

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Jure KOS

**KAKOVOST LEPLJENJA Z RAZLIČNIMI
MEŠANICAMI UTEKOČINJENEGA LESA IN
MUF LEPILA**

MAGISTRSKA NALOGA

Magistrski študij – 2. stopnja

Ljubljana, 2013

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Jure KOS

**KAKOVOST LEPLJENJA Z RAZLIČNIMI MEŠANICAMI
UTEKOČINJENEGA LESA IN MUF LEPILA**

MAGISTRSKA NALOGA
Magistrski študij – 2. stopnja

**QUALITY OF GLUING WITH DIFFERENT MIXTURES
OF LIQUEFIED WOOD AND MUF ADHESIVE**

M. SC. THESIS
Master study Programme

Ljubljana, 2013

Magistrska naloga je zaključek magistrskega študija lesarstva druge stopnje. Opravljeno je bilo na Katedri za lepljenje, lesne kompozite in obdelavo površin, Oddelka za lesarstvo, Biotehniške fakultete, Univerze v Ljubljani.

Senat Oddelka za lesarstvo je za mentorja magistrske naloge imenoval prof. dr. Milana Šerneka, za recenzenta pa doc. dr. Sergeja Medveda.

Komisija za oceno in zagovor:

Predsednik:

Član:

Član:

Datum zagovora:

Magistrska naloga je rezultat lastnega raziskovalnega dela. Podpisani se strinjam z objavo svoje naloge na spletni strani Digitalne knjižnice Biotehniške fakultete. Izjavljam, da je naloga, ki sem jo oddal v elektronski obliki, identična tiskani verziji.

Jure Kos

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

ŠD	Du2
DK	UDK 630*824.89
KG	utekočinjen les/melamin-urea-formaldehidno lepilo/strižna trdnost/lepilni spoj
AV	KOS, Jure
SA	ŠERNEK, Milan (mentor)/MEDVED, Sergej (recenzent)
KZ	SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VIII/34
ZA	Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo
LI	2013
IN	KAKOVOST LEPLJENJA Z RAZLIČNIMI MEŠANICAMI UTEKOČINJENEGA LESA IN MUF LEPILA
TD	Magistrska naloga (Magistrski študij – 2. stopnja)
OP	XI, 61 str., 9 pregl., 35 sl., 13 pril., 66 vir.
IJ	sl
JI	sl/en
AI	Raziskali smo kakovost lepljenja masivnega lesa z uporabo različnih mešanic utekočinjenega lesa (UL) in melamin-urea-formaldehidnega (MUF) lepila. Pripravili smo 2 vrsti UL, ki smo ju utekočinili s polihidričnim alkoholom. Med seboj sta se razlikovali po vrsti katalizatorja. Topolov lesni prah smo utekočinili z uporabo etilen glikola in katalizatorja. Za pripravo prvega UL smo za katalizator uporabili žveplovo (VI) kislino, za drugega pa para-toluen sulfonsko kislino. Pripravili smo 6 različnih mešanic, kjer smo spremenjali delež UL in MUF lepila (UL/MUF): 100/0, 90/10, 50/50, 10/90, 0/100 in 10/90 (z dodatkom amonformiata). Za lepljenje smo uporabili bukove in gabrove lamele. Zlepljene lamele smo razzagali v strižne preskušance ter jih ustrezno pripravili glede na predvidene pogoje uporabe po standardu SIST EN 12765. Ugotovili smo, da so lepilne mešanice, kjer je bil delež UL 10 %, izpolnjevale minimalne zahteve za posamezni trajnostni razred po standardu, medtem ko se je kakovost lepljenja pri večjem deležu UL bistveno zmanjšala. V večini primerov je majhen dodatek UL (10 %), v primerjavi s 100 % MUF lepilom, celo izboljšal strižno trdnost in trajnost spojev.

KEY WORDS DOCUMENTATION

DN	Du2
DC	UDC 630*824.89
CX	liquefied wood/melamine-urea-formaldehyde adhesive/shear strength/adhesive joints
AU	KOS, Jure
AA	ŠERNEK, Milan (supervisor)/MEDVED, Sergej (co-supervisor)
PP	SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VIII/34
PB	University of Ljubljana, Biotechnical Faculty, Department of Wood Science and Technology
PY	2013
TI	QUALITY OF GLUING WITH DIFFERENT MIXTURES OF LIQUEFIED WOOD AND MUF ADHESIVE
DT	M. Sc. Thesis (Master Study Programme)
NO	XI, 61 p., 9 tab., 35 fig., 13 ann., 66 ref.
LA	sl
AL	sl/en
AB	We studied the quality of gluing of solid wood using different mixtures of liquefied wood (LW) and melamine-urea-formaldehyde (MUF) adhesive. We prepared 2 types of LW, and liquefied them by polyhydric alcohol. These 2 groups differed by type of a catalyst. Poplar wood powder was liquefied with the use of ethylene glycol and catalyst. Sulphuric (VI) acid was used for the first LW, for the other para-toluene sulphonic acid. We prepared 6 different mixtures with varying proportions of LW and MUF adhesive (LW/MUF): 100/0, 90/10, 50/50, 10/90, 0/100 and 10/90 (amonformyat was added) for gluing wooden lamellas of beech and common hornbeam. Glued lamellas were sawn in shear test specimens and prepared properly according to the intended conditions of use according to SIST EN 12765. We found that the adhesive mixtures, where the share of LW was 10 %, met the minimum requirements for each durability class according to standard, while the quality of gluing in a greater proportion of LW substantially reduced it. In most cases a small addition of LW even improved the shear strength and durability of the adhesive joints compared to the adhesive joints glued with 100 % of the MUF adhesive.

KAZALO VSEBINE

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA.....	III
KEY WORDS DOCUMENTATION	IV
KAZALO VSEBINE	V
KAZALO SLIK	VII
KAZALO PREGLEDNIC	IX
KAZALO PRILOG	X
OKRAJŠAVE IN SIMBOLI	XI
1 UVOD	1
1.1 OPREDELITEV PROBLEMA	1
1.2 CILJ RAZISKOVANJA.....	1
1.3 DELOVNE HIPOTEZE	2
2 PREGLED OBJAV	3
2.1 ZGRADBA LESA	3
2.2 MAKROMOLEKULARNA ZGRADBA LESA	3
2.2.1 Celuloza	3
2.2.2 Hemiceluloze	4
2.2.3 Lignin.....	4
2.2.4 Ekstraktivne snovi.....	5
2.3 UTEKOČINJEN LES.....	5
2.3.1 Utekočinjenje lesa s polihidričnimi alkoholi	6
2.3.2 Utekočinjenje lesa s fenoli.....	7
2.3.3 Uporaba utekočinjenega lesa	7
2.3.3.1 Utekočinjen les – fenol-formaldehidne smole	7
2.3.3.2 Utekočinjen les – epoksi smole	8
2.3.3.3 Utekočinjen les – poliuretanske pene	8
2.3.3.4 Utekočinjen les – poliuretanski premazi	9
2.3.3.5 Utekočinjen les – goriva	9
2.3.3.6 Lepila	9
2.3.3.6.1 Sinteza lepil na osnovi utekočinjenega lesa	9
2.3.3.6.2 Izdelava mešanic utekočinjenega lesa in komercialnih sintetičnih.....	
leplil za les	10
2.3.3.6.3 Uporaba utekočinjenega lesa kot samostojne komponente	11
2.4 MELAMIN-UREA-FORMALDEHIDNA (MUF) LEPILA	13
2.4.1 Sestava MUF lepil.....	13
2.4.2 Proizvodnja MUF lepil.....	13
2.4.3 Utrjevanje MUF lepil	13
3 MATERIALI IN METODE	14
3.1 MATERIALI	14
3.1.1 Les	14
3.1.1.1 Topol, <i>Populus</i> spp.....	14
3.1.1.2 Bukev, <i>Fagus sylvatica</i> L.	15
3.1.1.3 Beli gaber, <i>Carpinus betulus</i> L.....	15

3.1.2 Kemikalije	16
3.1.2.1 Žveplova (VI) kislina.....	16
3.1.2.2 para-toluen sulfonska kislina (pTSA).....	17
3.1.2.3 Etilen glikol	17
3.1.3 Lepilo Meldur H97	18
3.2 METODE	19
3.2.1 Utekočinjenje lesa	19
3.2.2 Izdelava lepilnih mešanic	22
3.2.3 Lepljenje lesenih lamel z utekočinjenim lesom	23
3.2.4 Testiranje strižne trdnosti lepilnih spojev.....	25
4 REZULTATI.....	31
4.1 TEMPERATURA LEPILNEGA SPOJA MED STISKANJEM LAMEL.....	31
4.2 STRIŽNA TRDNOST IN DELEŽ LOMA PO LESU	34
4.2.1 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za C1 trajnostni razred	34
4.2.2 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za C2 trajnostni razred	38
4.2.3 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za C3 trajnostni razred	42
4.2.4 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za C4 trajnostni razred	46
5 RAZPRAVA.....	50
6 SKLEPI	54
7 POVZETEK	55
8 VIRI	57

ZAHVALA

PRILOGE

KAZALO SLIK

Slika 1	Mikroskopska slika lepilnega spoja iz utekočinjenega lesa (Šernek, 2012)	12
Slika 2	Poškodbe lepilnega spoja zaradi nizke vrednosti pH utekočinjenega lesa	12
Slika 3	Struktura formula žveplove (VI) kislina (Žveplova (VI) kislina, 2013)	16
Slika 4	Struktura formula para-toluen sulfonske kislina (para-toluen sulfonska kislina, 2013)	17
Slika 5	Struktura formula etilen glikola (Etilen glikol, 2013)	17
Slika 6	Utekočinjenje lesa v reaktorju	20
Slika 7	Odparevanje etilen glikola iz utekočinjenega lesa z rotavaporjem	21
Slika 8	Utekočinjen les po končanem kuhanju	21
Slika 9	Stiskanje lamel in spremljanje temperature v lepilnem spoju	24
Slika 10	Oblika in dimenzijski preskušanca za ugotavljanje strižne trdnosti..... leplnih spojev	25
Slika 11	Strižni preskušanec	27
Slika 12	Klimatiziranje preskušancev v standardni klimi	28
Slika 13	Kuhalnik za kuhanje preskušancev pri 67 °C in 100 °C	28
Slika 14	Testirni stroj Zwick/Roell Z005	29
Slika 15	Vpetje preskušanca	30
Slika 16	Ocena deleža loma po lesu: 100 % lom po lesu (levo) in 0 % lom .. po lesu (desno)	30
Slika 17	Temperatura lepilnega spoja pri lepljenju bukovih lamel z lepilno .. mešanico UL _{H2SO4} /MUF	31
Slika 18	Temperatura lepilnega spoja pri lepljenju bukovih lamel z lepilno .. mešanico UL _{pTSA} /MUF	32
Slika 19	Temperatura lepilnega spoja pri lepljenju gabrovih lamel z lepilno .. mešanico UL _{H2SO4} /MUF	33
Slika 20	Strižna trdnost lepilnih spojev za C1 trajnostni razred..... (bukovi preskušanci)	34
Slika 21	Ocena deleža loma po lesu za C1 trajnostni razred .. (bukovi preskušanci)	35
Slika 22	Primerjava strižne trdnosti lepilnih spojev bukovih in gabrovih..... preskušancev za C1 trajnostni razred, zlepiljenih z UL _{H2SO4} /MUF	36
Slika 23	Primerjava ocene loma po lesu bukovih in gabrovih preskušancev za C1 .. trajnostni razred, zlepiljenih z UL _{H2SO4} /MUF	37
Slika 24	Strižna trdnost lepilnih spojev za C2 trajnostni razred..... (bukovi preskušanci)	38
Slika 25	Ocena deleža loma po lesu za C2 trajnosti razred .. (bukovi preskušanci)	39
Slika 26	Primerjava strižne trdnosti lepilnih spojev bukovih in gabrovih..... preskušancev za C2 trajnostni razred, zlepiljenih z UL _{H2SO4} /MUF	40
Slika 27	Primerjava ocene loma po lesu bukovih in gabrovih preskušancev za C2 .. trajnostni razred, zlepiljenih z UL _{H2SO4} /MUF	41
Slika 28	Strižna trdnost lepilnih spojev za C3 trajnostni razred..... (bukovi preskušanci)	42

Slika 29	Ocena deleža loma po lesu za C3 trajnostni razred	43
	(bukovi preskušanci)	
Slika 30	Primerjava strižne trdnosti lepilnih spojev bukovih in gabrovih..... preskušancev za C3 trajnostni razred, zlepljenih z UL _{H2SO4} /MUF.....	44
Slika 31	Primerjava ocene loma po lesu bukovih in gabrovih preskušancev za C3	
	trajnostni razred, zlepljenih z UL _{H2SO4} /MUF	45
Slika 32	Strižna trdnost lepilnih spojev za C4 trajnostni razred..... (bukovi preskušanci)	46
Slika 33	Ocena deleža loma po lesu za C4 trajnostni razred (bukovi preskušanci)	47
Slika 34	Primerjava strižne trdnosti lepilnih spojev bukovih in gabrovih..... preskušancev za C4 trajnostni razred, zlepljenih z UL _{H2SO4} /MUF.....	48
Slika 35	Primerjava ocene loma po lesu bukovih in gabrovih preskušancev za C4..... trajnostni razred, zlepljenih z UL _{H2SO4} /MUF	49

KAZALO PREGLEDNIC

Preglednica 1	Fizikalno kemične lastnosti lepila Meldur H97..... (Meldur H97, tehnična dokumentacija, 2004).....	18
Preglednica 2	Način uporabe lepila Meldur H97	
	(Meldur H97, tehnična dokumentacija, 2004).....	18
Preglednica 3	Pogoji za utrjevanje lepila Meldur H97	
	(Meldur H97, tehnična dokumentacija, 2004)	18
Preglednica 4	Sestava leplilne mešanice za lepljenje bukovih lamel.....	22
Preglednica 5	Sestava leplilne mešanice za lepljenje gabrovih lamel.....	22
Preglednica 6	Razvrstitev duromernih lepil za les za nekonstrukcijsko uporabo	26
Preglednica 7	Način priprave preskušancev in trdnostne zahteve za	
	posamezni trajnostni razred po SIST EN 12765	26
Preglednica 8	Strižna trdnost lepilnih spojev za posamezni trajnostni razred	
	(bukovi preskušanci)	51
Preglednica 9	Primerjava strižne trdnosti lepilnih spojev bukovih in	
	gabrovih preskušancev za posamezni trajnostni razred,.....	
	zlepljenih z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ /MUF	51

KAZALO PRILOG

- Priloga A: Rezultati C1 trajnostnega razreda za bukove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)
- Priloga B: Rezultati C1 trajnostnega razreda za bukove preskušance (UL_{PTSAs}/MUF)
- Priloga C: Rezultati C1 trajnostnega razreda za gabrove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)
- Priloga D: Rezultati C2 trajnostnega razreda za bukove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)
- Priloga E: Rezultati C2 trajnostnega razreda za bukove preskušance (UL_{PTSAs}/MUF)
- Priloga F: Rezultati C2 trajnostnega razreda za gabrove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)
- Priloga G: Rezultati C3 trajnostnega razreda za bukove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)
- Priloga H: Rezultati C3 trajnostnega razreda za bukove preskušance (UL_{PTSAs}/MUF)
- Priloga I: Rezultati C3 trajnostnega razreda za gabrove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)
- Priloga J: Rezultati C4 trajnostnega razreda za bukove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)
- Priloga K: Rezultati C4 trajnostnega razreda za bukove preskušance (UL_{PTSAs}/MUF)
- Priloga L: Rezultati C4 trajnostnega razreda za gabrove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)
- Priloga M: Meldur H97, tehnična dokumentacija

OKRAJŠAVE IN SIMBOLI

Okrajšave

- melamin-urea-formaldehid – MUF
- para-toluen sulfonska kislina – pTSA
- utekočinjen les – UL
- utekočinjen les, ki vsebuje za katalizator para-toluen sulfonsko kislino – UL_{pTSA}
- utekočinjen les, ki vsebuje za katalizator žveplovo (VI) kislino – UL_{H₂SO₄}
- žveplova (VI) kislina – H₂SO₄

Simboli [enote]

- delež [%]
- površina – A [mm²]
- relativna zračna vlažnost – φ [%]
- strižna sila – F [N]
- strižna trdnost – f_v [N/mm²]
- temperatura – T [°C]

1 UVOD

Za lepljenje lesa ter lesnih kompozitov se v veliki meri uporabljo sintetična lepila, ki pa so zdravju ter okolju škodljiva. Pri proizvodnji pohištva ter lesnih kompozitov v Evropi letno porabijo več kot 5 milijonov ton sintetičnih lepil, ki pa v veliki meri vsebujejo škodljive kemikalije. Ena izmed teh kemikalij je tudi formaldehid, ki v večjih koncentracijah lahko povzroča raka. Proizvodnja sintetičnih polikondenzacijskih lepil za les skoraj v celoti sloni na predelavi derivatov nafte, ki pa je neobnovljivi vir. Zaradi vse večje ekološke osveščenosti je razvoj materialov in lepil iz obnovljivih virov, ki bi utegnili nadomestiti obstoječa sintetična lepila, vse bolj aktualen. Naravna lepila imajo v primerjavi s sintetičnimi lepili tako prednosti, kakor tudi slabosti. Izrazite prednosti naravnih lepil so nižja toksičnost, biološka razgradljivost in razpoložljivost surovin. Razvoj naravnih lepil predstavlja velik ekonomski izziv v želji po manjši odvisnosti od nafte ter težnji k uporabi naravnih obnovljivih in ekološko prijaznih virov za proizvodnjo lepil.

Pri obdelavi lesa nastajajo lesni ostanki, ki jih je možno uporabiti v različne namene. Lahko jih porabimo za pridobivanje energije, za proizvodnjo lesnih kompozitov ali jih s posebnim postopkom utekočinimo v produkt, imenovan utekočinjen les (UL), ter ga uporabimo kot surovinu za izdelavo različnih produktov, kot so premazi, ogljikova vlakna, pene, polimerni kompoziti in ne nazadnje lepila. UL pridobimo s postopkom utekočinjenja lesne moke oziroma lesnega prahu v različnih topilih in pri različnih pogojih, kar se odraža v različnih lastnostih tako pripravljenega materiala. V času vse večje ekološke osveščenosti je uporabo UL smiselno podrobnejše raziskati, saj je osnovna surovina UL les, ki je naraven in obnovljiv. UL je možno uporabiti kot samostojno substanco ali kot nadomestek sintetičnih lepil, za kar smo ga uporabili tudi pri naši raziskavi.

1.1 OPREDELITEV PROBLEMA

Velik problem lepilnih spojev, ki so lepljeni s čistim UL, je v tem, da dosegajo v primerjavi s komercialnimi sintetičnimi lepili nižje strižne trdnosti. Poleg majhne strižne trdnosti pa imajo lepilni spoji tudi nižjo trajnost ter nezadostno vodooodpornost. Problem, ki je povezan z majhno strižno trdnostjo lepilnega spoja iz UL, je nizek pH UL, ki povzroči nastanek degradacije površine lesa v območju penetracije, saj jo le-ta med lepljenjem zaradi svoje reaktivnosti močno poškoduje. Zaradi nekoliko slabše strižne trdnosti in vodooodpornosti lepilnih spojev pa se lahko UL uporabi kot dodatek k sintetičnim lepilom, s čimer lahko vplivamo na trdnost in trajnost lepilnega spoja, zmanjšamo porabo sintetičnih surovin in s tem njihov škodljivi vpliv na okolje in zdravje.

1.2 CILJ RAZISKOVANJA

Topolovo žagovino bomo z uporabo etilen glikola ter katalizatorja utekočinili. Pripravili bomo dve vrsti UL, ki se bosta med seboj razlikovali po vrsti uporabljenega katalizatorja. Pri enem UL bomo uporabili žveplovo (VI) kislino, pri drugem pa para-toluen sulfonsko kislino. Pripravili bomo tudi različne lepilne mešanice iz UL in MUF lepila. Za lepljenje

lamel bomo uporabil dve različni lesni vrsti, in sicer bukev ter gaber. Glavni cilj magistrske naloge je ugotoviti, kakšen delež UL se lahko doda MUF lepilu, da zadosti pogojem za lepljenje masivnih lamel za različna področja uporabe, kot so suhi, vlažni ali zunanji pogoji.

1.3 DELOVNE HIPOTEZE

Predpostavljam, da nizka vrednost pH UL degradira lesno tkivo v spoju, zato je strižna trdnost lepilnega spoja nizka. Ker so MUF lepila v osnovi bazična (pH 9,2–9,5) ter utrjujejo v kislem mediju, lahko UL, ki ima nizko vrednost pH, uporabimo kot katalizator. Zaradi prisotnosti MUF lepila se kislota UL nekoliko zmanjša, kar pripomore k zmanjšanju degradacije lesnega tkiva pri lepljenju, s čimer pa povečamo strižno trdnost lepilnega spoja.

Predpostavljam, da bo dodatek MUF lepila v UL vplival na strižno trdnost lepilnega spoja. Pričakujemo, da bodo lepilne mešanice, ki vsebujejo manjši delež UL zadostile standardnim zahtevam glede trdnosti lepilnega spoja v različnih pogojih uporabe. Predvidevamo tudi, da bomo pri lepilni mešanici, ki bo vsebovala 100 % delež MUF lepila, dosegli večje strižne trdnosti lepilnih spojev kot pri lepilnih mešanicah, ki bodo vsebovale različne deleže UL. Ker bomo naredili dve vrsti UL, ki se bosta med seboj razlikovali po vrsti uporabljenega katalizatorja (žveplova (VI) kislina ter para-toluen sulfonska kislina), predvidevamo, da bomo pri $UL_{H_2SO_4}$ dobili manjše strižne trdnosti lepilnih spojev zaradi večje degradacije lepilnega spoja, kar je posledica večje jakosti žveplove (VI) kislinske. Predpostavljam tudi, da bomo pri lepljenju bukovine dosegli višje strižne trdnosti kot pri lepljenju gabrovine, saj je za gabrovino značilno, da se slabše lepi.

2 PREGLED OBJAV

2.1 ZGRADBA LESA

Les je olesenelo vlknasto bolj ali manj trajno tkivo rastlin (dreves in grmov), ki nastaja v času sekundarne rasti z delitvijo celic v kambiju. Premer debel, vej in korenin se tako od stržena navzven povečuje. Lesno tkivo sestavlajo različne vrste celic, ki imajo v živem drevesu prevajalno, mehansko in skladiščno funkcijo, razlikujejo pa se tudi po obliki in velikosti. Osnovno tkivo lesa izgrajujejo vlknaste celice oziroma vlakna. To so podolgovate celice z različno debelimi celičnimi stenami in širino lumnov ter različno stopnjo redukcije obokanih pikenj, po katerih jih glede na evolucijski razvoj ločimo na traheide, vlknaste traheide in libriformska vlakna. Poleg vlknastih celic pa osnovno tkivo sestavlajo tudi trakovni in aksialni parenhim, traheje ter smolni kanali, ki se nahajajo pri iglavcih (Gorišek, 2009).

Osnovno tkivo iglavcev predstavljajo traheide (do 96 %), ki potekajo vzdolžno. Delež trakovnega tkiva glede na celotno lesno maso je največ do 12 %, medtem ko je aksialnega parenhima malo, le nekaj odstotkov (Grosser, 1997).

Osnovno tkivo listavcev predstavljajo vlakna z različnimi stopnjami razvoja. Vlakna običajno predstavljajo 35 % do 75 % vseh tkiv. Delež trahej variira med 4 % in 39 %, medtem ko je parenhimskega tkiva od 7 % do 29 %. Na splošno je parenhimskega tkiva pri listavcih bistveno več kot pri iglavcih (Grosser, 1997).

2.2 MAKROMOLEKULARNA ZGRADBA LESA

Kakor je zakomplificirana in heterogena anatomska zgradba lesa, je zapletena tudi kemična ali makromolekularna zgradba lesa. Če pogledamo elementarno sestavo lesa, ta vsebuje 50 % ogljika, 43 % kisika, 6 % vodika ter 1 % dušika (Pipa, 1997). Celična stena sestoji iz treh osnovnih makromolekularnih spojin: ogrodne celuloze, matriksnih polioz in inkrustriranega lignina, ki nastopajo po posameznih slojih celične stene v različnih deležih. Manjši delež predstavljajo še pektin, beljakovine in škrob ter snovi z nižjo molekulsko maso, kot so ekstraktivi in mineralne snovi (Gorišek, 2009).

2.2.1 Celuloza

Najpomembnejša sestavina celične stene lesa je celuloza. Najčistejša celuloza se nahaja v stenah mladih celic, medtem ko se pozneje že pojavljajo različni spremjevalci, kot npr. lignin, hemiceluloza itd. (Pipa, 1997). Celuloza ($C_6H_{10}O_5$) se pojavlja pri iglavcih in listavcih v približno enakem deležu. Celulozne molekule sestavljajo β -D-glukozne enote, medsebojno vezane z 1,4- β -glikozidnimi vezmi, ki omogočajo formiranje dolgih linearnih molekul. Število glukoznih enot v celulozni verigi je v primarni steni med 2000 in 4000, v sekundarni steni pa do 10000, kar pomeni, da lahko molekula doseže dolžino do 5 μm .

