni disk na predvideno razdaljo (0,5 mm) in po potrebi odstranili odvečno lepilo, ki bi lahko kasneje iztekalo na robu med merilnima diskoma. Lepilni preizkušanec smo nato hitro segreli (60 °C/min) do predvidene temperature utrjevanja. Za vsako posamezno lepilo smo uporabili pet različnih temperatur utrjevanja: 30 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C in 80 °C. Meritev smo vedno začeli takrat, ko smo dosegli ciljno temperaturo. Dodatno smo za vsa tri lepila izvedli še ohlajanje iz 80 °C na 30 °C ter tako ugotovili vpliv ohlajanja na reološke lastnosti proučevanih lepil. Meritev smo pričeli, ko je bila dosežena temperatura segrevanja 80 °C. Ko je bil dosežen maksimalen G' , smo segrevanje prekinili. Nato se je začelo postopno ohlajanje z 80 °C na 30 °C s temperaturnim korakom 30 °C/min.

Med izvajanjem meritev smo z programskimi nastavitvami reometra kompenzirali termično nabrekanje lepilnega preizkušanca in s tem povezane dimenzijske spremembe in tako preprečili nastanek dodatnih napetosti v samem preizkušancu. Tako smo lahko spremljali reološke spremembe skozi celoten čas utrjevanja. Vsi lepilni preizkušanci so bili pripravljene v laboratoriju pri 20 °C in 65 % RZV.

3.4.1.2 Merjenje z več frekvencami obremenjevanja hkrati

V drugem sklopu reoloških meritev pa smo s tehniko »multivawe oscillation« natančno določili značilne točke utrjevanja lepila, ki smo ga izbrali glede na rezultate iz prvega dela meritev. Za nadaljnje raziskave smo uporabili lepilo ERGO 7211. Podobno kot v prvem delu meritev smo tudi pri teh meritvah uporabili geometrijo dveh vzporednih plošč-diskov s premerom 25 mm. Za čim bolj nazorno proučevanje utrjevanja lepila v lepilnem sloju oz. adhezivnem sistemu les-lepilo-jeklo smo uporabili še dve dodatni kombinaciji merilnih plošč oz. diskov in sicer les-les in les-jeklo.

Priprava merilnih diskov je opisana v poglavju 3.1.3. Meritve smo izvedli pri osnovni frekvenci in večih harmoničnih frekvencah osnovne frekvence. Nastavljeni parametri pri spremljanju reoloških lastnosti lepila ERGO 7211 so prikazani v preglednici 2.

Preglednica 2: Parametri pri spremljanju reoloških lastnostih lepila ERGO 7211

Table 2: Parameters for monitoring the rheological properties of adhesives ERGO 7211

Parameter	Les-les	Les-jeklo
Interval meritev	60 s	60 s
Minimalna aksialna sila- občutljivost	0 N/ 0,01N	0 N/ 0,01N
Maksimalna sila- občutljivost	0 N	0 N
Frekvenca (osnovna in harmonične)	1Hz/ 5,0e-3	1Hz/ 5,0e-3
	4Hz/ 3,0e-3	4Hz/ 3,0e-3
	8Hz/ 1,0e-3	8Hz/ 1,0e-3

Vse meritve so bile izvedene pri amplitudi 0,01 rad. Razmik pri obeh kombinacijah plošč je bil 0,5 mm. Razmik med ploščama je bil razmeroma velik, vendar smo se zanj odločili zato, da smo se čim bolj približali pogojem utrjevanja pri VIVJP. Kot je opisano v poglavju 3.3.1.1, je bil razmik med jekleno palico in površino lesa oz. debelina lepilnega sloja med 0 mm in 1 mm. Prostornina lepila je bila enaka kot pri meritvah s konstantno frekvenco obremenjevanja; 245,43 mm³. Ko je bilo lepilo pripravljeno, smo potrebno količino le-tega takoj nanесли na spodnji merilni disk reometra. Nato smo približali zgornji merilni disk na predvideno razdaljo (0,5 mm) in po potrebi odstranili odvečno lepilo, ki bi lahko kasneje iztekalo na robu med merilnima diskoma. Lepilni preizkušaneц smo nato hitro segreli (60 °C/min) do predvidene temperature utrjevanja. Meritev smo vedno začeli takrat, ko smo dosegli ciljno temperaturo. Uporabili smo pet različnih temperatur utrjevanja: 30 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C in 80 °C. Tako pri kombinaciji merilnih plošč les-les kot tudi les-jeklo smo z programskimi nastavitvami reometra kompenzirali termično nabrekanje lepilnega preizkušancea in s tem povezane dimenzijske spremembe in tako preprečili nastanek dodatnih napetosti v samem preizkušancu. Vsi lepilni preizkušanci so bili pripravljени v laboratoriju pri 20 °C in 65 % RZV.

3.5 DOLOČANJE VPLIVA VLAŽNOSTI LESA NA MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SPOJEV

Meritev strižne trdnosti preizkušancev s preklopom smo izvedli po deloma prirejenem standardu SIST EN 205:2003. Po predhodnem kondicioniranju preizkušancev s preklopom v ustrezni klimi smo z univerzalnim testirnim strojem Zwick določili strižno trdnost preizkušancev. Uporabili smo tri različne klime, kjer je bila predvidena ravnovesna vlažnost lesa 8 %, 12 % in 20 %.

Ko smo vzeli preizkušance iz določene klime, smo takoj pričeli s testiranjem. Vsak preizkušanec smo ustrezno označili ter izmerili dolžino in širino strižne površine na 0,01 mm natančno. Kovinski del preizkušanca smo vpeli v zgornjo čeljust trgalnega stroja in pustili, da se je celoten preizkušanec vertikalno poravnal; poglavje 3.2.4. Nato smo v spodnjo čeljust vpeli še lesni del preizkušanca. S testirnim strojem smo z natezno silo preizkušanec obremenili do loma. Strižno trdnost smo izračunali na osnovi izmerjene sile loma ter strižne površine po naslednji formuli:

$$\tau = \frac{F_{maks}}{A} = \frac{F_{maks}}{l_2 \times b} \quad \dots (24)$$

τ ... strižna trdnost sloja (N/mm²)

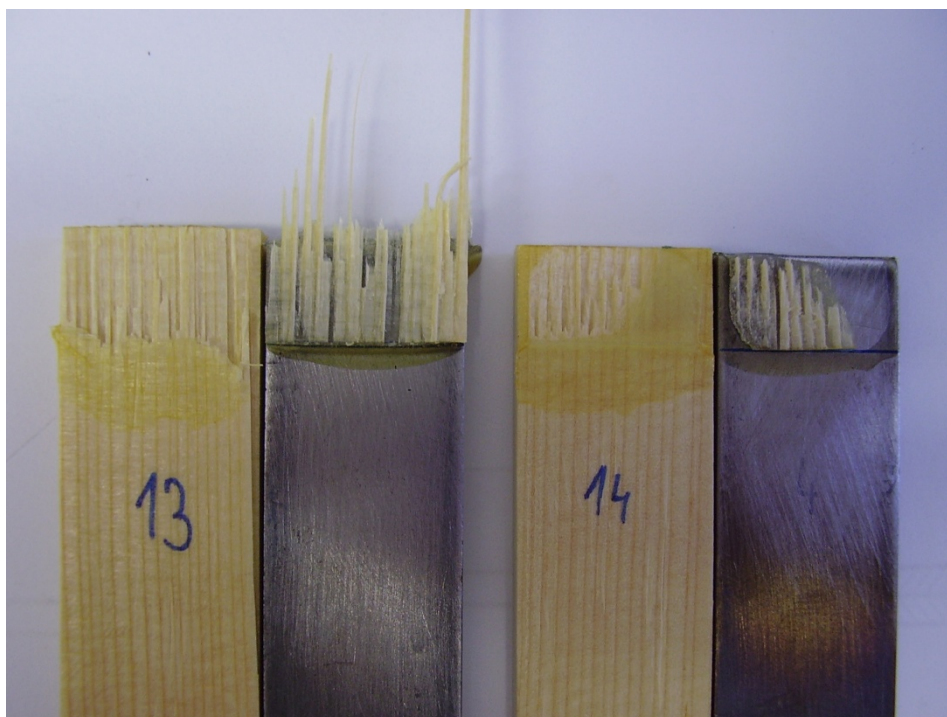
F_{maks} ... maksimalna strižna sila (N)

A ... strižna površina sloja (mm²)

l_2 ... dolžina strižne površine (mm)

b ... širina strižne površine (mm)

Hitrost obremenjevanja preizkušanca je bila 2 mm/min. Do porušitve preizkušanca je tako prišlo v intervalu od 30 s do 60 s. Po porušitvi smo za vsak preizkušanec vizualno ocenili delež loma po lesu na 10 % natančno (slika 39).

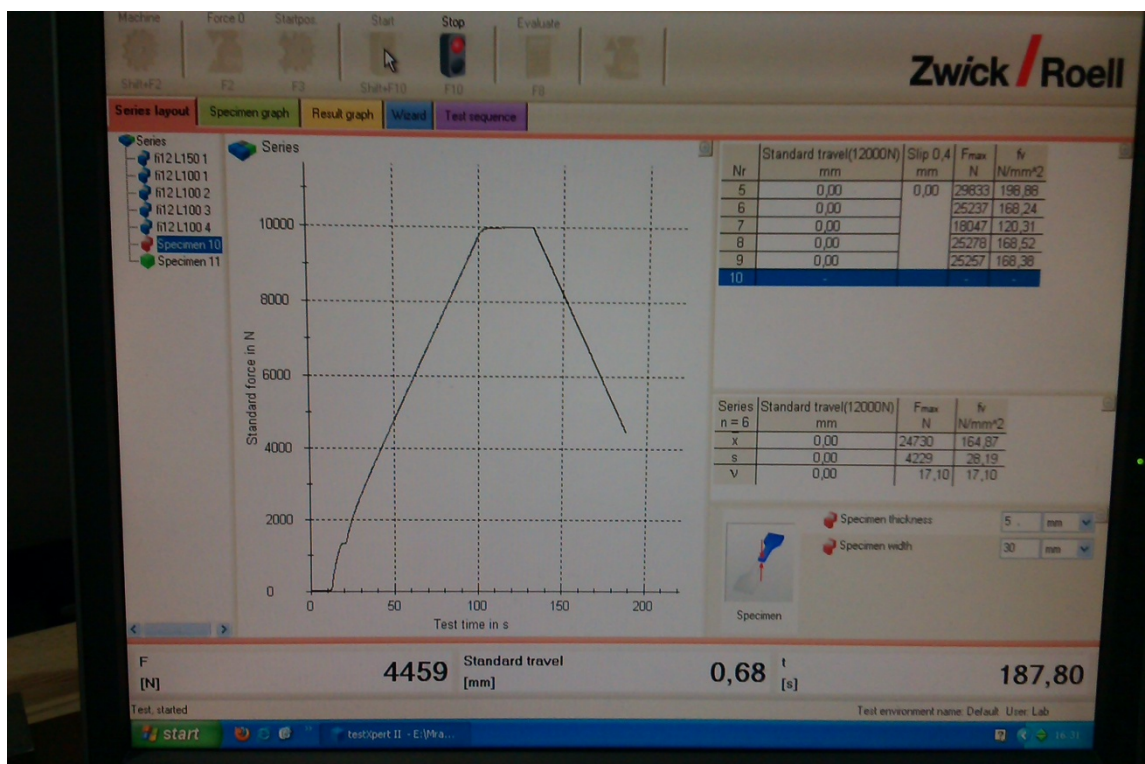


Slika 39: Preizkušanci s preklpom po porušitvi na trgalnem stroju, pripravljeni za vizualno določitev loma po lesu

Figure 39: The single lap joint test specimens after failure in the tensile machine ready for the visual determination of wood failure

3.6 MEHANSKE LASTNOSTI VIVJP

Trdnost in deformacijske lastnosti VIVJP smo določili po standardu BS EN 26891:1991. Preizkušanece smo z vijakom in maticami vpeli v zgornjo čeljust trgalnega stroja in ga vertikalno poravnali. Nato smo vpeli še leseni del preizkušanca oz. pero preizkušanca v spodnjo čeljust trgalnega stroja. Preizkušance smo po standardu natezno obremenili do $0,4 F_{oce}$ (F_{oce} - po izkušnjah ocenjena maksimalna obremenitev oz. trdnost preizkušanca) in takšno obremenitev vzdrževali 30 s. Nato smo obremenitev popustili na $0,1 F_{oce}$ in ponovno vzdrževali to obremenitev 30 s. Sledilo je obremenjevanje do porušitve oz. zdrsa vezi za 15 mm (slika 40). Pod $0,7 F_{oce}$ je po standardu konstantna hitrost obremenjevanja enaka $0,2 F_{oce}$ na minuto $\pm 25 \%$. Nad $0,7 F_{oce}$ je bila hitrost obremenjevanja konstantna, tako da je celoten cikel obremenjevanja trajal od 10 min do 15 min (slika 41).



Slika 40: Spremljanje meritev na trgalnem stroju

Figure 40: Follow-up measurements on the tensile testing machine

Preglednica 3 prikazuje parametre obremenjevanja za oba premera palic.

Preglednica 3: Parametri pri proučevanju mehanskih lastnosti po standardu BS EN 26891:1991

Table 3: Parameters used in the study of mechanical properties according to BS EN 26891:1991

Premjer palice [mm]	Ø10	Ø12
F_{oce} [N]	20000	30000
$0,4 F_{oce}$ [N]	8000	12000
$0,1 F_{oce}$ [N]	2000	3000
$0,2 F_{oce}$ [N/min]	4000	6000



Slika 41: Merjenje mehanskih lastnosti VIVJP s trgalnim strojem Zwack Z100 in končna porušitev vezi

Figure 41: Measurements of the mechanical properties of the glued-in rod with a Zwack Z100 tensile testing machine, final bond failure

4 REZULTATI

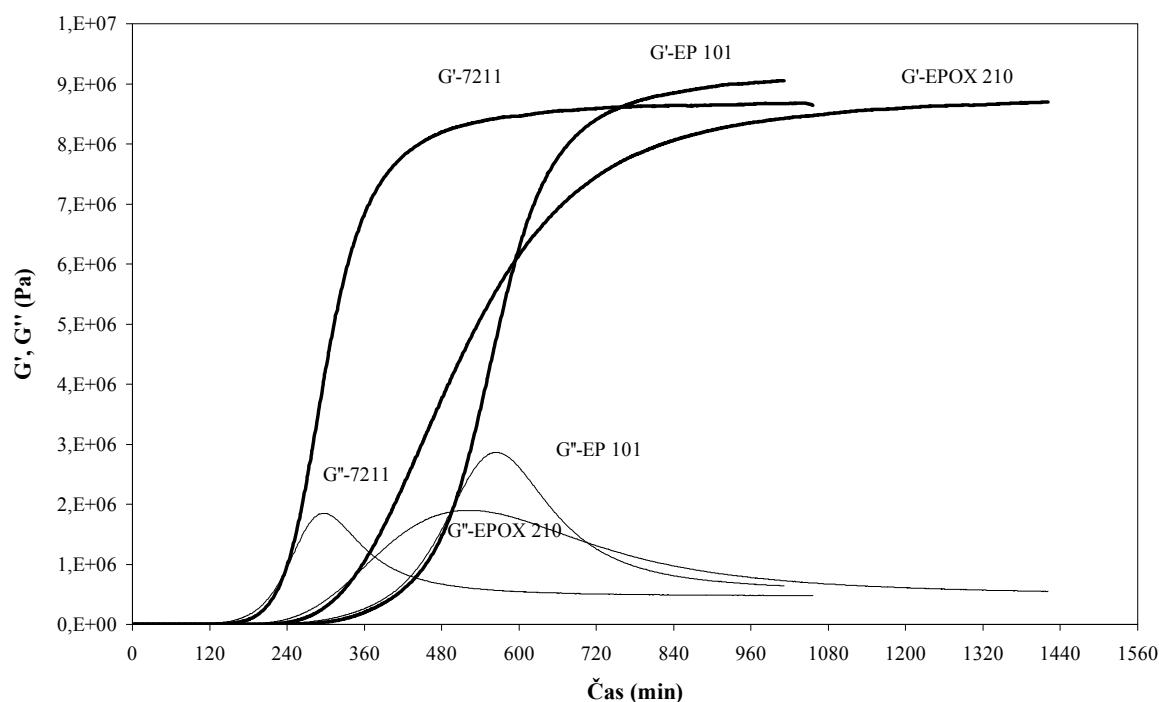
4.1 REOLOŠKE LASTNOSTI LEPIL MED UTRJEVANJEM

4.1.1 Reološke lastnosti lepil pri konstantni frekvenci obremenjevanja

4.1.1.1 Reološka analiza

Rezultati reološke analize so pokazali, da je bil pri temperaturi utrjevanja 30 °C viskozni strižni modul pri vseh lepilih na začetku utrjevanja večji kot elastični strižni modul, kar ustreza povečanju realne komponente kompleksne dinamične viskoznosti η' ($G'\omega$) kot posledica povečanja molekularne mase polimera (slika 42). Najhitreje je utrjevalo lepilo ERGO 7211, sledilo mu je EPOX 210; najpočasneje pa je utrjevalo EP 101.

V nadaljevanju procesa utrjevanja se je elastični strižni modul nenadoma močno povečal in se je viskozni strižni modul; v sečišču je $\tan \delta = 1$. Če predpostavimo, da čas za dosego točke želiranja ni odvisen od frekvence, lahko to točko imenujemo tudi točka želiranja. Pri lepilu ERGO 7211 je želiranje nastopilo po 238 min, pri EPOX 210 po 345 min in pri EP 101 po 499 min (preglednica 4). Proti koncu procesa utrjevanja je elastični strižni modul zelo počasi naraščal. Ko je temperatura utrjevanja pod temperaturo steklastega prehoda ($T_{g\infty}$), vrh viskoznega strižnega modula predstavlja točko zamreženja (Regueira in sod., 2005). Tako lahko ugotovimo, da je lepilo ERGO 7211 zamrežilo po približno 297 min. Sledilo mu je lepilo EPOX 210, ki je zamrežilo po 527 min. Kot zadnje je zamrežilo še lepilo EP 101 in sicer po 565 min.

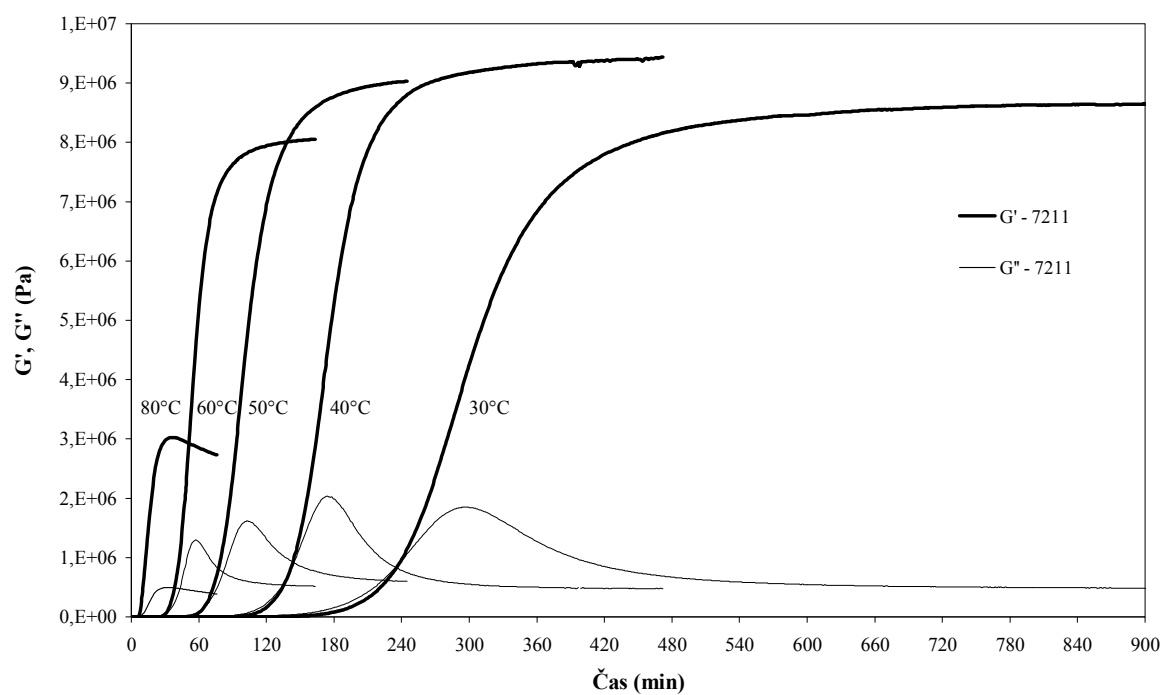


Slika 42: Profili utrjevanja proučevanih epoksidnih lepil pri 30 °C; G' – elastični strižni modul, G'' – viskozni strižni modul

Figure 42: Curing profiles of the investigated epoxy adhesives at a temperature of 30 °C; G' – storage modulus, G'' – loss modulus

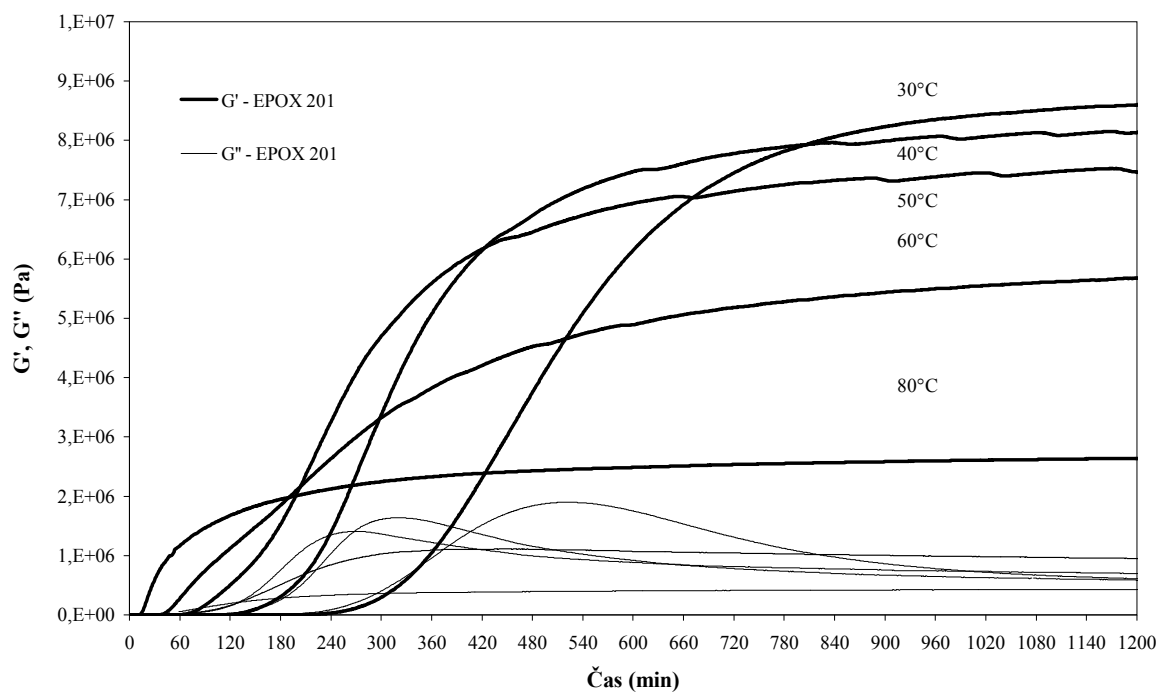
4.1.1.2 Vpliv temperature na proces utrjevanja lepil

Temperatura je imela pomemben vpliv na proces utrjevanja epoksidnih lepil. Z naraščajočo temperaturo se je povečala hitrost utrjevanja epoksidnega lepila ERGO 7211 (slika 43). Oba modula tako viskozni strižni modul kot elastični strižni modul pa sta se drastično zmanjšala. Prav tako se je z naraščajočo temperaturo utrjevanja skrajšal čas, ki je bil potreben za želiranje oz. zamreženje lepila. Podoben vpliv na proces utrjevanja je imela temperatura tudi na epoksidni lepili EPOX 201 in EP 101 (sliki 44 in 45).



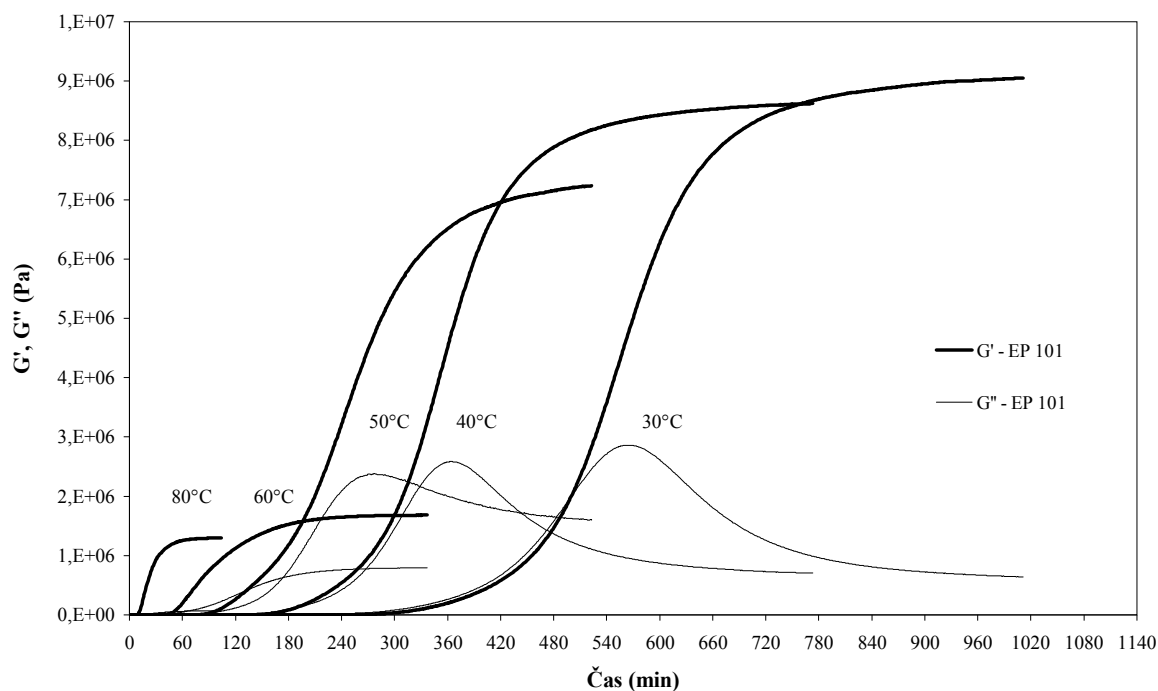
Slika 43: Elastični strižni modul (G') in viskozni strižni modul (G'') v odvisnosti od časa utrjevanja za lepilo ERGO 7211 pri izotermnem utrjevanju pri različnih temperaturah

Figure 43: Plots of storage modulus (G') and loss modulus (G'') against time for the adhesive 7211, in the case of isothermal cure, at different curing temperatures



Slika 44: Elastični strižni modul (G') in viskozni strižni modul (G'') v odvisnosti od časa utrjevanja za lepilo EPOX 201 pri izotermnem utrjevanju pri različnih temperaturah

Figure 44: Plots of storage modulus (G') and loss modulus (G'') against time for the adhesive EPOX 201, in the case of isothermal cure, at different curing temperatures



Slika 45: Elastični strižni modul (G') in viskozni strižni modul (G'') v odvisnosti od časa utrjevanja za lepilo EP 101 pri izotermnem utrjevanju pri različnih temperaturah

Figure 45: Plots of storage modulus (G') and loss modulus (G'') against time for the adhesive EP 101, in the case of isothermal cure, at different curing temperatures

Preglednica 4 prikazuje čas želiranja (t_{zel}) in zamreženja (t_{zam}) pri petih temperaturah utrjevanja (T) za vsa tri lepila. Čas želiranja se skrajšuje z naraščanjem temperature utrjevanja. Podobno velja za čas zamreženja z nekaj izjemami (EP 101 in EPOX 210 pri 60 °C in 80°C).

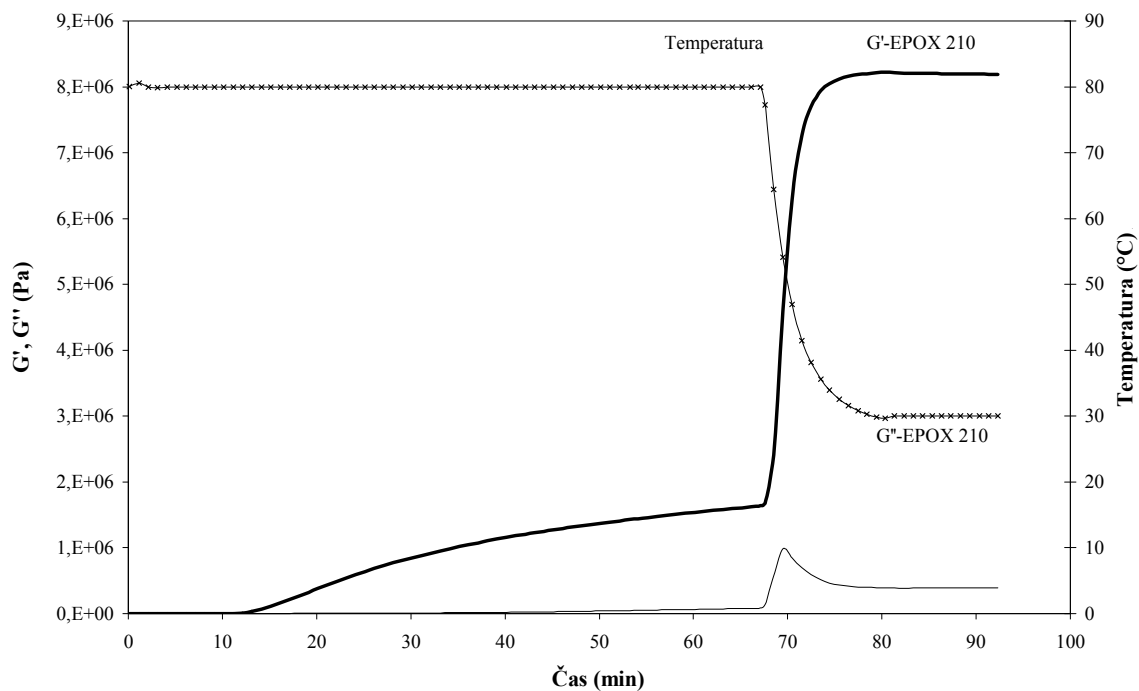
Preglednica 4: Časi želiranja (t_{zel}) in zamreženja (t_{zam}) za proučevana lepila pri različnih temperaturah utrjevanja (T)

Table 4: Gelation (t_{zel}) and Cross-linking times (t_{zam}) for the studied adhesives at different curing temperatures

Lepilo	EP 101		EPOX 210		ERGO 7211	
T (°C)	t_{zel} (min)	t_{zam} (min)	t_{zel} (min)	t_{zam} (min)	t_{zel} (min)	t_{zam} (min)
30	499	565	345	527	238	297
40	186	365	151	321	139	174
50	91	277	69	272	64	103
60	44	334	38	457	30	57
80	8	103	11	1183	6	33

4.1.1.3 Vpliv temperature na elastični strižni modul in viskozni strižni modul predhodno utrjenega lepila

Elastični strižni modul je po ohlajanju iz 80 °C na 30 °C pri vseh treh lepilih dosegel podobne vrednosti, kot pri temperaturi utrjevanja 30 °C. Najmanjša razlika v vrednostih elastičnega strižnega modula je bila pri lepilu EPOX 210, kjer je bil modul po ohlajanju manjši za 0,48 MPa (slika 46). Pri lepilu ERGO 7211 je bil elastični strižni modul po ohlajanju celo večji kot pri temperaturi utrjevanja 30 °C. Nekoliko večja razlika je bila pri lepilu EP 101, saj je bil modul po ohlajanju za 2,3 MPa manjši kot pri temperaturi utrjevanja 30 °C. Viskozni strižni modul je bil po ohlajanju iz 80 °C na 30 °C za približno polovico manjši kot pri temperaturi utrjevanja 30 °C (preglednica 5).