Vsaka glukozna molekula ima tri proste polarne hidroksilne skupine (OH), ki omogočajo vzpostavljanje šibkejših Van der Waalsovih in/ali nekoliko močnejših vodikovih vezi. Stopnja kristaliničnosti celuloze je približno 60 %, tako da se kristalna območja menjajo z amorfnnimi. Usmerjena kristalna območja različnih dolžin in širine približno 100 nm imenujemo mikrofibrile. Ena molekulska celuloza prehaja preko več kristalnih in amorfnih področij. Vlaknasta in plastna struktura ter močne vodikove vezi dajejo celulozi v vzdolžni smeri veliko natezno trdnost in slabo topnost v topilih (Gorišek, 2009). Celuloza se ne topi v vodi niti alkoholu, etru ali acetonu. Lugi in kisline jo razkrajajo šele pri višjih temperaturah. Topi se v Schweitzerjevem reagentu (t.j. raztopina bakrovega hidroksida v amonijaku) in v 0,5 % žveplovi kislini (Pipa, 1997).

2.2.2 Hemiceluloze

Polioze ali hemiceluloze so nizkomolekularni polisaharidi iz 50 do 400 pentoznih in/ali heksoznih sladkornih enot. V primerjavi s celulozo so molekule precej krajše z nizko stopnjo kristalizacije in vejnato strukturo. Razlikujejo se tudi v sestavi, saj iz različnih sladkornih enot. Celuloza in polioze so medsebojno vezane z vodikovimi in Van der Waalsovimi vezmi, močnejše kovalentne vezi pa nastajajo med ligninom in poliozami. Pri iglavcih zasledimo z največjim deležem galaktoglukomanan (15 % do 20 %) in ksilan (do 20 %) z metilglukuronsko kislino (1 : 5) in arabinozo (1 : 7). Pri listavcih prevladujejo verige ksilana (25 % ± 5 %), na katere so v neenakomernih intervalih vezane 4-O-metilglukuronska kislina, več OH skupin pa je zamenjano z O-acetilnimi skupinami. Stopnja polimerizacije je v primerjavi s celulozo nizka in znaša med 100 in 200. Z manjšim deležem so prisotni še glukomanan (1 : 2), ramnoza in galakturonske kisline (Gorišek, 2009).

Hemiceluloze niso tako odporne proti kemičnim reagentom kot celuloza in tudi lažje hidrolizirajo. Na trajnost lesa vplivajo negativno, ker predstavljajo v lesu hrano za mikroorganizme in insekte (Pipa, 1997).

2.2.3 Lignin

Lignin je tridimenzionalni aromatični polimerni kompozit iz treh osnovnih fenilpropanolnih enot. Je inkrustriran med interfibrilne prostore celične stene, nahaja se še v medceličnih prostorih. Pri iglavcih je vsebnost lignina 23 % do 33 %, medtem ko ga je pri listavcih zmernega pasu manj (od 16 % do 25 %), v tropskih lesovih pa več (od 20 % do 32 %) (Gorišek, 2009).

Vnašanje lignina v interkristalitne prostore imenujemo lignifikacija celičnih sten. Ko celice prenehajo rasti in dosežejo svojo največjo velikost, se lignificirajo, celična vsebina (protoplazm) pa po nekaj tednih odmrne. S pričetkom lignifikacije celice prenehajo rasti. Za lignin je značilno, da je manj odporen proti kemičnim reagentom kot celuloza, kar je pomembno pri pridobivanju celuloze iz lesa. Lignin ima veliko tlačno trdnost, kar je tudi glavni pomen lignina kot sestavine celične stene. Uporabnost lignina pa je znatno manjša kot celuloze (Pipa, 1997).

2.2.4 Ekstraktivne snovi

Poleg celuloze, hemiceluloze in lignina vsebuje les še ekstraktivne snovi. Ekstraktivne snovi se nahajajo v celičnih lumnih in celičnih stenah. Njihov delež je običajno majhen, vendar značilno prispevajo k barvi, vonju, biološki odpornosti lesa ipd. Najpomembnejši so polifenoli in terpeni, npr. tanini, flavoantocianini, katehini in lignani. Med ekstraktivi se pojavljajo še maščobe in njihove kisline, voski in hlapljivi ogljikovodiki. Anorganskih snovi vsebuje les le nekaj desetink odstotka z največjim deležem kalcija, kalija in magnezija. Pogosti so romboidni kristali kalcijevega oksalata, pri tropskih vrstah pa se lahko v večjih količinah pojavlja tudi silicijev dioksid (Gorišek, 2009).

2.3 UTEKOČINJEN LES

Utekočinjenje lesa je preoblikovanje lesa (lesna moka ali sekanci) v tekoče agregatno stanje. Da postopek utekočinjanja lahko izvedemo, potrebujemo poleg lesnih ostankov še topilo in ustrezni katalizator. Poleg naštetih kemikalij pa je potrebno zagotoviti še visoko temperaturo in ustrezen tlak (Tišler, 2002; Ugovšek in Šernek, 2009). V splošnem gre pri utekočinjanju za proces degradacije lesnih komponent ob uporabi različnih vrst topil, med katerimi se najpogosteje uporablajo fenol (Alma in Acemoğlu, 2004; Pan in sod., 2007), polihidrični alkoholi (Yamada in Ono, 1999; Kobayashi in sod., 2000; Kobayashi in sod., 2004; Kunaver in sod., 2010), ciklični karbonati (Yamada in Ono, 1999; Mun in sod., 2001) in ionske tekočine (Xie in Shi, 2006). Reakcijo utekočinjanja sproži izbrani katalizator: žveplova kislina (Budija in sod., 2009a; Ugovšek in sod., 2011), para-toluen sulfonska kislina (pTSA) (Jasiukaityte in sod., 2009), fosforna kislina (Xiaojun in Guangjie, 2010), klorovodikova kislina (Acemoğlu in Alma, 2001; Wei in sod., 2004) ali natrijev hidroksid (Alma in Shiraishi, 1998; Alma in Basturk, 2001). Med utekočinjanjem lesni polimeri (celuloza, hemiceluloza in lignin) razpadajo na monomere in oligomere. Ti v nadaljevanju reagirajo med seboj ali s topilom, pri čemer nastaja v vodi in različnih topilih netopen produkt (Kobayashi in sod., 2004; Yamada in Ono, 1999).

Celoten proces utekočinjanja lahko razdelimo na tri segmente:

- degradacijo lesnih komponent,
- nastanek intermediatov (monomerov in oligomerov) ter
- reakcijo intermediatov med seboj ali s topilom, utekočinjanje pa je poleg izbranega topila in katalizatorja odvisno tudi od vrste lesa (Kurimoto in sod., 1999).

UL se v zadnjih dveh desetletjih raziskuje na področju uporabe za lepljenje lesa (Kobayashi in sod., 2001; Kunaver in sod., 2010; Ugovšek in sod., 2010a), ogljikova vlakna (Ma in Zhao, 2010), pene (Yao in sod., 1995; Alma in Shiraishi, 1998), polimerne kompozite (Doh in sod., 2005) in za premaze (Kurimoto in sod., 2001; Budija in sod., 2009b).

2.3.1 Utekočinjenje lesa s polihidričnimi alkoholi

Najpogosteje opisana metoda, ki jo navajajo Kurimoto in sodelavci (1999), je metoda utekočinjenja lesa s polihidričnimi alkoholi. Lesno moko utekočinimo pri temperaturi 150 °C v 15 minutah. Kot topilo za utekočinjenje uporabimo polieten glikol s povprečno molsko maso 400 in glicerol. Kot katalizator je uporabljena H₂SO₄.

Pogoje utekočinjenja lesa so različni raziskovalci spreminjali tako, da so les utekočinjali pri 150 °C in v časovnem intervalu 15 do 180 minut z uporabo polihidričnih alkoholov, kot sta 1,6 heksandiol in 1,4 butandiol, glicerola, pa tudi s hidroksi etri, kamor spadajo dieten glikol, trieten glikol in polieten glikol. Utekočinjenje lesa poteka pri normalnem tlaku z uporabo organskih topil in kislinskih katalizatorjev. V ta namen so preizkusili že fenolsulfonsko kislino, žveplovo (VI) kislino, fosforjevo kislino, klorovodikovo kislino ter oksalno kislino. Ko so ugotavljalni izkoristek, so spoznali, da je na ta način mogoče utekočinjati do 70 % izhodne surovine. Utekočinjenje pretvarja komponente lesa v reaktivne molekule, in sicer zaradi razgradnje in reakcij s polioli (Tišler, 2002).

Negativen pojav pri utekočinjenju lesa so ponovne kondenzacije že razgrajenih komponent lesa, ki potekajo ob uporabi kislinskega katalizatorja. Zaradi tega je težko dobiti tekočino z visoko vsebnostjo UL (Tišler, 2002). Yamada in sodelavci (1999) ter Kobayashi in sodelavci (2004) navajajo, da naj bi uporaba etilen glikola za razliko od glicerola in dietilen glikola preprečila rekondenzacijo.

Med utekočinjenjem lesa se v začetni fazi degradira lignin in v nadaljevanju celuloza, nakar nastopi rekondenzacija (Kobayashi in sod., 2004). V primeru utekočinjenja lesa z etilen glikolom Yamada in sodelavci (2001) navajajo, da celuloza med procesom utekočinjenja razпадa na glukozide, ki reagirajo z etilen glikolom, v nadaljevanju pa pride do degradacije in nastanka levulinatov ter v končni fazi levulinske kisline. Lignin prav tako razпадa na manjše frakcije, ki pa so v nadaljevanju reakcije podvržene t. i. rekondenzaciji. V primeru uporabe žveplove kisline kot katalizatorja pri utekočinjanju namreč pride do kondenzacije med ogljikom na α-mestu in ogljikom aromatskih obročev lignina, pri tem pa se tvorijo difenilmetske strukture.

Nekateri avtorji ugotavljajo (Kobayashi in sod., 2004), da je depolimerizacija celuloze ključni trenutek, po katerem pride do preobrata v poteku utekočinjenja lesa. Med rekondenzacijo pride do reakcije med depolimerizirano celulozo in aromatskimi derivati lignina oziroma nastopi reakcija nukleofilne substitucije celuloze in fenoksidnega iona. Stopnja zamreženja je predvsem odvisna od reaktivnosti UL oziroma od jakosti kisline (Ugovšek in sod., 2010b).

Postopki utekočinjenja lesa s polihidričnimi alkoholi je v splošnem zelo enostavna metoda, saj ne potrebujemo visokih tlakov in temperatur (Tišler, 2002).

2.3.2 Utekočinjenje lesa s fenoli

Utekočinjenje lesa s fenoli uspešno poteka v alkalnem mediju. Natrijev hidroksid (NaOH) je v primerjavi s številnimi anorganskimi snovmi, ki so jih preizkusili, najboljši katalizator. Nekateri avtorji trdijo, da je ta način utekočinjenja ugodnejši, ker uporabljene kemikalije ne vplivajo v tolikšni meri na onesnaževanje okolja (Tišler, 2002). V literaturi je opisan postopek utekočinjenja lesa pri $250\text{ }^{\circ}\text{C}$. Potreben čas za utekočinjenje je 1 ura. Ugotovili so, da je potrebno za uspešno utekočinjenje definirati optimalno razmerje med lesno moko, fenolom in natrijevim hidroksidom (Tišler, 2002). Druga metoda, ki jo navajajo avtorji, je uporaba fosforjeve kislina (H_3PO_4) kot katalizatorja, vendar so ugotovili, da je fosforjeva kislina bistveno šibkejši katalizator kot H_2SO_4 (Lin in sod., 1995).

Pri utekočinjanju lesa s fenolom prihaja do večjega števila različnih reakcij, ki potekajo med seboj. V osnovi pa lahko utekočinjanje s fenoli razdelimo na tri stopnje, in sicer na degradacijo lesnih komponent, reakcijo s fenolom (fenolacijo) in rekondenzacijo vmesnih produktov utekočinjenja. Dokazano je bilo, da lignin in celuloza reagirata s fenolom (Alma in Acemoğlu, 2004). Pri utekočinjanju lesa je lignin najbolj dovzet za degradacijo, ki ob nezadostni količini fenola najhitreje rekondenzira (Pan in sod., 2007).

Do rekondenzacije vmesnih produktov in tvorjenja netopnega polimera pride, ko je količina fenola dovolj nizka (Pu in Shiraishi, 1993). Potem takem pride do rekondenzacije, ko je razmerje med lesom in fenolom nižje od določene vrednosti, medtem ko je v primeru zadostne količine fenola med utekočinjanjem primarna fenolacija komponent. Prebitek fenola torej pospešuje fenolacijo utekočinjenih komponent in na takšen način ovira rekondenzacijo ter posledično niža povprečno molekulsko maso nastalih utekočinjenih produktov. Z rekondenzacijo se namreč viša povprečna molekulska masa utekočinjenega produkta, slednja pa je nižja v primeru nižje temperature utekočinjanja in šibkejšega dodanega kislega katalizatorja. Tako reakcija fenolacije kot rekondenzacije sta neposredno odvisni od količine fenola oziroma razmerja med njim in lesom (Lin in sod., 1996).

2.3.3 Uporaba utekočinjenega lesa

2.3.3.1 Utekočinjen les – fenol-formaldehidne smole

Lin in sodelavci (1994) navajajo, da z utekočinjanjem lesa s fenolom v kislem mediju in dodatkom formaldehida dobimo odlično novolak smolo. Prednost te sinteze je, da se formaldehid poveže s fenolom, kar pomeni, da v smoli ni nezreagiranega fenola. Obnašanje teh smol je v tekočem stanju podobno obnašanju komercialne novolak smole. Mehanske lastnosti utrjenih produktov iz UL fenol-formaldehidnih smol celo prekašajo komercialne fenolne smole.

Pri utekočinjanju lesa s fenolom v alkalnem mediju so Maldos in sodelavci (1969) ugotovili veliko količino nezreagiranega fenola v reakcijski zmesi. Lastnosti smol se zelo spreminjajo odvisno od razmerij med fenolom in vodno raztopino natrijevega hidroksida

(NaOH). Če vsebujejo več fenola, imajo nižjo molsko maso in tališče, vendar boljše mehanske lastnosti.

Shirashi in Yoshioka (1998) sta poročala, da so nekateri raziskovalci ugotovili, da imajo fenolna lepila, izdelana iz petih delov lesne moke in dveh delov fenola, enake lepilne lastnosti kot komercialna fenolna lepila. Lepljenje furnirja debeline 1 mm je potekalo v stiskalnici 30 sekund pri temperaturi od 120 °C do 130 °C. Uporabljena temperatura stiskanja je bila lahko vsaj 15 °C nižja, kot je predpisana za komercialna lepila.

2.3.3.2 Utekočinjen les – epoksi smole

Kadar UL reagira z epoksi spojinami, dobimo nove vrste smol. Kobayashi in sodelavci (2000) so proučili pogoje utrjevanja in lastnosti dobljenih produktov. Za preučevanje so izbrali kot epoksi komponente tetraeten glikol diglicidil eter (TEGDGE), dieten glikol diglicidil eter (DEGDGE) in eten glikol diglicidil eter (EGDGE) kot tudi diglicidil eter bisfenola A (DGEBA). Utrjevalec je bil trieten tetramin (TETA). Pod pogoji, ki so jih spremnili, so dobili smole, za katere so ugotovili, da se njihove lastnosti izboljšajo s povišanjem deleža UL. Sorodne ugotovitve veljajo za smole, ki so jih pridobili iz lignina namesto iz lesa. V tem primeru so uporabili lignin, ki je stranski produkt pridobivanja celuloze po sulfatnem postopku. Lignina niso utekočinili, pač pa le raztopili v 1 % raztopini natrijevega hidroksida (NaOH) pri 60 °C, mešali z epoksi spojinami in dodali utrjevalec (Nonaka in sod., 1997).

Kishi in sodelavci (2006) so za izdelavo epoksi smole les utekočinjali z rezorcinolom. Kot katalizator so uporabili H₂SO₄. UL so dodali epiklorohidrin in smolo sintetizirali po že znanem postopku. Izdelane smole so imele dobre mehanske in adhezivne lastnosti.

2.3.3.3 Utekočinjen les – poliuretanske pene

Izdelane so bile biorazgradljive poliuretanske pene iz UL, utekočinjenega odpadnega papirja in škroba. Kot reagent pri utekočinjanju je bila uporabljena zmes polietilen glikola in glicerola, kot katalizator pa H₂SO₄. Dodan je bil polimerni metil difenil diizocianat (MDI). Izdelane pene so imele dobre mehanske lastnosti ter primerno gostoto (Lee in sod., 2002).

Shirashi in Yoshioka (1998) navajata, da je iz UL iglavcev in listavcev uspela izdelava trpežnih pen z gostoto okoli 0,04 g/cm³, ki kažejo zadovoljivo vračanje v prvotno obliko po deformaciji. Komponente lesa niso le vmešane v penaste mehurčke, pač pa igrajo pomembno vlogo pri doseganju dimenzijske stabilnosti pen.

Poliuretanske pene te vrste so bile opisane že v osemdesetih letih prejšnjega stoletja, ko so za njihovo izdelavo uporabili eterificiran in esterificiran les v polihidričnih alkoholih ali bisfenolu A (Shirashi in sod., 1985). Za uspešno uporabo je bil potreben podrobni študij obnašanja utekočinjene biomase v različnih topilih. Preučevali so topnost UL in utekočinjenega škroba v dioksanu, tetrahidrafuranu, acetonu, metanolu, etenglikolu in vodi

ob uporabi H_2SO_4 . Optimum so dosegli z zmesjo dioksan – voda v razmerju 8 : 2 (Yao in sod., 1994).

2.3.3.4 Utekočinjen les – poliuretanski premazi

V kombinaciji glicerola (GLY) in polietilen glikola (PEG) so utekočinili les vrste *Cryptomeria japonica*. Kot katalizator so dodali H_2SO_4 . Reakcija je potekala pri temperaturi 150 °C, čas reakcije pa je bil 75 minut. Razmerje med reaktanti GLY : PEG : H_2SO_4 je bilo 10 : 90 : 3. Poliuretanske filme so pripravili iz UL, raztopljenega v diklorometanu in z dodanim polimernim metilen difenil diizocianatom (pMDI). Filme so toplotno obdelali pri temperaturi 100 °C in času 8 ur. S povišanjem razmerja med NCO in OH iz 0,8 na 1,4 se je povečal Youngov modul ter natezna trdnost filmov. Ugotovili so, da povečevanje deleža UL poviša točnost poliuretanskega filma (Kurimoto in sod., 2000).

2.3.3.5 Utekočinjen les – goriva

UL je možno uporabiti tudi kot dodatek komercialnim gorivom in biogorivom. Les je bil v prvem primeru utekočinjen s klasičnim načinom segrevanja v reaktorju, v drugem pa z uporabo mikrovalov, ki se je izkazal za učinkovitejšega. Utekočinjanje je potekalo v glicerolu, kot katalizator so uporabili H_2SO_4 . Ugotovili so, da ima UL višjo kurilno vrednost kot suh les, vendar za gorivo ni primeren v takšni obliki. Predvsem visoka stopnja vlage ter visok ostanek po gorenju mu znižuje kakovost. Med gorenjem pa je zaradi vsebnosti vode in žvepla prihajalo do eksplozij (Mikuljan, 2008).

2.3.3.6 Lepila

UL se za lepljenje lesa uporablja v treh različnih oblikah:

- sinteza lepil na osnovi UL,
- izdelava mešanic UL in komercialnih sintetičnih lepil za les ter
- uporaba UL kot samostojne komponente.

2.3.3.6.1 Sinteza lepil na osnovi utekočinjenega lesa

Čeprav je sestava UL zelo kompleksna ter močno odvisna od osnovnih sestavin lesa in reagentov, predstavlja UL zaradi velikega števila prostih hidroksilnih skupin (OH) bogat vir surovin za sintezo najrazličnejših produktov oziroma sintetičnih lepil (Čuk in sod., 2012). Na področju sinteze lepil na osnovi UL so največkrat sintetizirali fenol-formaldehidna (FF), epoksi in poliuretanska (PU) lepila. Začetki izdelave in uporabe FF lepil za les na osnovi UL segajo v drugo polovico 80. let prejšnjega stoletja. Za izdelavo takšnih lepil je bilo potrebno les utekočiniti s pomočjo fenola, medtem ko je dodatek katalizatorja vplival na končen tip sintetiziranega FF lepila, torej resol (alkalno) ali novolak (kislo). Sinteze so potekale z dodajanjem različnih količin formaldehida. Da bi

izboljšali strižno trdnost lepilnih spojev so v določenih primerih dodajali izocianate. S FF lepili na osnovi UL so lepili tako vezan les kot iverne plošče (Šernek, 2012; Lin in sod., 1994; Maldos in Shirashi, 1969).

Za razliko od FF lepil se je v primeru epoksi lepil za utekočinjenje lesa navadno uporabljajo polihidrični alkoholi ob prisotnosti H_2SO_4 , ki deluje kot katalizator. Za sinteze epoksi lepil se je UL največkrat dodal diglicidil eter bisfenol A, kot utrjevalec pa trietilen tetramin (Šernek, 2012).

Podobno kot za sintezo FF lepil, so tudi za sintezo PU lepil na osnovi UL najpogosteje uporabljali polihidrične alkohole. Ker ima UL precej prostih OH skupin, je še posebej primeren za sintezo PU lepil, saj te hidroksilne skupine reagirajo s prostimi skupinami dodanega izocianata, pri čemer se tvorijo uretanske vezi. Sintetizirana PU lepila na osnovi UL so izkazala dobre lastnosti, saj so lepilni spoji dosegali visoke trdnosti in zadovoljivo vodoodpornost (Šernek, 2012).

2.3.3.6.2 Izdelava mešanic utekočinjenega lesa in komercialnih sintetičnih lepil za les

Izdelava mešanic UL in sintetičnih lepil za les predstavlja enostavnejšo alternativo sintezi lepil, saj gre v tem primeru le za dodajanje UL že pripravljenemu sintetičnemu lepilu (FF, UF, MUF, MF). UL se dodaja v različnih razmerjih (Šernek, 2012).

Mešanice s FF lepilom so bile pripravljene z uporabo UL v praškasti in tekoči obliki. V slednjem primeru se je izkazalo, da za doseganje standardnih zahtev za strižne trdnosti lepilnih spojev vezanega lesa količina UL ne sme presegati 25 % celotne lepilne mešanice (Šernek, 2012).

Še pogosteje kot FF lepilo se je za mešanice uporabljalo MUF lepilo. Podobno kot pri prejšnjem primeru, je tudi v tem primeru mešanica zadostila zahtevam standarda SIST EN 12765 za dvoslojni lameliran les, ko je bila količina UL v mešanici največ 25 % (Šernek, 2011).

Jež (2011) je izdelal opažne plošče z lepilom na osnovi UL. Pripravil je več lepilnih mešanic, kjer je spremenjal delež MUF lepila in UL (100/0, 90/10, 80/20, 70/30 in 60/40). Na osnovi rezultatov raziskave je ugotovil, da so vse proučevane lepilne mešanice ustrezale zahtevam standarda (SIST-TS CEN/TS 13354:2004) za uporabo opažnih plošč v suhih pogojih, medtem ko so pogojem uporabe v vlažnih in zunanjih pogojih ustrezale lepilne mešanice, kjer je bil delež UL 10 % in 20 %.

Kranjec (2010) je raziskoval strižno trdnost spojev lepljenih z lepilom iz UL. V raziskavi je prišel do sklepa, da je UL z dodatkom MUF lepila močno pridobilo tako na strižni trdnosti, kot tudi na trajnosti lepilnega spoja. Masno razmerje med UL, MUF in moko je bilo 25/75/5. Lamele so bile zlepiljene z visokofrekvenčnim segrevanjem.

Šilc (2011) je raziskoval vpliv sestave lepilne mešanice na osnovi UL na kakovost lepljenja termično modificiranega lesa. Teste je opravil s trislojnimi lepljenci iz

nemodificirane in modificirane smrekovine, ki jih je zlepil s šestimi lepilnimi mešanicami (UL/MUF). Deleži UL v lepilni mešanici so bili 0 %, 5 %, 15 %, 25 %, 35 % in 50 %. Splošna ugotovitev je bila, da je bila strižna trdnost lepilnega spoja pri nemodificirani smrekovini glede na zahteve standarda SIST EN 392 ustrezna, če je MUF lepilna mešanica vsebovala do 25 % UL. Pri modificirani smrekovini pa je bila strižna trdnost ustrezna, če je MUF lepilna mešanica vsebovala do 5 % UL.

Žigon (2012) je raziskoval utrjevanje lepilnih mešanic iz UL in urea-formaldehidnega (UF) lepila ter strižno trdnost lepilnih spojev. Pripravil je več lepilnih mešanic, kjer je spremenjal delež UL in UF lepila (100/0, 90/10, 80/20, 10/90, 0/100). Rezultati meritev so pokazali, da je zahteve standarda SIST EN 12765 za C1 trajnostni razred dosegal le lepilni spoj, ki je bil zlepiljen z lepilno mešanico, v kateri je bil delež UL 10 %.

Čuk in sodelavci (2012) so izdelali iverne plošče, ki so bile zlepiljene z različnim deležem melamin-formaldehidnega (MF) lepila in UL. Rezultati so pokazali, da so se z dodatkom 30 % UL MF lepilu lastnosti izdelanih ivernih plošč izboljšale. Pri 30 % so bile lastnosti ivernih plošč približno enake kot pri 20 % dodanega UL, vendar je bil njihov cilj doseči čim večji delež UL, hkrati pa doseči čim boljše mehanske lastnosti ivernih plošč. Pri večjem deležu UL so se mehanske lastnosti plošč poslabšale.

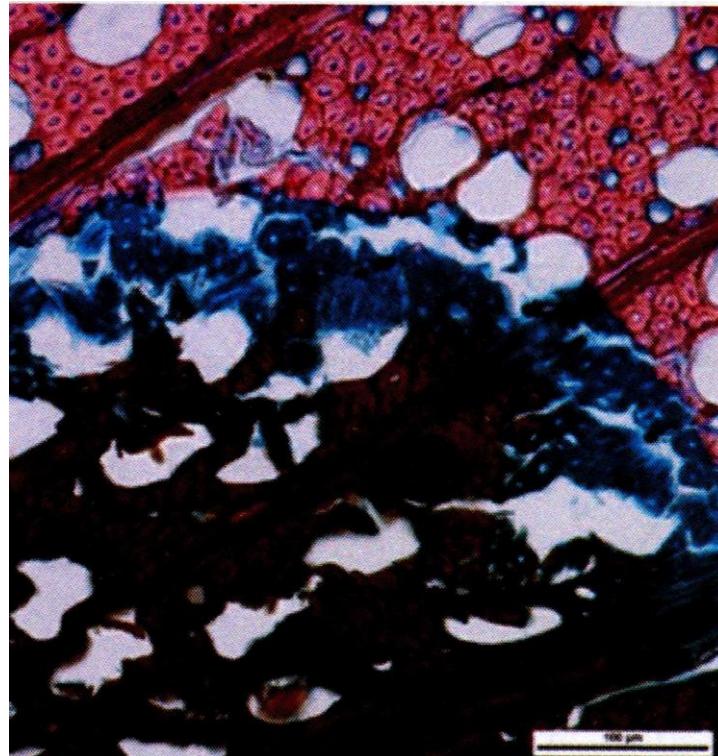
2.3.3.6.3 Uporaba utekočinjenega lesa kot samostojne komponente

Uporaba UL kot samostojne komponente za lepljenje lesa je bil intenzivno raziskovan na Oddelku za lesarstvo Biotehniške fakultete. Raziskovalci so optimizirali postopek utekočinjenja lesa in izdelali kompozite zlepiljene z UL, ki je vseboval 50 % lesa. Kar pomeni, da je bilo razmerje med lesno moko in reagentom 1 : 1. Z optimizacijo lastnosti UL in postopka lepljenja so pri 12 minutah lepljenja pri 180 °C zagotovili trdne in v suhih pogojih trajne lepilne spoje, ki pa vseeno niso zadostili zahtevam standardom (Šernek, 2012).

Šernek in sodelavci (2010) so UL uporabili kot samostojno komponento za lepljenje lesa. Pri utekočinjenju so za topilo uporabili glicerol, vendar se je v tem primeru UL kot lepilo izkazalo za neprimerno. Ugovšek in sodelavci (2011) so glicerol zamenjali z etilen glikolom ter z dodatnim postopkom po končanem utekočinjanju odstranili velik del reagenta oziroma topila ter s tem pridobili UL z nizkim deležem topila. Takšen UL je omogočil učinkovitejše lepljenje lesa in zagotavljal zlepiljene spoje, ki so v suhih pogojih obdržali svojo trdnost.

Poleg reagenta oziroma topila ima pomembno vlogo pri zamreženju UL tudi vrsta katalizatorja. Prav vrsta katalizatorja najbolj vpliva na pH in posredno tudi na strižno trdnost lepilnih spojev (Ugovšek in Šernek, 2011). Najpogosteje uporabljen katalizator je H₂SO₄, ki lahko sproži reakcijo rekondenzacije. V primeru uporabe pTSA do rekondenzacije lignina po vsej verjetnosti ne bi prišlo, saj bi bila količina oksonijevih ionov po disociaciji prenizka (Yamada in Ono, 1999). Slednje je najverjetnejše tudi razlog za manjšo strižno trdnost pri preizkušancih, zlepiljениh z UL z višjimi vrednostmi pH (Ugovšek in Šernek, 2011). Dodatek H₂SO₄ pa ima poleg pozitivnega vpliva tudi negativen vpliv na lepljenje v stiskalnici pri visokih temperaturah, saj se površina lesenih lamel

(območje penetracije UL) degradira (Slika 1), s čimer se posledično zniža strižna trdnost lesa samega (Ugovšek in sod., 2010b). Kljub temu da dobimo zelo visok delež loma po lesu (Slika 2), je strižna trdnost zelo majhna.



Slika 1 Mikroskopska slika lepilnega spoja iz utekočinjenega lesa (Šernek, 2012)



Slika 2 Poškodbe lepilnega spoja zaradi nizke vrednosti pH utekočinjenega lesa

2.4 MELAMIN-UREA-FORMALDEHIDNA (MUF) LEPILA

MUF lepila spadajo med polikondenzacijska lepila oziroma v skupino aminoplastov, ki so polimerni produkti reakcije aldehidov s snovmi, ki vsebujejo NH_2 in NH skupine. Pri aminoplastih so pomembne predvsem amidne skupine pri urei in melaminu. Uporabljeni aldehid pri teh lepilih je navadno formaldehid (Resnik, 1989).

2.4.1 Sestava MUF lepil

Osnovne sestavine MUF lepila so heterociklična dušikova spojina melamin, urea (sečnina, karbamid) in formaldehid (Resnik, 1989). Del melamina v MUF lepilu nadomešča ureo. Razmerje med melaminom in ureo mora biti med 50 : 50 in 30 : 70 (Pizzi in Mittal, 2003).

2.4.2 Proizvodnja MUF lepil

Proizvodnja MUF lepila je možna s ko-kondenzacijo melamina, uree in formaldehida v večstopenjski reakciji (Dunký, 2002). Poleg ko-kondenzacije se lahko MUF lepila proizvedejo z mešanjem MF in UF lepil ali pa z dodajanjem melamina UF lepilu med tvorjenjem lepilne mešanice (Šernek, 2012). Glavno vodilo pri sintezi MUF lepil v proizvodnji je, da vedno uporabimo le toliko melamina, kot je potrebno, vendar najmanj, kot je možno. Odstotek melamina v MUF lepilih navadno variira med nekaj odstotki in 25 %. Že majhni deleži melamina UF lepilom izjemno izboljšajo strižno trdnost lepilnega spoja in njegovo odpornost proti vodi (Šernek in Kutnar, 2009).

2.4.3 Utrjevanje MUF lepil

MUF lepila utrjujejo fizikalno in kemijsko. Kemijski proces je nadaljevanje v izdelavi lepila prekinjene reakcije kondenzacije. Reakcijo sproži sprememba pH vrednosti. Za utrjevalce se uporablajo kisline ali amonijeve soli močnih kislin (HCl , NH_4Cl). Fizikalni proces pa je odparevanje hlapnih komponent, predvsem vode. Pri pripravi in lepljenju z MUF lepili se sprošča formaldehid (Resnik, 1989).

3 MATERIALI IN METODE

Raziskavo za magistrsko nalogu smo zastavili tako, da smo najprej utekočinili les. Naredili smo dve vrsti UL. Za prvega smo uporabili žagovino topolovine, kot topilo smo uporabili etilen glikol in za katalizator H_2SO_4 . Pri drugem UL smo namesto H_2SO_4 uporabili pTSA, medtem ko je vrsta topila in lesa ostala enaka. Sledila je priprava lepilnih mešanic iz UL in MUF lepila v različnih razmerjih. Pripravljene lepilne mešanice smo nanesli na lamele in jih stisnili v stiskalnici pri visoki temperaturi. Lepili smo dve vrsti lesa, in sicer bukev ter beli gaber. Iz zlepilnih dvoslojnih lepljencev smo nato po standardu SIST EN 205:2003 razžagali strižne preskušance in jih po standardu SIST EN 12765:2002 testirali na trgalnem stroju Zwick/Roell Z005. Ugotavliali smo strižno trdnost lepilnih spojev in delež loma po lesu.

3.1 MATERIALI

V nadaljevanju je podrobен opis uporabljeni materialov, ki smo jih potrebovali pri utekočinjenju lesa ter pri samem lepljenju.

3.1.1 Les

V raziskavi smo za utekočinjenje lesa uporabili topolovino. Za ugotavljanje strižne trdnosti lepilnih spojev pa smo uporabili lepljence iz bukovine in belega gabra.

3.1.1.1 Topol, *Populus* spp.

Zaradi svoje hitre rasti je topol zelo pomembna drevesna vrsta. Med naše domače vrste spadajo črni topol (*Populus nigra* L.), beli topol (*Populus alba* L.) in trepetlika (*Populus tremula* L.). Črni in beli topol zrasteta do višine 30 m, trepetlika pa do 25 m. Beli topol doseže na dobrih tleh že v 40. letu starosti prsni premer do 50 cm. Kljub dendrološkim razlikam se v lastnostih lesa in uporabnosti navedene vrste topolov le malo razlikujejo med seboj. Topol je difuzno porozna vrsta s temnejše obarvano jedrovino. Le pri trepetliki se barva beljave ne loči od jedrovine. Les je pri trepetliki sivkasto do rumenkasto bele barve, pri drugih vrstah tudi rdečkasto do rjavkasto bel. Branike so izrazite in široke, z ozkim področjem temnejšega kasnega lesa. Les nima dekorativnega videza. Topolovina spada med lesove z najnižjo gostoto pri nas (r_0 370...410...520 kg/m³). Les je zelo homogen in se zelo malo krči, je mehak in ni trajen. Obdeluje se dobro, vendar morajo biti rezila ostra. Dobro se reže in lušči v furnir. Suši se dobro in ni nagnjen k pokanju, pogosto pa se zvija. Lepi in luži se dobro. Topolov les se uporablja v splošnem mizarstvu, za manj obremenjene notranje konstrukcije, notranje – nevidne dele pohištva, v industriji športnih letal, za proizvodnjo luščenih furnirjev, vezani les, sredice mizarskih plošč, za razne modele, embalažo, vžigalice, lesno volno, za vlaknene in iverne plošče, papir in celulozo. Uporablja se tudi v rezbarstvu in strugarstvu (Čufar, 2006; Pipa, 1997).

3.1.1.2 Bukev, *Fagus sylvatica* L.

Bukev raste po zahodni, srednji in južni Evropi. Pri nas sodi danes med najpomembnejše listavce. Bukev dosega višine do 30 m, včasih tudi preko 40 m, in premere od 100 do 150 cm. V strjenem gozdu oblikujejo ravno in polnolesno deblo. Skorja je tanka in gladka srebrno sive barve. Bukev spada med difuzno porozne listavce in nima obarvane jedrovine. Les je rdečkasto bele barve. Branike so razločne, kasni les je temnejši od ranega lesa. Trakovi so številni, široki do zelo široki in vidni s prostim očesom. Pri starejših drevesih se pogosto pojavi rdeče srce, ki ga na prečnem prerezu vidimo kot nepravilno oblikovano rdeče rjavo jedrovino (diskoloriran les). Bukov les je gost (r_0 490...680...880 kg/m³), trd in se zelo krči. Trdnostne lastnosti so zelo izrazite. Les je plastičen, malo elastičen in dobro cepljiv. Nezaščitena bukovina na prostem ni trajna. Les bukovine se suši brez večjih težav, vendar mora sušenje potekati previdno in počasi, sicer lahko pride do pokanja, zvijanja in obarvanj. Bukovina se enostavno obdeluje, lušči in reže v furnir. Dobro se struži, lahko žeblja, vijači in lepi. Površinsko se enostavno obdeluje z vsemi komercialnimi laki.

Uporaba bukovine je zelo raznovrstna. V pohištvenem mizarstvu se uporablja kot masiven, krivljen in vezan les. Iz bukovine izdelujejo poleg pohištva tudi železniške prage, ročaje, igrače, embalažo, galerijske izdelke in različne stružne izdelke. Veliko bukovine se uporabi tudi za izdelavo luščenega furnirja, ki je osnova za pridobivanje vezanih in mizarskih plošč, pa tudi za proizvodnjo oplemenitenih lesnih tvoriv, kot so stisnjeni masivni les in zgoščeni laminati. Bukovina se uporablja tudi v proizvodnji ivernih plošč in za celulozo (Čufar, 2006; Pipa, 1997).

3.1.1.3 Beli gaber, *Carpinus betulus* L.

Beli gaber uspeva v zahodni, srednji in južni Evropi. Pri nas je razširjen po celi Sloveniji. Običajno raste skupaj z bukvijo, pa tudi z drugimi vrstami. Beli gaber zraste v višino do 25 m. Deblo je ožlebljeno, skorja sive barve, podobna bukovi, in razpoka šele v pozni starosti. Beli gaber spada med difuzno porozne vrste in nima obarvane jedrovine, le izjemoma se pojavlja rjavkasto obarvana jedrovina kot diskoloriran les. Les je sivkasto do rumenkasto bele barve in brez sijaja. Branike so valovite in neizrazite. Traheje so majhne in s prostim očesom niso vidne. Tudi trakovi niso izraziti. Podobno kot topol, tudi gaber nima dekorativnega videza. Gabrovina je zelo gost (r_0 500...790...820 kg/m³), trd, trden in plastičen les. Na prostem ima majhno trajnost. Obdeluje se težko. Tudi suši se počasi in je nagnjen k zvijjanju in pokanju. Lepilni spoji ne držijo dobro, pri površinski obdelavi je potrebna velika previdnost.

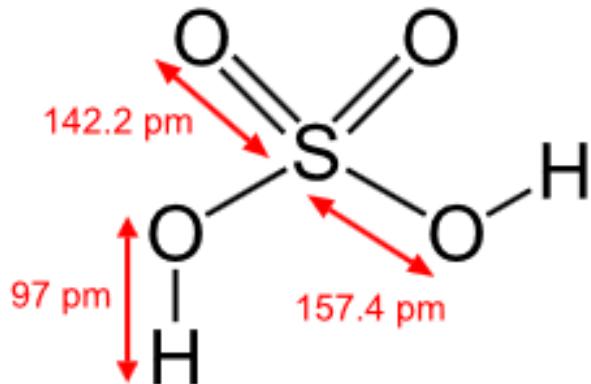
Gaber se uporablja za izdelke, ki so podvrženi trenju in udarcem. Iz gabrovine se lahko izdeluje tkalske čolničke, tnala, poljska orodja, kuhinjske deske in razne stružene izdelke. Veliko gabrovine se porabi tudi za kurjavo (Čufar, 2006; Pipa, 1997).

3.1.2 Kemikalije

3.1.2.1 Žveplova (VI) kislina

Žveplova (VI) kislina oziroma H_2SO_4 je osnovna kemikalija kemijske industrije. Koncentrirano H_2SO_4 (okoli 96 %) uporabljajo v kemijskih laboratorijih in v velikih količinah v različnih tehnoloških postopkih. Koncentrirana H_2SO_4 je zelo higroskopna snov, zelo močno veže vodo. Pri razredčevanju koncentrirane kisline z vodo se sprošča toplota (pri razredčevanju kisline je zato potrebna previdnost). Koncentrirano H_2SO_4 uporabljamo pogosto za sušenje snovi, zlasti plinov. Uporablja se jo tudi kot elektrolit v svinčevih akumulatorjih, sredstvo za rafiniranje mineralnih olj in obdelavo odpadnih voda, v proizvodnji umetnih gnojil in eksplozivov ter pri kemijskih sintezah. H_2SO_4 odvzema vodo tudi spojinam. Organske snovi pooglenijo.

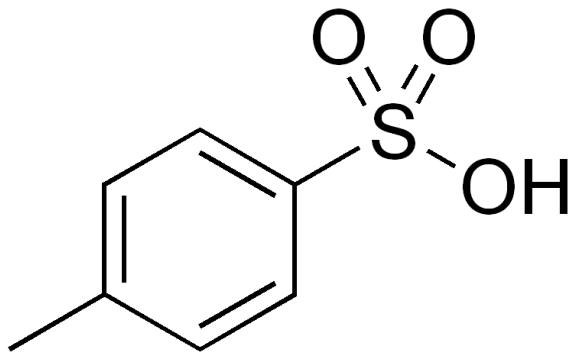
H_2SO_4 je brezbarvna, oljnata tekočina brez vonja in z relativno gostoto $1,84 \text{ g/cm}^3$ (20°C). Vrelišče ima pri 338°C , tališče pa pri 10°C . Povzroča močne opekline in poškodbe (razjede) kože, pri vdihavanju hlapov pa povzroči težke poškodbe ustne votline in dihal (Brenčič in Lazarini, 1996; Žveplova (VI) kislina, 2013).



Slika 3 Strukturna formula žveplove (VI) kisline (Žveplova (VI) kislina, 2013)

3.1.2.2 para-toluen sulfonska kislina (pTSA)

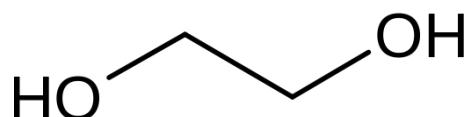
para-toluen sulfonska kislina ($\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$) je močna organska kislina, ki se pojavlja v obliki monohidrata. Kristali pTSA kisline so brezbarvni ali bele barve ter topni v vodi, različnih alkoholih in ostalih polarnih organskih topilih. Tališče ima pri temperaturi 103–106 °C in vrelišče pri temperaturi 140 °C. Ima dražeč učinek na kožo. Uporablja se predvsem v organskih sintezah kot kislinski katalizator (para-toluen sulfonska kislina, 2013).



Slika 4 Strukturna formula para-toluen sulfonske kisline (para-toluen sulfonska kislina, 2013)

3.1.2.3 Etilen glikol

Etilen glikol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) je gosta organska spojina, brez vonja in barve. Vrelišče ima pri temperaturi 197,3 °C in tališče pri temperaturi -12,9 °C. Gostota etilen glikola pri 20 °C je 1,1132 g/cm³. Uporablja se kot sredstvo za preprečevanje zmrzovanja hladilne tekočine v motorjih, kot topilo, kot mehčalec v industriji plastičnih mas, v proizvodnji poliestrskih vlaken in razstreliv, kot zavorna tekočina in kot surovina za pridobivanje etrov in estrov. Etilen glikol je strupen in lahko pri zaužitju povzroči smrt (Etilen glikol, 2013).



Slika 5 Strukturna formula etilen glikola (Etilen glikol, 2013)

3.1.3 Lepilo Meldur H97

Meldur H97 je melaminsko-sečninsko-formaldehidno lepilo, ki ga proizvaja MELAMIN kemična tovarna, d. d., iz Kočevja. Lepilo Meldur H97 se uporablja za termično lepljenje jelovega in bukovega lesa za vodoodporne izdelke E-1 emisijskega razreda. Prav tako je primeren v proizvodnjem procesu, kjer imajo pred termičnim stiskanjem tudi hladno predstiskanje (Meldur H97, tehnična dokumentacija, 2004).

Preglednica 1 Fizikalno kemične lastnosti lepila Meldur H97 (Meldur H97, tehnična dokumentacija, 2004)

Videz:	mlečno bela tekočina
Suha snov:	63 ± 2 %
Viskoznost (DIN EN ISO 2431 φ4, 20 °C):	80–200 sekund
Prosti formaldehid:	max. 0,5 %
pH:	9,2–9,5
Stabilnost pri 20 °C:	2 meseca

Preglednica 2 Način uporabe lepila Meldur H97 (Meldur H97, tehnična dokumentacija, 2004)

MELDUR H97:	100 delov
Ržena moka:	5–7 delov
Katalizator:	NH ₄ Cl 1 del ali (NH ₄) ₂ SO ₄ 2–3 dele

Preglednica 3 Pogoji za utrjevanje lepila Meldur H97 (Meldur H97, tehnična dokumentacija, 2004)

Temperatura:	125–135 °C
Pritis:	1,8–2,5 N/mm ²
Odpri čas (pri 25 °C):	15–30 minut
Nanos lepila:	180–250 g/m ²
Vlagi lesa:	6–12 %
Čas:	odvisno od debeline $\frac{1 \text{ min} / 1 \text{ mm}}{2} + \text{osnovni čas (4 min)}$

3.2 METODE

3.2.1 Utekočinjenje lesa

Za pripravo obeh vrst UL smo uporabili naslednje sestavine:

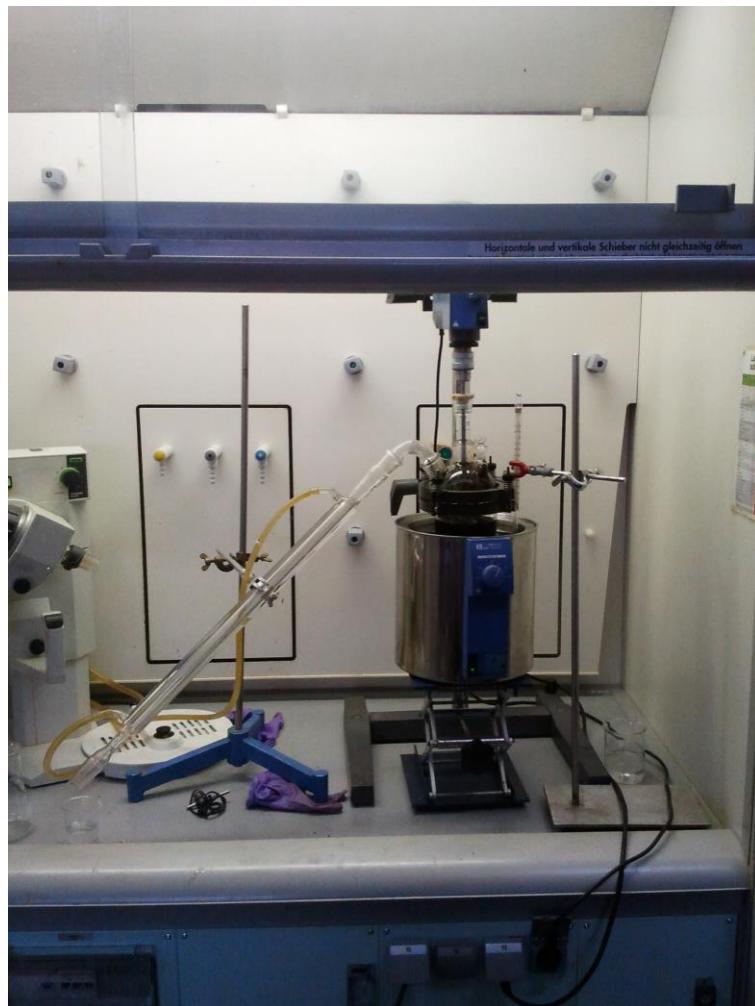
UL_{H2SO4}:

- 290 g topolovine
- 870 g etilen glikola
- 26,1 g H₂SO₄

UL_{pTSA}:

- 290 g topolovine
- 870 g etilen glikola
- 26,1 g pTSA

Pripravili smo dve vrsti UL, ki sta se med seboj razlikovali po vrsti uporabljenega katalizatorja oziroma kisline. Za utekočinjenje lesa smo uporabili manjše frakcije topolove (*Populus spp.*) žagovine, ki smo jo predhodno posušili v laboratorijskem sušilniku za 24 ur pri temperaturi 103 °C. Utekočinjenje lesa je potekalo v 1000 mL steklenem reaktorju (Slika 6), v katerega smo dali 290 g iverja topolovine, 870 g etilen glikola (EG) in 26,1 g katalizatorja (3 % glede na maso etilen glikola). Za prvo mešanico UL smo za katalizator uporabili H₂SO₄ (oznaka UL_{H2SO4}), za drugo mešanico pa pTSA (oznaka UL_{pTSA}). Masno razmerje med topolovino in etilen glikolom je bilo 1 : 3. Zmes smo nato kuhalili 120 minut pri temperaturi 180 °C. Reaktor je imel pokrov, pri katerem so bile odprtine za mešalo, za dodajanje reagentov ter hladilnih za odvajanje hlapljivih snovi. Zmes smo konstantno mešali z električnim mešalom. Po končanem kuhanju smo UL ohladili ter ga prelili v stekleno bučko. Filtriranje UL ni bilo potrebno, saj so bili pridobljeni produkti dovolj majhni za vključitev v lepilno mešanico.

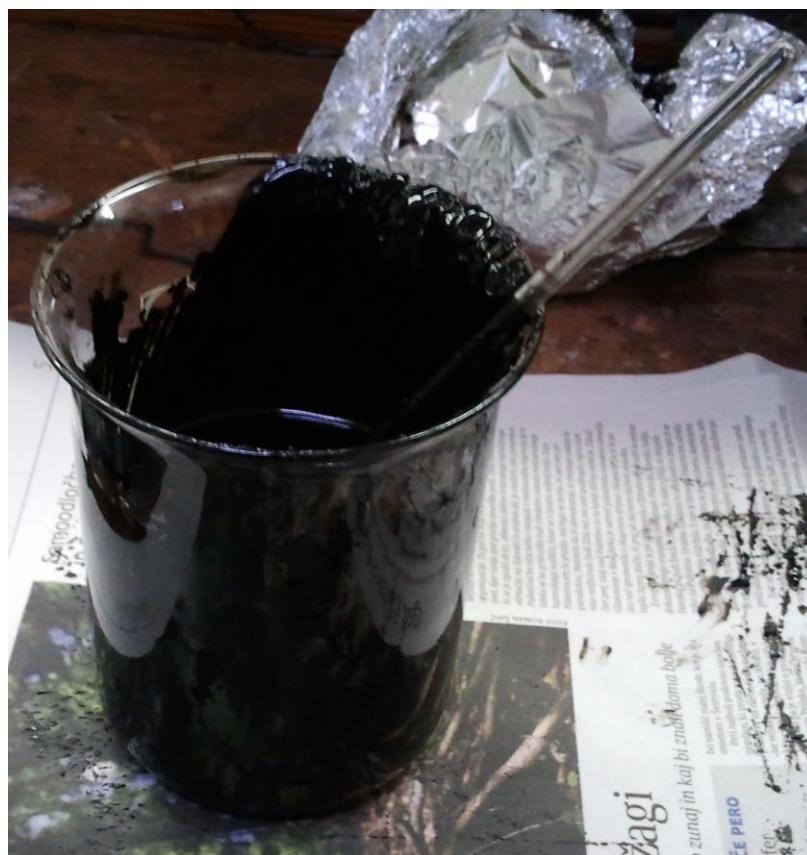


Slika 6 Utekočinjenje lesa v reaktorju

Stekleno bučko z UL smo nato pritrdili na rotavapor R-210 in začeli z odparevanjem etilen glikola, pri temperaturi 120 °C in podtlaku 10 mbar (Slika 7). Ko smo prišli do masnega razmerja med topolovino in etilen glikolom 1 : 2, smo končali z odparevanjem. Maso UL smo med odparevanjem EG spremljali gravimetrično.