Slika 46: Vpliv segrevanja in takojšnjega ohlajanja na elastični strižni modul in viskozni strižni modul za utrjeno lepilo EPOX 210; G' – elastični strižni modul, G'' – viskozni strižni modul

Figure 46: The influence of heating and immediate cooling on the storage modulus and loss modulus values of the adhesive EPOX 210; G' – storage modulus, G'' – loss modulus

Preglednica 5: Vpliv temperature utrjevanja na elastični strižni modul (G') in viskozni strižni modul (G'')

Table 5: Influence of curing temperature on the storage modulus (G') and loss modulus (G'')

Lepilo	Temperatura utrjevanja			
	80 °C, nato ohlajanje na 30 °C		30 °C	
	G' (MPa)	G'' (MPa)	G' (MPa)	G'' (MPa)
EPOX 210	8,22	0,99	8,70	1,90
ERGO 7211	8,61	1,01	7,90	2,04
EP 101	6,75	1,44	9,05	2,86

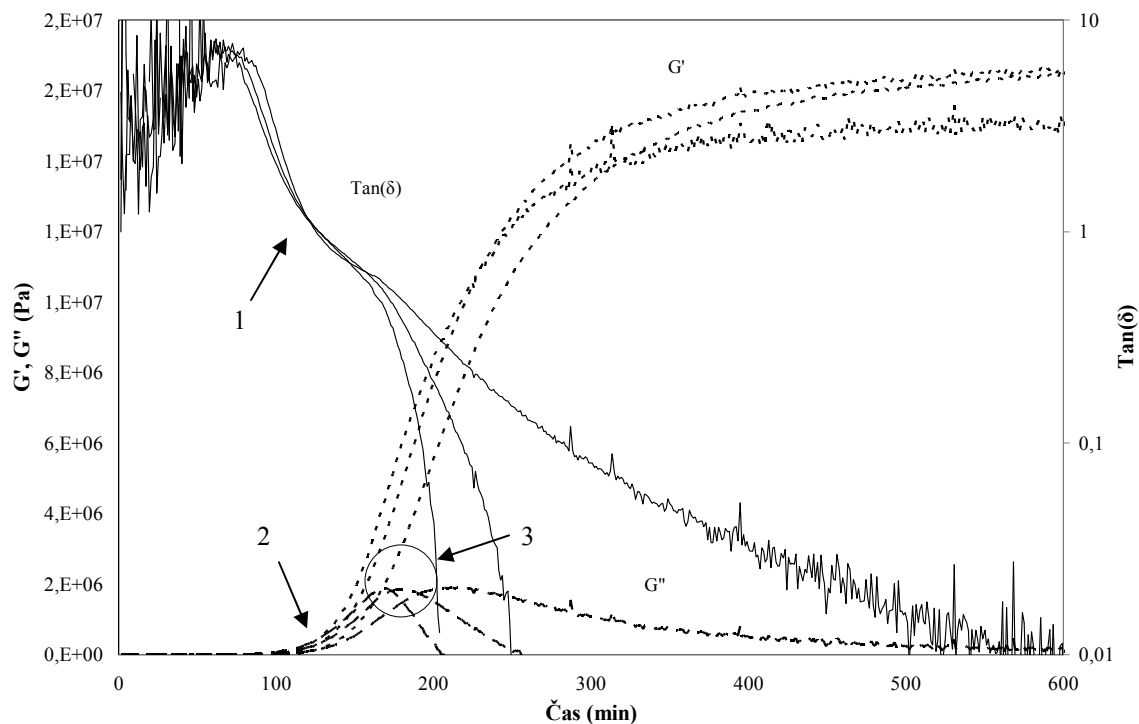
4.1.2 Reološke lastnosti lepil pri obremenjevanju z več frekvencami hkrati

Za spremljanje procesa utrjevanja lepila s tehniko »multivawe oscillation« smo izbrali epoksidno lepilo ERGO 7211, ki je bilo z vidika utrjevanja najustreznejše za nadaljnja raziskovanja. Najprej smo s poizkusi določili osnovno frekvenco in več harmoničnih frekvenc osnovne frekvence, pri katerih pride do sečišča tangensa izgubnega kota. Pri izbranih frekvencah smo nato izvedli meritve na sistemu les-lepilo-jeklo in sistemu les-lepilo-les.

4.1.2.1 Reološka analiza sistema les-lepilo-jeklo

Reološka analiza sistema les-lepilo-jeklo je pokazala, da so krivulje tangensa izgubnega kota dosegle sečišče po 121 min (slika 47, pozicija 1). To točko lahko označimo kot začetek želiranja lepila, ker je bil tangens izgubnega kota neodvisen od frekvence obremenjevanja (Winter in sod., 1998). Lepilo je na začetku procesa utrjevanja izkazovalo večji viskozni strižni modul od elastičnega strižnega modula. Čez čas se je elastični strižni modul močno povečal in sekal viskozni strižni modul (pozicija 2). Opazimo lahko, da je točka presečišča krivulj tangensa izgubnega kota sovpadala s presečiščem krivulj obeh modulov. Viskozni strižni modul je čez čas dosegel svoj maksimum in se nato počasi zmanjševal. Če uporabimo vrh viskoznega strižnega modula pri frekvenci obremenjevanja 1Hz kot kriterij za določitev točke zamreženja (Zheng, 2002), lahko ugotovimo, da je prišlo do zamreženja lepila ERGO 7211 v času med 170 in 210 minutami (pozicija 3). Zamreženje je sovpadalo s prevojem elastičnega strižnega modula, ki je nato počasi naraščal proti maksimumu. Natančne točke zamreženja lepila nismo mogli določiti, ampak

zgolj območje, v katerem se je zamreženje pričelo, ker ni bilo skupnega sečišča krivulj. Kriterij za določitev točke zamreženja velja ob predpostavki, da je temperatura utrjevanja pod temperaturo steklastega prehoda (Regueira in sod., 2005).

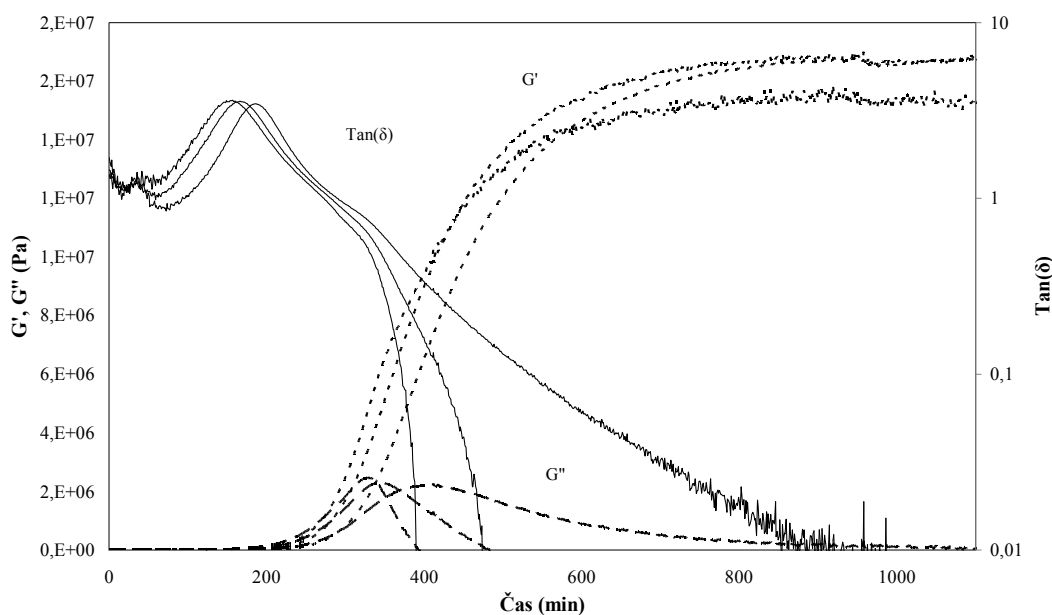


Slika 47: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 40 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo. Meritev je bila izvedena pri osnovni frekvenci 1 Hz/ 5,0e⁻³ in harmoničnima frekvencama 4 Hz/ 3,0e⁻³ in 8 Hz/ 1,0e⁻³. Amplituda je znašala 0,01 rad. Pozicija 1 – točka želiranja, pozicija 2 – sečišče obeh modulov in pozicija 3 – območje zamreženja

Figure 47: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 40 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-steel. The measurement were carried out at the basic frequency 1 Hz/ 5,0e⁻³ and at two harmonic frequencies 4 Hz/ 3,0e⁻³ in 8 Hz/ 1,0e⁻³. The amplitude was 0,01 rad. Position 1 – gelation point, position 2 – crossover point of both modulus and position 3 – area of vitrification

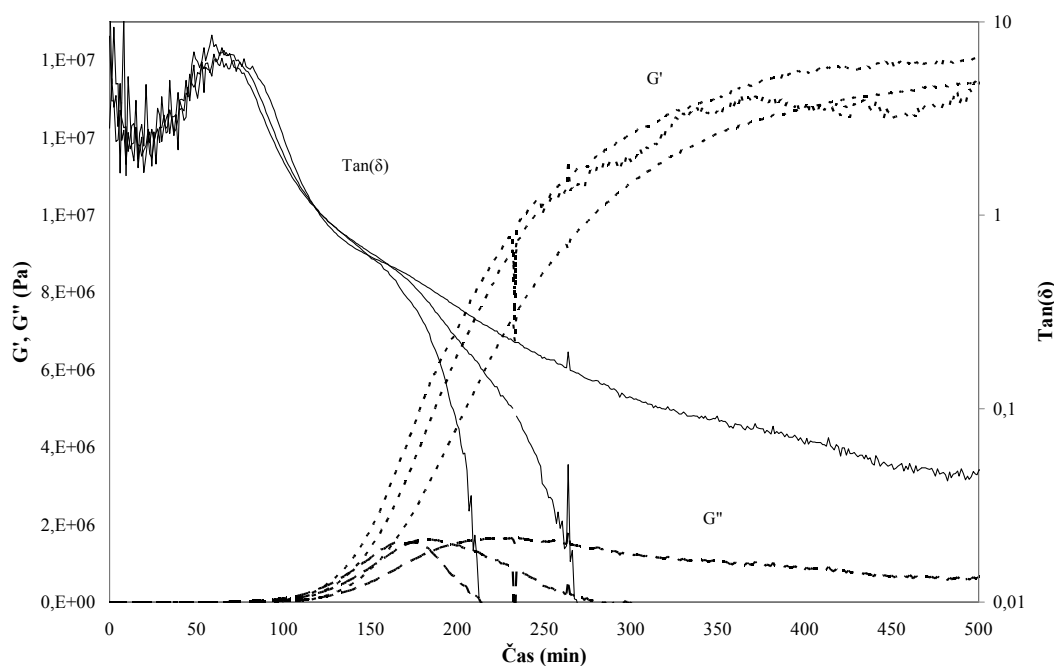
4.1.2.2 Vpliv temperature na proces utrjevanja lepila v sistemu les-lepilo-jeklo

V sistemu les-lepilo-jeklo se je hitrost utrjevanja lepila povečevala z naraščajočo temperaturo utrjevanja, hkrati pa sta se zelo zmanjšala oba modula, tako elastični strižni modul kot viskozni strižni modul (slike od 48 do 52).



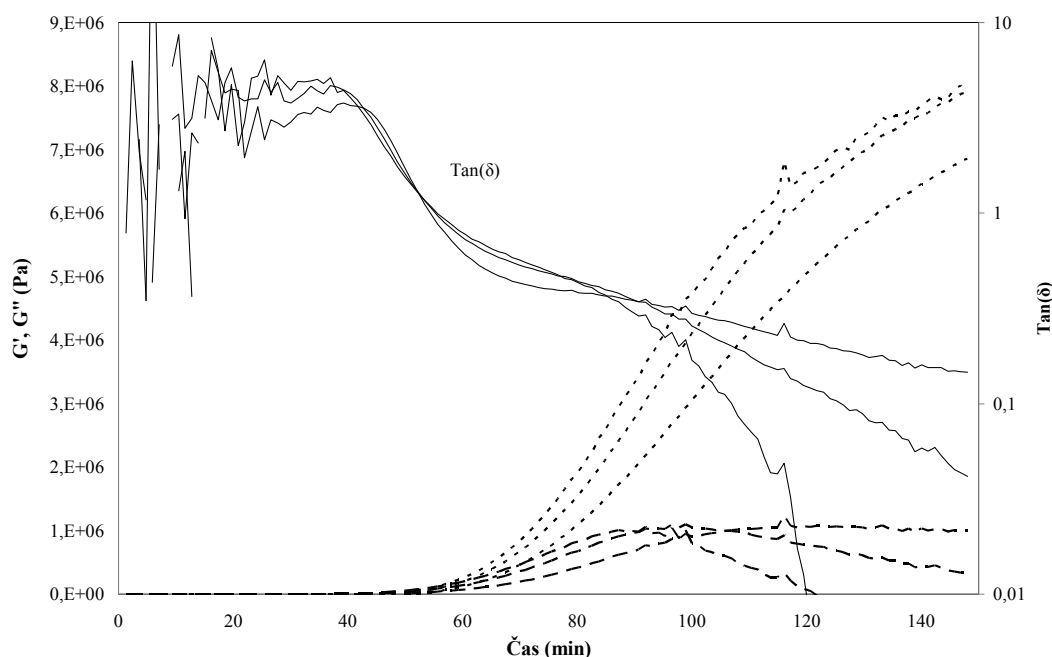
Slika 48: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 30 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo

Figure 48: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature 30 of °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-steel



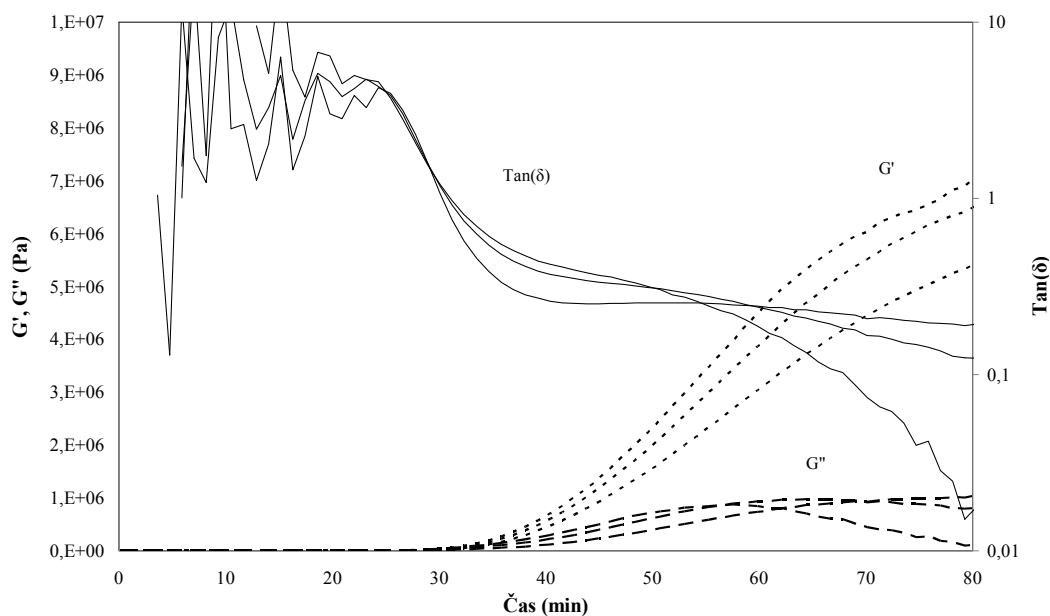
Slika 49: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 40 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo

Figure 49: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at temperature of 40 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-steel



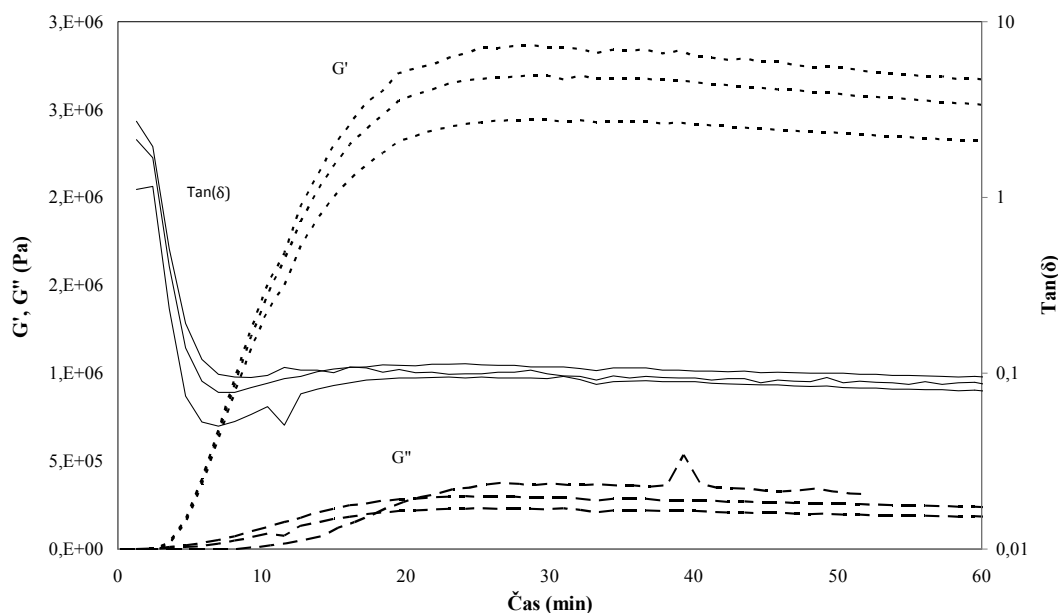
Slika 50: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 50 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo

Figure 50: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 50 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-steel



Slika 51: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 60 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo

Figure 51: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 60 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-steel



Slika 52: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 80 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo

Figure 52: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 80 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-steel

Temperatura je zelo vplivala tudi na tangens izgubnega kota. Pri temperaturah utrjevanja 30 °C in 80 °C ni prišlo do sečišča krivulj tangensa izgubnega kota (sliki 48 in 52), zato sta bili točki želiranja določeni z manjšo natančnostjo. Pri temperaturah 40 °C, 50 °C in 60 °C smo lahko natančno določili točko želiranja, saj je prišlo do sečišča omenjenih krivulj (preglednica 6).

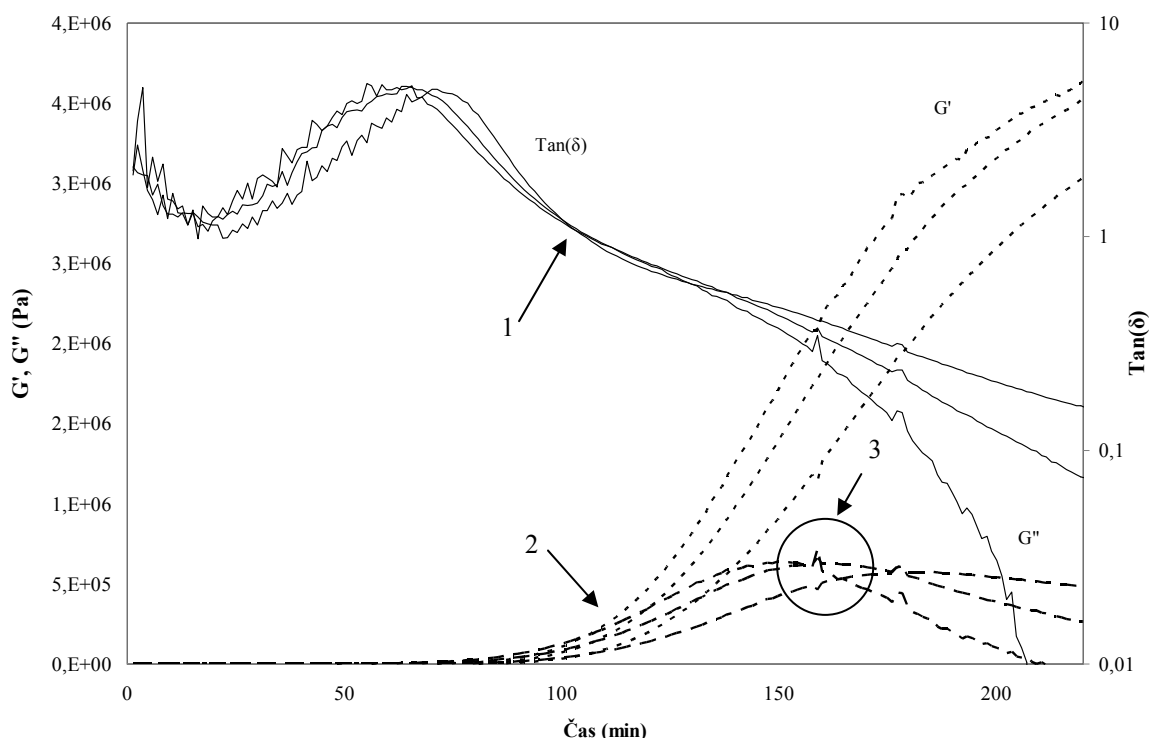
Preglednica 6: Časi želiranja (t_{zel}) in zamreženja (t_{zam}) za ERGO 7211 pri različnih temperaturah utrjevanja (T) v sistemu les-lepilo-jeklo

Table 6: Gelation (t_{zel}) and Cross-linking times (t_{zam}) for ERGO 7211 at different curing temperatures in the system of the wood-adhesive-steel

T (°C)	t_{zel} (min)	t_{zam} (min)
30	~260	~333,0-371,8
40	119,9	172,5-197,6
50	52,2	95,7-107,2
60	30,1	56,4-68,9
80	~2,5-3,5	~18,7-21,0

4.1.2.3 Reološka analiza sistema les-lepilo-les

Z reološko analizo sistema les-lepilo-les smo ugotovili, da je bil viskozni strižni modul na začetku večji od elastičnega strižnega modula (podobno kot pri sistemu les-lepilo-jeklo). Nato je elastičen strižni modul zelo narasel in dosegel vrednost viskoznega strižnega modula (slika 53, pozicija 2). Območje, kjer sta modula imela enako vrednost, je sovpadalo s sečiščem krivulj tangensa izgubnega kota (pozicija 1). Tako smo lahko natančno določili točko želiranja lepila, ki se je pričela po 103 minutah. Zamreženje lepila pa se je pričelo v območju od 147 do 180 minut (pozicija 3).

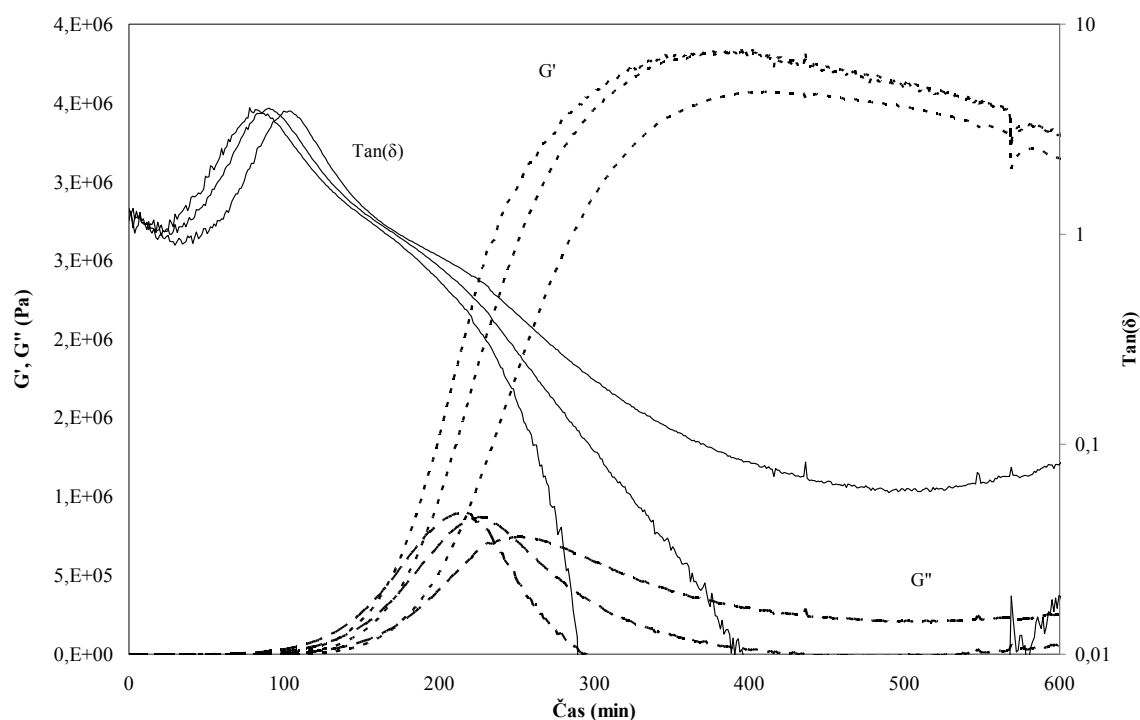


Slika 53: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 40 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les. Meritev je bila izvedena pri osnovni frekvenci 1 Hz/ 5,0e-3 in harmoničnima frekvencama 4 Hz/ 3,0e-3 in 8 Hz/ 1,0e-3. Amplituda je znašala 0,01 rad. Pozicija 1 – točka želiranja, pozicija 2 – sečišče obeh modulov in pozicija 3 – območje zamreženja

Figure 53: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 40 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-wood. The measurement were carried out at the basic frequency 1 Hz/ 5,0e-3 and at two harmonic frequencies 4 Hz/ 3,0e-3 in 8 Hz/ 1,0e-3. The amplitude was 0,01 rad. Position 1 – gelation point, position 2 – crossover point of both modulus and position 3 – area of vitrification

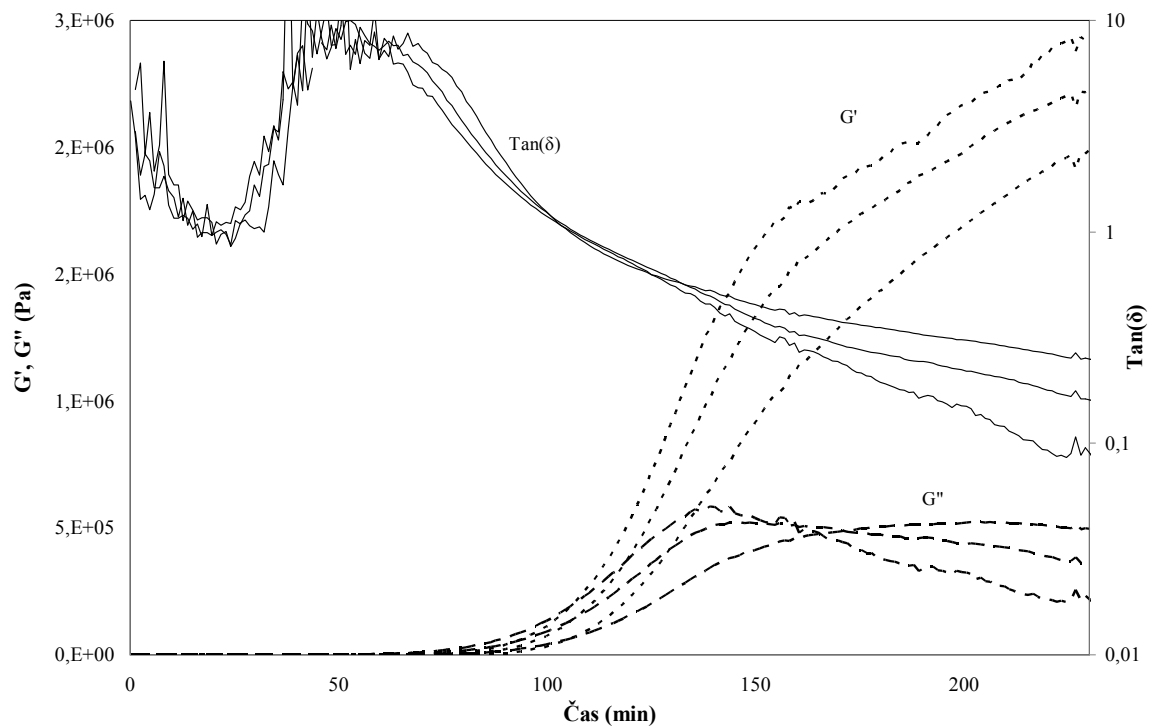
4.1.2.4 Vpliv temperature na proces utrjevanja lepila v sistemu les-lepilo-les

Ugotovili smo, da je naraščajoča temperatura utrjevanja zelo povečala hitrost utrjevanja lepila. Oba modula sta se z naraščanjem temperature utrjevanja zmanjševala (slike od 54 do 58).



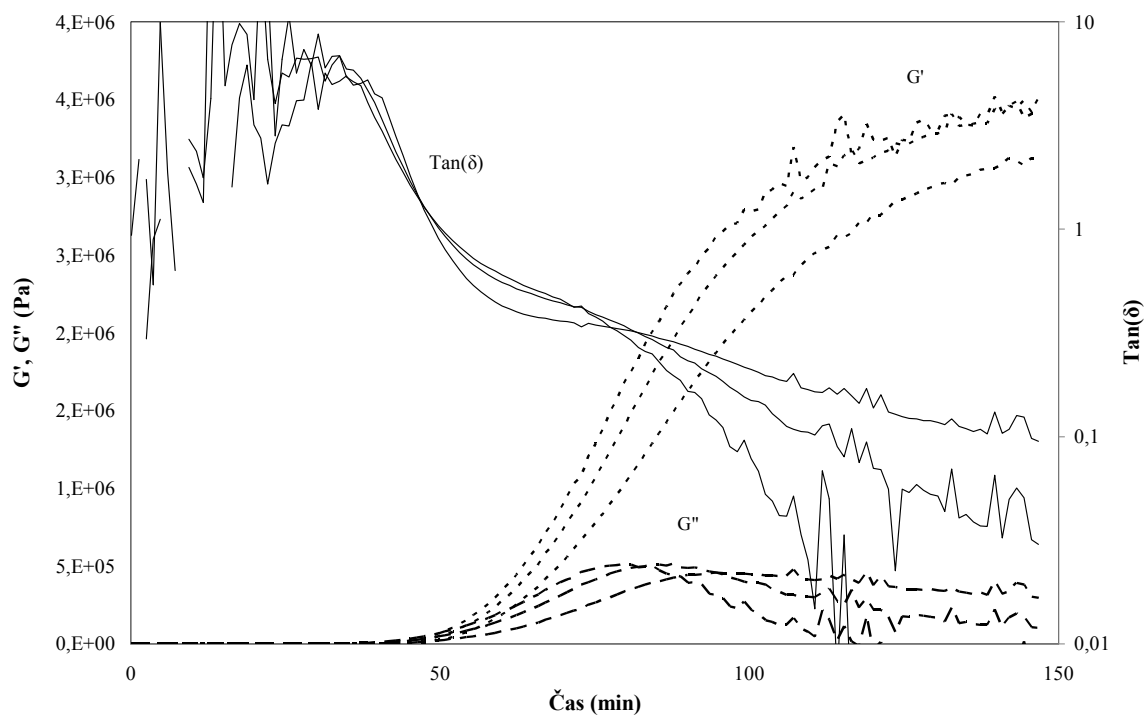
Slika 54: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 30 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les

Figure 54: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 30 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-wood



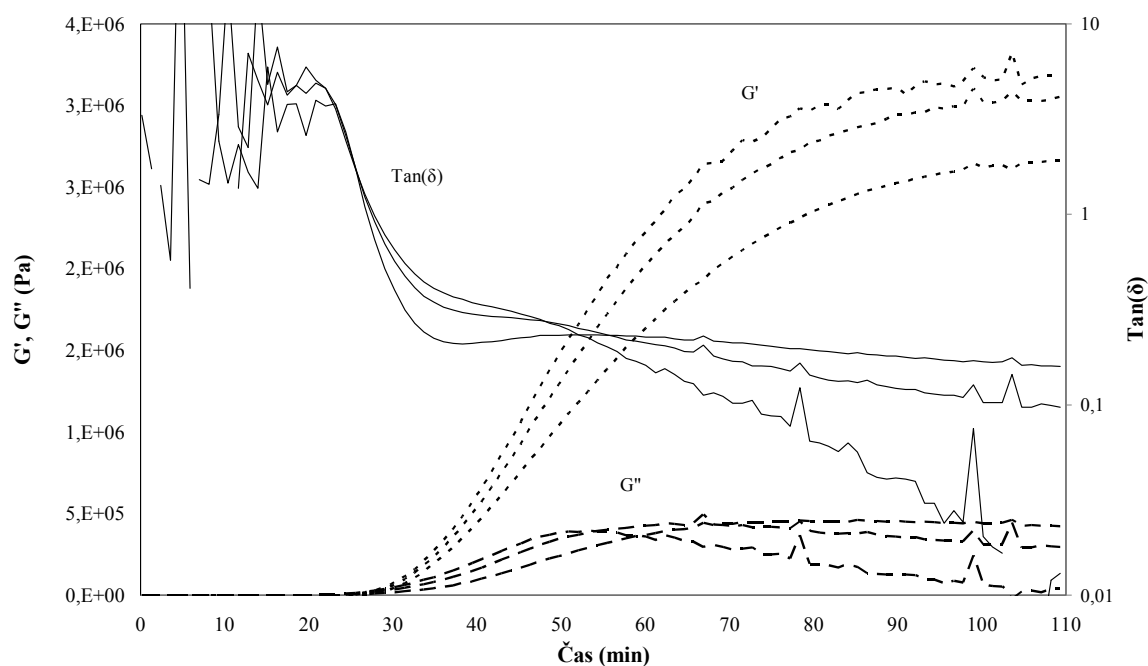
Slika 55: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 40 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les

Figure 55: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 40 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-wood



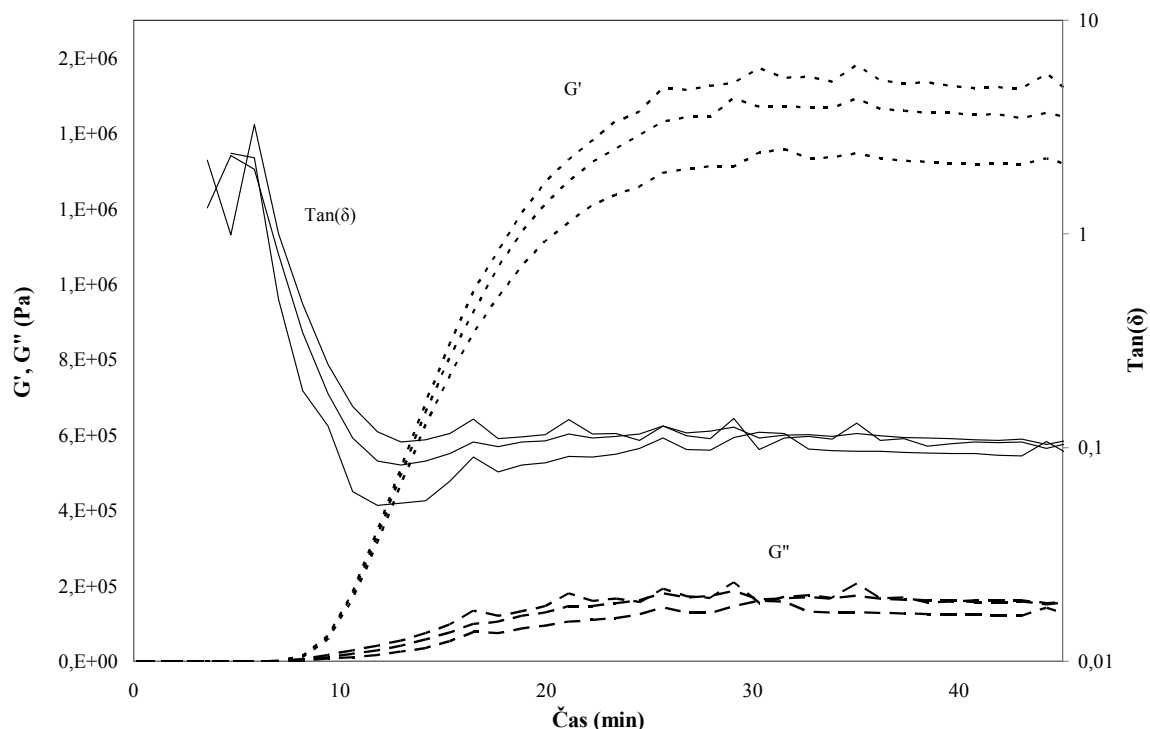
Slika 56: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 50 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les

Figure 56: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 50 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-wood



Slika 57: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 60 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les

Figure 57: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 60 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-wood



Slika 58: Elastični strižni modul (G'), viskozni strižni modul (G'') in tangens izgubnega kota ($\tan \delta$) v odvisnosti od časa utrjevanja pri temperaturi 80 °C za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les

Figure 58: Plots of storage modulus (G'), loss modulus (G'') and loss tangent ($\tan \delta$) against curing time at a temperature of 80 °C for the adhesive ERGO 7211 in the system wood-adhesive-wood

Pri temperaturah 30 °C in 80 °C ni prišlo do sečišča krivulj tangensa izgubnega kota (sliki 54 in 58), zato sta bili točki želiranja in zamreženja določeni z manjšo natančnostjo. Pri temperaturah 40 °C, 50 °C in 60 °C pa smo natančno določili točko želiranja, saj je prišlo do sečišča omenjenih krivulj (preglednica 7).

Preglednica 7: Časi želiranja (t_{zel}) in zamreženja (t_{zam}) za proučevana lepila pri različnih temperaturah utrjevanja (T) v sistemu les-lepilo-les

Table 7: Gelation (t_{zel}) and Cross-linking times (t_{zam}) for the studied adhesives at different curing temperatures in the system of the wood-glue-wood

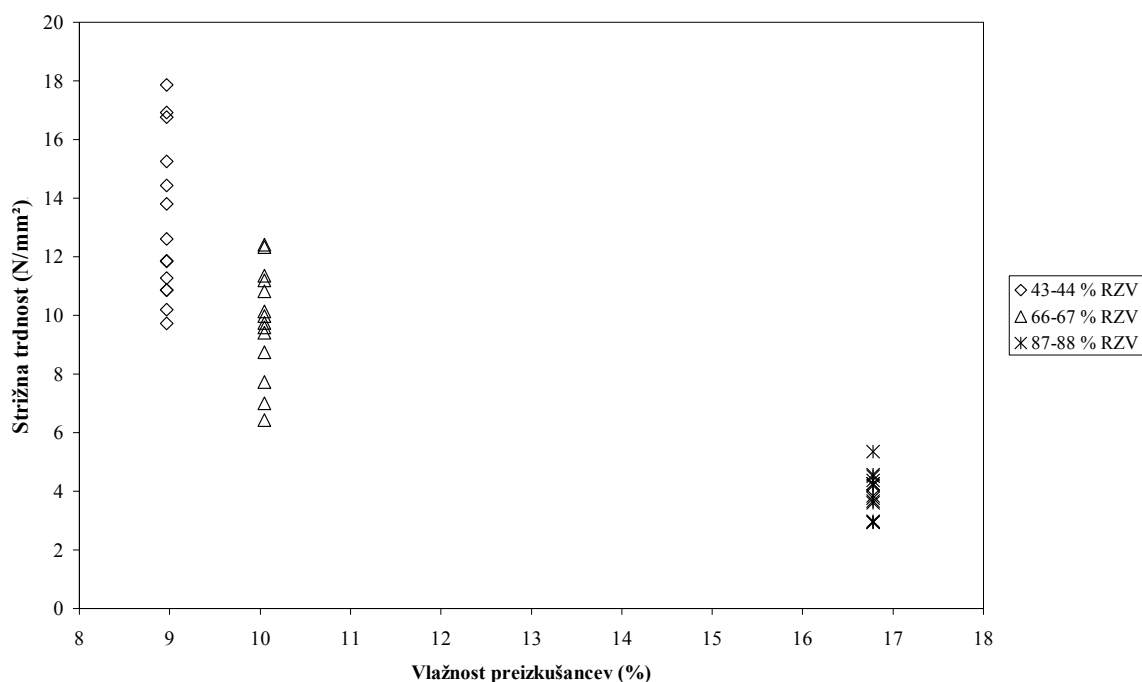
T (°C)	t_{zel} (min)	t_{zam} (min)
30	~170,7	~224,5-247,8
40	103,2	154,6-173,0
50	47,4	82,0-93,4
60	25,5	53,19-65,7
80	~8,2	~7-9

4.2 VPLIV VLAŽNOSTI LESA NA MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SPOJEV

4.2.1 Vpliv vlažnosti lesa na mehansko trdnost preizkušancev s preklopom

4.2.1.1 Vpliv vlažnosti lesa na strižno trdnost preizkušancev s preklopom

Ugotovili smo, da je naraščajoča vlažnost lesa zmanjšala strižno trdnost preizkušancev s preklopom (slika 59 in preglednica 8). Povprečna strižna trdnost pri 87 % RZV je bila 3,95 N/mm² (standardni odklon 0,70 N/mm²). Pri 66 % RZV je bila povprečna strižna trdnost 9,78 N/mm² (standardni odklon 1,83 N/mm²). Najvišjo strižno trdnost so imeli preizkušanci v klimi s 43 % RZV in je bila 13,6 N/mm² (standardni odklon 2,69 N/mm²). Tako je bila povprečna strižna trdnost pri RZV 87 % približno 3 krat manjša kot pri 66 % RZV in 2,5 krat manjša kot pri 43 % RZV.



Slika 59: Strižna trdnost lepilnega spoja preizkušancev z radialno orientacijo lesnih vlaken v odvisnosti od ravnovesne vlažnosti lesa. Vsak posamezen niz vlažnosti zajema 14 ponovitev. RZV – relativna zračna vlažnost

Figure 59: Shear strength of the adhesive bond of the specimens with a radial orientation of fibres, depending on equilibrium moisture content of the wood. Each set of humidity measurements includes 14 repetitions. RZV - relative air humidity

4.2.1.2 Vpliv orientacije lesnih vlaken na strižno trdnost preizkušancev s preklopom

Najvišjo povprečno strižno trdnost lepilnega sloja ($13,16 \text{ N/mm}^2$, $\sigma = 2,96 \text{ N/mm}^2$) so imeli radialni preizkušanci pri 43 % RZV. Sledili so tangencialni preizkušanci pri 66 % RZV ($10,14 \text{ N/mm}^2$, $\sigma = 2,21 \text{ N/mm}^2$) in radialni preizkušanci pri 66 % RZV ($9,78 \text{ N/mm}^2$, $\sigma = 1,83 \text{ N/mm}^2$). Nekoliko manjšo povprečno strižno trdnost so imeli radialno tangencialni preizkušanci pri 66 % RZV ($9,44 \text{ N/mm}^2$, $\sigma = 2,11 \text{ N/mm}^2$) in tangencialni preizkušanci pri 43 % RZV ($9,04 \text{ N/mm}^2$, $\sigma = 1,46 \text{ N/mm}^2$). Vsi ostali preizkušanci z RZV 87 % in radialno tangencialni preizkušanci z RZV 43 %, so imeli bistveno nižjo trdnost lepilnega spoja, ki se je gibala v mejah povprečne strižne trdnosti $4 \text{ N/mm}^2 - 6 \text{ N/mm}^2$ (preglednica 8).

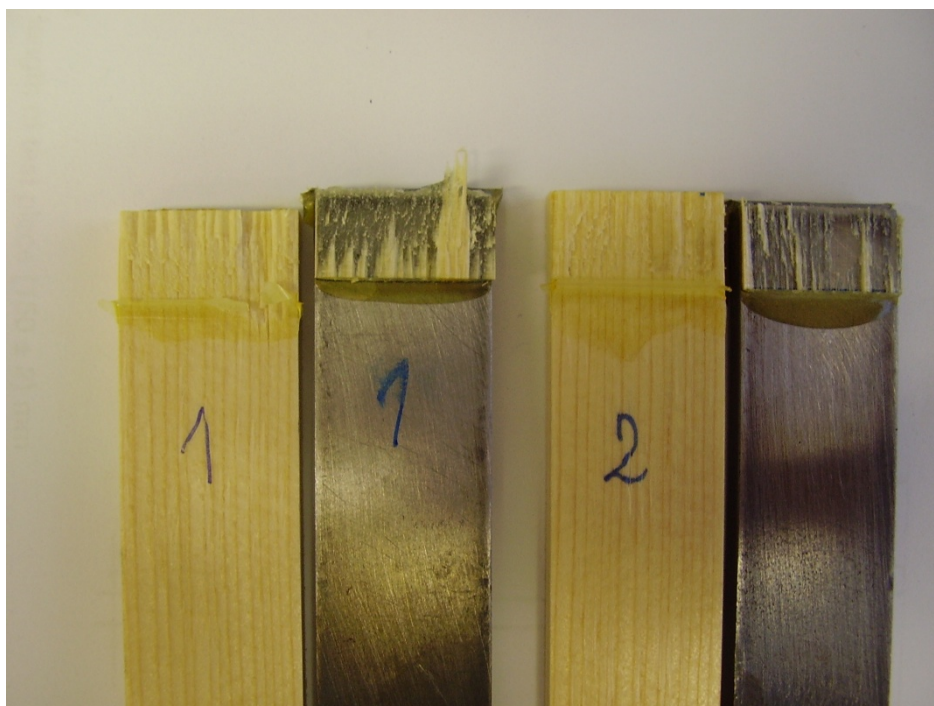
S povečevanjem ravnovesne vlažnosti lesa oz. lepilnega spoja se je delež loma po lesu zelo zmanjšal (preglednica 8). Pri preizkušancih z najvišjo ravnovesno vlažnostjo je bil delež loma po lesu enak 0 %. Pri RZV 87 % se je praviloma adhezivna porušitev med lesom in lepilom premaknila v področje kohezivne porušitve v lepilu oz. adhezivne porušitve v sistemu lepilo-jeklo (slike 60, 61 in 62).

Preglednica 8: Vpliv vlažnosti na mehanske lastnosti lepilnih spojev preizkušancev s preklopom

Table 8: Influence of humidity on the mechanical properties of adhesive joints of single lap joint specimens

R				T				R/T		
u (%)	τ (N/mm ²)	r (%)	u_d (%)	τ (N/mm ²)	r (%)	u_d (%)	τ (N/mm ²)	r (%)	u_d (%)	
8	$\bar{x}$	13,16	90,36	8,97	9,04	98,21	8,94	5,28	4,29	8,00
	σ	2,69	22,05	0,29	1,46	6,68	0,33	0,83	9,17	0,26
12	$\bar{x}$	9,78	92,50	10,04	10,14	85,71	12,63	9,44	51,78	11,67
	σ	1,83	21,01	0,33	2,21	28,95	0,16	2,11	31,72	0,39
20	$\bar{x}$	3,95	0,00	16,78	3,84	0,00	17,69	4,93	0,00	17,36
	σ	0,70	0,00	2,01	0,80	0,00	1,03	0,58	0,00	0,34

u - ciljna ravnovesna vlažnost preizkušancev s preklopom, u_d - dejanska ravnovesna vlažnost preizkušancev s preklopom, τ - strižna trdnost, $\bar{x}$ - povprečna vrednost, σ - standardni odklon, R - preizkušanci s preklopom z radialno orientacijo lesnih vlaken, T - preizkušanci s preklopom s tangencialno orientacijo lesnih vlaken, R/T - preizkušanci s preklopom z radialno- tangencialno orientacijo lesnih vlaken in r - delež loma po lesu preizkušanca s preklopom



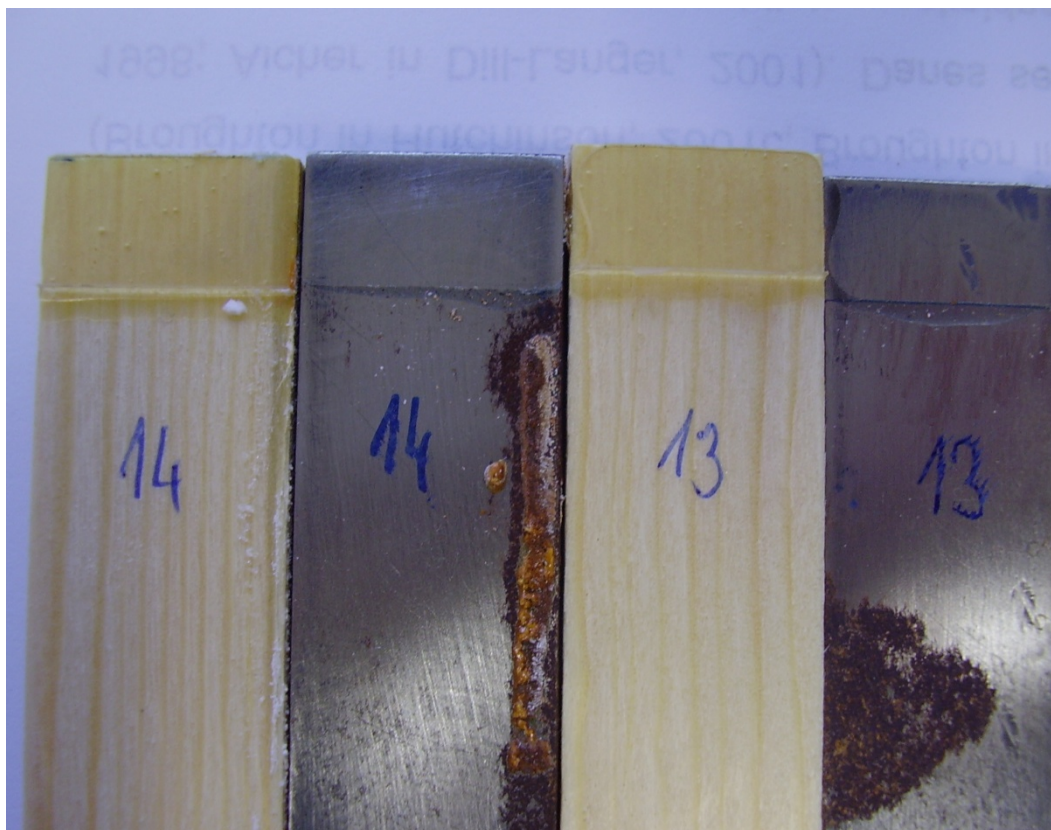
Slika 60: Preizkušanca s preklopom z radialno orientacijo lesnih vlaken po porušitvi na trgalnem stroju. Dobro je viden visok delež loma po lesu. Preizkušanci so bili klimatizirani pri temperaturi 20 °C in 43 % relativni zračni vlažnosti

Figure 60: Specimens with a single lap joint, after failure in the tensile machine, with a radial orientation of the fibres. A high proportion of wood failure can be easily observed. The specimens were conditioned at 20 °C and 43 % relative air humidity



Slika 61: Preizkušanca s preklopom s tangencialno orientacijo lesnih vlaken po porušitvi na trgalnem stroju. Dobro je viden visok delež loma po lesu. Preizkušanca sta bila klimatizirana pri temperaturi 20 °C in 66 % relativni zračni vlažnosti

Figure 61: Specimens with a single lap joint after failure in the tensile machine, with a tangential orientation of the fibres. A high proportion of wood failure can be easily seen. The specimens were conditioned at 20 °C and 66 % relative air humidity



Slika 62: Preizkušanca s preklopom s tangencialno orientacijo lesnih vlaken po porušitvi na trgalnem stroju. Vidna je adhezivna porušitev med jeklom in lepilom. Preizkušanca sta bila klimatizirana pri temperaturi 20 °C in 87 % relativni zračni vlažnosti

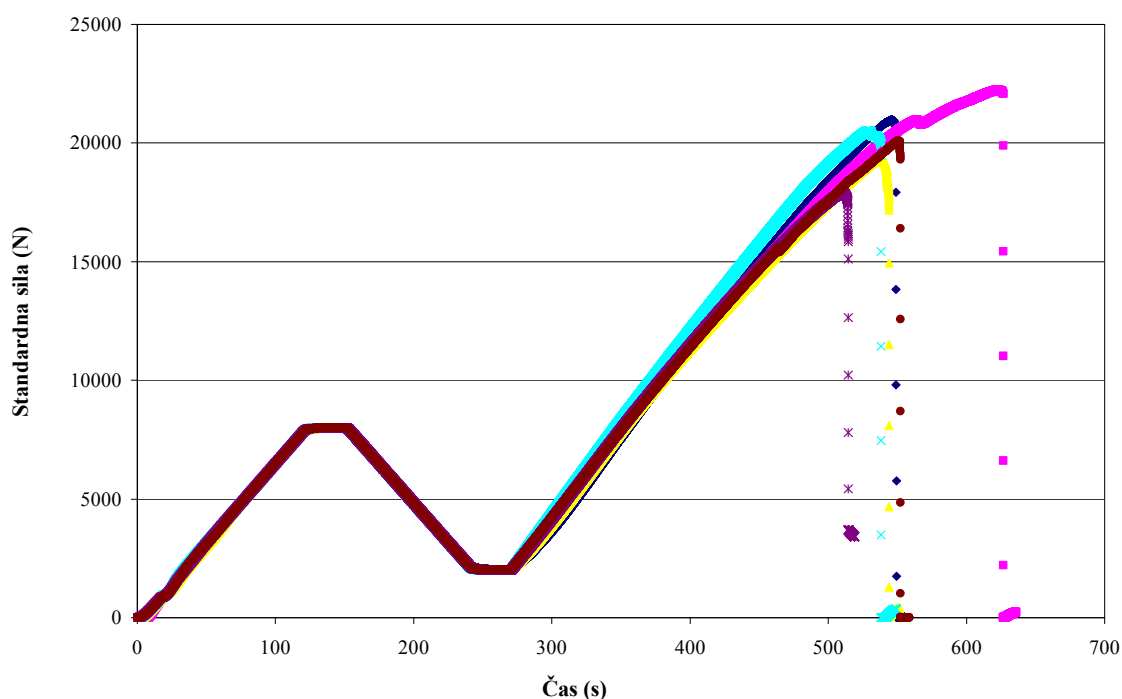
Figure 62: Specimens with a single lap joint after failure in the tensile machine, with a tangential orientation of the fibres. An adhesive failure between the steel and adhesive can be observed. The specimens were conditioned at 20 °C and 87 % relative air humidity

4.3 MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SPOJEV VIVJP

Na osnovi rezultatov prvih dveh sklopov raziskav smo v tretjem sklopu za izdelavo VIVJP izbrali epoksidno lepilo ERGO 7211 ter uporabili jeklene palice z metričnim navojem in smrekovino. Rezultati proučevanja vpliva debeline lepilnega sloja, premera jeklene palice in sidriščne dolžine na natezno trdnost VIVJP so prikazani v nadaljevanju.

4.3.1 Tipi porušitev VIVJP

Po obremenitvi preizkušancev po standardu BS EN 26891:1991 smo dobili tri značilne tipe porušitev preizkušancev. Najbolj pogost tip porušitve je bil porušitev vezi po lesnih vlaknih. Pri tej vrsti porušitve standardna sila obremenjevanja po porušitvi v lepilnem spoju sunkovito upade na vrednost nič (sliki 63 in 64).



Slika 63: Standardna sila v odvisnosti od časa pri preizkušanju VIVJP; $\varnothing = 10$ mm, premer izvrtine = 12 mm, sidriščna dolžina = 100 mm. Število ponovitev je 6

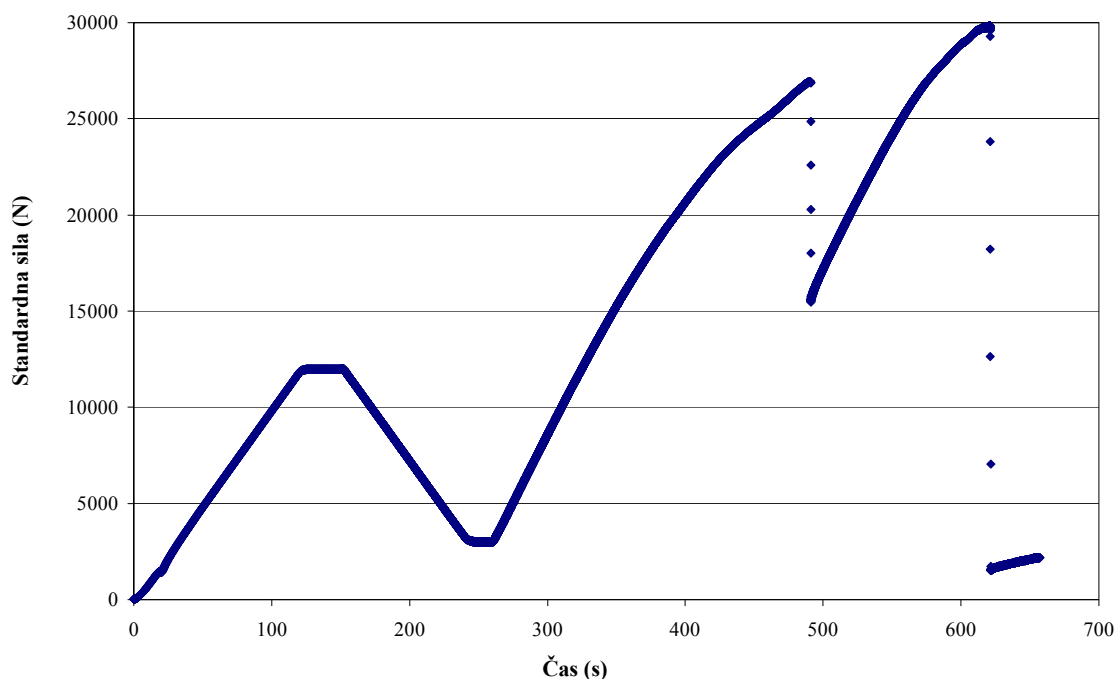
Figure 63: Standard force load as a function of time at the testing of the glued-in steel rods; $\varnothing = 10$ mm, borehole diameter = 12 mm, anchor length = 100 mm. The number of repeats is 6



Slika 64: Tipična porušitev VIVJP po lesnih vlaknih

Figure 64: Typical failure of glued-in steel rods along the wood fibres

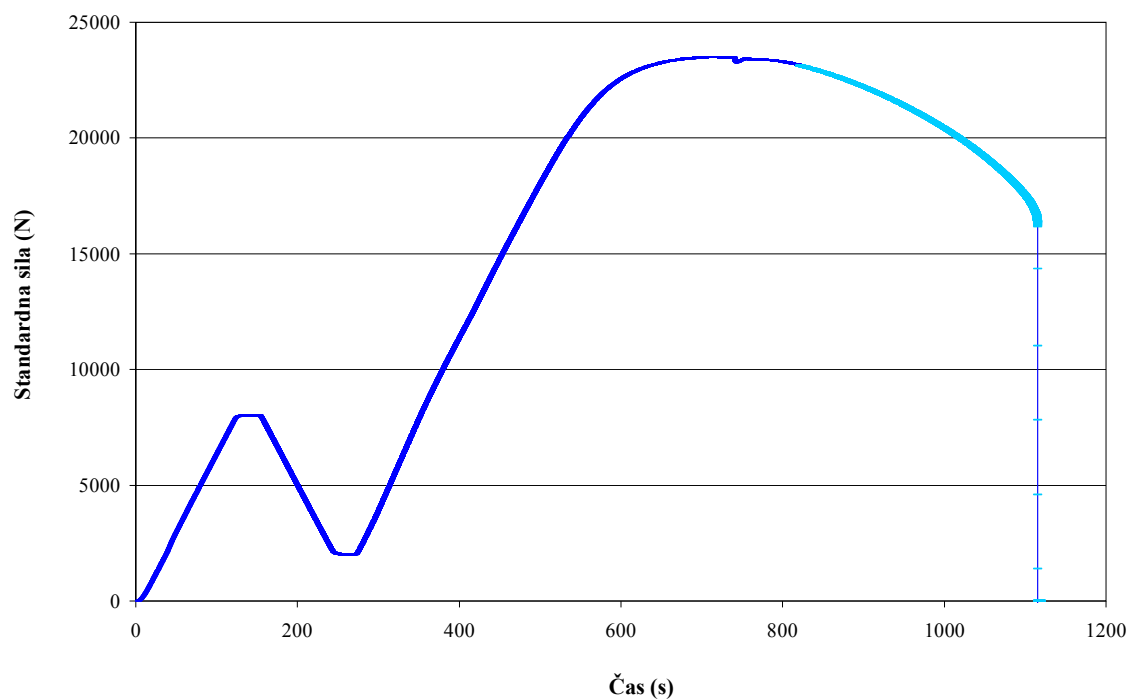
Naslednji tip porušitve je bil porušitev po lesu preizkušanca. Pri tej vrsti porušitve je standardna sila delno sunkovito padla, nato pa začela ponovno naraščati (slika 65).