Slika 7 Odparevanje etilen glikola iz utekočinjenega lesa z rotavaporjem



Slika 8 Utekočinjen les po končanem kuhanju

3.2.2 Izdelava lepilnih mešanic

Za lepljenje lamel smo pripravili različne mešanice, ki so imele različno razmerje med UL in MUF lepilom. Izdelali smo šest različnih lepilnih mešanic za vsak UL posebej ($UL_{H_2SO_4}$ in UL_{pTSA}):

- X delov $UL_{H_2SO_4/pTSA}$ + Y delov MUF lepila (Meldur H97);
- pri dveh lepilnih mešanicah smo dodali še 2 dela utrjevalca amonformiata (AF 3,3).

Za lepljenje bukovih lamel smo uporabili obe vrsti UL ($UL_{H_2SO_4}$ in UL_{pTSA}). Lepilne mešanice so prikazane v Preglednici 4.

Preglednica 4 Sestava lepilne mešanice za lepljenje bukovih lamel

Sestava lepilne mešanice za lepljenje bukovih lamel	
$UL_{H_2SO_4}$ / MUF	UL_{pTSA} / MUF
Delež	Delež
100 / 0	100 / 0
90 / 10	90 / 10
50 / 50	50 / 50
10 / 90	10 / 90
0 / 100 _{+AF 3,3}	0 / 100 _{+AF 3,3}
10 / 90 _{+AF 3,3}	10 / 90 _{+AF 3,3}

Za lepljenje gabrovinih lamel smo uporabili samo $UL_{H_2SO_4}$, saj se je v preliminarnih preskusih izkazal mnogo bolje kot UL_{pTSA} . Lepilne mešanice so prikazane v Preglednici 5.

Preglednica 5 Sestava lepilne mešanice za lepljenje gabrovinih lamel

Sestava lepilne mešanice za lepljenje gabrovinih lamel
$UL_{H_2SO_4}$ / MUF
Delež
100 / 0
90 / 10
50 / 50
10 / 90
0 / 100 _{+AF 3,3}
10 / 90 _{+AF 3,3}

3.2.3 Lepljenje lesenih lamele z utekočinjenim lesom

Za lepljenje smo uporabili bukove in gabrove lamele, ki smo jih pred lepljenjem poskobljali, da smo zagotovili gladko in svežo površino. Debelina lamele je bila 5 mm. Lepilne mešanice smo nanašali valjčno, nanos pa je znašal 200 g/m^2 (enostransko). Nanos za posamezni lepljenec smo preračunali s formulo za nanos lepila (1). Odprt ozioroma vmesni čas je znašal 5 minut. Temperatura v stiskalnici je bila 180°C , čas stiskanja 15 minut, specifičen tlak stiskanja 8 barov. Da smo dosegli tolikšen tlak, smo morali nastaviti tlak olja v stiskalnici, ki smo ga izračunali z enačbo (2). Predno smo dali lamele v stiskalnico in jih stisnili, smo na sredino lamele v spoj vstavili še termočlen, s katerim smo spremljali spremjanje temperature v lepilnem spoju. Meritve temperature smo spremljali preko računalnika in jih na koncu obdelali.

$$d = \frac{m}{S_{lepiljenca}} \Rightarrow m = d \times S_{lepiljenca}$$

$$m = 200 \frac{\text{g}}{\text{m}^2} \times (0,6 \text{ m} \times 0,135 \text{ m}) \quad m = 200 \frac{\text{g}}{\text{m}^2} \times (0,6 \text{ m} \times 0,1 \text{ m}) \quad \dots (1)$$

$$m = 16,2 \text{ g} \dots \text{za bukove lamele} \quad m = 12 \text{ g} \dots \text{za gabrove lamele}$$

d ... količina nanosa lepila [g/m^2]

m ... masa lepila [g]

$S_{lepiljenca}$... površina lepljenca [m^2]

$$p = \frac{F_{stiskanja}}{S_{lepiljenca}} = \frac{p_{olja} \times S_{bata}}{S_{lepiljenca}} \Rightarrow p_{olja} = \frac{p \times S_{lepiljenca}}{S_{bata}}$$

$$p_{olja} = \frac{8 \text{ bar} \times (2 \times 0,6 \text{ m} \times 0,135 \text{ m})}{\pi \times (0,159 \text{ m})^2} = 65 \text{ bar} \dots \text{za bukove lamele} \quad \dots (2)$$

$$p_{olja} = \frac{8 \text{ bar} \times (3 \times 0,6 \text{ m} \times 0,1 \text{ m})}{\pi \times (0,159 \text{ m})^2} = 72 \text{ bar} \dots \text{za gabrove lamele}$$

p ... specifičen tlak stiskanja [bar]

olja ... tlak hidravličnega olja [bar]

S_{bata} ... površina bata [m^2]

$S_{lepiljenca}$... površina lepljenca [m^2]

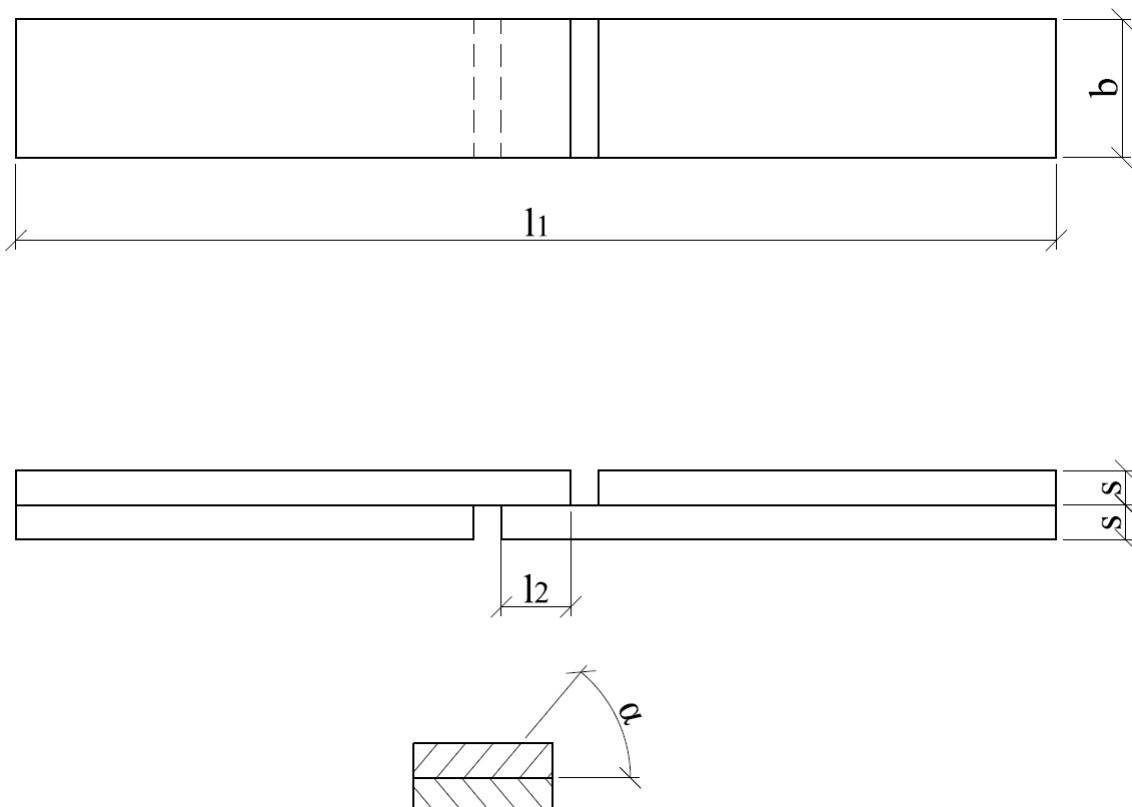


Slika 9 Stiskanje lamel in spremljanje temperature v lepilnem spoju

3.2.4 Testiranje strižne trdnosti lepilnih spojev

Zlepljene dvoslojne lepljence smo razžagali v strižne preskušance po standardu SIST EN 205:2003 z upoštevanjem standarda SIST EN 12765:2002 (priprava preskušancev).

Testiranje strižne trdnosti smo izvedli na preskušancih dolžine 120 mm in širine 20 mm (Slika 10).



Slika 10 Oblika in dimenzijs preskušanca za ugotavljanje strižne trdnosti lepilnih spojev

- a... 30° do 90° : kot med letnicami in površino lepljenja
- b ... $(20,0 \pm 0,2)$ mm: širina preskušanca
- l_1 ... (120 ± 5) mm: dolžina preskušanca
- l_2 ... $(10,0 \pm 0,2)$ mm: dolžina testne površine preskušanca
- s ... $(5,0 \pm 0,1)$ mm: debelina lamele

Pred samim preskušanjem smo preskušance predhodno izpostavili različnim klimatskim pogojem, predpisanim v standardu SIST EN 12765:2002. Duromerna lepila za nekonstrukcijsko uporabo so po SIST EN 12765:2002 razvrščena v štiri razrede (Preglednica 6).

Preglednica 6 Razvrstitev duromernih lepil za les za nekonstrukcijsko uporabo

Trajnosteni razred	Področje uporabe in primer klimatskih pogojev
C1	Notranja uporaba , kjer je ravovesna vlažnost lesa (u_r) < 15 %.
C2	Notranja uporaba z občasnimi kratkotrajnimi izpostavitvami kondenzirani vodi in/ali občasni visoki RZV, kjer je $u_r < 18 \%$
C3	Notranja uporaba s pogostimi kratkotrajnimi izpostavitvami tekoči ali kondenzirani vodi in/ali visoki RZV. Zunanja uporaba v pokritih prostorih.
C4	Notranja uporaba s pogostimi dolgotrajnimi izpostavitvami tekoči ali kondenzirani vodi. Zunanja uporaba , kjer so izdelki izpostavljeni neposrednim vremenskim vplivom, vendar morajo biti površinsko zaščiteni.

Za vsak trajnostni razred morajo biti zlepljeni preskušanci ustreznno pripravljeni, lepila določenega trajnostnega razreda pa morajo izpolnjevati zahtevano minimalno trdnost lepilnega spoja – f_v (Preglednica 7).

Preglednica 7 Način priprave preskušancev in trdnostne zahteve za posamezni trajnostni razred po
SIST EN 12765

Št.	Način priprave	Trajnosteni razred			
		C1	C2	C3	C4
1	7 dni v standardni klimi	≥ 10	≥ 10	≥ 10	≥ 10
2	7 dni v standardni klimi 1 dan v vodi $20 \pm 5^\circ\text{C}$	–	≥ 7	≥ 7	≥ 7
3	7 dni v standardni klimi 3 h v vodi $67 \pm 2^\circ\text{C}$ 2 h v vodi $20 \pm 5^\circ\text{C}$	–	–	≥ 4	–
4	7 dni v standardni klimi 3 h v vreli vodi 2 h v vodi $20 \pm 5^\circ\text{C}$	–	–	–	≥ 4

Strižno trdnost lepilnih spojev smo testirali pri štirih izpostavljenih načinih priprave (Preglednica 7). Za vsak način priprave preskušancev smo uporabili po deset preskušancev. Iz dveh zlepljenih bukovih lamel dimenzijskega $60 \text{ cm} \times 13,5 \text{ cm}$ smo dobili po 20 preskušancev, medtem ko smo iz dveh zlepljenih gabrovih lamel dimenzijskega $60 \text{ cm} \times 10 \text{ cm}$ dobili 16 preskušancev. Pri bukovih preskušancih smo testirali lepilne mešanice, pri katerih smo uporabili oba UL ($\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ in UL_{PTSA}) in MUF lepilo, medtem ko smo pri preskušancih, ki so bili zlepljeni iz gabrovih lamel, testirali samo lepilno mešanico z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ in MUF lepilom.

Preskušanci za ugotavljanje strižne trdnosti lepilnega spoja so bili izdelani po standardu SIST EN 205:2003. Preskušanci so bili dolgi 120 mm, široki 20 mm, strižna površina pa je bila dolga 10 mm. Strižno površino smo izdelali tako, da smo v predpisanih razdaljah prečno na vlakna lesa zažagali na vsaki strani po en 4 mm širok utor. Globina utora je bila do lepilnega spoja (Slika 11). Preskušance smo med razzagovanjem ustrezno označili in jih razvrstili po tipu lepilne mešanice. Preskušance smo nato postavili v komoro za klimatiziranje lesa v standardni klimi ($T = 20^\circ\text{C}$, $\varphi = 65\%$). Po sedmih dneh klimatiziranja smo preskušance po predpisanih načinih priprave ustrezno pripravili in jih testirali.



Slika 11 Strižni preskušanec



Slika 12 Klimatiziranje preskušancev v standardni klimi



Slika 13 Kuhalnik za kuhanje preskušancev pri 67 °C in 100 °C

Vsi strižni testi so bili opravljeni na univerzalnem testirnem stroju Zwick/Roell Z005 v skladu s standardom SIST EN 205:2003 (Slika 14).



Slika 14 Testirni stroj Zwick/Roell Z005

Delovanje stroja je računalniško podprt s programom testXpert. Za vsako lepilno mešanico in način priprave smo izbrali po 10 preskušancev. Vsakemu preskušancu smo pred vpetjem z digitalnim kljunastim merilom izmerili dolžino in širino strižne ploskve ter v računalniški program vnesli te podatke. Preskušanec smo nato vpeli v vpenjalne čeljusti stroja in ga obremenili z natezno silo do porušitve. Strižne preskušance smo obremenjevali s hitrostjo 6 mm/min. Računalniški program je nato po porušitvi preskušanca na podlagi največje izmerjene sile po enačbi (3) izračunal strižno trdnost.

$$f_v = \frac{F_{\max}}{A} = \frac{F_{\max}}{l_2 \times b} \quad \dots (3)$$

f_v ... strižna trdnost [N/mm^2]

F_{\max} ... maksimalna sila [N]

A ... površina strižne ploskve [mm^2]

l_2 ... dolžina strižne ploskve [mm]

b ... širina strižne ploskve [mm]



Slika 15 Vpetje preskušanca

Po zlomu preskušanca smo vizualno ocenili še delež loma po lesu (Slika 16) v odstotkih od 0 % do 100 % (5 % interval). Rezultate smo na koncu testiranja uredili in kot končni rezultat podali povprečno strižno trdnost (f_v) desetih preskušancev v N/mm^2 in povprečni delež loma po lesu v %.

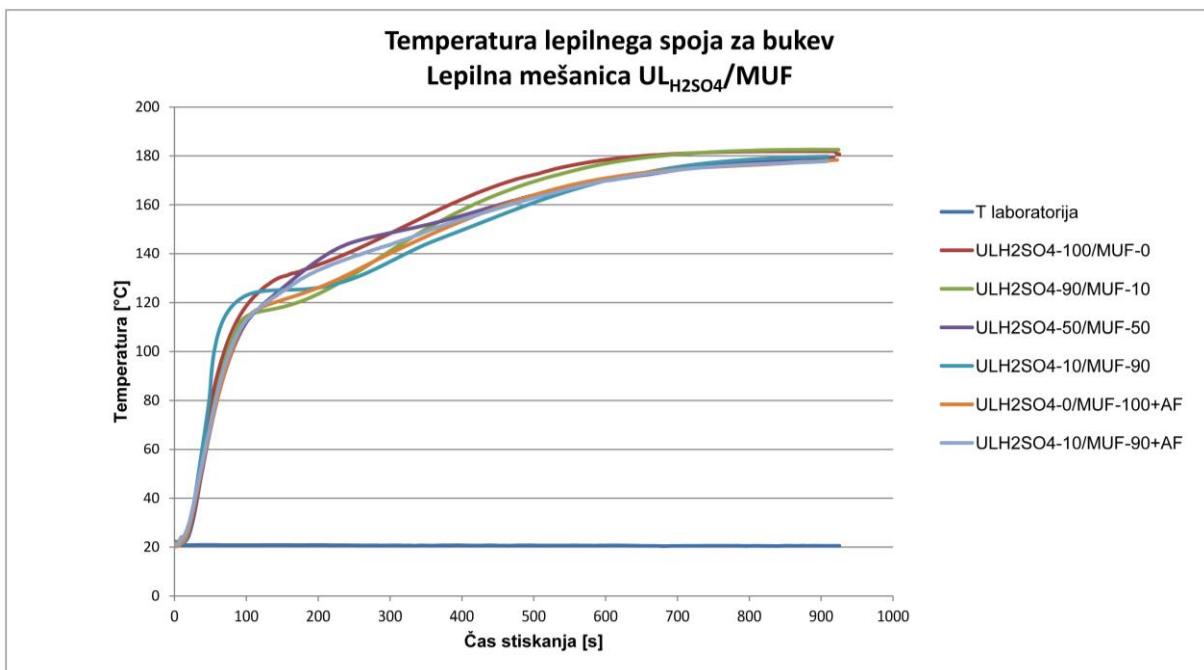


Slika 16 Ocena deleža loma po lesu: 100 % lom po lesu (levo) in 0 % lom po lesu (desno)

4 REZULTATI

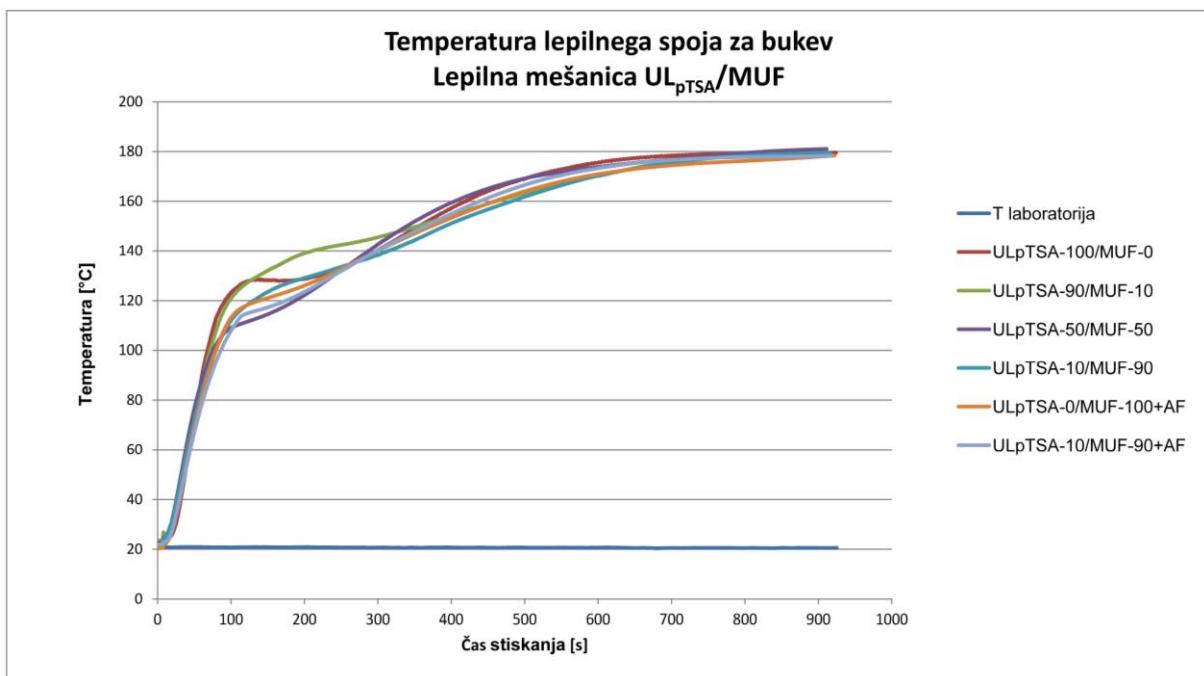
4.1 TEMPERATURA LEPILNEGA SPOJA MED STISKANJEM LAMEL

V nadaljevanju je grafično prikazano spremenjanje temperature lepilnega spoja od začetka do konca stiskanja. Čas stiskanja je trajal 15 minut. Na Sliki 17 so prikazani rezultati za bukove lamele, ki smo jih lepili z lepilnimi mešanicami $UL_{H_2SO_4}/MUF$, medtem ko so na Sliki 18 prikazani rezultati za lepilne mešanice $UL_{PTS}A/MUF$. Na Sliki 19 so prikazani rezultati za gabrove lamele, ki smo jih lepili z lepilnimi mešanicami $UL_{H_2SO_4}/MUF$.



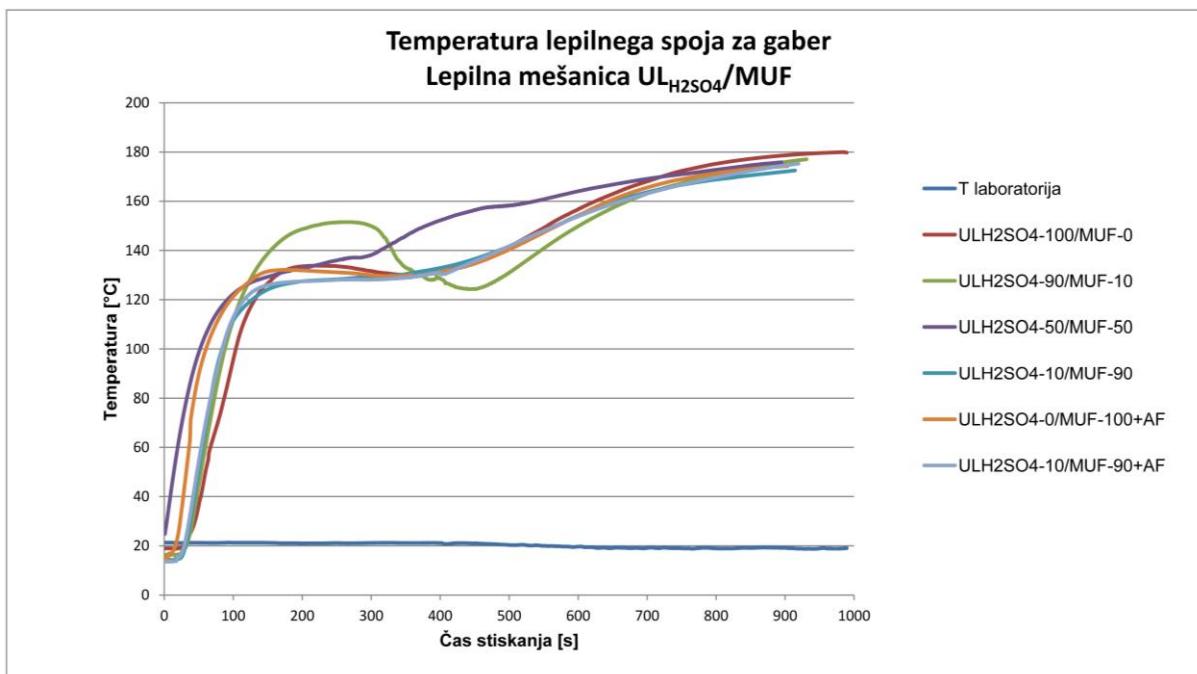
Slika 17 Temperatura lepilnega spoja pri lepljenju bukovih lamel z lepilno mešanico $UL_{H_2SO_4}/MUF$

Kot je razvidno iz Slike 17, je temperatura lepilnih spojev pri vseh lepilnih mešanicah v prvih dveh minutah zelo hitro narasla. Pri približno $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ pa je naraščanje temperature potekalo počasneje, saj se je vodna para, katera naloga je prenos topote, že nahajala na sredini lepilnega spoja. V nadaljevanju je temperatura lepilnih spojev zopet začela naraščati, vendar počasneje kot v prvem delu (20 do $120\text{ }^{\circ}\text{C}$). V tem trenutku je vodna para začela prehajati iz spoja v okolico, zaradi česar je temperatura tudi počasneje naraščala. Pri tej temperaturi je prišlo tudi do izhlapevanja topil, ki so se nahajali v UL, kar se je med stiskanjem videlo kot para, ki je izhajala iz zlepiljenih lamel. Temperaturo $180\text{ }^{\circ}\text{C}$, ki smo jo nastavili na stiskalnici, smo dosegli šele ob koncu stiskanja.



Slika 18 Temperatura lepilnega spoja pri lepljenju bukovih lamel z lepilno mešanico UL_{pTSA}/MUF

Na Sliki 18 vidimo, da se je temperatura lepilnih spojev pri vseh lepilnih mešanicah spremenjala podobno kot na prejšnji Sliki 17, kjer smo bukove lamele zlepili z lepilno mešanico $UL_{H_2SO_4}/MUF$. Temperaturo 180 °C smo dosegli šele ob koncu stiskanja.