Slika 65: Standardna sila v odvisnosti od časa pri preizkušanju VIVJP; $\varnothing = 12$ mm, premer izvrtine = 12 mm, sidriščna dolžina = 150 mm

Figure 65: Standard force as a function of time at the testing of the glued-in steel rods; $\varnothing = 12$ mm, borehole diameter = 12 mm, anchor length = 150 mm

Tretji tip porušitve je bila porušitev v jekleni palici. V primerjavi s porušitvijo v lepilnem spoju, ki se odraža v takojšnjem zmanjšanju sile, je sila upadla sorazmerno počasi in šele po določenem času je prišlo do končne porušitve (slika 66). Na mestu porušitve v jekleni palici je prišlo do značilnega zmanjšanja premera palice (slika 67).



Slika 66: Standardna sila v odvisnosti od časa pri preizkušanju VIVJP; $\varnothing = 10$ mm , premer izvrtine = 11 mm, sidriščna dolžina = 150 mm

Figure 66: Standard force as a function of time at the testing of the glued-in steel rods; $\varnothing = 10$ mm, borehole diameter = 11 mm, anchor length = 150 mm

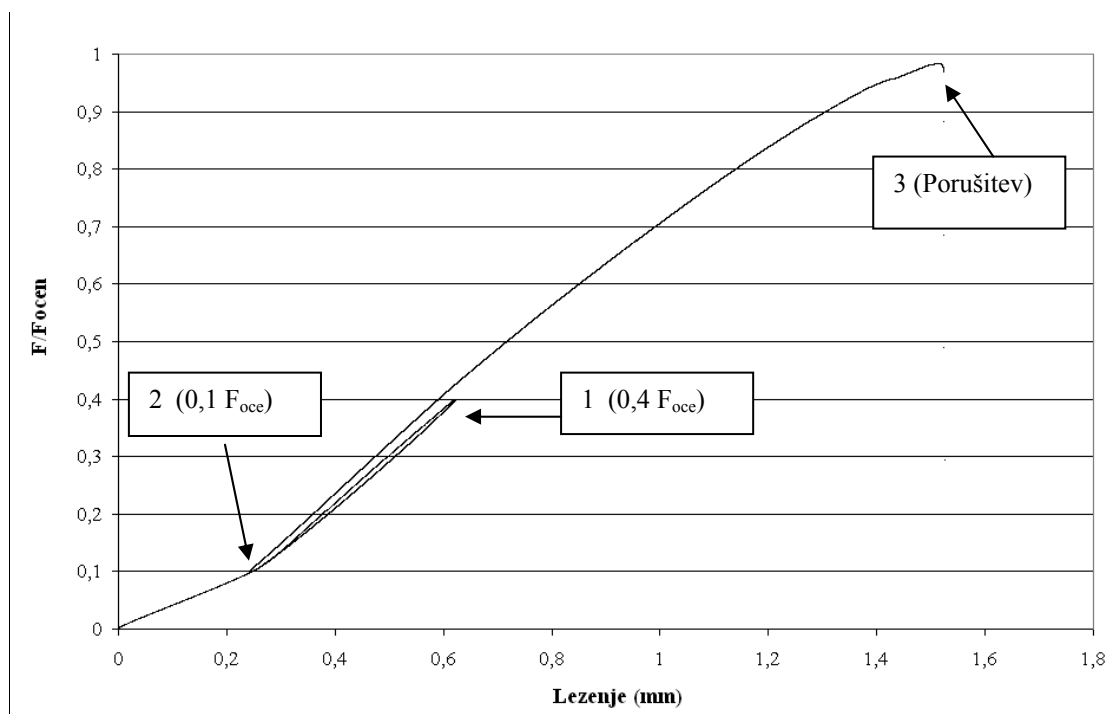


Slika 67: Porušitev v jekleni palici; $\varnothing = 10$ mm, premer izvrtine = 11 mm, sidriščna dolžina = 150 mm

Figure 67: Failure of the steel rod $\varnothing = 10$ mm, borehole diameter = 11 mm, anchor length = 150 mm

4.3.2 Obremenitveno-deformacijska krivulja VIVJP

Obremenitveno-deformacijska krivulja nam nazorno prikazuje pojav lezenja v VIVJP med obremenjevanjem do porušitve po standardu BS EN 26891:1991 (slika 68). Točka 1 prikazuje začetno elastično deformacijo vezi, ki je posledica povečevanja natezne obremenitve na $0,4 F_{oce}$. Sledi vzdrževanje obremenitve (30 s). Točka 2 prikazuje povrnitev elastične deformacije vezi zaradi zmanjšanja natezne obremenitve na $0,1 F_{oce}$ in vzdrževanje te obremenitve 30 s. Točka 3 prikazuje obremenitev vezi do ireverzibilne deformacije in porušitev.



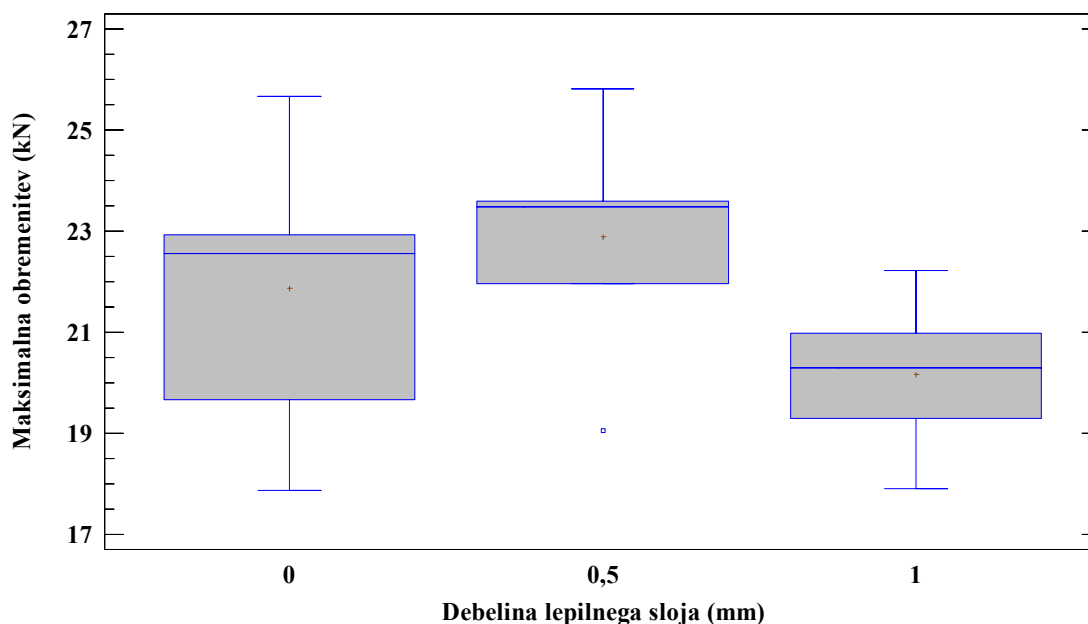
Slika 68: Obremenitveno-deformacijska krivulja VIVJP; premer jeklene palice = 10 mm, sidriščna dolžina = 100 mm in debelina lepilnega sloja = 0 mm

Figure 68: Stress strain curve of the glued-in steel rods; diameter of the steel bars = 10 mm, anchor length = 100 mm and thickness of the adhesive layer = 0 mm

4.3.3 Vpliv debeline lepilnega sloja na maksimalno obremenitev VIVJP

Debelina lepilnega sloja je imela pomemben vpliv na trdnost vezi. Pri premeru jeklene palice 10 mm in sidriščno dolžino 100 mm so imeli preizkušanci z 0,5 mm debelim lepilnim slojem najvišjo povprečno maksimalno obremenitev (22898 N). Sledili so preizkušanci z 0 mm debelim lepilnim slojem (21872 N). Najnižjo povprečno maksimalno obremenitev so imeli preizkušanci z 1 mm debelim lepilnim slojem (20169 N) (preglednica 9).

Statistična analiza meritev (ANOVA) maksimalne obremenitve je pokazala, da je bila med preizkušanci z debelino lepilnega sloja 0,5 mm in 1 mm statistično značilna razlika pri 95 % intervalom zaupanja. Med preizkušanci z debelino lepilnega sloja 0 mm in 1 mm, ter 0 mm in 0,5 mm ni bilo statistično značilnih razlik (slika 69).

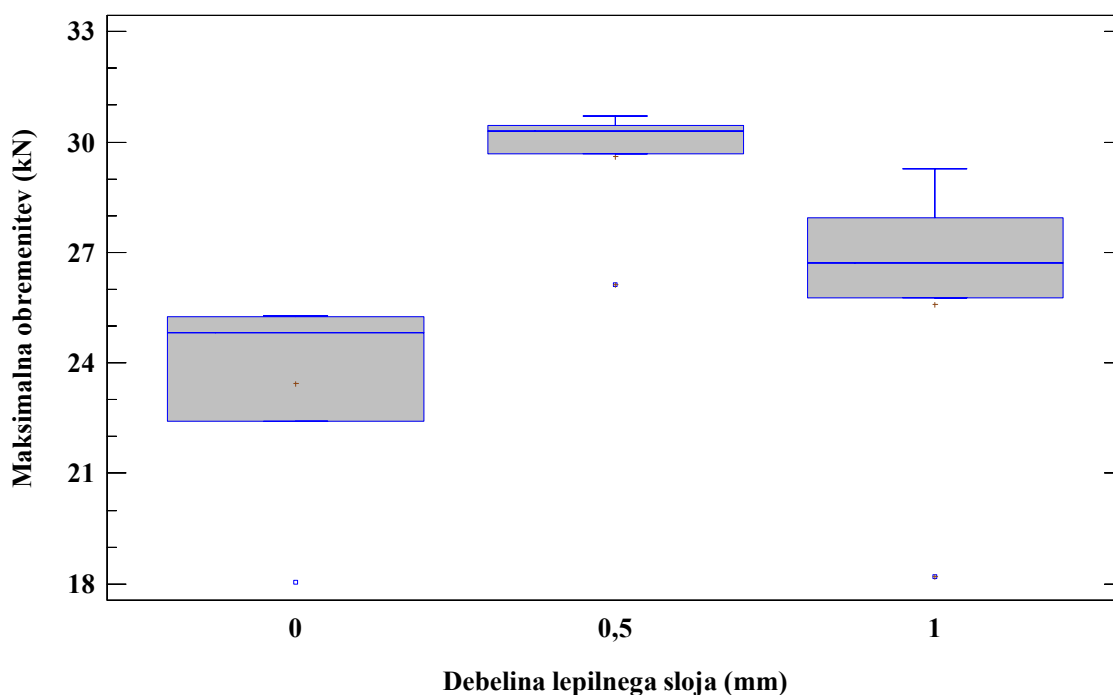


Slika 69: Maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja za premer palice $\varnothing = 10$ mm; sidriščna dolžina je bila 100 mm. Število ponovitev = 6

Figure 69: Maximum load in dependence on the thickness of the adhesive layer for rod diameter = 10 mm; the anchor length was 100 mm. Number of repeats = 6

Preizkušanci s premerom jeklene palice 12 mm in sidriščno dolžino 100 mm so imeli največjo povprečno maksimalno obremenitev pri 0,5 mm debelem lepilnem sloju (29597 N). Občutno manjšo povprečno maksimalno obremenitev so imeli preizkušanci z 1 mm debelim lepilnim slojem (25580 N). Preizkušanci z 0 mm debelim lepilnim slojem so imeli najnižjo maksimalno obremenitev (23441 N) (preglednica 9).

Statistična analiza meritev je pokazala, da je bila med preizkušanci z debelino lepilnega sloja 0 mm in 0,5 mm statistično značilna razlika. Prav tako je bila statistično značilna razlika med preizkušanci z 0,5 mm in 1 mm debelim lepilnim slojem, med tem ko med preizkušanci z 0 mm in 1 mm debelim lepilnim slojem ni bilo statistično značilne razlike (slika 70).



Slika 70: Maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja za premer palice $\varnothing = 12$ mm; sidriščna dolžina je bila 100 mm. Število ponovitev = 6

Figure 70: Maximum load in dependence on the thickness of the adhesive layer for rod diameter = 12 mm; the anchor length was 100 mm. Number of repeats = 6

Preglednica 9: Maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja za premer palice Ø 10 mm in Ø 12 mm; sidriščna dolžina je bila 100 mm. $\bar{x}$ predstavlja povprečno vrednost; σ predstavlja standardni odklon

Table 9: Maximum load plotted against the thickness of the adhesive layer for bar diameters of Ø 10 mm and Ø 12 mm; the anchorage length was 100 mm. $\bar{x}$ represents average; σ represents standard deviation

Debelina lepilnega sloja (mm)	Premer palice (mm)			
	Ø 10		Ø 12	
	σ (N)	$\bar{x}$ (N)	σ (N)	$\bar{x}$ (N)
0	2734	21872	2863	23441
0,5	2248	22898	1732	29597
1	1476	20169	4329	25580

Pri sidriščni dolžini 150 mm in premerom jeklene palice 10 mm so imeli preizkušanci z 0 mm debelim lepilnim slojem največjo povprečno maksimalno obremenitev (23527 N). Sledili so preizkušanci z 0,5 mm debelim lepilnim slojem (23049 N). Preizkušanci z 1 mm debelim lepilnim slojem so imeli najnižjo maksimalno obremenitev (18781 N) (preglednica 10).

Razlika v povprečni maksimalni obremenitvi med preizkušanci z 0 mm in 1 mm debelim lepilnim slojem ter 0,5 mm in 1 mm debelim lepilnim slojem je bila statistično značilna. Med preizkušanci z debelino lepilnega sloja 0 in 0,5 mm ni bilo statistično značilne razlike.

Preizkušanci s sidriščno dolžino 150 mm in premerom jeklene palice 12 mm, so imeli pri 0,5 mm debelem lepilnem sloju največjo povprečno maksimalno obremenitev (33336 N). Preizkušanci z 0 mm in 1mm debelim lepilnim slojem so imeli zelo podobno maksimalno obremenitev; 29685 N in 29654 N (preglednica 10). Med preizkušanci ni bilo statistično značilnih razlik.

Preglednica 10: Maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja za premer palice Ø 10 mm in Ø 12 mm; sidriščna dolžina je bila 150 mm. $\bar{x}$ predstavlja povprečno vrednost; σ predstavlja standardni odklon

Table 10: Maximum load plotted against the thickness of the adhesive layer for bar diameters of Ø 10 mm and Ø 12 mm; the anchorage length was 150 mm. $\bar{x}$ represents average; σ represents standard deviation

Debelina lepilnega sloja (mm)	Premer palice (mm)			
	Ø 10		Ø 12	
	σ (N)	$\bar{x}$ (N)	σ (N)	$\bar{x}$ (N)
0	1044	23527	2649	29685
0,5	966	23049	1047	33336
1	5318	18781	4766	29654

4.3.4 Vpliv premera jeklene palice na maksimalno obremenitev VIVJP

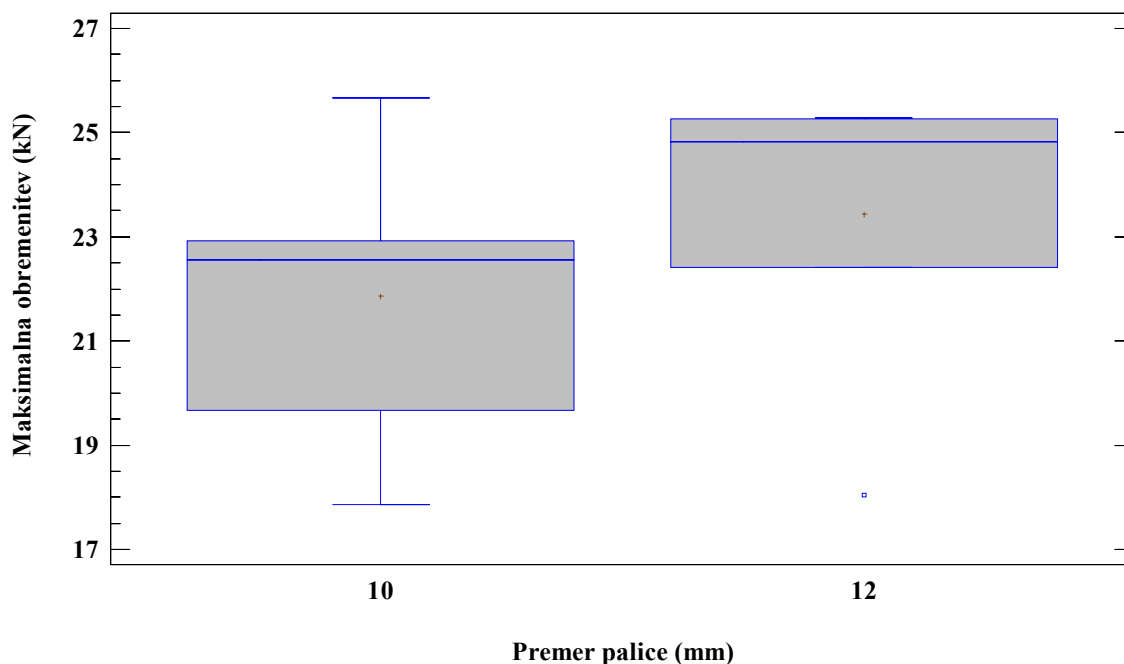
Večji premer jeklene palice predstavlja večjo lepilno površino, zato smo predvidevali, da VIVJP z večjim premerom prenesejo večje obremenitve. Ugotovili smo, da so bile povprečne vrednosti maksimalne obremenitve pri preizkušancih s premerom jeklene palice Ø 12 mm višje od tistih s premerom jeklene palice Ø 10 mm. Pri sidriščni dolžini 100 mm je tako razlika v povprečni maksimalni obremenitvi pri 0 mm debelem lepilnem sloju znašala 1569 N, pri 0,5 mm debelem lepilnem sloju 6699 N in pri 1 mm debelem lepilnem sloju 5411 N (preglednica 9).

Statistična analiza vpliva premera jeklene palice na maksimalno obremenitev pri sidriščni dolžini 100 mm je pokazala, da je bila statistično značilna razlika pri preizkušancih z 0,5 mm in 1mm debelim lepilnim slojem. Pri preizkušancih z 0 mm debelim lepilnim slojem ni bilo statistično značilne razlike (slike 71, 72 in 73).

Pri sidriščni dolžini 150 mm so bile povprečne vrednosti maksimalne obremenitve pri preizkušancih s premerom jeklene palice Ø 12 mm višje od tistih s premerom jeklene palice Ø 10 mm. Pri debelini lepilnega sloja 0 mm je bila razlika v povprečnih vrednostih

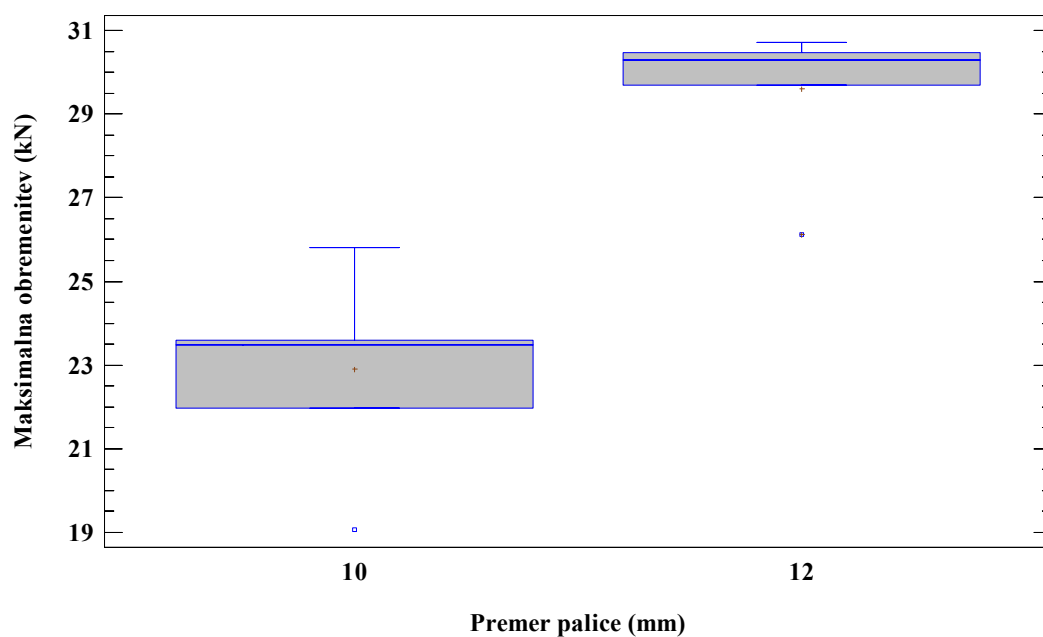
maksimalne obremenitve 6158 N, pri 0,5 mm debelem lepilnem sloju 10287 N in pri 1 mm debelem lepilnem sloju 10873 N (preglednica 10).

Pri tej sidriščni dolžini je bil vpliv premera jeklene palice na maksimalno obremenitev statistično značilen pri vseh treh debelinah lepilnega sloja; 0 mm, 0,5 mm in 1 mm (slike 74, 75 in 76).



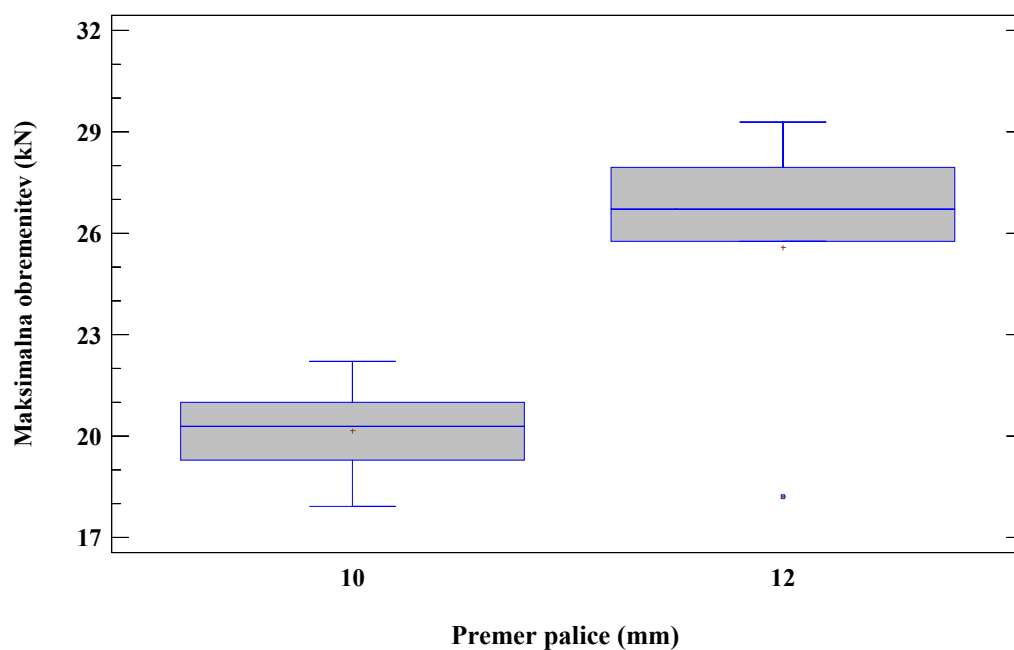
Slika 71: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing$ 10, $\varnothing$ 12) pri debelini lepilnega sloja 0 mm; sidriščna dolžina je 100 mm. Število ponovitev = 6

Figure 71: Dependence of the average maximum load on the diameter of the steel rods ($\varnothing$ 10, $\varnothing$ 12) at the thickness of the adhesive layer 0 mm; the anchor length is 100 mm. Number of repeats = 6



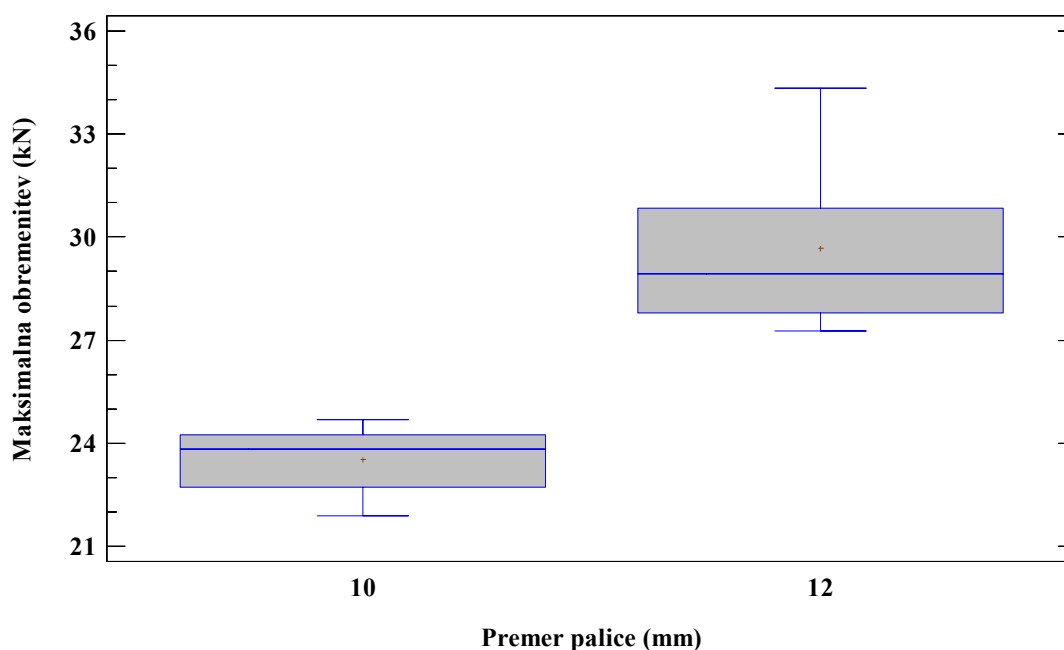
Slika 72: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing$ 10, $\varnothing$ 12) pri debelini lepilnega sloja 0,5 mm; sidriščna dolžina je 100 mm. Število ponovitev = 6

Figure 72: Dependence of the average maximum load on the diameter of the steel rods ($\varnothing$ 10, $\varnothing$ 12) at the thickness of the adhesive layer 0,5 mm; the anchor length is 100 mm. Number of repeats = 6



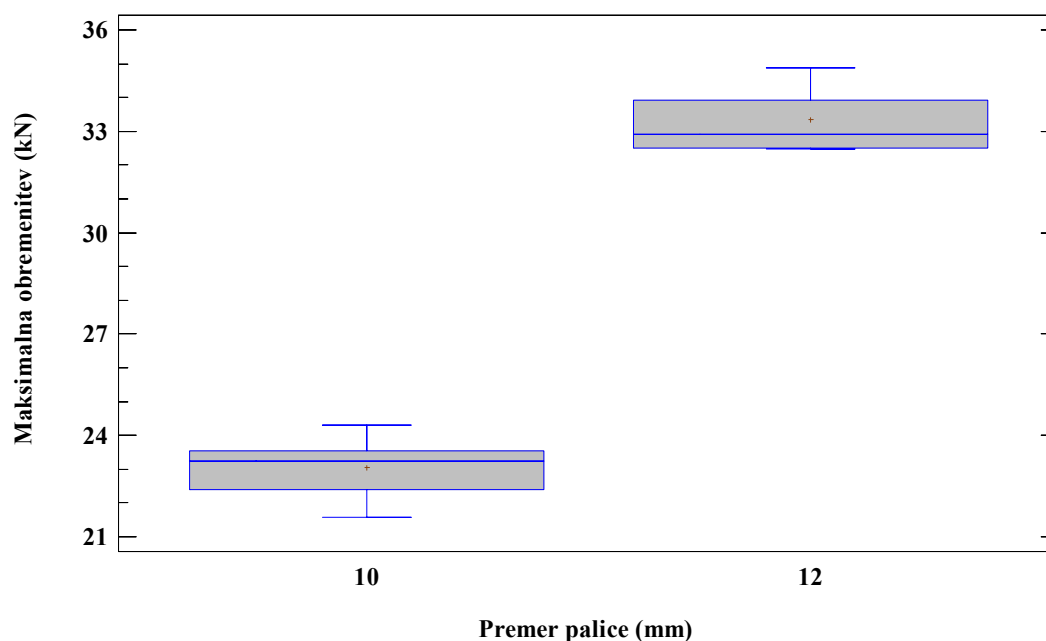
Slika 73: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing$ 10, $\varnothing$ 12) pri debelini lepilnega sloja 1 mm; sidriščna dolžina je 100 mm. Število ponovitev = 6

Figure 73: Dependence of the average maximum load on the diameter of the steel rods ($\varnothing$ 10, $\varnothing$ 12) at the thickness of the adhesive layer 1 mm; the anchor length is 100 mm. Number of repeats = 6