Slika 19 Temperatura lepilnega spoja pri lepljenju gabrovih lamel z lepilno mešanico UL_{H2SO4}/MUF

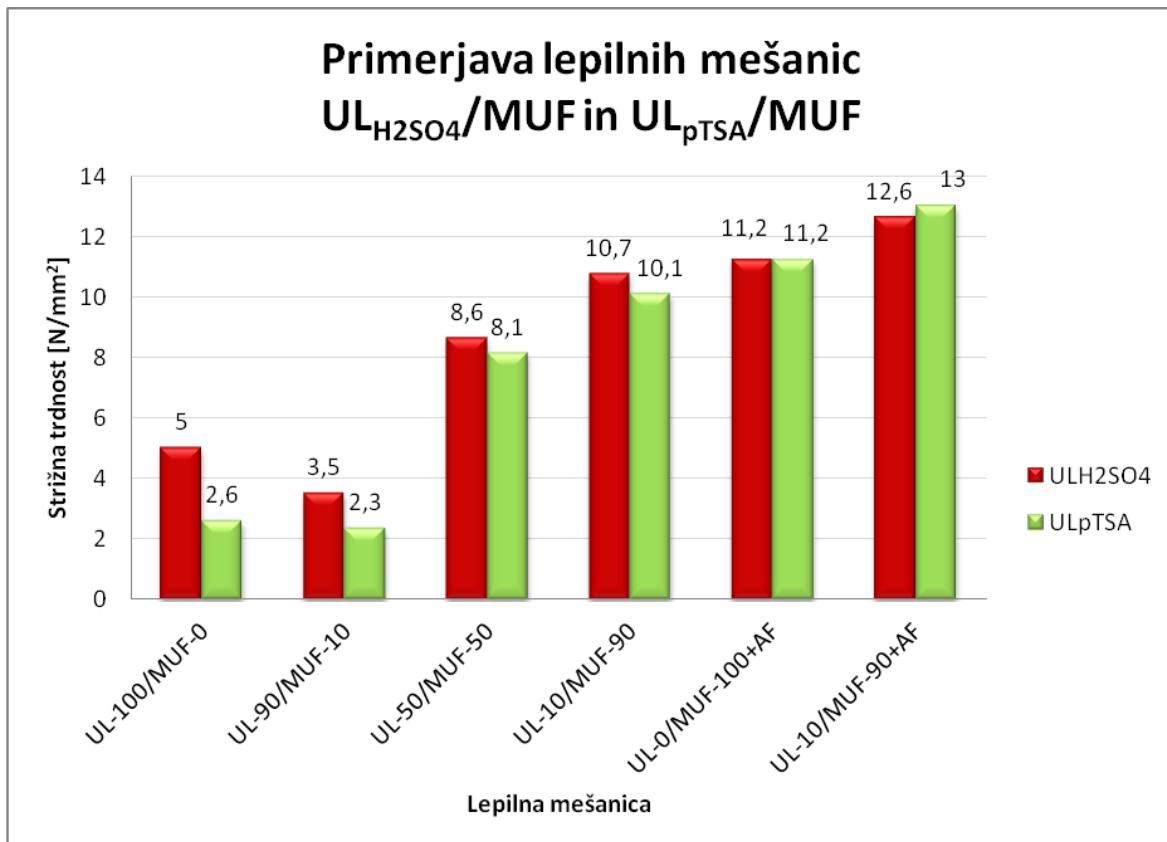
Pri lepljenju gabrovih lamel vidimo, da je temperatura lepilnih spojev v prvih dveh minutah pri vseh lepilnih mešanicah zelo hitro narasla (Slika 19), kar je podobno kot pri stiskanju bukovih lamel. V nadaljevanju pa se naraščanje temperature upočasnilo (115 °C–120 °C), saj se je vodna para že nahajala na sredini lepilnega spoja. Pri nekaterih lepilnih mešanicah (UL_{H2SO4}-100/MUF-0, UL_{H2SO4}-90/MUF-10 in UL_{H2SO4}-0/MUF-100+AF) smo opazili, da je temperatura med lepljenjem celo padala, kar se vidi tudi na Sliki 19. Najbolj očitni padec temperature je bil pri lepilni mešanici UL_{H2SO4}-90/MUF-10, ko je temperatura lepilnega spoja padla iz 150 °C na 124 °C. V nadaljevanju, ko je vodna para s topili vred začela izhajati iz spoja v okolico, je temperatura zopet začela naraščati, vendar počasneje kot v prvem delu. Iz Slike 19 tudi vidimo, da želene temperature stiskanja, ki je znaša 180 °C v nekaterih lepilnih spojih nismo dosegli, kar je posledica večje vlažnosti gabrovega lesa, ki je znašala 13,1 %.

4.2 STRIŽNA TRDNOST IN DELEŽ LOMA PO LESU

Preskus strižne trdnosti ter ocene deleža loma po lesu za posamezni način priprave po standardu SIST EN 12765 je pokazal odvisnost od vrste lesa uporabljenega za izdelavo lamel, kakor tudi vrste UL. Za vsak način priprave posebej so predstavljeni štirje grafi. V prvem grafu (Slika 20, 24, 28, 32) je predstavljena povprečna strižna trdnost lepilnih spojev, ki smo jih lepili z lepilnimi mešanicami $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$ ter $\text{UL}_{\text{pTSA}}/\text{MUF}$. Z obema lepilnima mešanicama smo lepili samo bukove lamele. V drugem grafu (Slika 21, 25, 29, 33) pa so predstavljeni rezultati povprečne ocene deleža loma po lesu za prej omenjeni mešanici. V tretjem grafu (Slika 22, 26, 30, 34) so predstavljeni rezultati povprečne strižne trdnosti lepilnih spojev, kjer primerjamo bukovino in gabrovino. Obe lesni vrsti smo lepili samo z lepilno mešanico $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$. V četrtem grafu (Slika 23, 27, 31, 35) pa so predstavljene povprečne ocene deleža loma po lesu za obe lesni vrsti.

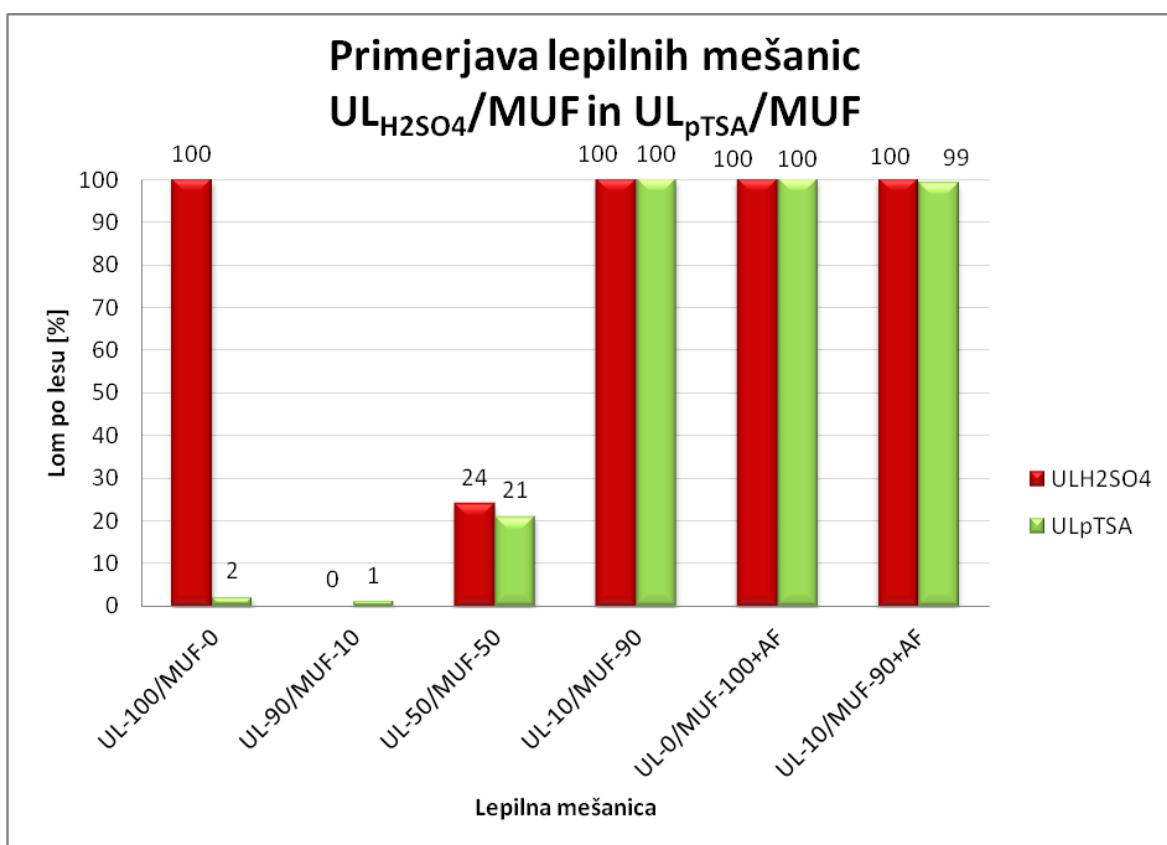
4.2.1 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za C1 trajnostni razred

Za C1 trajnostni razred smo preskušance pred testiranjem 7 dni klimatizirali v standardni klimi pri $T = 20^\circ\text{C}$, $\varphi = 65\%$. Za izpolnjevanje trdnostnih zahtev (SIST EN 12765) za C1 trajnostni razred mora biti strižna trdnost spoja večja ali enaka 10 N/mm^2 .



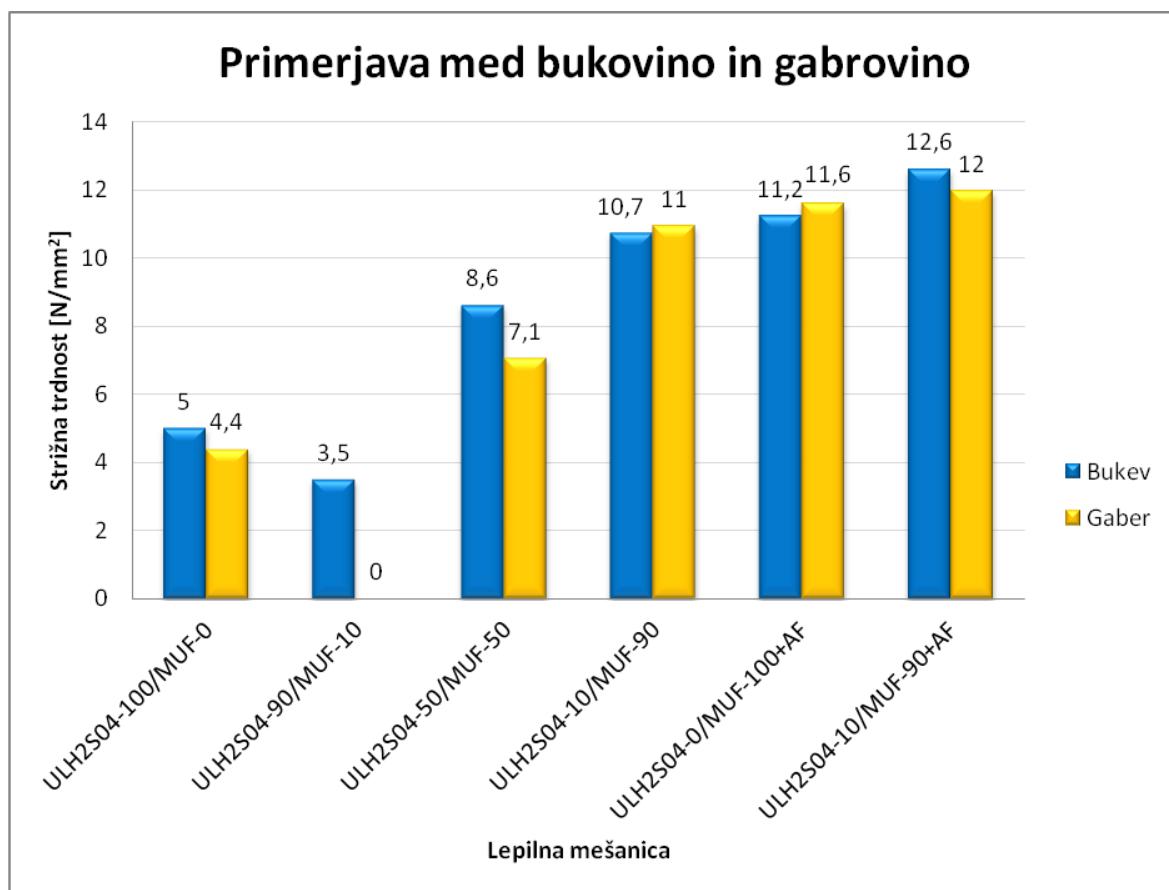
Slika 20 Strižna trdnost lepilnih spojev za C1 trajnostni razred (bukovi preskušanci)

Iz Slike 20 vidimo, da sta poleg 100 % MUF lepila standardne zahteve (SIST EN 12765) izpolnjevali le mešanici, ki smo jima dodali 90 % MUF lepila. Zanimivo je, da smo pri 10 % UL in dodatku katalizatorja (amonformiat) celo izboljšali strižno trdnost lepilnega spoja v primerjavi s 100 % MUF lepilom, ki pa smo mu tudi dodali katalizator. V tem primeru je UL zaradi svoje kislosti deloval kot katalizator ter tako pripomogel k zamreženju MUF lepila. Z vidika strižne trdnosti in kakovosti zlepljenosti lamel se je kot bolj učinkovito pokazalo utekočinjanje, kjer smo kot katalizator uporabili H_2SO_4 . Razlog je povezan tudi z oceno deleža loma po lesu, kar lahko vidimo tudi na Sliki 21.



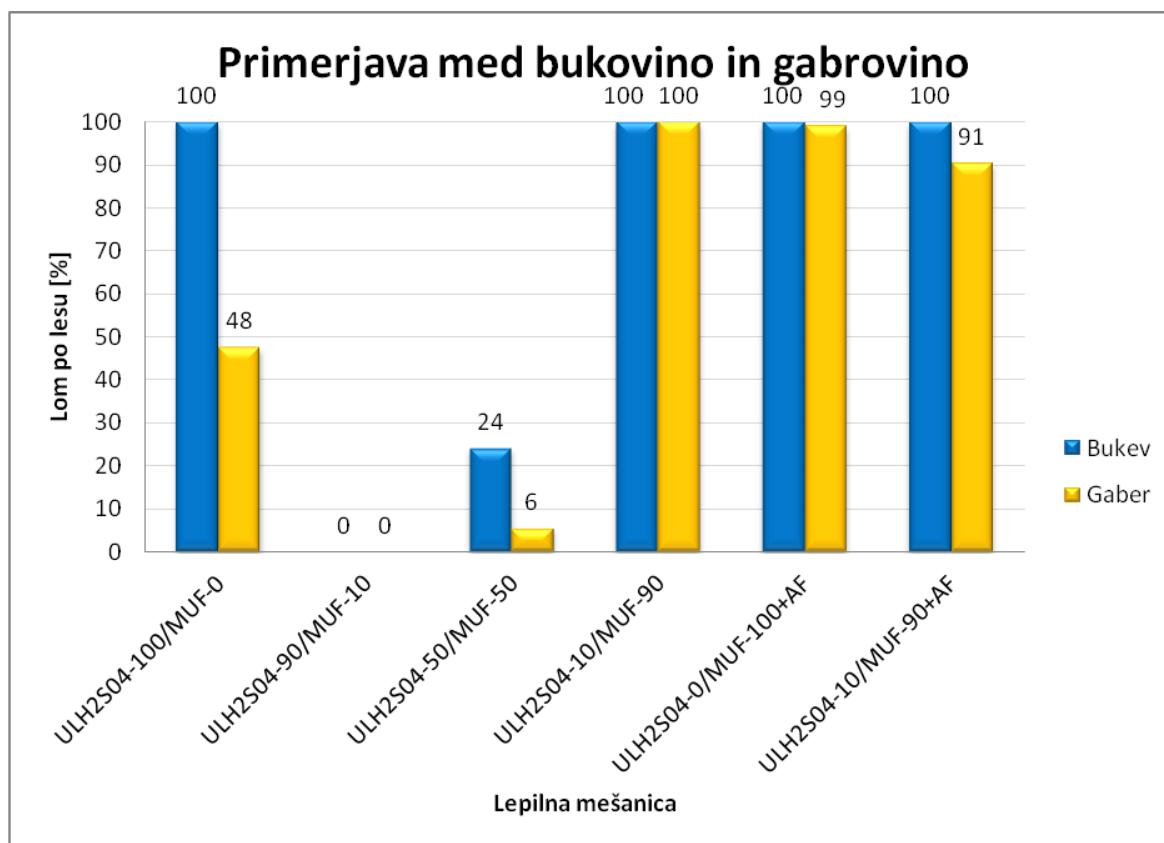
Slika 21 Ocena deleža loma po lesu za C1 trajnostni razred (bukovi preskušanci)

100 % lom po lesu smo dosegli pri lepilnih mešanicah, pri katerih je bil delež UL ($UL_{H_2SO_4}$ in UL_{pTSA}) 10 % in 0 %. Pri lepilni mešanici, pri katerem je bil delež UL 100 %, smo 100 % lom po lesu dobili le pri $UL_{H_2SO_4}$, medtem ko je bil delež loma po lesu pri UL_{pTSA} komaj 2 %. Vzrok, da smo pri 100 % $UL_{H_2SO_4}$ dobili 100 % lom po lesu, je nizka vrednost pH UL, ki je povzročila degradacijo površine lesa v območju penetracije. UL_{pTSA} površine lesa ni poškodoval, kar je posledica manjše jakosti kisline.



Slika 22 Primerjava strižne trdnosti lepilnih spojev bukovih in gabrovih preskušancev za C1 trajnostni razred, zlepiljenih z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$

Iz Slike 22 vidimo lahko, da velikih razlik v strižni trdnosti lepilnih spojev med obema lesnima vrstama ni. Pri lepilni mešanici, kjer je bilo $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 90 %, so gabrove lamele takoj po stiskanju razpadle. Vzrok, da smo pri gabrovini dosegli nekoliko manjšo strižno trdnost lepilnih spojev kot pri bukovini, je zaradi nekoliko večje gostote ter vlažnosti gabrovega lesa, ki sta lahko vplivali na penetracijo lepila. Gostota bukovine je znašala v povprečju 673 kg/m^3 , medtem ko je imel gaber povprečno gostoto lesa 817 kg/m^3 . Vlažnost gabrovine je bila 13,1 %, medtem ko je bila vlažnost bukovine 9,5 %. Podobno kot bukovi preskušanci so tudi gabrovi preskušanci, ki so bili zlepiljeni z lepilno mešanico, pri kateri je bil dodatek MUF lepila vsaj 90 %, dosegali zahteve standarda SIST EN 12765, ki predpisuje minimalno strižno trdnost lepilnega spoja 10 N/mm^2 .

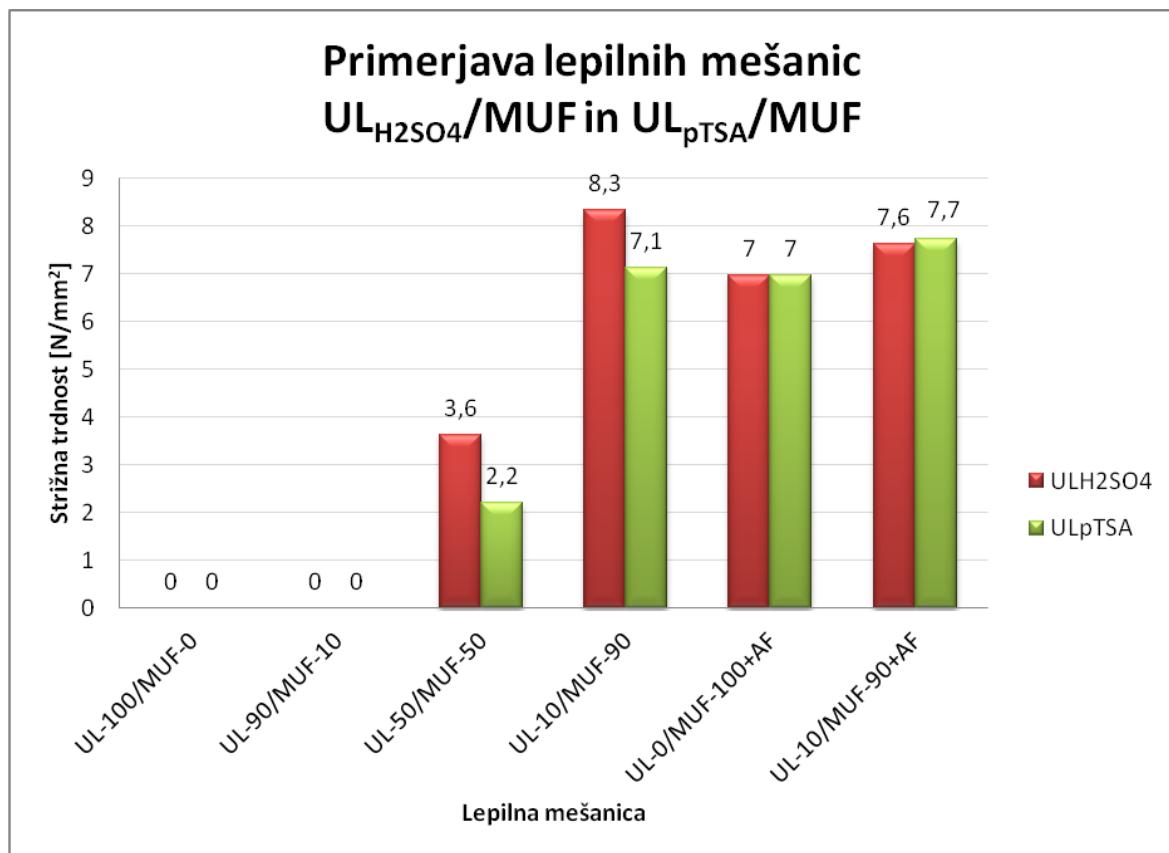


Slika 23 Primerjava ocene loma po lesu bukovih in gabrovih preskušancev za C1 trajnostni razred, zlepiljenih z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$

Na Sliki 23 vidimo, da smo pri lepilnih mešanicah, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 10 %, dobili pri obeh vrstah lesa zelo visok delež loma po lesu. Pri lepilni mešanici, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 50 %, je bil delež loma po lesu majhen. Zanimivi sta bili tudi oceni deleža loma po lesu pri 100 % $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$. Pri bukovini smo dobili 100 % lom po lesu, medtem ko pri gabrovini 48 % lom, kjer je lahko vzrok slabša penetracija lepila v les.

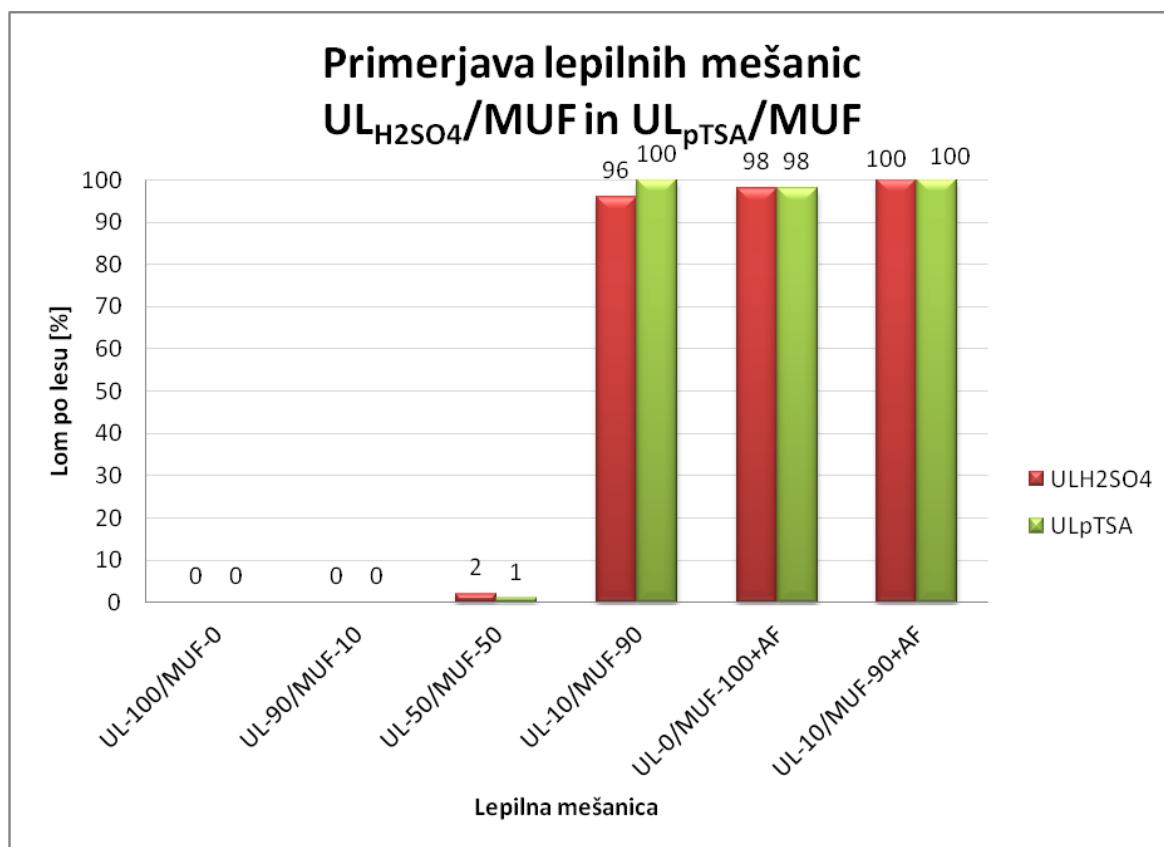
4.2.2 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za C2 trajnostni razred

Za C2 trajnostni razred smo preskušance pred testiranjem 7 dni klimatizirali v standardni klimi ter 1 dan namakali v vodi s temperaturo 20 ± 5 °C. Za izpolnjevanje trdnostnih zahtev (SIST EN 12765) za omenjen način priprave mora biti strižna trdnost spoja večja ali enaka 7 N/mm^2 .