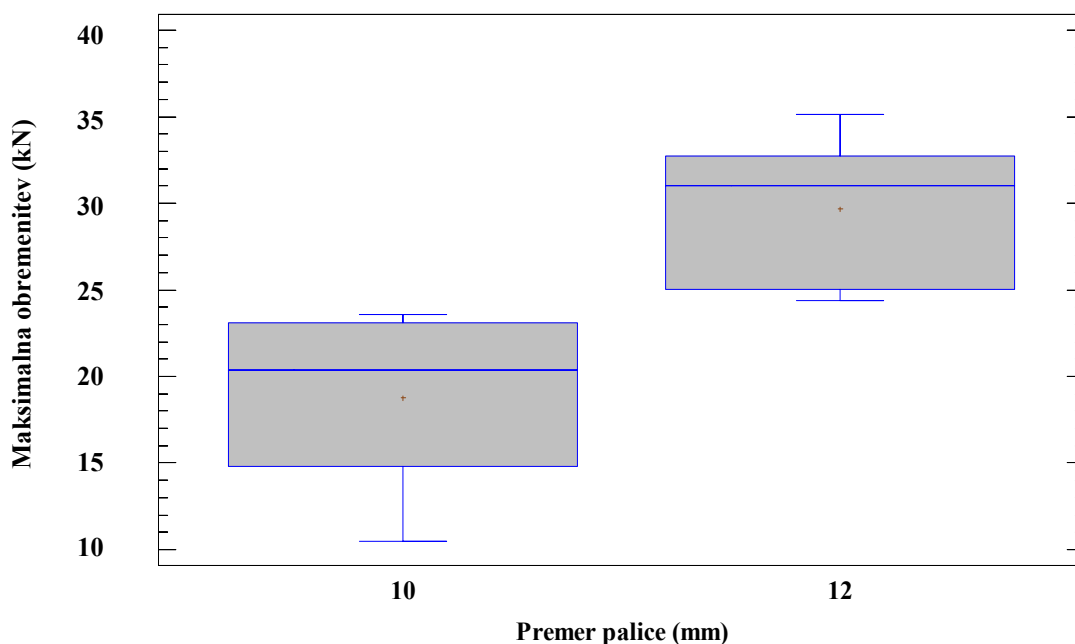
Slika 74: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice (Ø 10, Ø 12) pri debelini lepilnega sloja 0 mm; sidriščna dolžina je 150 mm. Število ponovitev = 6

Figure 74: Dependence of the average maximum load on the diameter of the steel rods (Ø 10, Ø 12) at the thickness of the adhesive layer 0 mm; the anchor length is 150 mm. Number of repeats = 6



Slika 75: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice (Ø 10, Ø 12) pri debelini lepilnega sloja 0,5 mm; sidriščna dolžina je 150 mm. Število ponovitev = 6

Figure 75: Dependence of the average maximum load on the diameter of the steel rods (Ø 10, Ø 12) at the thickness of the adhesive layer 0,5 mm; the anchor length is 150 mm. Number of repeats = 6



Slika 76: Odvisnost maksimalne obremenitve od premera jeklene palice ($\varnothing$ 10, $\varnothing$ 12) pri debelini lepilnega sloja 1 mm; sidriščna dolžina je 150 mm. Število ponovitev = 6

Figure 76: Dependence of the average maximum load on the diameter of the steel rods ($\varnothing$ 10, $\varnothing$ 12) at the thickness of the adhesive layer 1 mm; the anchor length is 150 mm. Number of repeats = 6

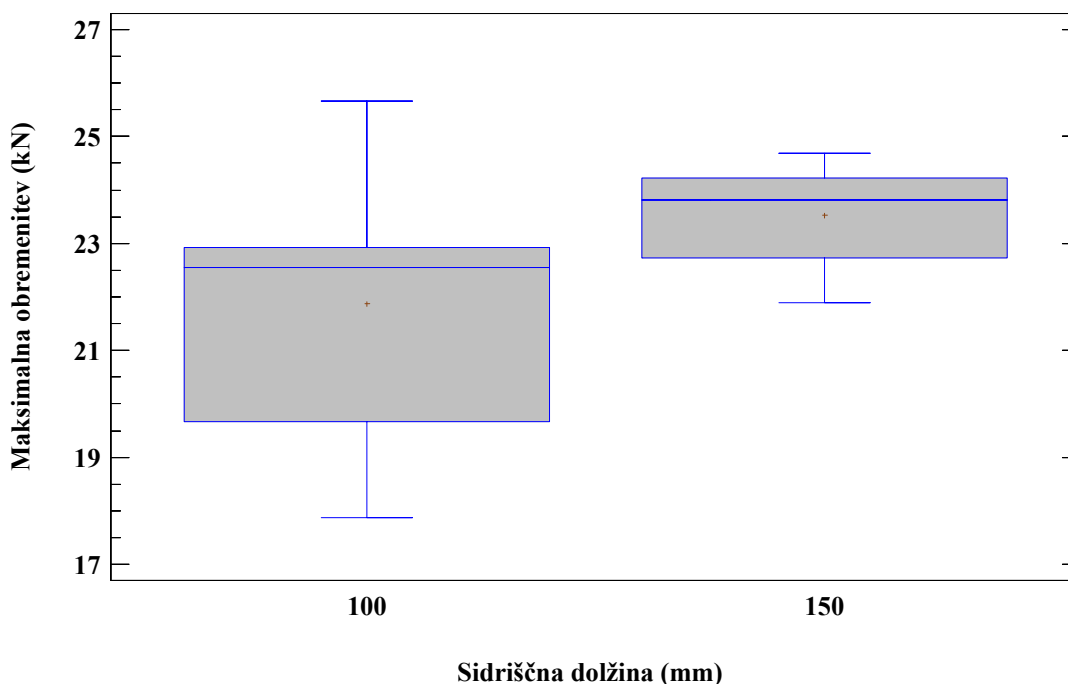
4.3.5 Vpliv sidriščne dolžine na maksimalno obremenitev VIVJP

Preizkušanci s sidriščno dolžino 150 mm in premerom jeklene palice $\varnothing$ 10 mm so imeli pri 0 mm debelem lepilnem sloju za 1655 N višjo povprečno maksimalno obremenitev od preizkušancev s sidriščno dolžino 100 mm. Pri 1 mm debelem lepilnem sloju je bila razlika samo 151 N. Preizkušanci z 1 mm debelim lepilnim slojem in sidriščno dolžino 100 mm, so imeli za 1388 N višjo povprečno maksimalno obremenitev od preizkušancev s sidriščno dolžino 150 mm (preglednici 9 in 10).

Statistična analiza vpliva sidriščne dolžine na maksimalno obremenitev pri premeru jeklene palice $\varnothing$ 10 je pokazala, da ni bilo statistično značilne razlike med preizkušanci ne glede na debelino lepilnega sloja (slike 77, 78 in 79). Pri premeru jeklene palice $\varnothing$ 12 je bila med preizkušanci z debelino lepilnega sloja 0 mm in 0,5 mm statistično značilna

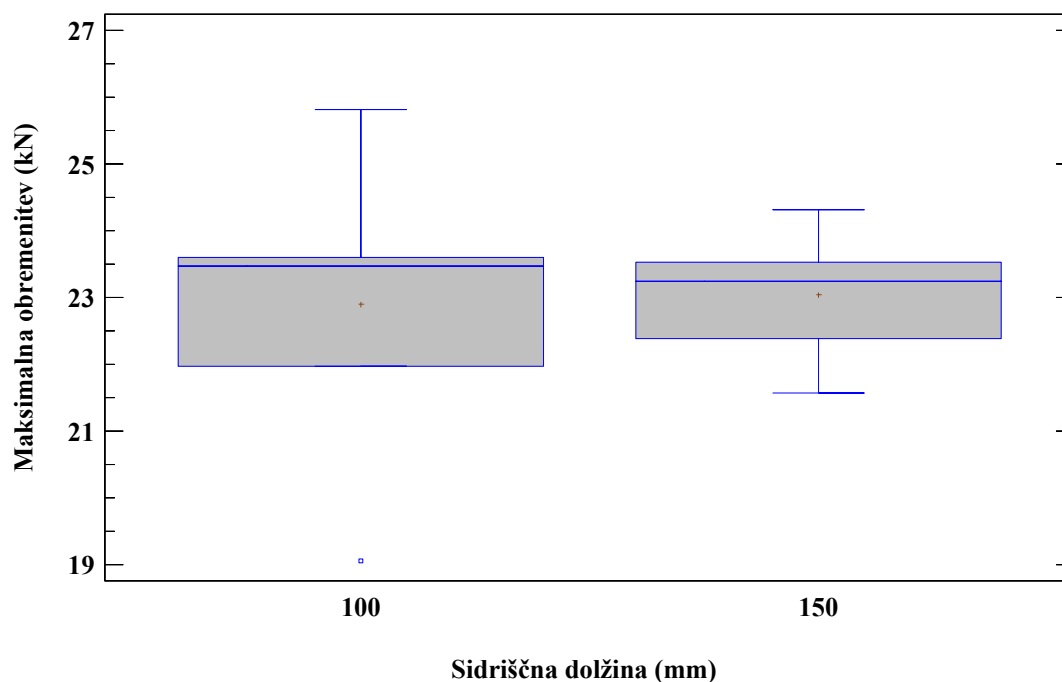
razlika, medtem ko pri debelini lepilnega sloja 1 mm statistično značilne razlike med preizkušanci ni bilo (slike 80, 81 in 82).

Preizkušanci s premerom jeklene palice $\varnothing$ 12 mm in sidriščno dolžino 150 mm so imeli večjo povprečno maksimalno obremenitev od preizkušancev s sidriščno dolžino 100 mm. Največja razlika je bila pri 0 mm debelem lepilnem sloju in je znašala 6243 N. Pri 1 mm debelem lepilnem sloju je bila razlika 4073 N; pri 0,5 mm debelem lepilnem sloju pa 3739 N (preglednici 9 in 10).



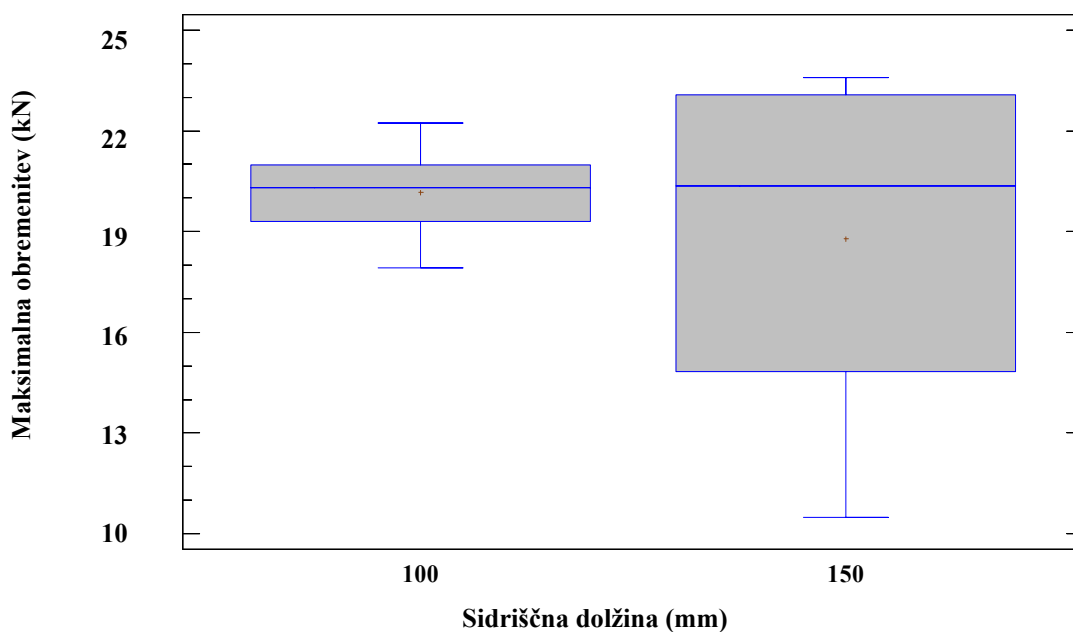
Slika 77: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 0 mm; premer jeklene palice $\varnothing$ 10 mm. Število ponovitev = 6

Figure 77: Dependence of the average maximum load on the anchor length at the thickness of the adhesive layer 0 mm; steel rod diameter $\varnothing$ = 10 mm. Number of repeats = 6



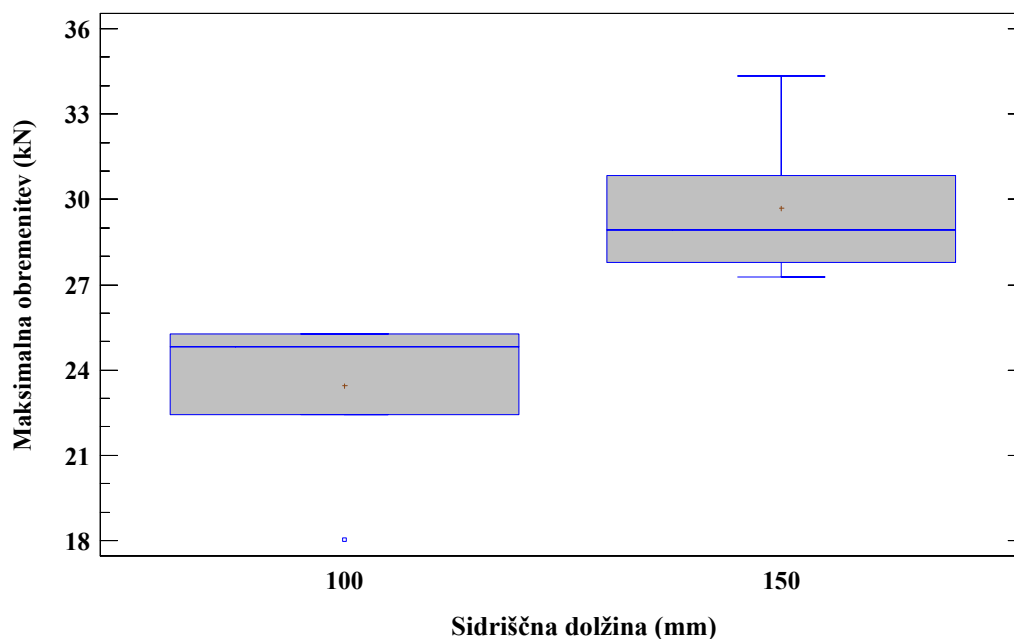
Slika 78: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 0,5 mm; premer jeklene palice Ø 10 mm. Število ponovitev = 6

Figure 78: Dependence of the average maximum load on the anchor length at the thickness of the adhesive layer 0,5 mm; steel rod diameter Ø = 10 mm. Number of repeats = 6



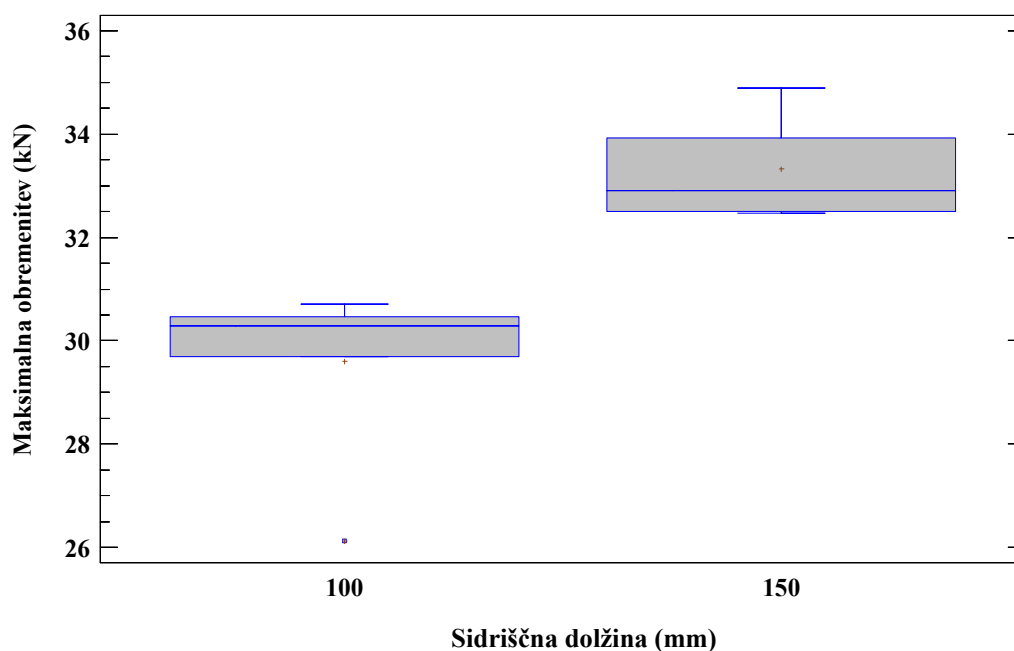
Slika 79: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 1 mm; premer jeklene palice Ø 10 mm. Število ponovitev = 6

Figure 79: Dependence of the average maximum load on the anchor length at the thickness of the adhesive layer 1 mm; steel rod diameter Ø = 10 mm. Number of repeats = 6



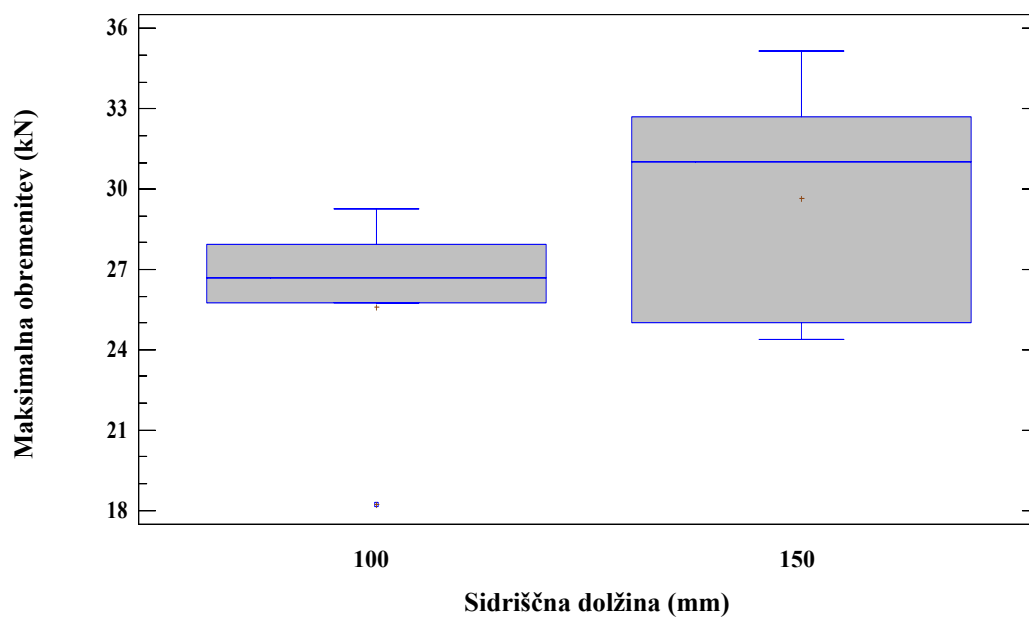
Slika 80: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 0 mm; premer jeklene palice Ø 12 mm. Število ponovitev = 6

Figure 80: Dependence of the average maximum load on the anchor length at the thickness of the adhesive layer 0 mm; steel rod diameter Ø = 12 mm. Number of repeats = 6



Slika 81: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 0,5 mm; premer jeklene palice Ø 12 mm. Število ponovitev = 6

Figure 81: Dependence of the average maximum load on the anchor length at the thickness of the adhesive layer 0,5 mm; steel rod diameter Ø = 12 mm. Number of repeats = 6



Slika 82: Odvisnost maksimalne obremenitve od sidriščne dolžine pri debelini lepilnega sloja 1 mm; premer jeklene palice Ø 12 mm. Število ponovitev = 6

Figure 82: Dependence of the average maximum load on the anchor length at the thickness of the adhesive layer 1 mm; steel rod diameter Ø = 12 mm. Number of repeats = 6

5 RAZPRAVA IN SKLEPI

5.1 REOLOŠKE LASTNOSTI LEPIL MED UTRJEVANJEM

5.1.1 Reološke lastnosti epoksidnih lepil pri konstantni frekvenci obremenjevanja

5.1.1.1 Spremembe reoloških lastnosti epoksidnih lepil med utrjevanjem

Reološka analiza utrjevanja epoksidnega lepila z oscilatornim testom nam je omogočila spremljanje utrjevanja lepila čez celotno območje; od tekočega stanja do trdnega oz. popolnega zamreženja lepila. Na začetku utrjevanja je bil viskozni strižni modul večji od elastičnega strižnega modula. V tej fazi procesa utrjevanja je celoten sistem namreč še vedno izkazoval predvsem lastnosti tekočine. Postopoma sta se oba modula povečala kot posledica povečanega zamreženja polimera in se v določeni točki sekala. V tej točki je imel sistem tako viskozne kot elastične lastnosti (slika 42). Pri konstantni frekvenci obremenjevanja lahko točko, v kateri se oba modula sekata, definiramo kot točko želiranja (Harran in Laudouard, 1985). Če temperatura utrjevanja ne preseže temperature steklastega prehoda $T_{g\infty}$, vrh krivulje tangensa izgubnega kota predstavlja točko zamreženja (Zheng, 2002).

Želiranje in zamreženje lepila zaznamo na podlagi sprememb dinamično mehanskih lastnosti. Za določitev točke želiranja in zamreženja obstaja več različnih kriterijev. Najbolj pogost kriterij za določitev točke želiranja je sečišče obeh modulov. Vendar so kasnejše študije pokazale, da točka želiranja ni nujno enaka presečišču viskoznega strižnega modula in elastičnega strižnega modula (Winter in Chambon, 1987; Núñez in sod., 2005). Naslednji možen kriterij je, da želiranje nastopi, ko viskoznost eksponentno naraste proti neskončnosti. Glavna slabost tega kriterija je zelo težka določitev asimptote vrednosti viskoznosti. Ena od metod za določitev točke želiranja je tudi presečišče tangente, postavljene na elastični strižni modul, ko ta doseže vrednost blizu 100 kPas in osnovne črte $G' = 0$ (Laza in sod., 1998).

Za določitev točke zamreženja lepila ni splošnega kriterija. Pri proučevanju epoksidnih lepil je bilo ugotovljeno, da je zamreženje postopen proces, ki se razprostira preko širokega

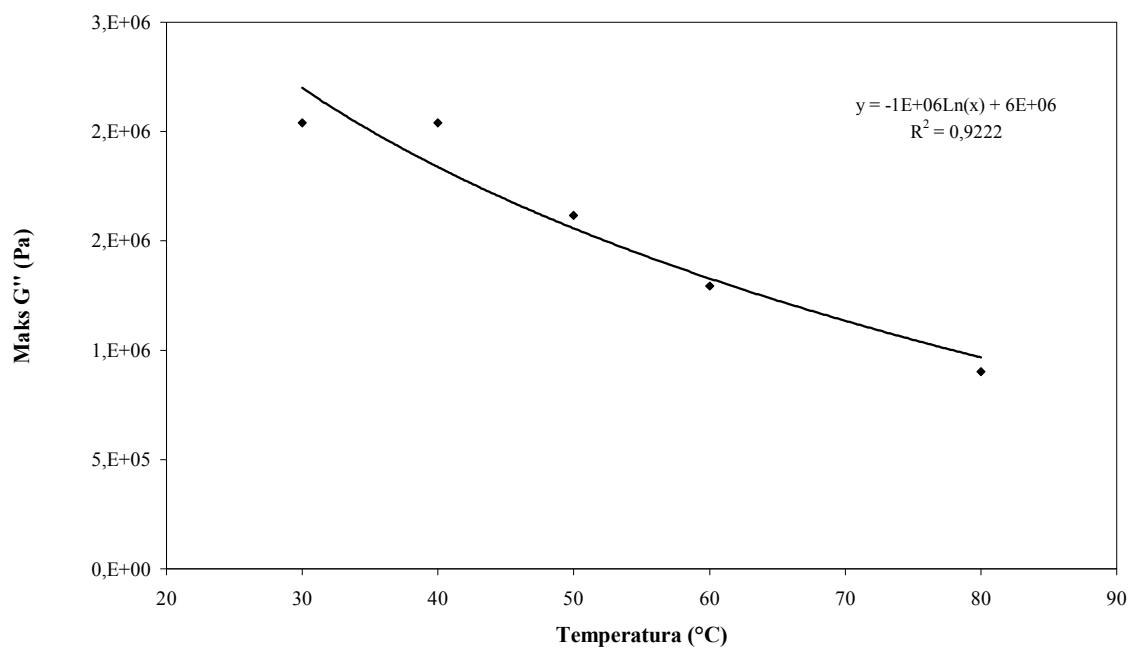
temperaturnega območja, odvisno od uporabljenega kriterija. Zamreženje lahko določimo na podlagi različnih kriterijev. V naši raziskavi smo kot začetek zamreženja uporabili točko, ki sovпада z vrhom v krivulji viskoznega strižnega modula pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz (Zheng, 2002).

Na osnovi predstavljenih kriterijev smo ugotovili, da je pri 30 °C lepilo ERGO 7211 najhitreje utrjevalo, sledilo je lepilo EPOX 210 in lepilo EP 101 (preglednica 4).

5.1.1.2 Vpliv temperature na proces utrjevanja lepil

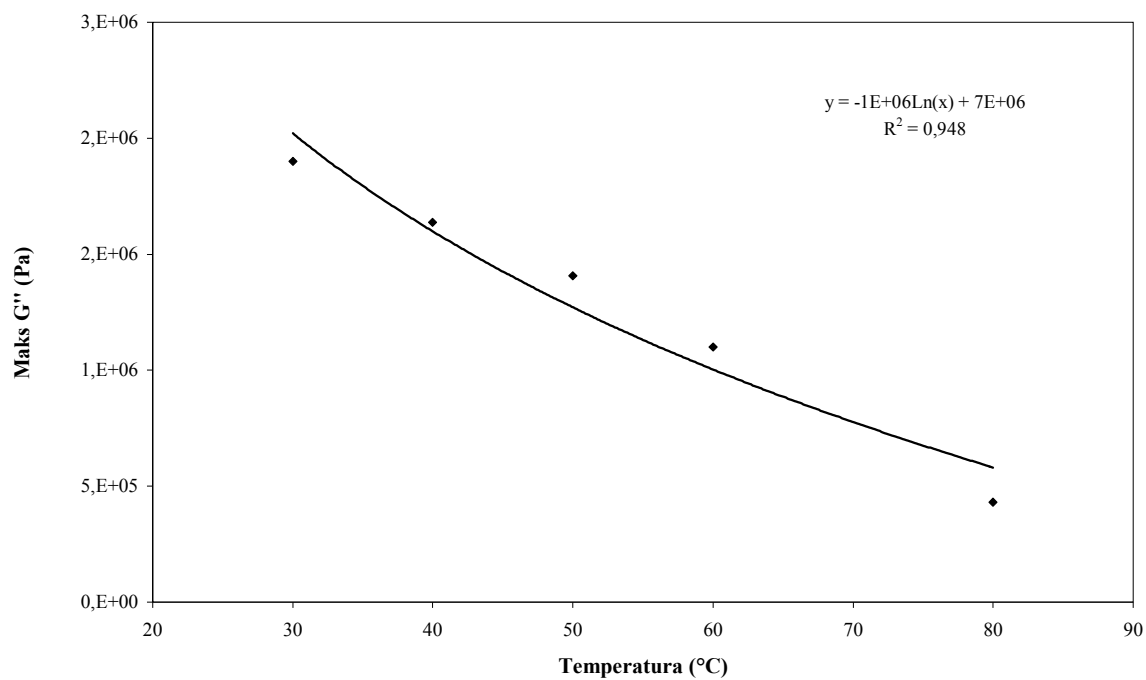
Vpliv temperature na proces utrjevanja (predvsem viskozni strižni modul in elastični strižni modul) smo proučili tako, da smo poleg utrjevanja pri 30 °C uporabili še štiri višje temperature: 40 °C, 50 °C, 60 °C in 80 °C. Z naraščajočo temperaturo se je povečala hitrost utrjevanja lepila. Hkrati sta se oba modula, tako elastični strižni modul kot viskozni strižni modul, zelo zmanjšala. Z naraščanjem temperature se je zmanjšal tudi čas, ki je bil potreben za želiranje oziroma zamreženje lepila (preglednica 4).

Maksimalen viskozni strižni modul se je z naraščajočo temperaturo utrjevanja zelo zmanjšal. Razlika med največjo in najmanjšo vrednostjo je bila pri lepilu ERGO 7211 in je bila približno 2,26-kratna. Pri lepilu EPOX 210 je bila razlika približno 4,41-kratna, medtem ko je bila največja razlika pri lepilu EP 101, in sicer približno 40-kratna. Odvisnost maksimalnega strižnega modula od temperature utrjevanja lahko opišemo z logaritemsko funkcijo, s katero lahko pri lepilu ERGO 7211 pojasnimo 92 % variance (determinacijski koeficient $R^2=0,9222$, slika 83), pri lepilu EPOX 210 skoraj 95 % ($R^2=0,948$, slika 84) in pri lepilu EP 101 86 % variance ($R^2=0,8637$, slika 85).