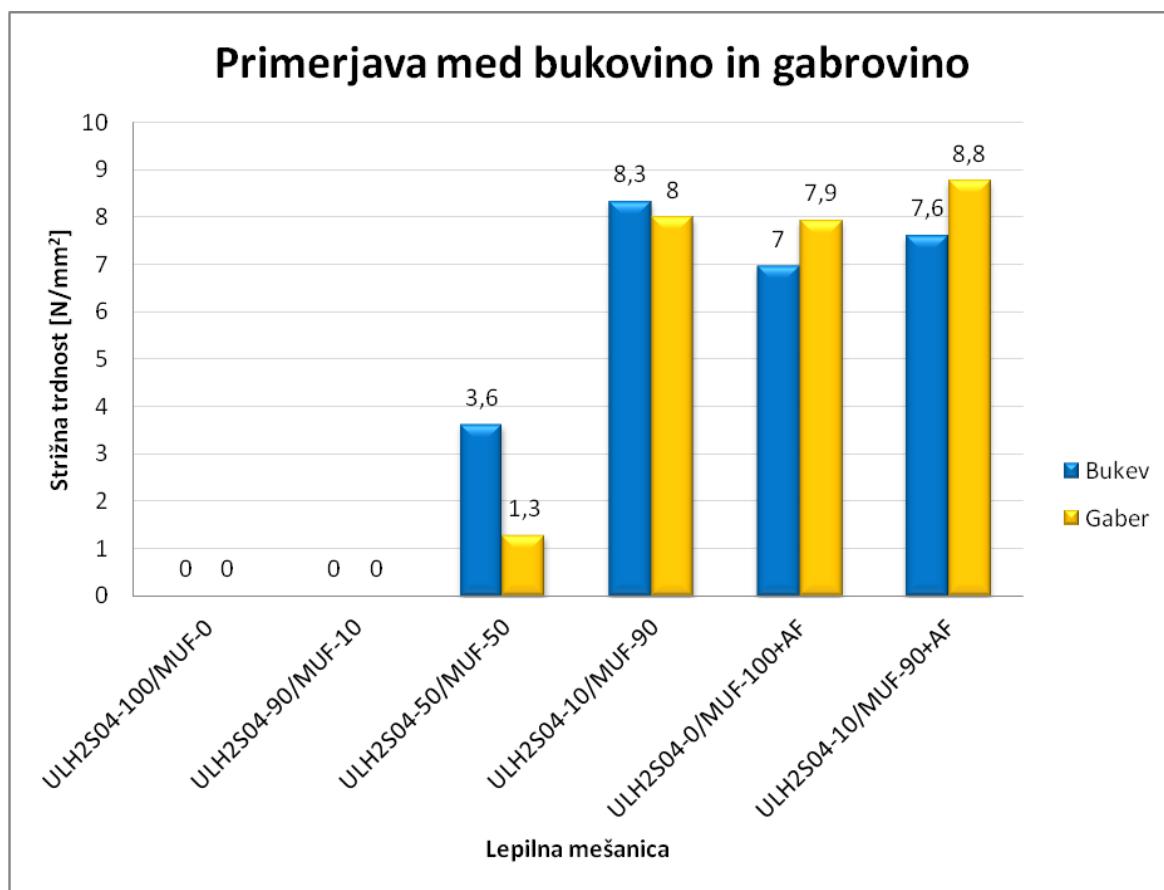
Slika 24 Strižna trdnost lepilnih spojev za C2 trajnostni razred (bukovi preskušanci)

Podobno kot pri C1 trajnostnem razredu, kjer smo preskušance testirali takoj po enotedenškem klimatiziranju, so tudi v C2 trajnostnem razredu zahteve standarda SIST EN 12765 izpolnjevale le mešanice, kjer je bil delež UL 10 %. Dodatek 10 % UL k MUF lepilu je podobno kot v prejšnjem načinu priprave (C1 trajnostni razred) izboljšal strižno trdnost lepilnih spojev v primerjavi s 100 % MUF lepilom. V tem primeru je UL deloval kot katalizator ter pripomogel k zamreženju MUF lepila. Preskušanci, ki so bili zlepljeni z lepilnima mešanicama, pri katerih je bil delež UL 100 % in 90 %, so med namakanjem v vodi razpadli. Razlog, da smo pri manjšem deležu UL dobili večje strižne trdnosti, je povezan tudi z oceno deleža loma po lesu, kar lahko vidimo tudi na Sliki 25.



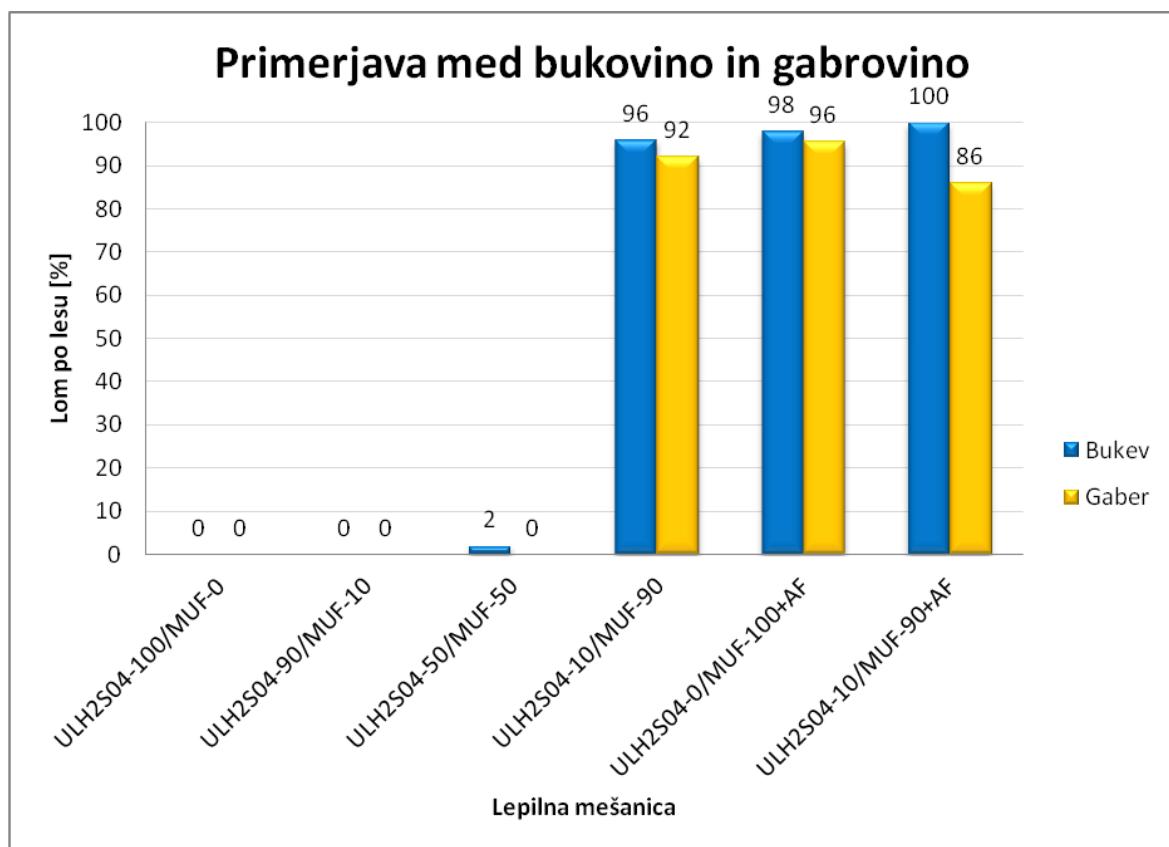
Slika 25 Ocena deleža loma po lesu za C2 trajnosti razred (bukovi preskušanci)

Preskušanci, ki so bili zlepljeni z lepilnimi mešanicami, kjer je bil delež UL 100 % in 90 %, so razpadli, saj je prišlo do popustitve lepilnega spoja. Zelo majhen delež loma po lesu smo dobili pri lepilnima mešanicama, kjer je bil delež UL 50 %. Visoke deleže loma po lesu smo dobili pri 100 % MUF lepilu ter pri lepilnih mešanicah, kjer je bil delež UL 10 %.



Slika 26 Primerjava strižne trdnosti leplilnih spojev bukovih in gabrovin preskušancev za C2 trajnostni razred, zlepljenih z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$

Podobno kot bukovi preskušanci, so tudi pri gabrovi preskušanci, ki so bili zlepljeni z visokim deležem $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$, razpadli (Slika 26). Bukovi in gabrovi preskušanci, ki so bili zlepljeni z lepilnima mešanicama $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}\text{-}10/\text{MUF-90}$ in $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}\text{-}10/\text{MUF-90+AF}$, so dosegali zahteve standarda SIST EN 12765 (minimalna strižna trdnost lepljnega spoja v teh pogojih 7 N/mm^2). Razlog za večje strižne trdnosti leplilnih spojev pri leplilnih mešanicah z manjšim deležem $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ je povezan tudi z oceno deleža loma po lesu, kar lahko vidimo tudi na Sliki 27.

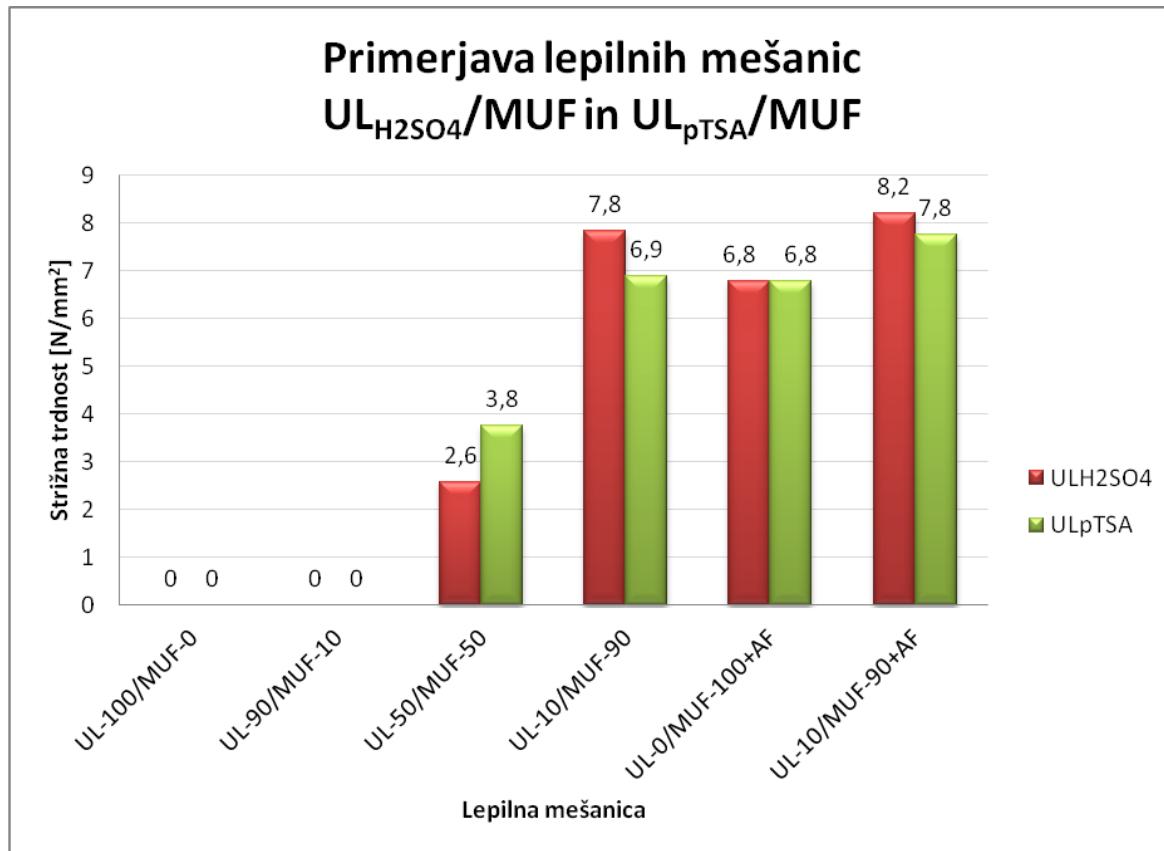


Slika 27 Primerjava ocene loma po lesu bukovih in gabrovin preskušancev za C2 trajnostni razred, zlepiljenih z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$

Na Sliki 27 vidimo, da smo pri lepilnih mešanicah, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 10 %, dobili pri obeh vrstah lesa zelo visok delež loma po lesu. Pri lepilni mešanici, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 50 %, je bil delež loma po lesu zelo majhen. Pri bukovini je znašal 2 %, medtem ko je pri gabrovini znašal 0 %, kar je razumljivo, saj so bile izmerjene strižne trdnosti lepilnih spojev majhne.

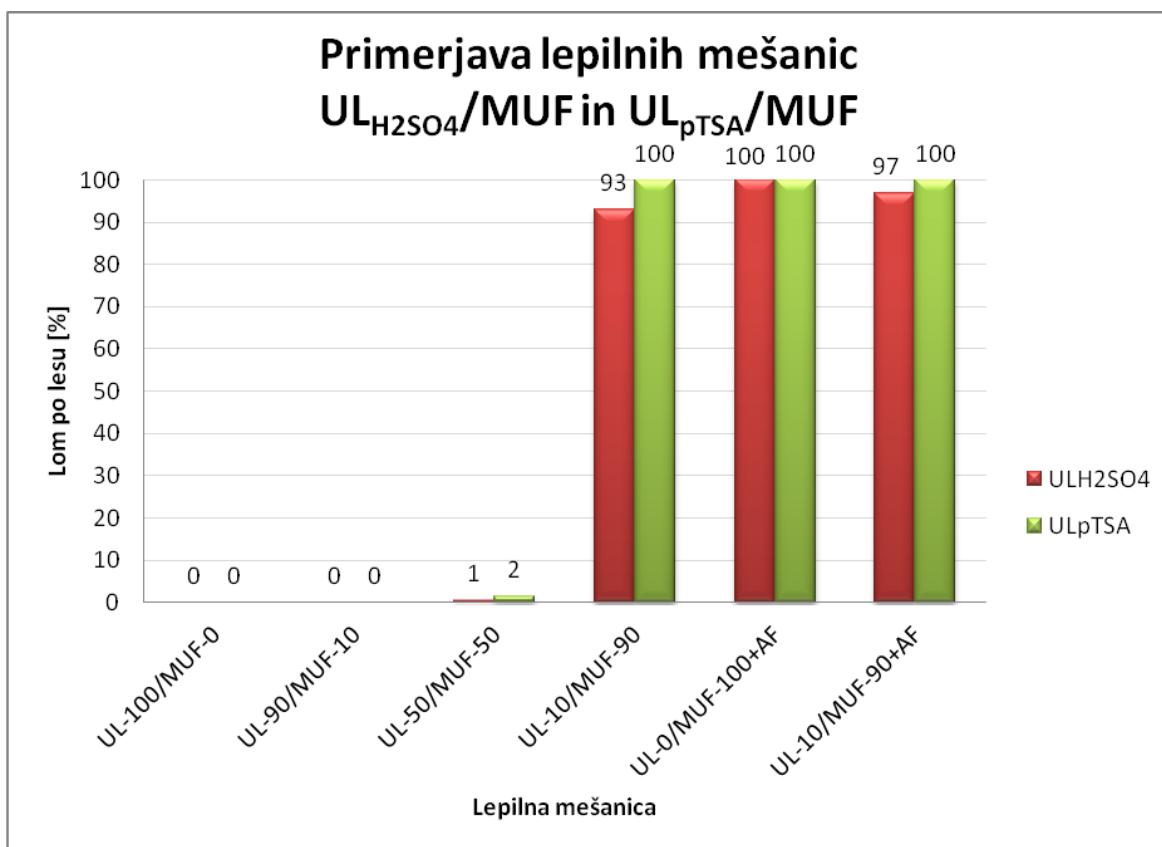
4.2.3 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za C3 trajnostni razred

Za C3 trajnostni razred smo preskušance pred testiranjem 7 dni klimatizirali v standardni klimi ter jih nato 3 ure kuhalili v vodi pri temperaturi 67 ± 2 °C. Po končanem kuhanju je sledilo še 2 uri ohlajanja v hladni vodi s temperaturo 20 ± 5 °C. Za izpolnjevanje trdnostnih zahtev (SIST EN 12765) za omenjen način priprave mora biti strižna trdnost spoja večja ali enaka 4 N/mm^2 .



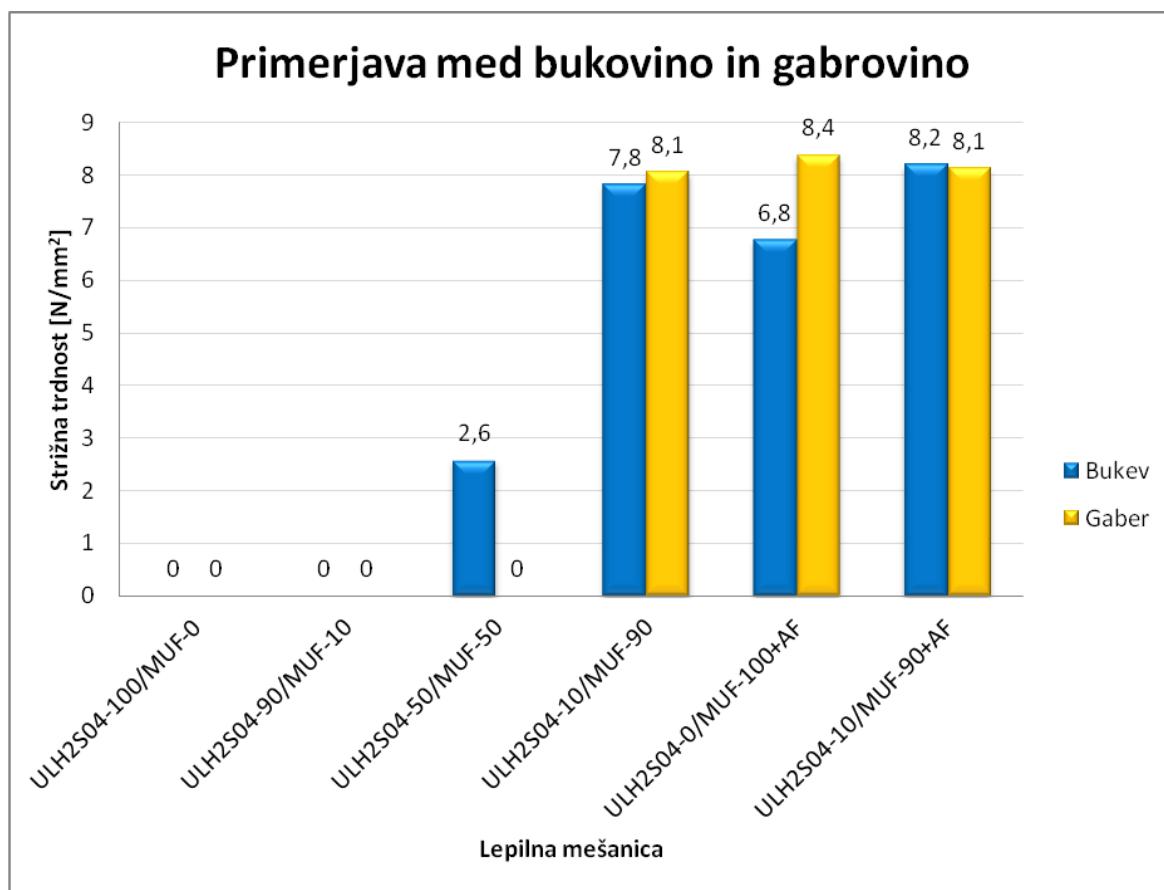
Slika 28 Strižna trdnost lepilnih spojev za C3 trajnostni razred (bukovi preskušanci)

Preskušanci, ki so bili zlepljeni z lepilnimi mešanicami, pri katerih je bil delež UL 100 % in 90 %, so med kuhanjem razpadli. Zelo majhno strižno trdnost lepilnih spojev v primerjavi z ostalimi mešanicami smo dobili pri lepilnima mešanicama, kjer je bil delež UL 50 %. Pri ostalih lepilnih mešanicah, kjer je bil delež UL 10 % ali 0 %, smo dobili višje vrednosti strižne trdnosti, kot jih predpisuje standard SIST EN 12765 (minimalno strižno trdnost 4 N/mm^2). Majhna količina UL, v našem primeru 10 %, je izboljšala strižno trdnost lepilnih spojev v primerjavi s 100 % MUF lepilom. Predvsem visoke strižne trdnosti smo dobili pri lepilnima mešanicama, kjer smo uporabili 10 % UL_{H2SO4}. V tem primeru je UL deloval kot katalizator ter dodatno pripomogel k zamreženju MUF lepila.



Slika 29 Ocena deleža loma po lesu za C3 trajnostni razred (bukovi preskušanci)

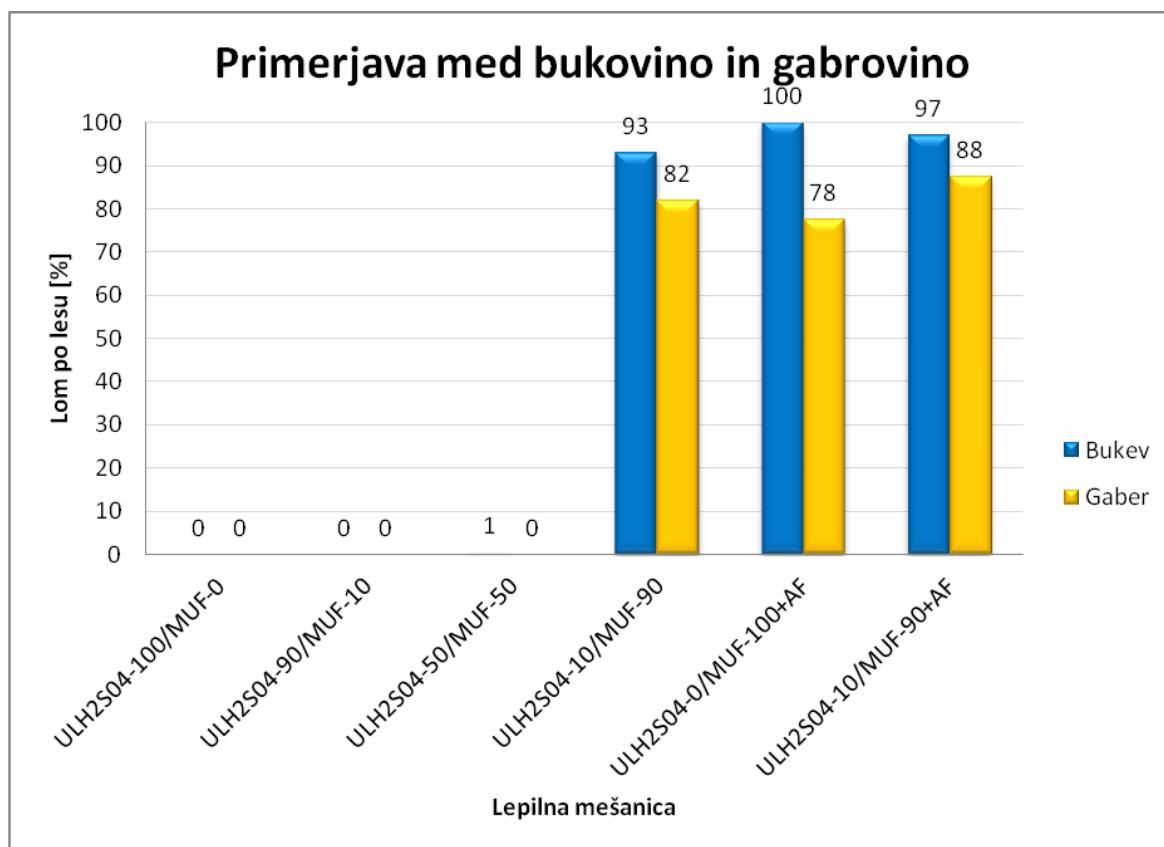
Pri 10 % deležu UL smo dobili zelo visoke deleže loma po lesu (Slika 29), kar je bilo pričakovano, saj so bile izmerjene strižne trdnosti lepilnih spojev velike. Pri lepilnima mešanicama, kjer je bil delež UL 50 %, je lom potekal po lepilnem spoju. Preskušanci, ki so bili zlepljeni z lepilnimi mešanicami, kjer je bil delež UL 100 % oz. 90 %, so med pripravo razpadli, saj so lepilni spoji popustili.



Slika 30 Primerjava strižne trdnosti leplilnih spojev bukovih in gabrovin preskušancev za C3 trajnostni razred, zlepljenih z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$

Bukovi in gablovi preskušanci, ki so bili zlepljeni z lepilnima mešanicama, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 100 % oz. 90 %, so med pripravo razpadli. Gabrovi preskušanci, ki so bili zlepljeni z lepilno mešanico, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 50 %, so med kuhanjem tudi razpadli, medtem ko so bukovi preskušanci ostali celi. Strižna trdnost bukovih preskušancev, ki so bili zlepljeni z lepilno mešanico $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}-50/\text{MUF}-50$, je bila v primerjavi z ostalimi mešanicami, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 10 % oz. 0 %, majhna. Pri lepilnima mešanicama, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 10 %, smo dobili podobne vrednosti strižne trdnosti leplilnih spojev.

Nekoliko večjo strižno trdnost leplilnega spoja pri gabru smo dobili le pri 100 % MUF leplilu. Razlog za nekoliko večje strižne trdnosti pri manjšem deležu $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ je povezan tudi z oceno deleža loma po lesu, kar lahko vidimo na Sliki 31.