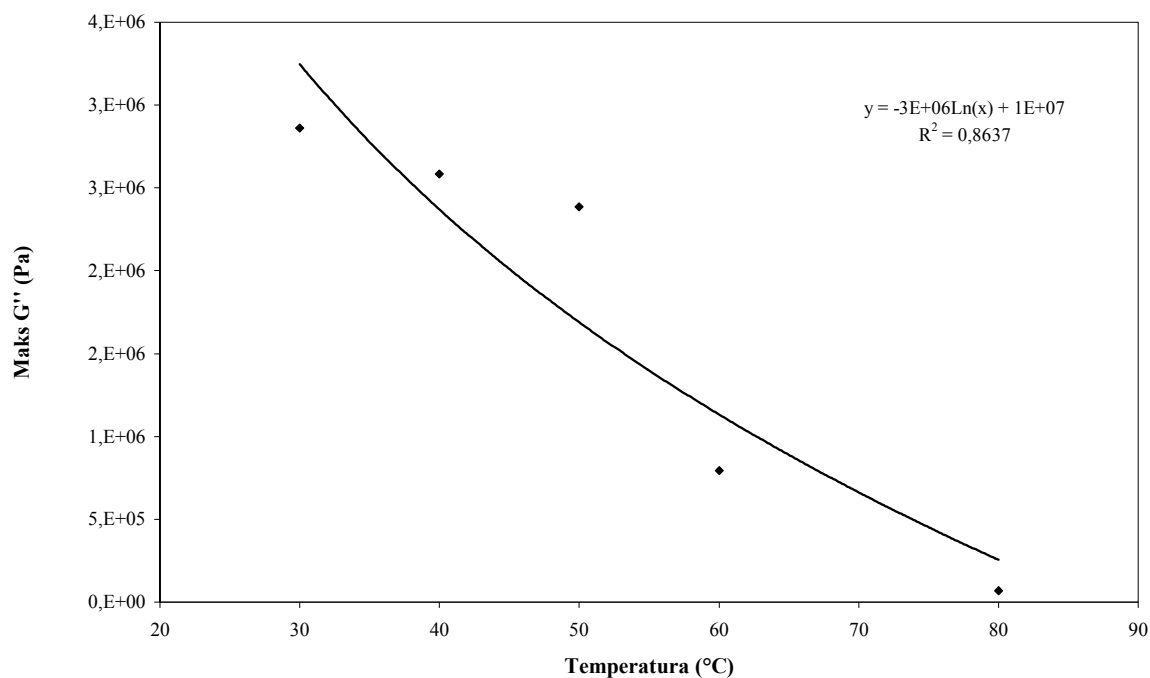
Slika 83: Maksimalni viskozni strižni modul (Maks G'') v odvisnosti od temperature za epoksidno lepilo ERGO 7211

Figure 83: Maximum loss modulus (Maks G'') as a function of temperature for the epoxy adhesive ERGO 7211



Slika 84: Maksimalni viskozni strižni modul (Maks G'') v odvisnosti od temperature za epoksidno lepilo EPOX 210

Figure 84: Maximum loss modulus (Maks G'') as a function of temperature for the epoxy adhesive EPOX 210



Slika 85: Maksimalni viskozni strižni modul (Maks G'') v odvisnosti od temperature za epoksidno lepilo EP 101

Figure 85: Maximum loss modulus (Maks G'') as a function of temperature for the epoxy adhesive EP 101

Vpliv temperature na proces utrjevanja lepila lahko razložimo s samo naravo epoksidnih lepil. Epoksidna lepila prištevamo med duromere, za katere je značilno, da njihove lastnosti niso odvisne samo od testnega okolja ampak tudi od termične in okoljske zgodovine. Za duromerna lepila je značilna tudi temperatura steklastega prehoda (T_g) (Lapique in Redford, 2000). Steklast prehod je temperaturno vzpodbujena morfološka sprememba v polimeru med krhkim, steklastim stanjem in viskoznim, gumijastim stanjem. Temperatura steklastega prehoda pa je temperatura, pri kateri se ta prehod zgodi (Franck, 2004). Če mehak, elasto-plastičen in gumijast material ohladimo skozi območje T_g , se spremeni iz amorfne v relativno trd, elastičen in steklast material (Li, 2000). Na T_g vplivajo različni dejavniki kot so sestava molekule epoksidnega lepila, gostota zamreženja, polarna narava funkcionalnih skupin molekule epoksidnega lepila, sestava utrjevalca ali katalizatorja, čas utrjevanja in temperatura utrjevanja (Tamulewich in Moore, 1980). V osnovi imajo polimeri z daljšimi molekularnimi verigami, z več vodikovimi vezmi, s polarnimi skupinami in z višjo stopnjo zamreženja, višjo T_g . Polimeri s simetričnimi (nepolarnimi) molekularnimi strukturami ali z mehčalci imajo običajno nižjo T_g .

Molekularna mobilnost je neposredno odvisna od temperature steklastega prehoda. Pod T_g je molekula zaprta na njenem mestu, z zelo omejeno možnostjo gibanja, njen prosti volumen pa je relativno majhen. Molekule se ne morejo premikati ena od druge. Nad T_g imajo molekule veliko več prostora za gibanje, njihov prosti volumen pa se z naraščajočo temperaturo hitro povečuje. Molekule se lahko premikajo ali drsijo druga ob drugi (Li, 2000). Ko temperatura narašča, se skrajšuje čas, ki je potreben za želiranje. Z naraščajočo temperaturo se povečuje molekularna mobilnost, hkrati pa se s tem posledično pospešuje proces utrjevanja (Lapique in Redford, 2002). Podobno kot za želiranje se z naraščajočo temperaturo skrajša tudi čas, ki je potreben za zamreženje lepila.

Ostale mehanske lastnosti variirajo v povezavi s temi spremembami v stopnji utrjenosti in plastičnosti. Temperatura utrjevanja določa mnogo lastnosti epoksidnih lepil in T_g lahko služi kot merilo za določitev stopnje utrjenosti epoksidnega lepila. Temperatura utrjevanja in čas utrjevanja imata zelo velik vpliv na T_g vsakega epoksidnega sistema. Pri temperaturah blizu T_g se vrednosti fizikalnih in mehanskih lastnosti, kot so natezna trdnost, strižna trdnost in modul, zelo zmanjšajo (Mravljak in Šernek, 2011). To lahko nazorno vidimo na slikah 43, 44, 45, 83, 84 in 85, ki prikazujejo zmanjšanje elastičnega strižnega modula in viskoznega strižnega modula epoksidnih lepil zaradi zviševanja temperature utrjevanja. Za lepilo EP 101 sta se tako pri temperaturi okrog 50 °C oba modula zelo zmanjšala, ker je bila temperatura utrjevanja blizu temperature steklastega prehoda. Zmanjšali so se tudi časi utrjevanja. Pri temperaturi utrjevanja 30 °C je bila maksimalna vrednost elastičnega strižnega modula dosežena po približno 1000 min, medtem ko je bila pri temperaturi utrjevanja 80 °C dosežena po samo 60 min, kar je skoraj 17-krat hitreje kot pri 30 °C (slika 45).

5.1.1.3 Vpliv temperature na elastični strižni modul in viskozni strižni modul predhodno utrjenega lepila

Po ohlajevanju epoksidnega lepila sta se oba modula močno povečala in se približala vrednostim, ki so bile dosežene pri temperaturi utrjevanja 30 °C (poglavje 4.1.1.3). Ugotovimo lahko, da so se vrednosti modulov po ohlajevanju lepila zelo ali skoraj popolno

približale vrednostim pri 30 °C. Časi za doseganje teh vrednosti pa so bili pri ohlajanju bistveno krajši (preglednica 5 in slika 46).

Razlog za takšno povrnitev vrednosti elastičnega strižnega modula in viskoznega strižnega modula epoksidnega lepila je v temperaturi steklastega prehoda. Pri utrjevanju z visoko temperaturo se povečuje molekularna mobilnost epoksidnega lepila, hkrati pa se s tem posledično pospešuje proces utrjevanja. Pri temperaturah blizu T_g vrednosti se fizikalne in mehanske lastnosti epoksidnih lepil, kot so natezna trdnost, strižna trdnost in modul, zelo zmanjšajo. Pri raziskavi vpliva ohlajevanja na lastnosti lepila je bila v prvem delu temperatura utrjevanja (80 °C) blizu temperature T_g . To pojasni zakaj sta bila oba modula tako majhna. Po ohlajevanju na 30 °C sta se modula sunkovito povečala, ker temperatura utrjevanja ni bila več blizu T_g , s tem pa so se povečale tudi fizikalne in mehanske lastnosti lepila (Winter, 2001; Franck, 2004).

5.1.2 Reološke lastnosti epoksidnih lepil pri obremenjevanju z več frekvencami hkrati

Pri uporabi tehnike »multivawe oscillation« smo na začetku izvedli vrsto preizkusov, s katerimi smo določili osnovno in harmonični frekvenci. Glavna prednost te tehnike je, da lahko zelo natančno določimo točko želiranja. Pri kriteriju, uporabljenem v prvem delu reoloških meritev, smo privzeli, da presečišče obeh modulov predstavlja točko želiranja. Nekatere raziskave so pokazale, da je presečišče modulov samo približna točka, kjer se prične želiranje (Núñez in sod., 2005; Winter in sod., 1988; Laza in sod., 1998). Za natančno določitev točke želiranja na podlagi presečišča modulov je potrebno izvesti veliko število zaporednih meritev, da izločimo vpliv napetosti na čas želiranja. Kot najbolj zanesljiv kriterij za določanje točke želiranja velja točka, v kateri je $\tan \delta$ neodvisen od frekvence obremenjevanja (Winter, 1988).

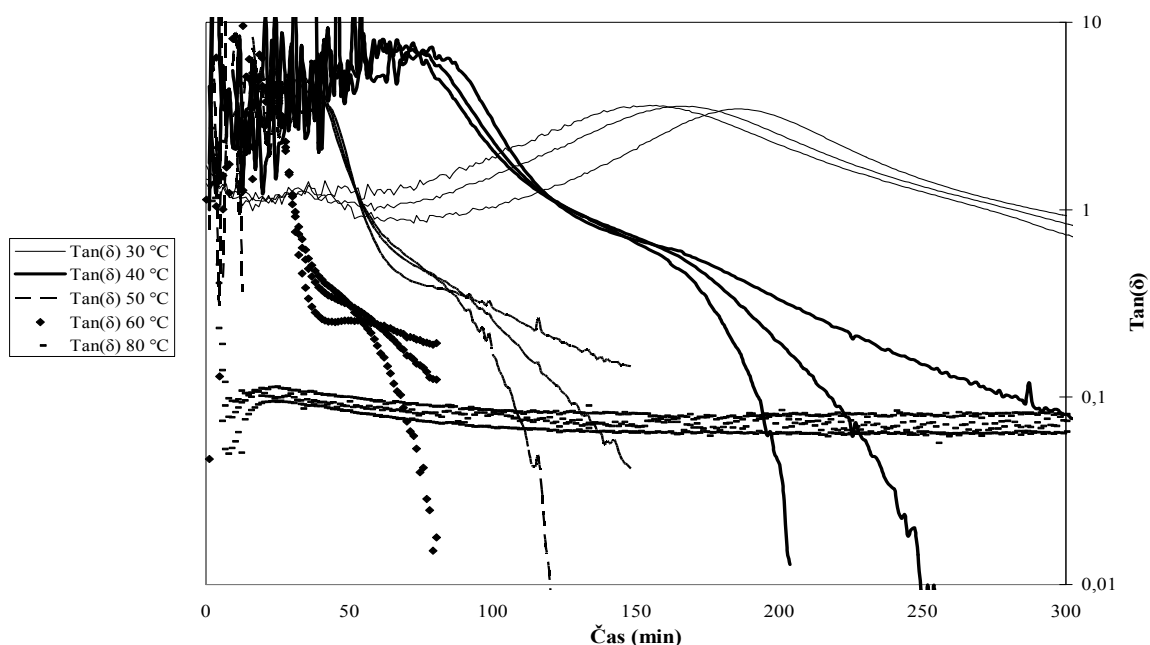
5.1.2.1 Reološka analiza sistema les-lepilo-jeklo

Oba modula sta imela na začetku zelo nizko vrednost, pri čemer je bil viskozni strižni modul na začetku večji kot elastični strižni modul. Vrednosti tangensa izgubnega kota za posamezno frekvenco obremenjevanja so na začetku utrjevanja zelo nihale, vendar so se po določenem času razlike med zaporednimi meritvami tangensa izgubnega kota zmanjšale. V

točki, kjer so se krivulje sekale, je bil tangens izgubnega kota neodvisen od frekvence obremenjevanja, kar je kriterij za določitev točke želiranja lepila. Sečišče krivulj tangensa izgubnega kota je sovpadalo tudi s sečiščem krivulj obeh modulov (slika 47). Določili smo tudi približno točko zamreženja na podlagi kriterija, da je točka zamreženja vrh viskoznega strižnega modula pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz (Zheng, 2002). Pri določanju točke zamreženja je potrebno poudariti, da temperatura utrjevanja ne sme preseči temperature steklastega prehoda (Regueira in sod., 2005).

5.1.2.2 Vpliv temperature na proces utrjevanja lepila v sistemu les-lepilo-jeklo

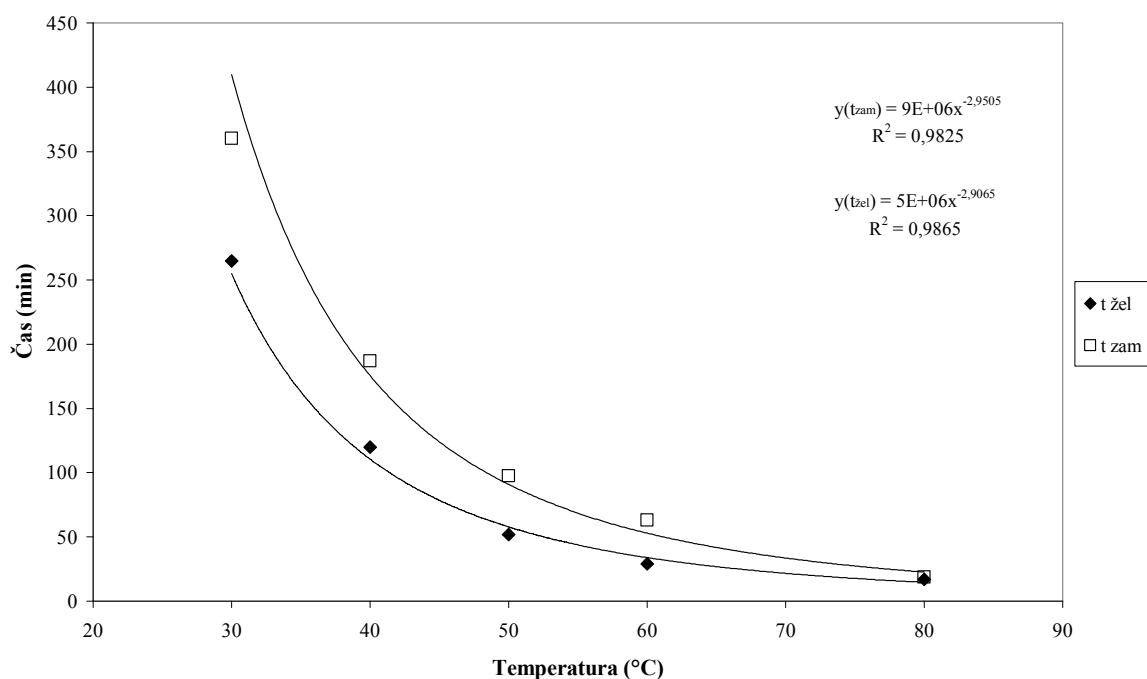
Z naraščajočo temperaturo utrjevanja se je povečala hitrost utrjevanja lepila. Oba modula, tako elastični strižni modul kot viskozni strižni modul sta se predvsem pri višjih temperaturah (60 °C in 80 °C) zelo zmanjšala. Tudi tangens izgubnega kota se je z višanjem temperature zmanjševal. Ugotovimo lahko tudi, da pri 30 °C in 80 °C ni prišlo do sečišča krivulj tangensa izgubnega kota v eni točki, zato točke želiranja ni bilo možno natančno določiti. Slika 86 povzema odvisnost tangensa izgubnega kota od temperature utrjevanja iz slik 48 do 52.



Slika 86: Odvisnost tangensa izgubnega kota od temperature utrjevanja za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo

Figure 86: Dependence of the tangent loss angle on curing temperature for the adhesive ERGO 7211 in the wood-adhesive-steel system

Vzrok za zmanjševanje obeh modulov in tangensa izgubnega kota z naraščajočo temperaturo je v T_g . S povečevanjem temperature utrjevanja se vedno bolj približujemo T_g lepila. Kot smo že omenili, se pri temperaturah blizu temperature steklastega prehoda zelo zmanjšajo fizikalne in mehanske lastnosti epoksidnih lepil. Na slikah od 48 do 52 lahko vidimo, da sta se z naraščanjem temperature utrjevanja modula zmanjševala, hkrati pa se je zmanjšal tudi čas, ki je bil potreben za utrjevanje. Bolj kot se približujemo T_g , bolj mobilne so molekule v lepilu. Vpliv temperature na čas želiranja in čas zamreženja lahko najbolje opišemo s potenčno funkcijo (slika 87), ki v obeh primerih pojasni več kot 98 % variance ($R^2=0,9825$ za funkcijo, ki pojasnjuje zamreženje in $R^2=0,9865$ za funkcijo, ki pojasnjuje želiranje). Tako je bil čas želiranja pri temperaturi utrjevanja 50 °C za približno 5-krat krajši kot pri 30 °C. Podobno je veljalo za čas zamreženja, ki se je pri enakem povečanju temperature utrjevanja skrajšal za 3,7-krat.



Slika 87: Odvisnost časa želiranja in časa zamreženja od temperature utrjevanja za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo

Figure 87: Dependence of the time of gelation and of the cross-linking time on the curing temperature for adhesive ERGO 7211 in the wood-adhesive-steel system

5.1.2.3 Reološka analiza sistema les-lepilo-les

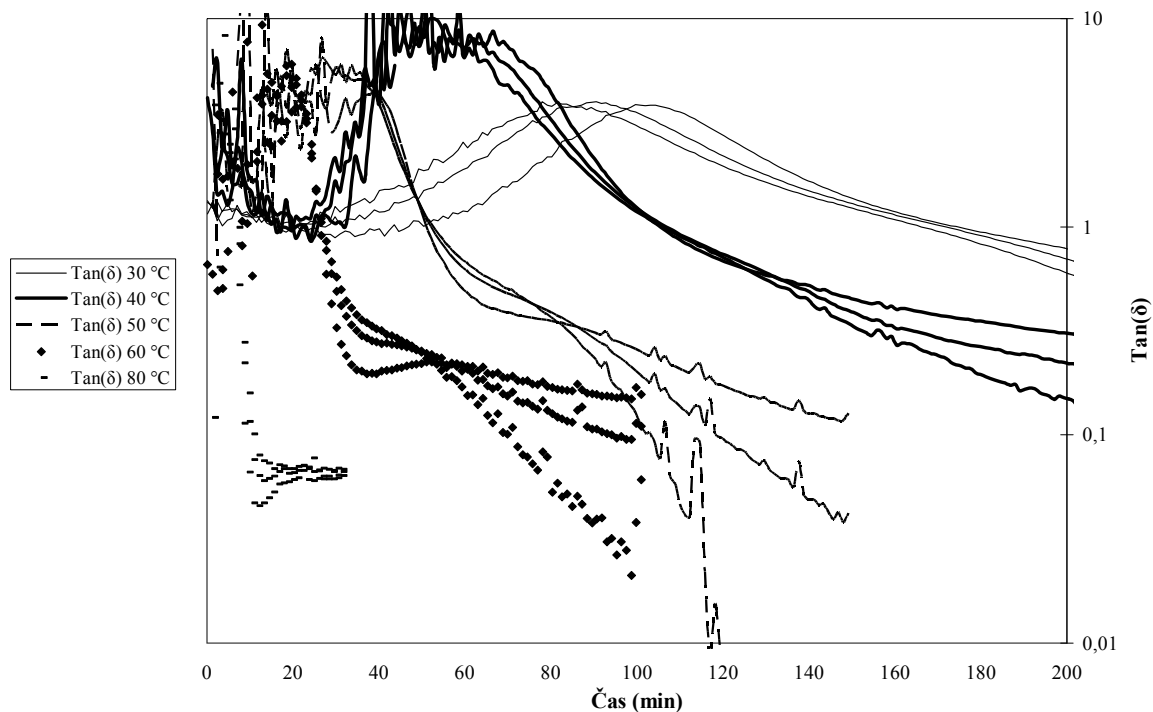
Obnašanje reoloških parametrov v sistemu les-lepilo-les je bilo zelo podobno kot pri sistemu les-lepilo-jeklo. Na začetku procesa utrjevanja je bil viskozni strižni modul večji od elastičnega strižnega modula, ker je lepilo še vedno izkazovalo lastnosti tekočine. Postopoma sta se oba modula povečala zaradi postopnega zamreževanja polimera. V določeni točki sta se krivulji obeh modulov sekali, kar je sovpadalo s sečiščem krivulj tangensa izgubnega kota. To sečišče je predstavljalo točko želiranja. Zamreženje smo določili na podlagi že uporabljenega kriterija v sistemu les-lepilo-jeklo, in sicer kot vrh krivulje viskoznega strižnega modula pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz (Zheng, 2002) (slika 53).

5.1.2.4 Vpliv temperature na proces utrjevanja lepila v sistemu les-lepilo-les

Z naraščanjem temperature utrjevanja se je povečevala hitrost utrjevanja lepila (preglednica 7). Z naraščajočo temperaturo sta se zmanjšala tudi oba modula (slike od 54 do 58). Zelo velik padec vrednostih obeh modulov je bil opazen zlasti pri najvišji temperaturi utrjevanja, 80 °C. Poleg obeh modulov se je z naraščanjem temperature zmanjševal tudi tangens izgubnega kota. Slika 88 povzema odvisnost tangensa izgubnega kota od temperature utrjevanja iz slik 54 do 58. Pri temperaturi 30 °C in 80 °C ni prišlo do sečišča krivulj tangensa izgubnega kota, zato pri teh temperaturah tudi ni bilo možno natančno določiti točke želiranja.

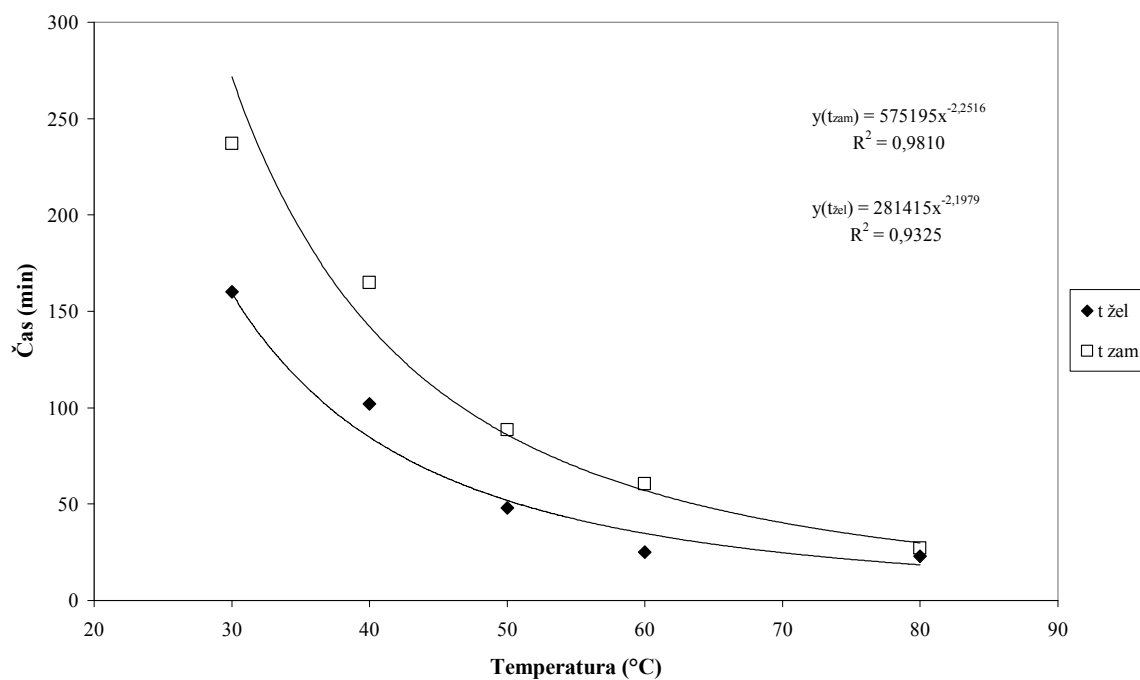
Razlog za zmanjšanje modulov pri naraščanju temperature utrjevanja je v temperaturi steklastega prehoda. Kot je že omenjeno v sistemu les-lepilo-jeklo se v bližini T_g fizikalne in mehanske lastnosti materialov močno zmanjšajo. Tako si lahko razložimo padanje obeh modulov in s tem posledično tudi tangensa izgubnega kota, ko se je temperatura utrjevanja povečevala in se približevala T_g . T_g namreč zelo vpliva na mobilnost molekul v lepilu, zato se z naraščanjem temperature skrajšuje čas želiranja in zamreženja. Čas želiranja in čas zamreženja lepila v sistemu les-lepilo-jeklo sta se z naraščajočo temperaturo utrjevanja skrajševala, kar lahko najboljše opišemo s potenčno funkcijo (slika 89). Za funkcijo, ki prikazuje čas želiranja, je bil $R^2 = 0,9325$, za čas zamreženja pa $R^2 = 0,981$. Čas želiranja se je pri temperaturi utrjevanja 50 °C zmanjšal za približno 3,3-krat v primerjavi s časom

želiranja pri 30 °C. Čas zamreženja se je pri enakem povečanju temperature utrjevanja skrajšal za približno 2,7-krat.



Slika 88: Odvisnost tangensa izgubnega kota od temperature utrjevanja za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les

Figure 88: Dependence of the tangent loss angle on the curing temperature for the adhesive ERGO 7211 in the wood-adhesive-wood system



Slika 89: Odvisnost časa želiranja in časa zamreženja od temperature utrjevanja za lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-les

Figure 89: Dependence of the time of gelation on the curing temperature the adhesive ERGO 7211 in the wood-adhesive-wood system

5.2 VPLIV VLAŽNOSTI LESA NA MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SPOJEV

5.2.1 Vpliv vlažnosti lesa na mehansko trdnost preizkušancev s preklopom

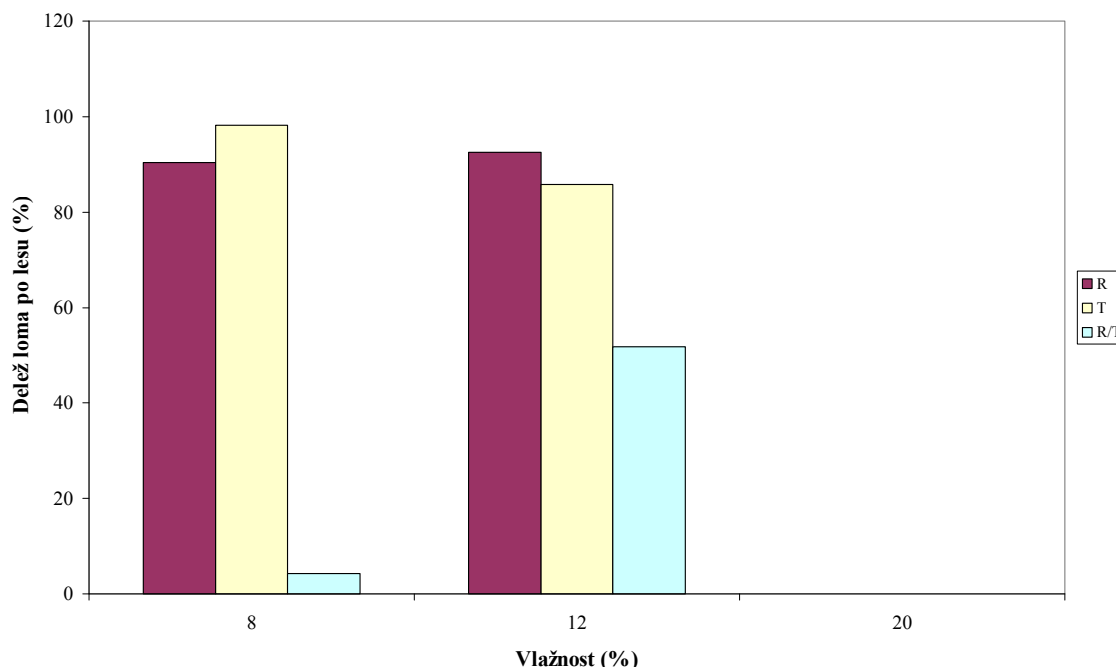
5.2.1.1 Vpliv vlažnosti lesa na strižno trdnost preizkušancev s preklopom

Povišana vlažnost lesa je negativno vplivala na strižno trdnost preizkušancev s preklopom. Strižna trdnost radialnih preizkušancev se je z naraščanjem ravnovesne vlažnosti lepilnega sloja drastično zmanjševala. Enako je veljalo za preizkušance s tangencialno in radialno-tangencialno usmeritvijo lesnih vlaken (preglednica 8).

Vzrok za zmanjšanje strižne trdnosti preizkušancev s preklopom zaradi povišane ravnovesne vlažnosti lesa in lepilnega sloja lahko pripišemo zmanjšanju strižne trdnosti lesa in lepila. Za epoksidna lepila je značilno, da imajo zelo nizko površinsko napetost. Njihova površinska napetost je pod kritično površinsko energijo večine snovi in so kot taka sposobna omočiti dobro očiščene površine kovin, organske in anorganske površine (Lee in Neville, 1967). Ko so prisotna polarna lepila, so lahko prisotne specifične interakcije, kot so vodikove vezi, v posameznih primerih se lahko vzpostavijo celo primarne kovalentne vezi. Lahko pride do vezi med ogljikom in železom. Pri termični razgradnji epoksidnih lepil med utrjevanjem lahko pride do prostih radikalov in s tem posledično do tvorbe vezi med ogljikom in železom. Prav zaradi svoje visoke polarnosti in prisotnosti vodikovih vezi pa so lahko epoksidna lepila zelo občutljiva na vodo oz. povišano vlažnost lepilnega sloja. Voda v lepilu lahko namreč povzroči prekinitev vodikovih vezi med verigami polimera. Tako vstop vode v lepilni sloj oslabi adhezijo med lepljencem in lepilom. Zelo pomembno vlogo pri vplivu vode na proces utrjevanja lepila ima difuzija le-te v lepilo, ki se običajno opisuje s Fick-ovim zakonom. (Crocombe in sod., 2006; Lin in Chen, 2005a; Loh in sod., 2005; Roy in sod., 2006). Absorbirana voda lahko prizadene tudi zamrežene vezi v epoksi lepilu, kar privede do cepitve in izluževanja segmentov mreže (Lin in sod., 2006).

Na sliki 90 je nazorno viden vpliv zmanjšanja strižne trdnosti epoksidnega lepila zaradi povišane ravnovesne vlažnosti lesa in lepilnega sloja. Delež loma po lesu z naraščanjem vlažnosti močno upade. Pri radialnih in tangencialnih preizkušancih se je z naraščajočo

vlažnostjo porušitev popolnoma prestavila iz mesta kohezivne porušitve lesa in adhezivne porušitve med lesom in lepilom na mesto adhezivne porušitve med lepilom in kovino.