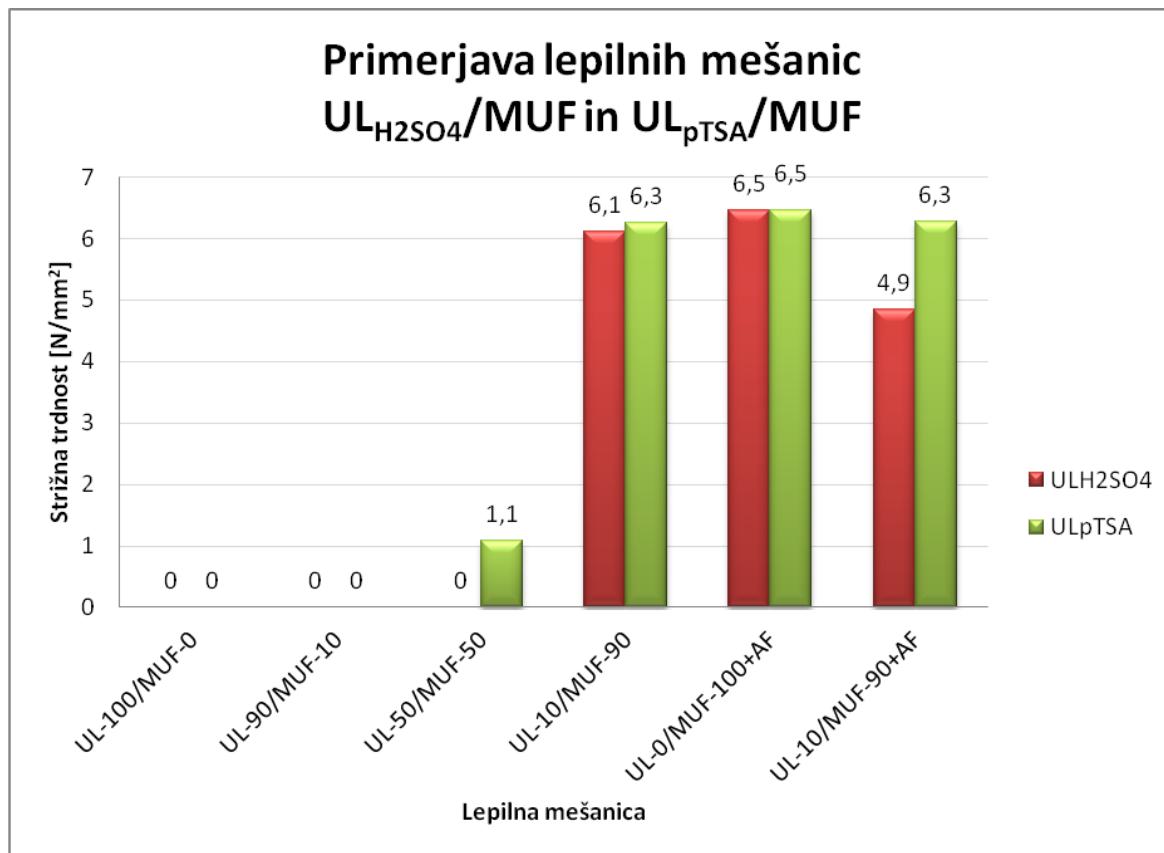


Slika 31 Primerjava ocene loma po lesu bukovih in gabrovin preskušancev za C3 trajnostni razred, zlepiljenih z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$

Bukovi in gabrovi preskušanci, ki so bili zlepiljeni z lepilnima mešanicama, pri katerima je bil delež UL 100 % in 90 %, so med kuhanjem razpadli, saj je prišlo so popustitve lepilnega spoja. Pri bukovih preskušancih, ki so bili zlepiljeni z lepilno mešanico, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 50 %, smo dobili zelo majhen delež loma po lesu (1 %) oziroma je prišlo do loma po lepilnem spoju, kar je povezano tudi z majhno strižno trdnostjo. Pri drugih lepilnih mešanicah, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 10 % oz. 0 %, smo dobili nekoliko manjše deleže loma po lesu le pri gabru, kar je bil lahko vzrok manjše penetracije lepila v les zaradi večje gostote ter vlažnosti gabrovega lesa.

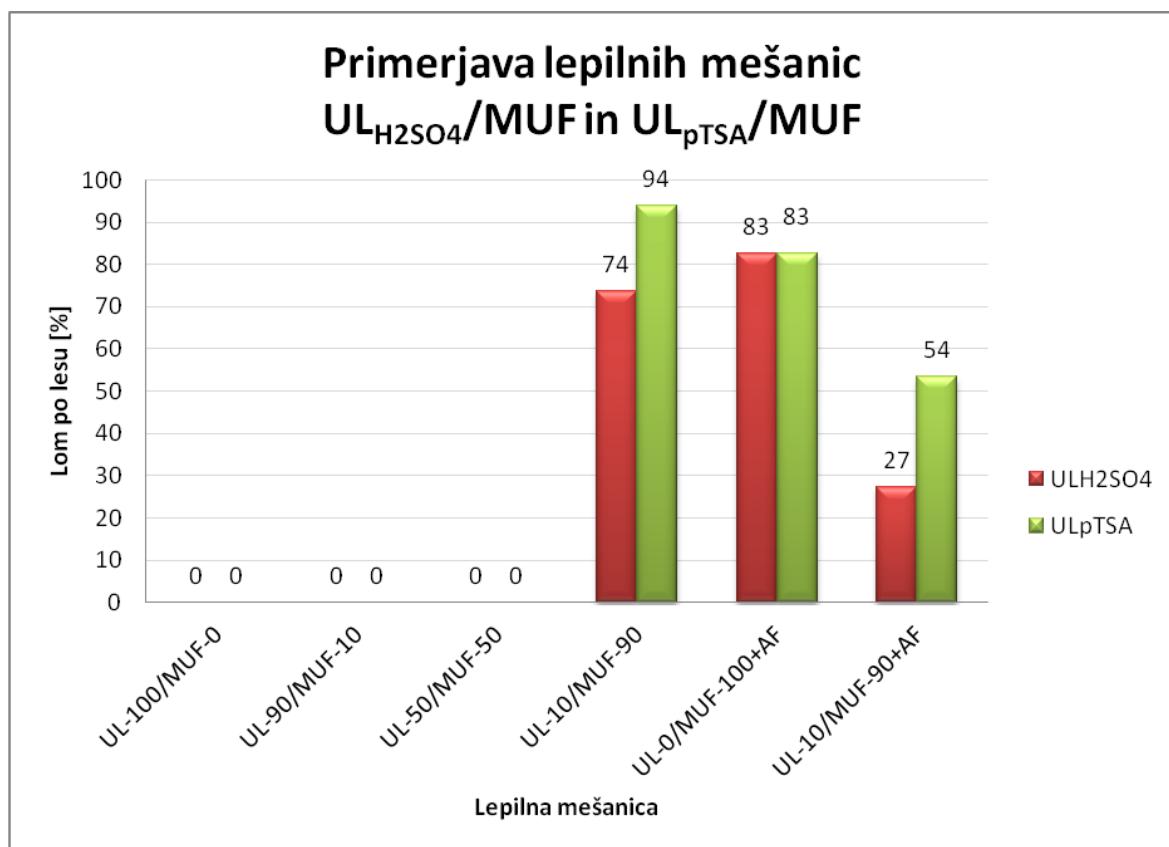
4.2.4 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za C4 trajnostni razred

Za C4 trajnostni razred smo preskušance pred testiranjem 7 dni klimatizirali v standardni klimi ter jih nato 3 ure kuhalili v vreli vodi. Po končanem kuhanju je sledilo še 2 uri ohlajanja v hladni vodi s temperaturo 20 ± 5 °C. Za izpolnjevanje trdnostnih zahtev (SIST EN 12765) za omenjen način priprave mora biti strižna trdnost spoja večja ali enaka 4 N/mm^2 .



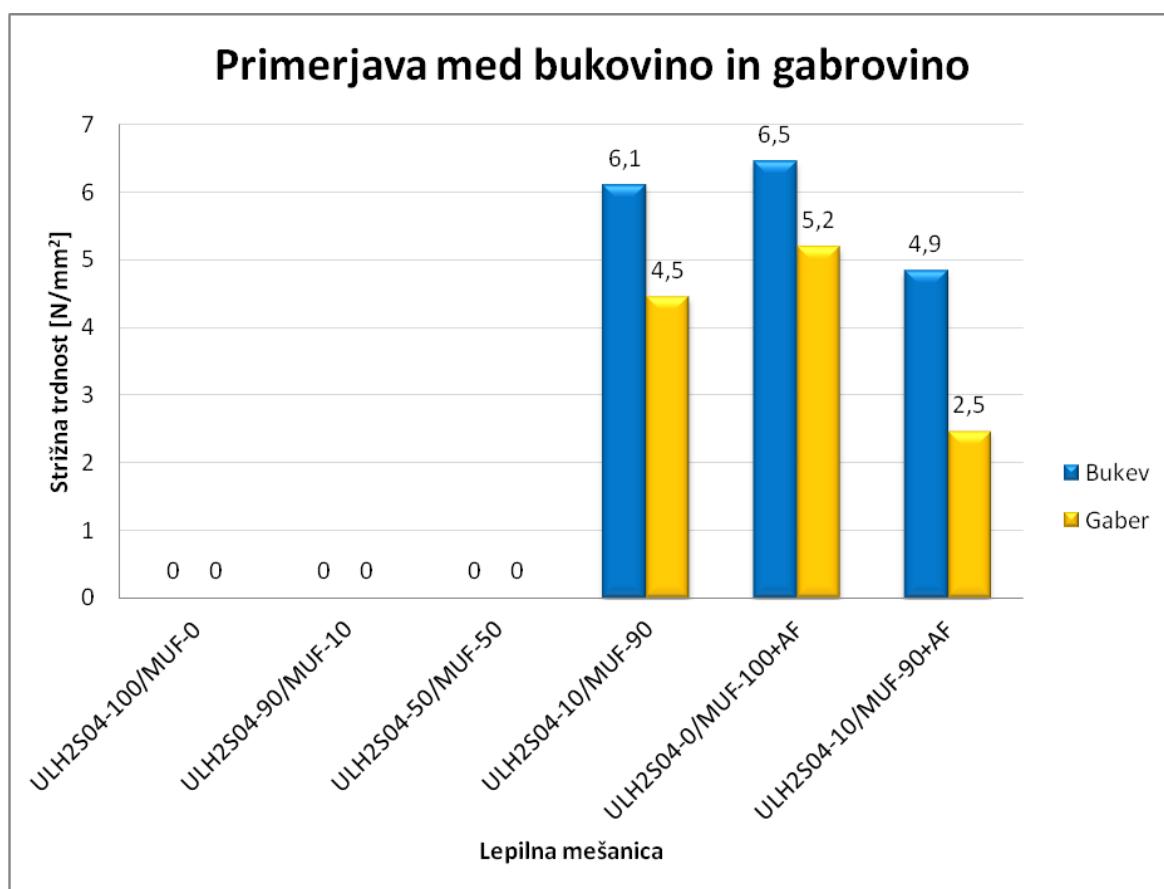
Slika 32 Strižna trdnost lepilnih spojev za C4 trajnostni razred (bukovi preskušanci)

Bukovi preskušanci, ki so bili zlepljeni z lepilnimi mešanicami, pri katerih je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 50 % ali več, so med kuhanjem razpadli. Prav tako so razpadli vsi bukovi preskušanci, ki so bili zlepljeni z lepilnima mešanicama, pri katerima je bil delež UL_{pTSA} 90 % ali 100%. Polovica preskušancev, ki so bili zlepljeni z lepilno mešanico $\text{UL}_{\text{pTSA}}-50/\text{MUF}-50$, je med vpetjem na testirni stroj razpadla, kar je bila posledica majhne strižne trdnosti. Podobno kot pri C3 trajnostnem razredu, so tudi pri C4 trajnostnem razredu dosegali najvišje strižne trdnosti tisti lepilni spoji, ki so bili zlepljeni z lepilnimi mešanicami z najmanjšim deležem UL. Lepilne mešanice, pri katerih je bil delež UL 10 % ter 0 %, so dosegale zahteve standarda SIST EN 12765 (minimalna strižna trdnost 4 N/mm^2). Dodatek 10 % UL je v lepilni mešanici deloval kot katalizator ter je pripomogel k zamreženju MUF lepila. Razlog je povezan tudi z oceno deleža loma po lesu, kar lahko vidimo na Sliki 33.



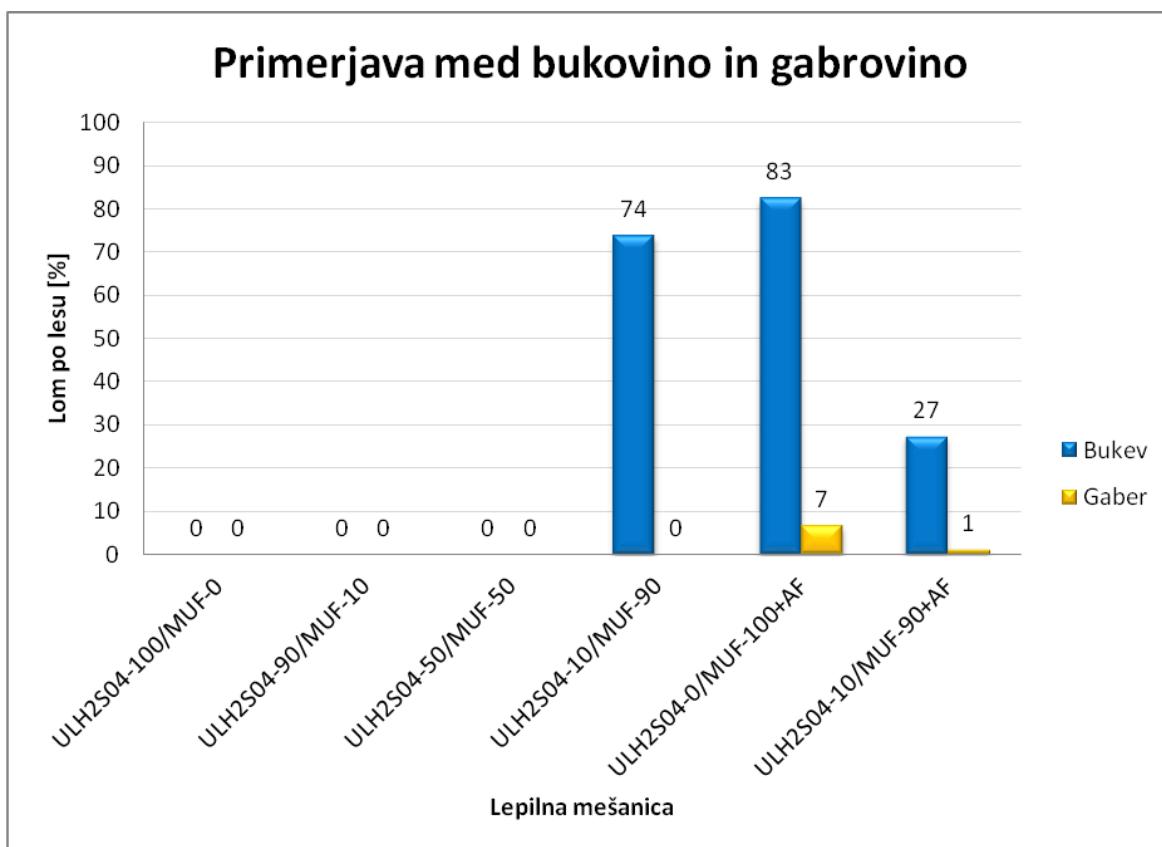
Slika 33 Ocena deleža loma po lesu za C4 trajnostni razred (bukovi preskušanci)

Največji delež loma po lesu smo dobili pri lepilnima mešanicama, kjer je bil uporaben UL_{pTSA} , kar je povezano tudi z večjo strižno trdnostjo. Bistveno manjši delež loma po lesu (27 %) pa smo dobili pri lepilni mešanici, kjer smo 10 % $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ dodali še 90 % MUF lepila ter amonformiat (AF).



Slika 34 Primerjava strižne trdnosti leplilnih spojev bukovih in gabrovin preskušancev za C4 trajnostni razred, zlepljenih z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$

Bukovi in gabrovi preskušanci, ki so bili zlepljeni z leplnimi mešanicami, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 100 %, 90 % ter 50 %, so med kuhanjem razpadli. Na Sliki 34 vidimo, da so bile razlike v strižni trdnosti leplilnih spojev med gabrovino in bukovino velike. Najvišje strižne trdnosti leplilnih spojev smo dobili pri testiranju bukovih preskušancev. Razlog, da pri gabrovini dosegamo manjše strižne trdnosti, je gotovo v tem, da lepilo ni popolnoma utrdilo, saj pri lepljenju gabrovin lamel nismo dosegli želene temperature 180 °C (Slika 19). Strižna trdnost leplilnih spojev je zelo odvisna od temperature stiskanja (Ugovšek, 2013). Manjša strižna trdnost gabrovin preskušancev pa je lahko povezana tudi z nekoliko večjo gostoto ter vlažnostjo gabrovega lesa, zaradi česar je bila penetracija lepila v les manjša. Gabrovi preskušanci, ki so bili zlepljeni z 10 % $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ ter dodatkom amonformiata (AF), niso zadostovali minimalnim zahtevam standarda SIST EN 12765 za C4 trajnosti razred. Razlog, da pri bukovih preskušancih dosegamo večje strižne trdnosti, je povezan tudi z oceno deleža loma po lesu, kar lahko vidimo na Sliki 35.



Slika 35 Primerjava ocene loma po lesu bukovih in gabrovin preskušancev za C4 trajnostni razred, zlepiljenih z $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}/\text{MUF}$

Bukovi in gabrovi preskušanci, ki so bili zlepiljeni z lepilnimi mešanicami, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 100 %, 90 % ter 50 %, so med kuhanjem razpadli, zato je bila ocena deleža loma po lesu 0 %, saj je prišlo do popustitve lepilnega spoja. Podobno kot pri strižni trdnosti, smo tudi pri oceni deleža loma po lesu dobili velike razlike med obema lesnima vrstama. Večji delež loma po lesu smo dobili pri bukovih preskušancih. Pri lepilni mešanici, kjer je bil delež $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 10 %, smo pri bukovih preskušancih dobili 74 % lom po lesu, medtem ko pri gabrovin preskušancih 0 %. Podobna razlika je tudi pri preskušancih, ki smo jih lepili s 100 % MUF lepilom. Pri lepilni mešanici, kjer smo imeli poleg 10 % $\text{UL}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ še amonformiat (AF), smo dobili najmanjše deleže loma po lesu. Pri bukovih preskušancih je bil delež loma po lesu 27 %, medtem ko pri gabrovin preskušancih le 1 %. Velike razlike v oceni deleža loma po lesu za obe lesni vrsti, so povezane s strižno trdnostjo, ki je bila pri bukovih preskušancih večja, poleg tega pa so imele gabrove lamele večjo gostoto ter vlažnost kot bukove lamele, kar posledično pomeni manjšo penetracijo lepila v les in slabše lepljenje.

5 RAZPRAVA

V magistrski nalogi smo proučevali vpliv sestave leplne mešanice iz UL in MUF lepila na kakovost zlepljenosti dvoslojnega lameliranega lesa. Preskušance smo pred testiranjem strižne trdnosti izpostavili štirim različnim načinom priprave ter proučevali njihov vpliv na spremembo strižne trdnosti. Ker so bile leplne mešanice sestavljene iz različnih delov UL in MUF lepila, smo pričakovali različno strižno trdnost in trajnost leplnih spojev.

Raziskavo smo začeli s postopkom utekočinjenja lesa. Za utekočinjenje smo uporabili les topola, kot reagent etilen glikol ter kot katalizator H_2SO_4 . Zmes smo kuhalo po že znanem postopku (Ugovšek in Šernek 2011). Po pripravi UL smo naredili preliminarni preskus, kjer smo dobljeni $UL_{H_2SO_4}$ uporabili kot samostojno komponento za lepljenje lesa. Žal pa so bili preliminarni preskusi neuspešni, saj leplni spoji niso izkazovali zadostne trdnosti. Ugotovili smo, da na nezadostno trdnost leplnih spojev vpliva nizek pH UL, ki povzroči nastanek degradacije površine lesa v območju penetracije, saj jo le ta med lepljenjem zaradi svoje reaktivnosti močno poškoduje (Ugovšek in Šernek 2011). V našem primeru je bila pH vrednost $UL_{H_2SO_4}$, za katerega smo uporabili katalizator H_2SO_4 , -0,39 (neg. pH). Kljub visokemu deležu loma po lesu je bila zaradi degradacije površine lesa strižna trdnost leplnega spoja majhna. Ker so bili preizkusi pri lepljenju z bukovino neuspešni, smo se odločili, da bi za lepljenje z $UL_{H_2SO_4}$ uporabili še druge lesne vrste, ki imajo večjo gostoto ter bolj homogeno strukturo. Odločili smo se za gaber, ki spada med difuzno porozne vrste in ima največjo gostoto med našimi komercialno zanimivimi listavci. Pri preliminarnem lepljenju gabrovine je bila strižna trdnost leplnih spojev nižja v primerjavi z bukovino, povprečni delež loma po lesu pa je znašal približno 50 %. Vzrok za manjšo strižno trdnost ter manjši delež loma po lesu je lahko bila večja gostota ter vlažnost gabrovega lesa, zaradi česar lepilo ni dovolj penetriralo.

V nadaljevanju smo pripravili še drugi UL, pri katerem smo za katalizator uporabili drugo kislino, in sicer pTSA. Prav tako smo naredili preliminarni preskus, vendar tudi s tem UL_{pTSA} nismo dosegli zadostne kakovosti lepljenja. V primerjavi z $UL_{H_2SO_4}$ se je izkazal še za slabšega. Strižna trdnost leplnih spojev je bila manjša, lomi pa so bili večinoma po leplnjem spoju. Kljub temu da je imel UL_{pTSA} vrednost pH zelo nizko, vendar pozitivno (0,35), ni tako degradiral površine lesa v območju penetracije kot $UL_{H_2SO_4}$.

Ker so bili preliminarni preskusi neuspešni z vidika izboljšanja strižne trdnosti leplnih spojev, smo za raziskavo magistrske naloge obema UL kot dodatek primešali MUF lepilo. Ker MUF lepila utrujujejo v kislem mediju, lahko UL, ki ima nizko vrednost pH, uporabimo kot katalizator. Hkrati pa se zaradi prisotnega MUF lepila, ki je bazično (pH 9,2–9,5), kislost UL nekoliko zmanjša, kar lahko priomore k zmanjšanju degradacije lesnega tkiva pri lepljenju. Pripravili smo šest različnih leplnih mešanic za oba UL posebej, in sicer je bil delež UL 100 %, 90 %, 50 %, 10 %, 0 % ter 10 %, pri čemer smo v mešanico dodali še amonformiat (AF). Za lepljenje bukovih lamel smo uporabili leplne mešanice, pri katerih smo poleg dodanega MUF lepila uporabili obe vrsti UL ($UL_{H_2SO_4}$ in UL_{pTSA}), medtem ko smo za lepljenje gabrovih lamel uporabili leplne mešanice samo s UL, za katerega smo uporabili katalizator H_2SO_4 . Strižne preskušance smo pripravili po različnih načinih priprave, ki so opisani v standardu SIST EN 12765.

Preglednica 8 Strižna trdnost lepilnih spojev za posamezni trajnostni razred (bukovi preskušanci)

Bukovi preskušanci				
Trajnostni razred	C1	C2	C3	C4
Lepilna mešanica	f_v [N/mm ²]			
UL _{H2SO4} -100/MUF-0	5	0	0	0
UL _{pTSA} -100/MUF-0	2,6	0	0	0
UL _{H2SO4} -90/MUF-10	3,5	0	0	0
UL _{pTSA} -90/MUF-10	2,3	0	0	0
UL _{H2SO4} -50/MUF-50	8,6	3,6	2,6	0
UL _{pTSA} -50/MUF-50	8,1	2,2	3,8	1,1
UL _{H2SO4} -10/MUF-90	10,7	8,3	7,8	6,1
UL _{pTSA} -10/MUF-90	10,1	7,1	6,9	6,3
UL _{H2SO4} -0/MUF-100+AF	11,2	7	6,8	6,5
UL _{pTSA} -0/MUF-100+AF	11,2	7	6,8	6,5
UL _{H2SO4} -10/MUF-90+AF	12,6	7,6	8,2	4,9
UL _{pTSA} -10/MUF-90+AF	13	7,7	7,8	6,3

Preglednica 9 Primerjava strižne trdnosti lepilnih spojev bukovih in gabrovin preskušancev za posamezni trajnostni razred, zlepljenih z UL_{H2SO4}/MUF

Trajnostni razred	C1		C2		C3		C4	
	f_v [N/mm ²]		f_v [N/mm ²]		f_v [N/mm ²]		f_v [N/mm ²]	
	Bukev	Gaber	Bukev	Gaber	Bukev	Gaber	Bukev	Gaber
UL _{H2SO4} -100/MUF-0	5	4,4	0	0	0	0	0	0
UL _{H2SO4} -90/MUF-10	3,5	0	0	0	0	0	0	0
UL _{H2SO4} -50/MUF-50	8,6	7,1	3,6	1,3	2,6	0	0	0
UL _{H2SO4} -10/MUF-90	10,7	11	8,3	8	7,8	8,1	6,1	4,5
UL _{H2SO4} -0/MUF-100+AF	11,2	11,6	7	7,9	6,8	8,4	6,5	5,2
UL _{H2SO4} -10/MUF-90+AF	12,6	12	7,6	8,8	8,2	8,1	4,9	2,5

Na osnovi rezultatov strižne trdnosti, ki so prikazani v preglednicah 8 in 9, je razvidno, da majhna količina UL v MUF leplju (v našem primeru 10 %) zadostuje trdnostnim zahtevam (SIST EN 12765) za posamezni trajnostni razred. Skoraj pri vseh načinih priprave (izjema je le C4 trajnostni razred) smo pri lepljni mešanici, kjer smo 10 % UL dodali še 90 % MUF lepila ter amonformiat, dosegli višje strižne trdnosti lepilnih spojev kot pri 100 % MUF leplju. Utrjevanje MUF leplju sproži spremembu pH vrednosti. Za utrjevalce se uporabljajo kisline (Resnik, 1989). Majhen dodatek UL (ki je v osnovi kislo) je v lepljni mešanici deloval kot katalizator ter je pri pomogel k zamreženju MUF lepila, zaradi česar je bila strižna trdnost lepilnih spojev večja.