Slika 90: Delež loma po lesu v odvisnosti od ravnovesne vlažnosti lesa in lepilnega sloja pri radialnih (R), tangencialnih (T) in radialno-tangencialnih (R/T) preizkušancih s preklopom

Figure 90: The proportion of wood failure, depending on the equilibrium moisture content of the wood and the adhesive layer in the single lap joint specimens with radial (R), tangential (T) and radial-tangential (R/T) orientation

Kot drugi vzrok za zmanjšanje strižne trdnosti preizkušancev lahko navedemo zmanjšanje strižne trdnosti lesa zaradi višje vlažnosti. Les je sestavljen iz primarnih komponent kot so celuloza, lignin in hemiceluloze ter sekundarnih komponent, med katere štejemo ekstraktivne snovi in pepel. Za primarne komponente je značilno, da so higroskopne in absorbirajo vlago iz zraka in obratno. Ker je les viskoelastičen material, prehod iz elastičnega v viskozno stanje določa T_g . Prehod je značilen za posamezne lesne sestavine in za les kot celoto. Les je pri sobni temperaturi v izrazito steklastem-krhkem stanju. Adsorbirana vlaga deluje kot mehčalec oz. plastifikator in znižuje T_g (Torelli, 2003; Simpson, 2008). Vlaga iz ozračja najbolj vpliva na celulozo in polioze, medtem ko je lignin manj higroskopen. Pri vlažnosti nasičenja celičnih sten T_g celuloze in polioz pade pod sobno temperaturo, tako da ima vlažen les nekaj sestavin, ki so v

plastičnem/viskozem stanju (Back in Salmén, 1982). V klimi z 87 % relativno zračno vlažnostjo smo se močno približali TNCS, zato so se mehansko fizikalne lastnosti lesa močno zmanjšale. Če pride do navlaževanja lesa na higroskopskem območju (pod TNCS), se v lepilnem sloju dodatno pojavijo napetosti zaradi nabrekanja lesa.

Na strižno trdnost preizkušancev s preklpom vplivata tako trdnost lepila kot tudi trdnost lesa. Vendar je iz rezultatov razvidno, da je bila pri najvišji ravnovesni vlažnosti lesa (87 % RZV) strižna trdnost preizkušancev odvisna predvsem od trdnosti lepila oz. adhezije med lepilom in kovino.

5.2.1.2 Vpliv orientacije lesnih vlaken na strižno trdnost preizkušancev s preklpom

Orientacija lesnih vlaken v preizkušancu je močno vplivala na strižno trdnost celotne vezi. Vendar samo orientacija lesnih vlaken še ne določa razporeditve strižne trdnosti. Tako vidimo, da je bil vpliv orientacije lesnih vlaken na strižno trdnost preizkušancev močno odvisen od ravnovesne vlažnosti preizkušancev.

Vpliv orientacije lesnih vlaken na strižno trdnost preizkušancev lahko razložimo z že omenjeno kemično sestavo lesa. Če pride do adsorpcije, začne les nabrekati, kar je posledica prejemanja vodnih molekul v celični steni. Te so z vodikovimi vezmi vezane na adsorpcijska mesta celuloznih molekul. Celulozne molekule sestavljajo mikrofibrile, te pa sestavljajo posamezne sloje celične stene. Orientacija mikrofibril v posameznem sloju in debelina le-tega določa, kako se les krči ali nabreka v posamezni anatomski smeri. Tako je nabrekanje v longitudinalni smeri najmanjše, v tangencialni pa največje. V radialni smeri je delovanje lesa za približno polovico manjše kot v tangencialni smeri (Simpson, 2008; Bulian in Graystone, 2009).

Tako je pri 87 % RZV strižna trdnost povsem pričakovano padla glede na nabrekanje lesa v določeni smeri; strižna trdnost pri 43 % RZV je bila najvišja pri radialnih preizkušancih, sledili so tangencialni in radialno-tangencialni preizkušanci. Pri 66 % RZV so imeli nekoliko nepričakovano najvišjo trdnost tangencialni preizkušanci, sledili so radialni in radialno-tangencialni preizkušanci. Razlike v strižni trdnosti med njimi so bile sorazmerno

majhne (preglednica 8). Pri 87 % RZV so imeli najvišjo strižno trdnost radialno-tangencialni preizkušanci, sledili so radialni in tangencialni preizkušanci. Razlike v strižni trdnosti so bile majhne, sama strižna trdnost pa je bila pri tej vlažnosti zelo nizka.

5.3 MEHANSKE LASTNOSTI LEPILNIH SPOJEV VIVJP

5.3.1 Vpliv debeline lepilnega sloja na maksimalno obremenitev VIVJP

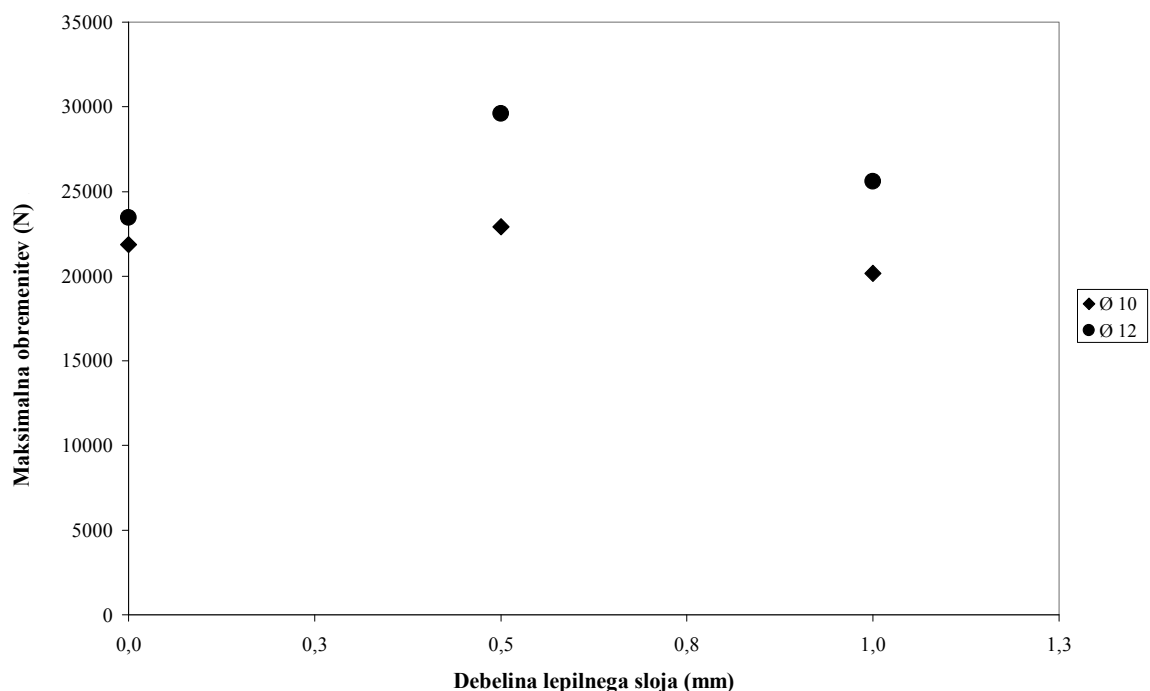
Debelina lepilnega sloja je vplivala na maksimalno obremenitev VIVJP, vendar povezava ni bila linearna. S povečanjem debeline sloja iz 0 mm na 0,5 mm se je povečala povprečna vrednost maksimalne obremenitve. Pri povečanju debeline lepilnega sloja na 1 mm je bil opažen padec povprečne maksimalne obremenitve. Ta trend je bil opažen pri obeh premerih jeklene palice (preglednici 9 in 10). Iz statistične analize je razvidno, da vpliv debeline lepilnega sloja na maksimalno obremenitev ni vedno statistično značilen. Tako je pri premeru jeklene palice 10 mm in sidriščni dolžini 100 mm statistično značilna razlika samo med preizkušanci z debelino lepilnega sloja 0,5 mm in 1 mm. Vzrok za to je bila v tem primeru verjetno zelo velika variabilnost povprečne maksimalne obremenitve pri debelini lepilnega sloja 0 mm (slika 69). Nižjo trdnost pri 0 mm debelem lepilnem sloju gre iskati predvsem v nekoliko slabšem sidranju lepila v les, ker je bila količina le-tega manjša. Pri posameznih preizkušancih smo opazili, da lepilo ni bilo popolnoma nanešeno na jekleno palico, ker je prišlo do iztekanja lepila med sestavo VIVJP. Ker je bil premer palice enak premeru izvrtine, pri vstavljanju jeklene palice v izvrtino ni bilo zadostnega prostora, ki bi omogočil izhajanje zraka iz lepilnega sloja. Tako je prišlo do ujetja zraka v lepilni sloj (slika 91).



Slika 91: Ujet zrak v lepilnem sloju pri VIVJP z 0 mm debelim lepilnim slojem; $\varnothing = 12$, sidriščna dolžina = 100 mm in premeru izvrtine = 12 mm

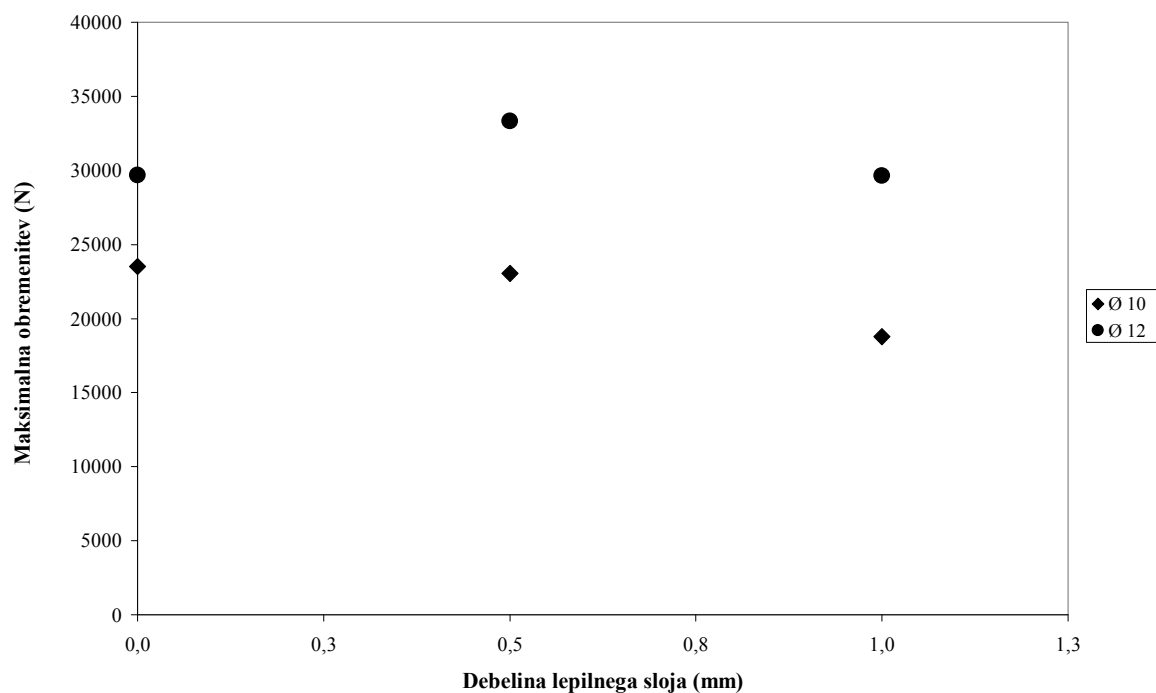
Figure 91: Trapped air in the glue layer in the case of the glued-in rods with a 0 mm thick adhesive layer; $\varnothing = 12$, anchor length = 100 mm, and diameter of the borehole = 12 mm

Pri enaki sidriščni dolžini in premeru jeklene palice 12 mm, ter premeru jeklene palice 10 mm in sidriščni dolžini 150 mm, opazimo, da so razlike statistično značilne. Pri statistični analizi je bila uporabljena enofaktorska analiza variance – ANOVA (LSD test). Vendar obstajajo določene izjeme. Zanimivo je, da pri sidriščni dolžini 150 mm in premeru jeklene palice 12 mm nismo ugotovili vpliva debeline lepilnega sloja na maksimalno obremenitev. Pričakovali bi, da se bo s povečanjem debeline lepilnega sloja na 1 mm povečala povprečna maksimalna obremenitev, kot posledica povečanja porušitvene površine v sistemu les-lepilo (Broughton in Hutchinson, 2001 b). V splošnem debelejši lepilni sloji epoksidnega lepila dajejo bolj prilagodljiv lepilni spoj, kar omogoča tudi enakomernejšo porazdelitev strižne obremenitve. To bi lahko pripomoglo k večji maksimalni obremenitvi vezi. Vpliv debeline lepilnega sloja je odvisen predvsem od vrste uporabljenega lepila. Za epoksidna lepila je značilno, da omogočajo spoje z debelino lepilnega sloja do nekaj milimetrov.



Slika 92: Povprečna maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja pri sidriščni dolžini 100 mm za jeklene palice premera 10 mm in 12 mm

Figure 92: Average maximum load plotted against the thickness of the adhesive layer in the case of an anchorage length 100 mm, for the steel bars with diameters of 10 mm and 12 mm



Slika 93: Povprečna maksimalna obremenitev v odvisnosti od debeline lepilnega sloja pri sidriščni dolžini = 150 mm za jeklene palice premera 10 mm in 12 mm

Figure 93: Average maximum load plotted against the thickness of the adhesive layer in the case of an anchorage length = 150 mm, for the steel bars with diameters of 10 mm and 12 mm

Delno zmanjšanje trdnosti vezi pri debelini sloja 1 mm gre pripisati tudi ujetemu zraku v lepilu, podobno kot pri 0 mm debelem lepilnem sloju (slika 94).



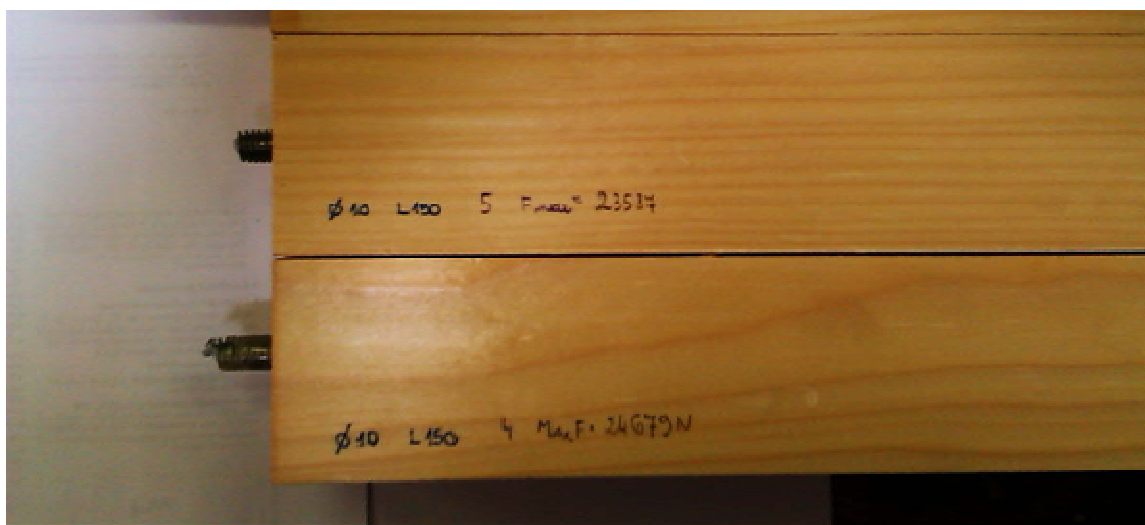
Slika 94: Ujet zrak v lepilnem sloju pri VIVJP z 1 mm debelim lepilnim slojem; Ø = 12, sidriščna dolžina = 150 mm in premeru izvrtine = 14 mm

Figure 94: Trapped air in the glue layer in the case of the glued-in rods with a 1 mm thick adhesive layer; Ø = 12, anchor length = 150 mm, and diameter of the borehole = 14 mm

5.3.2 Vpliv premera jeklene palice na maksimalno obremenitev VIVJP

S povečevanjem premera jeklene palice se je povečevala povprečna maksimalna obremenitev vezi. Pri obeh sidriščnih dolžinah je bila zaznana statistično značilna razlika med preizkušanci z različnim premerom jeklene palice. Izjema so bili samo preizkušanci s sidriščno dolžino 100 mm in debelino lepilnega sloja 0 mm (slika 71). V nasprotju z debelino lepilnega sloja je bil vpliv premera jeklene palice na maksimalno obremenitev zelo linearen.

Pri enaki sidriščni dolžini se je povečala povprečna maksimalna obremenitev preizkušancev s povečanjem premera jeklene palice (sliki 72 in 73). Povečanje trdnosti VIVJP oz. maksimalne obremenitve je bila posledica povečanja kontaktne površine med lesom in lepilom. Če je lepilna površina med lesom in lepilom dovolj velika za določeno površino, lahko pride do porušitve v sami jekleni palici (Broughton in Hutchinson, 2001 b). Slika 95 prikazuje porušitev v jekleni palici pri dveh preizkušancih.



Slika 95: Porušitev v jekleni palici; $\varnothing = 10$, sidriščna dolžina = 150 mm in premer izvrtine = 10 mm

Figure 95: Failure of the steel rod $\varnothing = 10$, anchor length = 150 mm and diameter = 10 mm

S povečevanjem premera palice se je na območju stika med lepilom in jekleno palico strižna napetost zmanjšala. S povečanjem lepilne površine se je torej zmanjšala strižna porušitev lepilne vezi, kar je v skladu z drugimi raziskavami (Broughton in Hutchinson, 2001 b; Gustafsson in sod., 2001).

5.3.3 Vpliv sidriščne dolžine na maksimalno obremenitev VIVJP

Povečanje sidriščne dolžine pri premeru jeklene palice 10 mm ni pripomoglo k povečanju povprečne maksimalne obremenitve. Pri nobeni debelini lepilnega sloja nismo zaznali statistično značilne razlike (slike 77, 78 in 79). Ugotovimo lahko, da za to vrsto lepila in premer palice ni smiselno povečevati sidriščne dolžine, ker to vodi v večjo porabo materiala, natezna trdnost vezi pa se ne poveča. V nasprotju z manjšim premerom jeklene palice smo pri premeru jeklene palice 12 mm ugotovili statistično značilno razliko pri preizkušancih z debelino lepilnega sloja 0 mm in 0,5 mm (sliki 80, 81). Predvsem zaradi prevelike variabilnosti rezultatov pri večji sidriščni dolžini ni prišlo do povečanja maksimalne obremenitve tudi pri 1 mm debelem lepilnem sloju (slika 82). Naraščanje maksimalne obremenitve z naraščanjem sidriščne dolžine pri premeru palice 12 mm je bila posledica povečanja lepilne površine v vezi. Z naraščanjem sidriščne dolžine je naraščala tudi absolutna obremenitev vezi (Steiger in sod., 2006, Cimadevila in sod., 2007, Blass in Laskewitz, 2001).

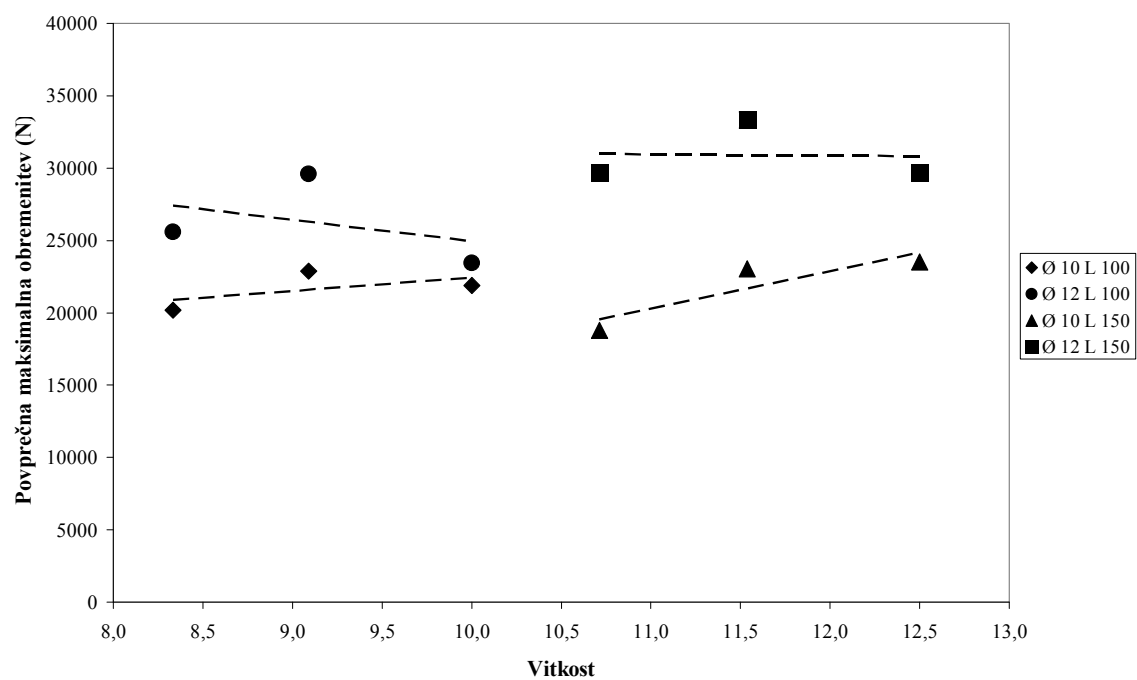
Odvisnost sidriščne dolžine od premera izvrtine preizkušanca lahko ponazorimo z vitkostjo. Preglednica 11 prikazuje vitkost za vse kombinacije premerov izvrtin v preizkušancu in sidriščne dolžine.

Preglednica 11: Vitkost (l_s) pri različnih kombinacijah premera izvrtine ($\varnothing_i$) in sidriščne dolžine (l_s)

Table 11: Slenderness (l_s) for various combinations of the bore diameter ($\varnothing_i$) and anchorage length (l_s)

Sidriščna dolžina (mm)			
$l_s = 100$		$l_s = 150$	
$\varnothing_i$ (mm)	λ	$\varnothing_i$ (mm)	λ
10	10,0	12	12,5
11	9,1	13	11,5
12	8,3	14	10,7

Slika 96 prikazuje odvisnost povprečne maksimalne sile od vitkosti. Ugotovimo lahko, da se je povprečna maksimalna obremenitev z naraščanjem vitkosti povečevala, nato pa pri večini preizkušancev upadla. Izjema je bila edino serija preizkušancev s premerom jeklene palice 10 mm in sidriščno dolžino 100 mm.



Slika 96: Povprečna maksimalna obremenitev v odvisnosti od vitkosti

Figure 96: Average maximum load plotted against slenderness

5.4 SKLEPI

V doktorski disertaciji smo proučevali vpliv vlažnosti lesa in debeline lepilnega spoja na adhezijo pri lepljenju lesa in jekla. Z različnimi raziskovalnimi metodami smo proučili glavne dejavnike, ki vplivajo na trdnost vezi v sistemu les-lepilo-jeklo. Prišli smo do več novih ugotovitev, ki pripomorejo k jasnejšemu razumevanju adhezije pri lepljenju lesa in jekla. Pojasnili smo vpliv bistvenih dejavnikov na trdnost vezi iz vlepljenih jeklenih palic (VIVJP) v smrekovih preizkušancih.

Ugotovili smo, da lahko z merjenjem reoloških lastnosti epoksidnih lepil z reometrom zelo podrobno spremljamo celoten proces utrjevanja. Merilna geometrija dveh vzporednih plošč (diskov) nam je omogočila uporabo diskov iz različnih materialov. Tako smo uporabili različne kombinacije diskov iz jekla in lesa (smreke) ter tako ustvarili primerljive pogoje, ki nastopajo pri lepljenju lesa in jekla. S tehniko merjenja pri konstantni frekvenci obremenjevanja in tehniko »multiwave oscillation« smo zelo podrobno proučili osnovne reološke parametre posameznega lepila.

Hitrost utrjevanja proučevanih epoksidnih lepil ERGO 7211, EPOX 210 in EP 101 se je povečevala z naraščajočo temperaturo. Oba strižna modula (G' in G'') lepil sta se pri tem drastično zmanjšala. Z naraščajočo temperaturo se je bistveno skrajšal čas želiranja in zamreženja lepila. Vpliv temperature na čas želiranja in čas zamreženja lahko najbolje opišemo s potenčno funkcijo.

Vsem trem proučevanim epoksidnim lepilom se je po zamreženju pri visoki temperaturi in takojšnjem ohlajanju na 30 °C vrednost elastičnega strižnega modula in viskoznega strižnega modula hipno povečala in dosegla podobno vrednost, kot pri utrjevanju pri 30 °C.

S tehniko »multiwave oscillation« smo lahko na osnovi sprememb reoloških lastnosti lepil določili točko želiranja kot presečišče krivulj tangensa izgubnega kota (osnovna frekvenca 1Hz/ 5,0e-3, in harmonični 4Hz/ 3,0e-3 in 8Hz/ 1,0e-3). Uporabljena tehnika omogoča natančno določitev časa želiranja proučevanega epoksidnega lepila.

Povišana temperatura utrjevanja v sistemu les-lepilo-jeklo in les-lepilo-les je povzročila hitrejšo želiranje lepila, vendar sta se oba modula bistveno zmanjšala.

Ugotovili smo, da je povišana vlažnost preizkušancev s preklopom povzročila zmanjšanje strižne trdnosti lepilnega spoja med lesom in kovino. Povprečna strižna trdnost spoja je bila pri pričakovani 20 % ravnovesni vlažnosti lesa približno 3-krat manjša kot pri 8 % vlažnosti in 2,5-krat manjša kot pri 12 % vlažnosti.

Orientacija lesnih vlaken je vplivala na strižno trdnost preizkušancev s preklopom. Najvišjo povprečno strižno trdnost lepilnega spoja ($13,16 \text{ N/mm}^2$) so imeli radialni preizkušanci pri pričakovani 8 % ravnovesni vlažnosti lesa. Sledili so tangencialni preizkušanci ($10,14 \text{ N/mm}^2$) pri 12 % vlažnosti in radialni preizkušanci ($9,78 \text{ N/mm}^2$) pri 12 % vlažnosti. Manjšo povprečno strižno trdnost so imeli radialno-tangencialni preizkušanci pri 12 % ($9,44 \text{ N/mm}^2$) in tangencialni preizkušanci pri 8 % vlažnosti ($9,04 \text{ N/mm}^2$). Ostali preizkušanci so imeli bistveno manjšo strižno trdnost lepilnega spoja, ki se je gibala v mejah od 4 N/mm^2 do 6 N/mm^2 .

Delež loma po lesu se je pri pričakovani 20 % ravnovesni vlažnosti zmanjšal na vrednost nič. Adhezivna porušitev med lesom in lepilom se je premaknila v področje kohezivne porušitve v lepilu oz. adhezivne porušitve med lepilom in jeklom.

Ugotovili smo, da je bila najvišja povprečna maksimalna obremenitev VIVJP pri debelini epoksidnega lepilnega sloja 0,5 mm. Pri sidrišni dolžini 100 mm in premeru palice 10 mm so imeli preizkušanci z 0,5 mm debelim lepilnim slojem najvišjo povprečno maksimalno obremenitev (22897 N). Sledili so preizkušanci z enakim premerom izvrtine in enakim premerom jeklene palice (21871 N). Najmanjšo obremenitev pa so prenesli preizkušanci z 1 mm debelim lepilnim slojem (20169 N). Podobno je veljalo za premer palice 12 mm, kjer so imeli preizkušanci z 0,5 mm debelim lepilnim slojem precej višjo povprečno maksimalno obremenitev (29597 N) od preizkušancev z 1 mm debelim lepilnim slojem (25580 N) in 0 mm debelim lepilnim slojem (23441 N).

Statistična analiza vpliva debeline lepilnega sloja na maksimalno obremenitev je pokazala, da je bila pri sidriščni dolžini 100 mm in premeru palice 10 mm med preizkušanci z debelino lepilnega sloja 0,5 mm in 1 mm statistično značilna razlika. Pri enaki sidriščni dolžini in premeru palice 12 mm je bila statistična značilna razlika še med preizkušanci z debelino lepilnega sloja 0 mm in 0,5 mm, ter 0,5 mm in 1 mm debelim lepilnim slojem. Pri sidriščni dolžini 150 mm in premeru jeklene palice 10 mm je obstajala statistično značilna razlika med preizkušanci z 0 mm in 1 mm, ter 0,5 mm in 1 mm debelim lepilnim slojem.

Preizkušanci s premerom jeklene palice 12 mm so imeli večjo povprečno maksimalno obremenitev v primerjavi s preizkušanci s premerom 10 mm. Pri enaki debelini lepilnega sloja je to veljalo za obe sidriščni dolžini. Povečanje sidriščne dolžine je vplivalo na povečanje povprečne maksimalne obremenitve preizkušancev. Sidriščna dolžina pri premeru jeklene palice 10 mm nima tako izrazitega vpliva kot pri premeru palice 12 mm.

Pri obeh sidriščnih dolžinah je bila ugotovljena statistično značilna razlika med preizkušanci z različnim premerom jeklene palice. Izjema so bili samo preizkušanci s sidriščno dolžino 100 mm in debelino lepilnega sloja 0 mm. Vpliv sidriščne dolžine na maksimalno obremenitev je bil statistično značilen samo pri preizkušancih s premerom palice 12 mm in debelino lepilnega sloja 0 mm in 0,5 mm.

Na osnovi navedenih sklepov lahko povzamemo, da na adhezijo med lesom in jeklom vpliva več dejavnikov. Višja ravnovesna vlažnost lesa premakne mesto porušitve iz mesta kohezivne porušitve v lesu oz. adhezivne porušitve med lesom in lepilom na mesto kohezivne porušitve v lepilu ali adhezivne porušitve med lepilom in jeklom. Najvišjo trdnost VIVJP za proučevano epoksidno lepilo in vrsto lesa dajejo 0,5 mm debeli lepilni sloji. S povečanjem premera jeklene palice in sidriščne dolžine se poveča maksimalna obremenitev, ki jo prenese sistem les-lepilo-jeklo v VIVJP.

6 POVZETEK

V doktorski disertaciji smo proučevali vpliv vlažnosti lesa in debeline lepilnega sloja na adhezijo med lesom in jeklom. Celotno raziskovalno delo smo razdelili v tri sklope raziskav. V prvem delu smo z reometrom proučili utrjevanje treh različnih epoksidnih lepil: ERGO 7211, EPOX 210 in EP 101. Uporabili smo oscilatorni test pri konstantni frekvenci obremenjevanja in tehniko »multiwave oscillation«. Z merjenjem reoloških lastnosti pri konstantni frekvenci obremenjevanja smo proučili vpliv temperature (30, 40, 50, 60 in 80 °C) na utrjevanje lepil. Pri tem smo za vsako lepilo določili točko želiranja in zamreženja. Točko želiranja smo določili kot presečišče viskoznega strižnega modula in elastičnega strižnega modula. Točko zamreženja pa kot vrh viskoznega strižnega modula pri frekvenci obremenjevanja 1 Hz. Proučili smo tudi vpliv ohlajevanja na mehanske lastnosti predhodno utrjenih lepil. Na podlagi rezultatov reoloških raziskav smo kot najustreznejše izbrali epoksidno lepilo ERGO 7211, ki smo ga nato uporabljali v vseh nadaljnjih raziskavah. S tehniko »multiwave oscillation« smo na podlagi predhodno izbranih frekvenc (osnovna 1Hz/ 5,0e-3 in harmonični 4Hz/ 3,0e-3, 8Hz/ 1,0e-3) izvedli reološke meritve z jeklenimi in lesenimi diski. Uporabili smo kombinacijo diskov les-les in les-jeklo ter tako dobili bolj realne podatke o utrjevanju epoksi lepila v praktičnih primerih uporabe.

V drugem sklopu raziskav smo proučili vpliv vlage na mehanske lastnosti lepilnih slojev. V ta namen smo izdelali preizkušance s preklopom. Sestavljeni so bili tako, da sta bila konca lesene lamele in jeklene ploščice zlepljena v obliki preklopa. Jeklene ploščice smo izdelali iz enakega materiala kot jeklene diske za reološke raziskave ter s tem zagotovili podobne pogoje v lepilni vezi kot pri VIVJP. Lesene lamele so bile izdelane iz smrekovega lesa, ki smo ga predhodno kondicionirali na 12 % vlažnost. Za vpetje preizkušancev s preklopom v trgalni stroj smo izdelali jekleno čeljust, ki nam je omogočila pravilno vpetje jeklenega dela preizkušanca v trgalni stroj. Vpliv vlage na mehanske lastnosti lepilnih spojev smo proučevali pri pričakovani 8 %, 12 % in 20 % ravnovesni vlažnosti lesa. Hkrati smo raziskali še vpliv orientacije lesnih vlaken na mehanske lastnosti lepilne vezi. Izdelali smo smrekove lamele s prevladujočo radialno, tangencialno in radialno-tangencialno

orientacijo lesnih vlaken. S trgalnim strojem smo izmerili porušno silo in izračunali strižno trdnost lepilne vezi s preklopom po standardu SIST EN 205:2003.

V tretjem sklopu raziskav smo proučili vpliv debeline lepilnega sloja, premer jeklene palice in sidriščne dolžine na natezno trdnost VIVJP. Uporabili smo dva kvadratna prereza lesenih preizkušancev (56 mm in 67 mm), dva premera jeklene palice (10 mm in 12 mm) in dve sidriščni dolžini (100 mm in 150 mm). Izdelali smo 36 preizkušancev s premerom palice 10 mm in 36 preizkušancev s premerom 12 mm. Tako smo za vsak premer jeklene palice zagotovili tri različne debeline lepilnega sloja (0; 0,5 in 1 mm). Preizkušancem smo izmerili maksimalno obremenitev po standardu BS EN 26891:1991.

Ugotovili smo, da lahko z uporabo diskov, ki so narejeni iz enakega materiala kot so VIVJP, ustvarimo primerljive pogoje pri utrjevanju epoksidnega lepila kot nastopajo pri izdelavi vezi v praksi. Z dvema različnima tehnikama merjenja reoloških lastnosti epoksidnih lepil (ERGO 7211, EPOX 210 in EP 101) smo dobili podroben vpogled v proces utrjevanja epoksidnih lepil pri različnih temperaturah (30 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C in 80 °C). Ugotovili smo, da s povečevanjem temperature narašča hitrost utrjevanja lepila. Viskozni strižni modul in elastični strižni modul lepil pa sta se zelo zmanjšala. Pri ohlajanju že zamreženih lepil iz 80 °C na 30 °C smo opazili, da sta se oba modula močno povečala in približala vrednostim, ki so bile značilne pri utrjevanju lepil pri temperaturi 30 °C. S tehniko »multivawe oscillation« smo lahko za izbrano lepilo ERGO 7211 v sistemu les-lepilo-jeklo in les-lepilo-les določili točko želiranja v odvisnosti od temperature utrjevanja. Ugotovili smo, da je povišana temperatura v obeh sistemih povečala hitrost utrjevanja lepila oziroma skrajšala čas želiranja. Oba modula sta se z naraščanjem temperature zmanjšala.

Rezultati raziskave so pokazali, da se je strižna trdnost preizkušancev s preklopom zmanjševala z naraščanjem ravnovesne vlažnosti lesa. Povprečna vrednost strižne trdnosti pri pričakovani 20 % ravnovesni vlažnosti lesa je bila 3-krat manjša kot pri 8 % vlažnosti in 2,5-krat manjša kot pri 12 % vlažnosti. Poleg ravnovesne vlažnosti je na strižno trdnost preizkušancev vplivala tudi orientacija lesnih vlaken. Najvišjo strižno trdnost so imeli radialni preizkušanci s pričakovano 8 % ravnovesno vlažnostjo, sledili so tangencialni

preizkušanci z 12 % vlažnostjo in ponovno radialni preizkušanci pri 12 % vlažnosti. Omenjeni preizkušanci so imeli strižno trdnost v razponu od 9,8 N/mm² do 13,2 N/mm². Sledili so radialno-tangencialni preizkušanci z 12 % vlažnostjo in tangencialni preizkušanci z 8 % vlažnostjo. Strižna trdnost teh preizkušancev se je gibala v mejah od 9,0 N/mm² do 9,4 N/mm². Radialno-tangencialni preizkušanci pri 8 % vlažnosti in vsi preizkušanci pri 20 % vlažnosti so imeli bistveno nižje trdnosti (od 4 N/mm² do 6 N/mm²). Visoka ravnovesna vlažnost lesa (20 %) je povzročila premik mesta porušitve iz kohezivne porušitve lesa oz. adhezivne porušitve med lesom in lepilom na mesto kohezivne porušitve v lepilu oz. adhezivne porušitve med lepilom in kovino. Delež loma po lesu se je tako zmanjšal na vrednost nič.

Ugotovili smo, da geometrijski dejavniki lepilnega sloja delno vplivajo na trdnost vezi med lesom in jeklom v primeru VIVJP. Povprečna maksimalna obremenitev VIVJP je bila največja pri debelini lepilnega sloja 0,5 mm. Pri sidriščni dolžini 100 mm je bila pri obeh premerih jeklene palice (10 in 12 mm) povprečna maksimalna obremenitev največja pri 0,5 mm debelim lepilnim slojem. Sledili so preizkušanci z 0 mm debelim lepilnim slojem in 1 mm debelim lepilnim slojem. Pri sidriščni dolžini 150 mm so imeli preizkušanci z 0 mm in 0,5 mm debelim lepilnim slojem podobno maksimalno obremenitev. Preizkušanci z 1 mm debelim lepilnim slojem so imeli nižjo maksimalno obremenitev. Preizkušanci z večjim premerom jeklene palice so imeli višjo povprečno maksimalno obremenitev pri obeh sidriščnih dolžinah. S povečevanjem sidriščne dolžine se je povečala maksimalna obremenitev vezi, razen pri premeru jeklene palice 10 mm, kjer so imeli preizkušanci z 1 mm debelim lepilnim slojem nekoliko večjo povprečno maksimalno obremenitev.

Vpliv premera jeklene palice na maksimalno obremenitev VIVJP je zelo neposreden, medtem ko vpliv debeline lepilnega sloja na maksimalno obremenitev VIVJP ni tako jasen. Za sidriščno dolžino smo ugotovili, da ima zelo omejen vpliv na trdnost VIVJP.

Zaključimo lahko, da imajo vlažnost lesa, orientiranost lesnega tkiva in geometrijski dejavniki VIVJP bistven vpliv na adhezijo pri lepljenju lesa in jekla. Za optimalno trdnost vezi je potrebno zagotoviti nizko ravnovesno vlažnost lesa, primerno debelino lepilnega sloja in ustrezen premer jeklene palice.

SUMMARY

Within the scope of this doctoral thesis, research consisting of three parts was performed into the influence of wood moisture content and the thickness of the adhesive bond on the adhesion between wood and steel. In the first part of the research, the process of curing of three different epoxy adhesives: ERGO 7211, EPOX 210 and EP 101, was studied using a rheometer. Oscillatory tests at a constant loading frequency, as well as tests using the "multiwave oscillation" technique, were performed. By measuring the rheological properties of test specimens at a constant loading frequency, the effect of temperature (30, 40, 50, 60 and 80 °C) on the curing process of the adhesives was studied. The gelation and cross-linking points were determined for each adhesive. The gelation point was defined as the intersection of the viscous shear modulus and elastic shear modulus, whereas the cross-linking point was defined as the peak of the viscous shear modulus at a loading frequency of 1 Hz. The influence of cooling on the mechanical properties of previously solidified adhesives was also investigated. Based on the results of the rheological studies, ERGO 7211 was selected as the most suitable epoxy adhesive for the research work, so it was used in all of the subsequent studies. Using the "multiwave oscillation" technique at several pre-selected frequencies (the basic frequency of 1 Hz / 5.0 e-3, and the harmonic frequencies of 4 Hz / 3.0 e-3 and 8 Hz / 1.0 e-3), rheological measurements were performed using steel and wooden discs. A combination of wood-wood disks and wood-steel disks were used in order to obtain more realistic data about the curing process of epoxy adhesives in everyday applications.

In the second part of the research the effect of moisture on the mechanical properties of adhesive bonds was studied. For this purpose specimens with a single lap joint were prepared. They were made by gluing together the ends of wood strips and steel plates in the form of a single lap joint. The steel plates were made of the same material as the steel disks used in the rheological studies in order to ensure that similar conditions would occur in the adhesive bond as in the joints of actual glued-in steel rods. The wooden lamellas were made of spruce wood, which was pre-conditioned at 12 % humidity. In the case of the tested single lap joint specimens, special steel jaws were designed, which made it possible

to fix the steel part of the specimen properly into the tensile testing machine. The effect of moisture on the mechanical properties of the investigated adhesive bonds was studied at expected equilibrium wood moisture contents of 8 %, 12 % and 20 %. At the same time the influence of the orientation of the wood fibres on the mechanical properties of the adhesive bond was investigated. The wood fibres of the lamellas were oriented predominantly in a radial direction, or in a tangential or radial-tangential direction. The breaking force was measured by a tensile testing machine, and the shear strength of the adhesive bond with a single lap joint was calculated according to the provisions of the standard SIST EN 205:2003.

In the third part of the research, the effect of the thickness of the adhesive bond, the diameter of the steel rods, and the anchorage length, on the tensile strength of joints with glued-in steel rods was studied. Two square cross-sectioned wood specimens (with edge lengths of 56 and 67 mm), steel bars with two diameters (10 and 12 mm), and two anchorage lengths (100 and 150 mm), were used. A total of 36 specimens were prepared using rods with a diameter of 10 mm, and a total of 36 specimens using rods with a diameter of 12 mm. Three different thicknesses of the adhesive bond (0, 0.5 and 1 mm) were used for each investigated steel rod diameter. The maximum load achieved by the specimens was determined using the standard test, according to BS EN 26891:1991.

It was found that comparable conditions could be achieved in the curing process of epoxy adhesives when disks were made from the same material as the joints of the glued-in steel rods, under the same conditions as those which occur during the manufacture of such joints in practice. A good insight was obtained into the process of the curing of epoxy adhesives at different temperatures (30, 40, 50, 60 and 80 °C) by using two different techniques to measure the rheological properties of the investigated epoxy adhesives (ERGO 7211, EPOX 210, and EP 101). It was found that the cure rate of the adhesives increased with increasing temperature. However, in this case the viscous shear modulus and the elastic shear modulus of the adhesives were greatly reduced. During the cooling of the already cross-linked adhesives from 80 °C to 30 °C, it was observed that both moduli increased significantly to the values which had been characterized in the curing of the adhesive at a

temperature of 30 °C. Using the "multiwave oscillation" technique, it was possible to determine the gelation point as a function of the temperature of curing of the selected adhesive ERGO 7211 within the "wood-adhesive-steel" and "wood-adhesive-wood" systems. It was found that an elevated temperature increases the cure rate of the adhesives, and thus shortens the gelation time in both systems. Both moduli decrease with increasing temperature.

The results showed that the shear strength of the single lap joint specimens decreased as the equilibrium moisture content of the wood increased. The average shear strength of the specimens at a wood moisture content of 20 % was 3 times less than that of those having an 8 % moisture content, and 2.5 times less than those having a 12 % moisture content. In addition to the equilibrium moisture content, the orientation of the wood fibres had an effect on the shear strength of the specimens. The radial specimens with 8 % humidity had the greatest shear strength, followed by the tangential specimens with 12 % humidity, and the radial specimens with 12 % humidity. These specimens had shear strengths which ranged between 9.8 and 13.2 N/mm². The radial-tangential specimens with 12 % humidity, and the tangential specimens with 8 % humidity, followed. The shear strength of these specimens ranged between 9.0 and 9.4 N/mm². The radial-tangential specimens with 8 % humidity, and all the specimens with 20 % humidity, had significantly lower shear strengths (from 4 to 6 N/mm²). In the case when the equilibrium moisture content of the wood was the highest (20 %), a shift occurred in the failure location from either cohesive failure in the wood or adhesive failure between the wood and the adhesive, to either cohesive failure in the adhesive or adhesive failure between the adhesive and the steel. The proportion of wood failure was thus reduced to zero.

It was found that, in the case of joints with glued-in steel rods, the geometrical factors of the adhesive bond partially affected the strength of the bond between the wood and the steel. The average maximum load which could be borne by joints with glued-in steel rods was the highest in the case when the adhesive bond had a thickness of 0.5 mm. In the case of an anchorage length of 100 mm, the mean maximum load was the greatest when a 0.5 mm thick adhesive bond was used, for both of the used diameters of the steel bars (10 and 12 mm). The specimens which had a 0 mm thick adhesive bond, and those with a 1 mm

thick adhesive bond, followed. In the case of an anchorage length of 150 mm, the specimens with a 0 mm and a 0.5 mm thick adhesive bond showed similar maximum loads. The test specimens with a 1 mm thick adhesive bond had lower peak loads. The test specimens having steel rods of larger diameter had higher mean maximum loads in the case of both anchorage lengths. When the anchorage length was increased, the maximum load of the joints also increased, except in the case of the steel rods with a diameter of 10 mm, where the specimens with a 1 mm thick adhesive bond had a slightly higher average peak load.

Influence of steel rod diameter on maximum load VIVJP is very direct, while the influence of the thickness of the adhesive layer to maximum load of the VIVJP is not so clear. For the anchorage length it was found, that have a very limited impact on the strength of VIVJP.

It can be concluded that wood moisture content, the orientation of the wood fibres, and the geometrical factors of the joints of glued-in steel rods, all have an important effect on adhesion when wood and steel are glued together. In order to achieve maximum bond strength a low equilibrium wood moisture content is needed, as well as an appropriate thickness of the adhesive bond and steel rods having an appropriate diameter.

7 VIRI

- Aicher S., Dill- Langer G.** 2001. Influence of moisture, temperature and load duration on performance of glued-in rods. V: Proceedings of the International RILEM – Symposium on Joints in Timber Structures, Stuttgart, Germany: 383-392
- Aicher S., Gustafsson P. J., Wolf M.** 1999. Load displacement and bond strength of glued-in rods in timber influenced by adhesive, wood density, rod slenderness and diameter. V: Proceedings of the international RILEM symposium on timber engineering, Stockholm, Sweden
- Back E.L., Salmén N.L.** 1982. Glass transitions of wood components hold implications for molding and pulping processes. *Tappi*, 65, 7: 107-110
- Baiardo M.** 2008. TA instruments-ARES-G2. TA Instruments: 23 str.
- Bainbridge R., Mettem C., Harvey K., Ansell M.** 2002. Bonded-in rod connections for timber structures – development of design methods and test observations. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 22: 47-59
- Bernasconi A.** 2001. Axially loaded glued-in rods for high capacity joints- behavior and resistance. V: Proceedings of the International RILEM - Symposium on Joints in Timber Structures, Stuttgart, Germany: 373-381
- Bengtsson C., Johansson C. J.** 2001 a. GIROD—glued-in rods for timber structures. V: Proceedings of the 34th conference of CIB-W18, Venice, Italy, 34-7-8
- Bengtsson C., Johansson C.J.** 2001. Glued-in rods – development of test methods for adhesives. V: Proceedings of the International RILEM - Symposium on Joints in Timber Structures, Stuttgart, Germany: 393-402
- Blass H. J., Laskewitz B.** 2001. Load – carrying capacity of axially loaded rods glued-in perpendicular to the grain. V: Proceedings of the International RILEM - Symposium on Joints in Timber Structures, Stuttgart, Germany: 363-371
- Blass H. J., Laskewitz B.** 1999. Effect of spacing and edge distance on the axial strength of glued-in rods. V: Proceedings of 32nd conference of CIB-W18, Graz, Austria, 32-7-12
- Broughton J. G., Hutchinson A. R.** 2001 a. Effect of timber moisture content on bonded-in rods. *Construction and Building Materials*, 15: 17-25

- Broughton J. G., Hutchinson A. R.** 2001 b. Pull-out behaviour of steel rods bonded into timber. *Materials and Structures*, 34: 100-109
- Broughton J. G., Hutchinson A. R.** 2001 c. Adhesive system for structural connections in timber. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 21: 177-186
- BS EN 26891:1991.** Timber structures – Joints made with mechanical fasteners – General principles for the determination of strength and deformation characteristics, 1991: 12 str.
- Bulian F., Graystone J.A.** 2009. Wood and Wood-Based Substrates. *Industrial Wood Coatings*: 320 str.
- Chans D. O., Cimadevila J. E., Gutiérrez E. M.** 2013. Withdrawal strength of threaded steel rods glued with epoxy in wood. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 44: 115-121
- Cimadevila J. E., Rodríguez J. A., Chans M. D.** 2007. Experimental behaviour of threaded steel rods glued into high – density hardwood. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 27: 136-144
- Cimadevila J. E., Chans D. O., Gutiérrez E. M.** 2013. Adhesivemulti-bulbs: A novel anchoring system using threadedsteel rods glued into wood. *Construction and Building Materials*, 48: 131-136
- Das S.** 2005. Wood/polymeric isocyanate resin interactions: species dependence. PhD, Blaksburg, Virginia: 278 str.
- Davis G.** 1997. The performance of adhesive systems for structural timbers. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 17: 247-255
- Del Senno M., Piazza M., Tomasi R.** 2004. Axial glued-in steel timber joints- experimental and numerical analysis. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 62: 137-146
- EN 1995-1-1- Eurocode 5:** Design of timber structures- Part 1.1: General rules and rules for buildings
- EN 1995-2 Second draft** 2003. Draft rules for bonded-in rods. Eurocode 5 – Design of timber structures, Part 2: Bridges
- Falcone P. M., Verzelloni E., Tagliazucchi D., Giudichi P.** 2008. A rheological approach to the quantitative assessment of tradicional balsamic vinegar quality. *Journal of Food Engineering*, 86: 433-443

- Fava G., Carvelli V., Poggi C.** 2013. Pull-out strength of glued-in FRP plates bonded in glulam. *Construction and Building materials*, 43: 362-371
- Feligioni L., Lavischi P., Duchanois M., De Ciechi M., Spinelli P.** 2003. Influence of glue rheology and join thickness on the strength of bonded-in rods. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 61: 281-287
- Franck A.** 2004. Understanding Rheology of thermosets. TA Instruments. http://www.tainstruments.com/pdf/literature/AAN015_V1c_U_Thermoset.pdf (14.2.2012)
- Gardelle V., Morlier P.** 2007. Geometric parameters which affect the short term resistance of an axially loaded glued-in rod. *Materials and Structures*, 40: 127-138
- Gattesco N., Urban F.** 2006. Mechanical coupling system for timber joints made with glued in-bars. <http://www.ewpa.com/Archive/WCTE%202006.pdf> (15.2.2009)
- Gattesco N., Gubana A.** 2001. Experimental tests on glued joints under axial forces and bending moments. V: *Proceedings of the International RILEM - Symposium on Joints in Timber Structures*, Stuttgart, Germany: 353-362
- Gehri E.** 2001. Ductile behaviour and group effect of glued-in steel rods. V: *Proceedings of the International RILEM - Symposium on Joints in Timber Structures*, Stuttgart, Germany: 333-342
- Gustafsson P. J., Serrano E., Aicher S., Johansson C. J.** 2001. A strength design equation for glued-in rods. V: *Proceedings of the International RILEM - Symposium on Joints in Timber Structures*, Stuttgart, Germany: 323-332
- Gustafsson P. J., Serrano E.** 2001. Glued-in rods for timber structures—development of a calculation model. Report TVSM-3056. Lund University, Division of Structural Mechanics, Lund
- Harran D., Laudouard A.** 1985. Characterisation of the gelation of thermo-setting resin by rheological method. *Rheol. Acta*, 24: 596-602
- Harvey K., Ansell M. P.** 2000. Improved timber connections using bonded-in GFRP rods. V: *Proceedings of the 6th world conference on timber engineering*, Whistler, Canada
- Jönsson J., Thelandersson S.** 2003. The effect of moisture gradients on tensile strength perpendicular to grain in glulam. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 61: 342-348

- Kariž M., Šernek M.** 2009. Spremljanje reoloških lastnosti lepil med utrjevanjem. Les, 61: 178-187
- Koizumi A., Jensen J. L., Sasaki T.** 2001. Structural joints with glued-in hardwood dowels. V: Proceedings of the International RILEM - Symposium on Joints in Timber Structures, Stuttgart, Germany: 403-412
- Kuhlmann U., Aicher S., Lippert P.** 2001. Rigid frame corners with glued-in rods. V: Proceedings of the International RILEM - Symposium on Joints in Timber Structures, Stuttgart, Germany: 343-352
- Lapique F., Redford K.** 2002. Curing effects on viscosity and mechanical properties of a commercial epoxy resin adhesive. Int. J. Adhes. Adhes., 22: 337-346
- Lange D., Fields J. T., Stirn S. A.** 2000. Fingerjoint application potentials for one-part polyurethanes. V: Proc. The Wood Adhesives 2000 Symposium. Section 2A: Industrial applications of isocyanates and polyurethanes. Forest Prod. Soc., Madison, WI: 17-18
- Laza J. M., Julian C. A., Larrauri E., Rodriguez M., Leon L. M.** 1998. Thermal scanning rheometer analysis of curing kinetic of an epoxy resin: 2. An amine as curing agent. Polym., 40: 35-45
- Lee H., Neville K.** 1967. Handbook of epoxy resins. New York, Mc-Graw-Hill: 300 str.
- Li R.** 2000. Time-temperature superposition method for glass transition temperature of plastic materials. Mater. Sci. Eng., A278: 36-45
- Marra A. A.** 1992. Technology of wood bonding- Principles in Practice. New York, Van Nostrand Reinhold: 454 str.
- Mezger T. G.** 2006. The rheology handbook. Hannover, Vincentz: 299 str.
- Mravljak M., Šernek M.** 2009. Vpliv osnovnih dejavnikov na kratkotrajno obnašanje vezi iz vlepljenih jeklenih palic. Les, 61: 7-8
- Mravljak M., Šernek M.** 2011. The Influence of Curing Temperature on Rheological Properties of Epoxy Adhesives. Drvna Industrija, 62: 19-25
- Mravljak M., Šernek M.** 2012. Vpliv lesne vlažnosti na lepilni sloj : aplikacija na vezi iz vlepljenih jeklenih palic. Les, 64: 273-280
- Müller J., Von Roth W.** 1991. Untersuchungen zum Tragverhalten von parallel zur Faser in Nadelholz eingeleimten Stäben aus unterschiedlichen Materialien. Holz als Roh- und Werkstoff, 49, 3: 85-90

- Núñez L., Gómez-Barreiro S., Gracia-Fernández** 2005. Study of the influence of isomerism on the curing properties of the epoxy system DGEBA($n=0$)/1,2-DCH by rheology. *Rheol. Acta*, 45: 184-191
- Pascault J. P., Sautreau H., Verdu J., Williams R. J. J.** 2002. Thermosetting polymers. New York, Marcel Dekker: 478 str.
- Pizzo B., Gavioli M., Lauriola M. P.** 2013. Evaluation of a design approach to the on-site structural repair of decayed old timber end beams. *Engineering Structures*, 48: 611-622
- Regueira L. N., Gracia-Fernandez C. A., Gomez-Barreiro S.** 2005. Use of rheology, dielectric analysis and differential scanning calorimetry for gel time determination of a thermoset. *Polymer*, 46: 5979- 5985
- Rosca I. D., Vergnaud J. M.** 2004. Rheometers in scanning mode by changing the rates of linear temperature programming for the cure of rubbers. *Polymer testing*, 23: 59-67
- Rossignon A., Espion B.** 2008. Experimental assessment of the pull-out strength of single rods bonded in glulam parallel to the grain. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 66: 419-432
- Schoff C. K., Kamarchik P. Jr.** 2004. Rheological measurements. V: *Encyclopedia of polymer science and technology*. Ed. Herman M. F. New York, John Wiley & Sons: 473-547
- Serrano E.** 2001. Glued-in rods for timber structures – An experimental study of softening behaviour. *Materials and Structures*, 34: 228-234
- Simpson W.T.** 2008. Wood: Dimensional Change from Moisture. V: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Amsterdam, New York, Elsevier: 9627-9629
- SIST EN 205:2003.** Lepila – Lepila za les za nekonstrukcijsko uporabo – Ugotavljanje natezne strižne trdnosti spojev s preklopom. 2003: 13 str.
- Sjödin J., Johansson C-J.** 2007. Influence of initial moisture induced stresses in multiple steel-to-timber dowel joints. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 65: 71-77
- Sjödin J., Serrano E.** 2008. An experimental study of the effects of moisture variations and gradients in the joint area in steel-timber dowel joints. *Holzforschung*, 62: 243-247

- Skaar C.** 1988. Wood-water relations. Berlin, Heildberg, New York, Tokyo, Springer Werlag: 238 str.
- Steffe J. F.** 1996. Rheological methods in food process engineering, Second edition. Freeman press, East Lansing, 428.
<http://www.egr.msu.edu/~steffe/freebook/STEFFE.pdf> (28.4.2012)
- Sterley M., Blümer H., Wålinder M. E. P.** 2004. Edge and face gluing of green timber using a one-component polyurethane adhesive. Holz als Roh- und Werkstoff, 62: 479-482
- Steiger R., Gehri E., Widmann R.** 2006. Pull-out strength of axially loaded steel rods in glulam parallel to the grain. Materials and Structures, 40: 69-78
- Šernek M., Resnik J., Kamke F.A.** 1999. Penetration of liquid urea-formaldehyde adhesive into beech wood. Wood and Fiber Science, 31: 41-48
- Šernek M., Kuronja, B.** 2007. Lepljenje sveže smrekovine. Les, 59: 136-141
- Tamulevich T.W., Moore V.** 1980. The Significance of Glass Transition Temperature on Epoxy Resins for Fiber Optic Applications. Epoxy Technology Inc.
<http://www.epotek.com/SSCDocs/whitepapers/Tech%20Paper%2011.pdf>. (15. 9. 2010)
- TA Instruments.** 2008 a. Rheology applications note. The principles and applications of the Cox-Merz rule. TA Instruments.
http://www.tainstruments.co.jp/application/pdf/Rheology_Library/Rheology_Notes/RN014.PDF (17.2.2011)
- TA Instruments.** 2008 b. Rheology- Theory and Application Course. TA Instruments: 151 str.
- TA Instruments-rheometers.** 2006. TA Instruments: 54 str.
- Thermal solutions.** 1999. Determination of the linear viscoelastic region of polymer using a strain sweep on the DMA 2980. TA Instruments.
http://www.google.si/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=1&sqi=2&ved=0CFEQFjAA&url=http%3A%2F%2Fwww.tainstruments.com%2Flibrary_download.aspx%3Ffile%3DTS61.pdf&ei=zYq8T8frF47P4QTimlwd&usg=AFQjCNGY7dcrjatvxResuCx3y2JtOixtKg (12.4.2012)
- Tlustochowicz G., Serrano E.** 2011. State-of-the-art review on timber connections with glued-in steel rods. Materials and Structures, 44: 997-1020

- Torelli N.** 2003. Les kot viskoelastičen material. Les, 55: 48-58
- Verreault C.** 1999. Performance evaluation of green gluing for finger jointing. CFS-VA Internal Report. No. 2295. Forintek Canada Corp. Eastern Div: 59 str.
- Wheeler A. S., Hutchinson A. R.** 1998. Resin repairs to timber structures. International Journal of Adhesion & Adhesives, 18: 1-13
- Widman R., Steiger R., Gehri E.** 2007. Pull-out strength of axially loaded steel rods bonded in glulam perpendicular to the grain. Materials and Structures, 40: 827-838
- Winter H. H., Holly E. E., Venkataraman S. K., Chambon F.** 1988. Furier transform mechanical spectroscopy of viscoelastic materials with transient structure. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 27: 17-26
- Winter H. H.** 2001. **Physical and chemical gelation. V:** Encyclopedia of Materials: Science and Technology. Amsterdam, New York: Elsevier: 6991-6999
- Witt M.** 2004. Novel plate rheometer configuration allows monitoring real-time wood adhesive curing behavior. Journal of Adhesion Science and Technology, 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. Ljubljana, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo: 97 str.

ZAHVALA

Iskreno se zahvaljujem:

- ❖ mentorju, prof. dr. Milanu Šerneku za vso podporo, nasvete in vodenje pri pisanju doktorske disertacije
- ❖ recenzentu izr. prof. dr. Željku Gorišku za opravljeno recenzijo in nasvete pri pisanju doktorske disertacije
- ❖ recenzentki doc. dr. Andreji Kutnar za opravljeno recenzijo in nasvete pri pisanju doktorske disertacije
- ❖ asistentu dr. Mirku Karižu za nasvete in nesebično pomoč pri zasnovi in izvedbi raziskav
- ❖ gospe Darji Vranjek, prof.slov. in soc., bibliot. za lektoriranje doktorske disertacije
- ❖ višjemu predavatelju mag. Bogdanu Šegi za pomoč in nasvete pri delu v laboratoriju
- ❖ tehniškemu sodelavcu Janezu Renku za pomoč pri izdelavi VIVJP
- ❖ podjetju KOOP TRGOVINA d.o.o. za podarjeno epoksidno lepilo
- ❖ podjetju Hapro d.o.o. za izdelavo kovinskih ploščic in šablone za izdelavo preizkušancev s preklopom
- ❖ svojim domačim za podporo med študijem

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA

Maksimiljan MRAVLJAK

**VPLIV VLAŽNOSTI LESA IN DEBELINE LEPILNEGA SPOJA NA
ADHEZIJO MED LESOM IN JEKLOM**

DOKTORSKA DISERTACIJA

Ljubljana, 2014