Zanimiva je tudi primerjava obeh vrst UL, ki smo ju uporabili pri lepljenju z MUF lepilom. UL_{H2SO4} se je v večini primerov (pri 100 %, 90 %, 50 % ter 10 % deležu) izkazal bolje kot UL_{PTSA}, vendar razlike v trdnosti niso bile tako bistvene.

Zanimivi so tudi rezultati strižne trdnosti lepilnih spojev pri lepilni mešanici, kjer je bil delež MUF lepila 10 %. Gabrove lamele, ki so bili zlepiljene z omenjeno lepilno mešanico, so med žaganjem na strižne preskušance razpadle oziroma je lepilni spoj popustil, medtem ko so bukove lamele ostale cele. Strižna trdnost je bila celo slabša kot pri lepljenju s lepilno mešanico, kjer je bil delež UL 100 %. Vzrok za razpad gabrovinih lamel bi bil lahko izrazit padec temperature lepilnega spoja (Slika 19). Temperatura je na začetku močno narasla iz 20 °C na 140 °C–150 °C, nato pa padla na 124 °C. V nadaljevanju je temperatura zopet začela počasi naraščati, vendar ni dosegla 180 °C.

Pri primerjavi strižne trdnosti lepilnih spojev pri obeh lesnih vrstah smo ugotovili, da se je v večini primerov bukovina izkazala bolje kot gabrovina, vendar razlike v strižni trdnosti lepilnih spojev ni bila velika. Večjo strižno trdnost lepilnega spoja gabrovinih preskušancev smo dobili le pri C2 trajnostnem razredu, pri lepilni mešanici UL_{H2SO4-0/MUF-100} ter pri lepilni mešanici UL_{H2SO4-10/MUF-90+AF}, kjer je bila strižna trdnost večja za približno 1 N/mm². Večjo strižno trdnost lepilnih spojev gabrovinih preskušancev smo dobili tudi pri C3 trajnostnem razredu, in sicer pri lepilni mešanici, kjer je bil delež MUF lepila 100 %. Strižna trdnost je bila večja za več kot 1,5 N/mm². Pri C4 trajnostnem razredu pa se je bukovina pri vseh treh lepilnih mešanicah (UL_{H2SO4-10/MUF-90}, UL_{H2SO4-0/MUF-100}, UL_{H2SO4-10/MUF-90+AF}) izkazala mnogo bolje kot gabrovina. Pri lepilni mešanici, kjer je bil delež UL_{H2SO4} 10 %, je bila strižna trdnost lepilnih spojev večja za 1,6 N/mm², medtem ko je bila pri 100 % MUF lepilu strižna trdnost večja za 1,3 N/mm². Občutno največja razlika v strižni trdnosti pa je bila pri zadnji lepilni mešanici, kjer smo 10 % UL_{H2SO4} dodali še 90 % MUF lepila in amonformiat. V tem primeru je bila strižna trdnost lepilnih spojev bukovih preskušancev za 2,4 N/mm² večja od gabrovin.

Nekoliko manjšo strižno trdnost lepilnih spojev gabrovinih preskušancev lahko prepišemo nekoliko večji gostoti gabrovega lesa, ki je znašala v povprečju 817 kg/m³. Bukovina je imela povprečno gostoto lesa 673 kg/m³. Večja gostota otežuje penetracijo lepila v les (Šernek, 2012). Za gaber je tudi značilno, da se slabše lepi (Čufar, 2006). Nekoliko slabše strižne trdnosti gabrovinih preskušancev bi lahko prepisali tudi temperaturi lepilnega spoja. Želene temperature stiskanja 180 °C pri lepljenju gabrovinih lamel nismo dosegli (Slika 19), kar pomeni, da tudi lepilo ni popolnoma utrdilo. Strižna trdnost lepilnih spojev, ki so lepljeni z UL, je močno povezana tudi s temperaturo stiskanja. Višja je temperatura, boljši so lepilni spoji (Ugovšek, 2013). Tretja možnost, ki je možna za slabše strižne trdnosti lepilnih spojev, pa je vlažnost lesa. Vlažnost gabrovine je bila v povprečju 13,1 %, medtem ko bukovine 9,5 %. Večja vlažnost pomeni tudi manjšo penetracijo lepila v les, saj je celična stena napolnjena z vodo in lepilo teži penetrira.

Iz dobljenih rezultatov sklepamo, da majhna količina UL pripomore k izboljšanju strižne trdnosti lepilnih spojev, kar smo v pregledu objav potrdili tudi z nekaterimi sorodnimi raziskavami, ki so potekale na Katedri za lepljenje, lesne kompozite in obdelavo površin Oddelka za lesarstvo Biotehniške fakultete Univerze v Ljubljani.

Uporaba UL kot samostojne komponente za lepljenje lesa zaenkrat še ne zagotavlja zadostne trdnosti predpisane po standardu SIST EN 12765 (Ugovšek, 2013). Potrebne so dodatne raziskave, ki bi rešile problem nezadostne strižne trdnosti ter zadostne vodoodpornosti takih lepilnih spojev.

6 SKLEPI

Na osnovi rezultatov opravljene raziskave lahko zapišemo naslednje sklepe:

- Delež UL in MUF lepila v lepilni mešanici bistveno vpliva na kakovost lepljenja.
- Dvoslojni lameliran les, ki je bil zlepljen z lepilno mešanico UL-10/MUF-90+AF, je pridobil na strižni trdnosti in trajnosti leplnega spoja v primerjavi z lameliranim lesom, ki je bil zlepljen z lepilno mešanico UL-0/MUF-100.
- Lepilne mešanice, pri katerih je bil delež UL 10 %, so izpolnjevale zahteve standarda SIST EN 12765 za vse trajnostne razrede.
- Strižna trdnost lepilnih spojev preskušancev, ki so bili zlepljeni z UL-50/MUF-50, UL-90/MUF-10 in UL-100/MUF-0, se je drastično zmanjšala in ni dosegala standardnih pogojev za posamezni trajnostni razred.
- UL, za katerega smo v procesu utekočinjenja uporabili katalizator H_2SO_4 , je mnogo bolj degradiral površino lesa v območju penetracije kot UL, pri katerem smo za katalizator uporabili pTSA.
- UL, pri katerem smo uporabili katalizator H_2SO_4 , se je v nekaterih primerov lepilnih mešanic izkazal bolje kot UL, pri katerem smo uporabili za katalizator pTSA, vendar razlike v trdnosti niso bile bistvene.
- Z vidika strižne trdnosti lepilnih spojev se je v večini primerov bukovina izkazala bolje kot gabrovina, vendar razlika v trdnosti ni bila bistvena.

Glede na dobljene rezultate raziskave menimo, da lahko za lepljenje masivnega lesa uporabimo MUF lepilo, ki mu dodamo majhen delež UL in s tem celo izboljšamo strižno trdnost lepilnih spojev. Poleg izboljšanja strižne trdnosti so lepilni spoji tudi odporni proti vodi oziroma vlagi. Uporaba UL kot samostojne komponente za lepljenje lesa ni primerna za zahtevnejša lepljenja (konstrukcijska lepljenja...), saj so lepilni spoji dosegali majhne strižne trdnosti, poleg tega pa niso bili trajni v vlažnih pogojih.

7 POVZETEK

Zaradi vse večjega ekološkega zavedanja potreba po proizvodih, ki so izdelani iz obnovljivih naravnih virov, močno narašča. Eden izmed teh materialov, ki je naraven ter obnovljiv, je tudi les. Poleg tega da se les uporablja za konstrukcije, opremljanje, pohištvo, embalažo, palete itd., pa je iz njega možno narediti tudi lepila, premaze ter druge produkte.

Pri proizvodnji žaganega lesa se ostanki, sekanci in žagovina lahko uporabljajo za proizvodnjo toplotne energije, za proizvodnjo lesnih plošč, proizvodnjo papirja ali pa iz njih po posebnem postopku izdelamo UL. UL lahko uporabimo kot lepilo za lepljenje lesa, za izdelavo pen, polimerne kompozite ter premaze. Gre za dokaj novo obnovljivo surovino, ki pa jo treba še podrobno proučiti.

V naši raziskavi smo UL uporabili kot lepilo za lepljenje lesa. Za utekočinjanje lesa smo uporabili manjše frakcije topolove žagovine, etilen glikol ter H_2SO_4 . Zmes smo kuhalili v reaktorju pri $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ 120 minut. Po končanem kuhanju smo odparili etilen glikol, tako da smo na koncu dobili končno razmerje med lesnim prahom ter etilen glikolom 1 : 2. Nato so sledili preliminarni preskusi, pri čemer smo $UL_{H_2SO_4}$ uporabili kot samostojno komponento za lepljenje lesa. Problem, ki se je pojavljal pri lepljenju lesa z $UL_{H_2SO_4}$, so bile nezadostne strižne trdnosti lepilnih spojev. $UL_{H_2SO_4}$ je imel zelo nizek pH in je povzročal nastanek degradacije površine lesa v območju penetracije, saj jo je le-ta med lepljenjem zaradi svoje jakosti kisline močno poškodoval. Ker so bili preliminarni preskusi lepljenja z $UL_{H_2SO_4}$ neuspešni, smo se odločili, da pripravilo še drugi UL, pri katerem smo za katalizator uporabili pTSA. Tudi s tem UL_{pTSA} nismo dobili zadovoljivih rezultatov. Zato smo se v nadaljevanju odločili, da obema vrstama UL dodamo MUF lepilo. Pripravili smo šest različnih mešanic med UL ter MUF lepilom ter z njimi zlepili bukove ter gabrove lamele. Delež UL in MUF lepila je bil sledeč: 100/0, 90/10, 50/50, 10/90, 0/100 ter 10/90 (z dodatkom amonformiata). Pri lepljenju bukovih lamele smo uporabili lepilne mešanice obeh vrst UL ($UL_{H_2SO_4}$ in UL_{pTSA}), medtem ko smo pri lepljenju gabrovih lamele uporabili samo lepilne mešanice iz $UL_{H_2SO_4}$. Po končanem lepljenju smo dvoslojne lepljence nažagali v strižne preskušance ter jih pripravili po standardu SIST EN 12765, ki opredeljuje štiri različne načine priprave (C1, C2, C3, C4 trajnostni razred). Pri C1 trajnostnem razredu smo preskušance testirali takoj po sedmih dneh klimatiziranja. Pri C2 trajostnem razredu smo preskušance po tednu klimatiziranja 1 dan namakali v vodi ter jih nato testirali, medtem ko smo pri C3 in C4 trajnostnem razredu preskušance kuhalili v vroči vodi ($67\text{ }^{\circ}\text{C}$ ter $100\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Na osnovi rezultatov strižne trdnosti, ki smo jih dobili s testiranjem preskušancev na trgalnem stroju Zwick/Roell Z005, smo ugotovili, da majhna količina UL v MUF lepilu (v našem primeru 10 %) zadovolji standardne zahteve (SIST EN 12765). V nekaterih primerih (C1, C2, C3 trajnostni razred) se je lepilna mešanica, kjer je bil delež UL 10 % ter dodatek amonformiata izkazala mnogo bolje kot lepilna mešanica, pri kateri je bil delež MUF lepila 100 %. V tem primeru je UL deloval kot katalizator ter je pripomogel k zamreženju MUF lepila. Zanimivi so bili tudi rezultati strižne trdnosti lepilnih spojev, pri katerih smo UL nadomestili z 10 % MUF lepila. Strižna trdnost teh lepilnih spojev je bila celo manjša kot pri lepilnih spojih, ki so bili zlepjeni s 100 % UL.

Preskušanci, ki so bili zlepljeni s 100 % $UL_{H_2SO_4}$, so imeli površino lesa v območju penetracije močno degradirano, kar je posledica večje jakosti H_2SO_4 . $UL_{H_2SO_4}$ se je v nekaterih primerih izkazal bolje kot UL_{pTSA} , vendar razlike v strižni trdnosti niso bile bistvene. Izjema je le C4 trajnostni razred pri lepilni mešanici, kjer smo 10 % UL_{pTSA} dodali še 90 % MUF lepila ter amonformiat.

Pri testiranju bukovih preskušancev smo dobili v primerjavi z gabrovimi preskušanci v večini primerov večje strižne trdnosti, vendar pa razlike večinoma niso bile velike.

V magistrski nalogi smo prišli do spoznanja, da z uporabo majhne količine UL ter MUF lepila lahko dosežemo trdne ter vodoodporne lepilne spoje, ki so celo trdnejši in trajnejši kot lepilni spoji, ki so lepljeni samo z MUF lepilom.

8 VIRI

- Acemoğlu B., Alma M. H. 2001. Kinetics of wood phenolysis in the presence of HCl as catalyst. *Journal of Applied Polymer Science*, 85: 1098-1103
- Alma M. H., Acemoğlu B. 2004. A kinetic study of sulfuric acid-catalyzed liquefaction of wood into phenol. *Chemical Engineering Communications*, 190: 968-980
- Alma M. H., Basturk M. A. 2001. Cocondensation of NaOH-catalyzed liquefied wood wastes, phenol, and formaldehyde for the production of resol-type adhesives. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 40: 5036-5039
- Alma M. H., Shiraishi N. 1998. Preparation of polyurethane-like foams from NaOH-catalyzed liquefied wood. *European journal of wood products*, 56, 4: 245-246
- Brenčič J., Lazarini F. 1996. Splošna in anorganska kemija. Ljubljana, DZS: 220 str.
- Budija F., Bradeško D., Kričej B., Tavzes Č., Sever Škapin A., Petrič, M. 2009b. Priprava in karakterizacija dvokomponentnega poliuretanskega površinskega sistema na vodni osnovi iz utekočinjenega topolovega lesa. *Les*, 61, 5: 274-281
- Budija F., Tavzes Č., Zupančič-Kralj L., Petrič M. 2009a. Selfcrosslinking and film formation ability of liquefied black poplar. *Bioresource Technology*, 100: 3316-3323
- Čufar K. 2006. Anatomija lesa. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 185 str.
- Čuk N., Kunaver M., Jasiukaityte Grojzdek E., Medved S. 2012. Utekočinjanje lesa s pomočjo ultrazvoka in izdelava ivernih plošč z uporabo lepilnih mešanic z dodanim utekočinjenim lesom. *Les*, 64, 5: 116-122
- Doh G. H., Lee S.Y., Kang I. A., Kong Y. T. 2005. Thermal behavior of liquefied wood polymer composites (LWPC). *Composite structures*, 68, 1: 103-108
- Dunký M. 2002. Chemistry of Adhesives. Cost Action E13-WG1. Report on the State of the Art: 3-30
- Etilen glikol. Wikipedia
http://en.wikipedia.org/wiki/Ethylene_glycol (24. maj. 2013)
- Gorišek Ž. 2009. LES: zgradba in lastnosti: njegova variabilnost in heterogenost. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 178 str.
- Grosser D. 1997. The timbers of Central Europe. A students` atlas of photomicrographs. Univ. Munchen, German Federal Republic: Inst. f. Holzforsch

- Jasiukaityte E., Kunaver M., Strlič M. 2009. Cellulose liquefaction in acidified ethylene glycol. *Cellulose*, 16: 393-405
- Jež B. 2011. Izdelava opažne plošče z lepilom na osnovi utekočinjenega lesa. Diplomski projekt. Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 32 str.
- Kishi H., Fujita A., Miyazaki H., Matsuda S., Murakami A. 2006. Synthesis of wood-based epoxy resins and their mechanical and adhesive properties. *Journal of applied polymer science*, 102, 3: 2285-2292
- Kobayashi M., Asano T., Kajiyama M., Tomita B. 2004. Analysis on residue formation during wood liquefaction with polyhydric alcohol. *Journal of Wood Science*, 50: 407-414
- Kobayashi M., Hatano Y., Tomita B. 2001. Viscoelastic Properties of Liquefied Wood/Epoxy Resin and its Bond Strength. *Holzforschung*, 55: 667–671
- Kobayashi M., Tukamoto K., Tomita B. 2000. Application of Liquefied Wood to a New Resin System-Synthesis and Properties of Liquefied Wood/Epoxy Resins. *Holzforschung*, 54: 93–97
- Kranjec G. 2010. Strižna trdnost in trajnost spojev lepljenih z lepilom iz utekočinjenega lesa. Diplomski projekt. Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 56 str.
- Kunaver M., Medved S., Čuk N., Jasiukaityte E., Poljanšek I., Strnad T. 2010. Application of liquefied wood as a new particle board adhesive system. *Bioresource Technology*, 101, 4: 1361-1368
- Kurimoto Y., Doi S., Tamura Y. 1999. Species effects on woodliquefaction in polyhidric alcohols. *Holzforschung*, 53: 617-622
- Kurimoto Y., Takeda M., Doi S., Tamura Y., Ono H. 2001. Network structures and thermal properties of polyurethane films prepared from liquefied wood. *Bioresource technology*, 77, 1: 33-40
- Kurimoto Y., Takeda M., Koizumi A., Yamauchi S., Doi S., Tamura Y. 2000. Mechanical properties of polyurethane films prepared from liquefied wood with polymeric MDI. *Bioresource Technology*, 74: 150-157
- Lee S., Teramoto Y., Shiraishi N. 2002. Resol-type phenolic resin from liquefied phenolated wood and its application to phenolic foam. *Journal of applied polymer science*, 84, 3: 468-472
- Lin L., Yao Y., Yoshioka M., Shiraishi N. 1996. Molecular weights and molecular weight distributions of liquefied wood obtained by acid-catalysed phenolysis. *Journal of Applied Polymer Science*, 64, 2: 351-357

- Lin L., Yoshioka M., Yao Y., Shirashi N. 1994. Liquefaction of wood in the presence of phenol using phosphoric acid as a catalyst and the flow properties of the liquefied wood, *Journal of Applied Polymer Science*, 52: 1629-1636
- Lin L., Yoshioka M., Yao Y., Shirashi, N. 1995. Preparation and properties of phenolated wood phenol formaldehyde cocondensed resin, *Journal of Applied Polymer Science*, 58: 1297-1304
- Ma X. J., Zhao G. J. 2010. Preparation of carbon fibers from liquefied wood. *Wood science and technology*, 44, 1: 3-11
- Maldos D., Shirashi N. 1969. Liquefaction of wood in the presence of phenol using sodium hydroxide as a catalyst and some of its characterizations, *Polym.-Plast. Technol. Eng.*, 35, 6: 917-933
- Melamin. 2004. Meldur H97, tehnična dokumentacija
- Mikuljan M. 2008. Gorivo iz utekočinjenega lesa. Magistrsko delo. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta: 87 str.
- Mun S. P., Hassan E. M., Yoon T. H. 2001. Evaluation of organic sulfonic acids as catalyst during cellulose liquefaction using ethylene carbonate. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 7: 430-434
- Nonaka Y., Tomita B., Hatano Y. 1997. Synthesis of lignin/epoxy resins in aqueous systems and their properties, *Holzforschung*, 51: 193-187
- Pan H., Shupe T. F., Hse C. 2007. Characterization of liquefied wood residues from different liquefaction conditions. *Journal of Applied Polymer Science*, 105: 3739-3746
- Pipa R. 1997. Anatomija in tehnologija lesa. Ljubljana, Lesarska založba: 135 str.
- Pizzi A., Mittal K. L. 2003. *Handbook of adhesive technology*. M. Dekker, New York and Basel, 1024
- para-toluen sulfonska kislina. Wikipedia
http://en.wikipedia.org/wiki/P-Toluenesulfonic_acid (24. maj. 2013)
- Pu S., Shiraishi N. 1993. Liquefaction of wood without a catalyst I. Time course of wood liquefaction with phenols and effect of wood/phenol ratios. *Mokuzai Gakkaishi*, 39, 4: 446-452
- Resnik J. 1989. Lepila in lepljenje lesa. Biotehniška fakulteta, VTOZD za lesarstvo, Ljubljana: 103 str.

- Shirashi N., Onadera S., Ohtani M., Musumoto T. 1985. Dissolution of etherified or esterified wood into polyhydric alcohols or bisphenol A and their application in preparing wooden polymeric materials, *Mokuzai Gakkaishi*, 31, 5: 418-420
- Shirashi N., Yoshioka M. 1998. Liquefaction of wood and its application, *Sci. Technol. Polym. Adv. Mater.*, Proc. Int. Conf. Front. Polym. Adv. Mater., 4 th, Meeting Date 1997, 699-707. Edited by: Prasad, Paras N. Plenum: New York, 1998.
- SIST EN 12765. Razvrstitev duromernih lepil za les za nekonstrukcijsko uporabo. 2002: 1-8
- SIST EN 205. Lepila za les za nekonstrukcijsko uporabo – Ugotavljanje natezno strižne trdnosti spojev s preklopom. 2003: 1-13
- Šernek M. 2011. Okolju prijazni leseni lamelirani lepljenci. *Anali pazu*, 1, 1:84-87
- Šernek M. 2012. Lepila in lepljenje lesa; študijsko gradivo. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 118 str.
- Šernek M., Kariž M., Budija F., Petrič M., Ugovšek A. 2010. The strength and durability of novel adhesives using liquefied wood. V: *Ecowood: abstracts book*. Porto: Universidale Fernando Pessoa, 2010, 25
- Šernek M., Kutnar A. 2009. Aminoplastična lepila. *Les*, 61, 2: 47-53
- Šilc J. 2011. Vpliv sestave lepilne mešanice na osnovi utekočinjenega lesa na kakovost lepljenja termično modificiranega lesa. Diplomsko delo. Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 33 str.
- Tišler V. 2002. Utekočinjen les in njegova uporaba. *Les*, 54, 9: 281-284
- Ugovšek A. 2013. Utrjevanje utekočinjenega lesa in zgradba spoja pri lepljenem lesu. Doktorska disertacija. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta: 128
- Ugovšek A., Budija F., Kariž M., Šernek M. 2011. The influence of solvent content in liquefied wood and of the addition of condensed tannin on bonding quality. *Drvna Industrija*, 62, 2: 87-95
- Ugovšek A., Kariž M., Šernek M. 2010a. Bonding of beech wood with an adhesive mixture made of liquefied wood and phenolic resin, V: Nemeth R. and Teischinger A. (ur), Proceedings of the Hardwood Science and Technology - The 4th conference on hardwoodresearch and utilisation in Europe. Sopron, Hungary, 17-18 May 2010, 64- 68
- Ugovšek A., Kariž M., Šernek M. 2010b. Bonding of wood with adhesive mixtures made of liquefied wood combined with tannin or phenolic resin, V: Ristić R, Madarević M, Popović Z (ur.), Congress Abstracts of the “Future with forest” - First Serbian forestry congress. Beograd, Serbia, 11-13 November 2010, 263-264

Ugovšek A., Šernek M. 2009. Naravni materiali za izdelavo sodobnih lepil za les: tanin, lignin in utekočinjen les. Les, 61, 11-12: 451-458

Ugovšek A., Šernek M. 2011. Vpliv vrednosti pH utekočinjenega lesa na trdnost in trajnost zlepljenih spojev. Les, 63, 5: 232-237

Wei Y., Cheng F., Li H., Yu J. 2004. Synthesis and properties of polyurethane resins based on liquefied wood. Journal of Applied Polymer Science, 92: 351-356

Xiaojun M., Guangjie Z. 2010. Preparation of carbon fibers from liquefied wood. Wood Science and Technology, 44: 3-11

Xie H., Shi T. 2006. Wood liquefaction by ionic liquids. Holzforschung, 60: 509-512

Yamada T., Ono H. 1999. Rapid liquefaction of lignocellulosic waste by using ethylene carbonate. Bioresource Technology, 70: 61-67

Yamada T., Ono H. 2001. Characterization of the products resulting from ethylene glycol liquefaction of cellulose. Journal of Wood Science, 47: 458-464

Yao Y. G., Yoshioka M., Shiraishi N. 1995. Rigid polyurethane foams from combined liquefaction mixtures of wood and starch. Mokuzai Gakkaishi, 41, 7: 659-668

Yao Y. G., Yoshioka M., Shirashi N. 1994. Soluble properties of liquefied biomass prepared in organic solvents I. The soluble behaviour of liquefied biomass in various dilutents, Mokuzai Gakkaishi, 40, 2: 176-184

Žigon J. 2012. Utrjevanje lepilnih mešanic iz utekočinjenega lesa in urea-formaldehidnega lepila. Diplomski projekt. Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 49 str.

Žveplova (VI) kislina. Wikipedia

http://sl.wikipedia.org/wiki/%C5%BDveplova_kislina (24. maj. 2013)

ZAHVALA

Zahvaljujem se mentorju prof. dr. Milanu Šerneku za mentorstvo in vodenje pri izvedbi magistrske naloge.

Zahvaljujem se tudi doc. dr. Sergeju Medvedu za recenzijo.

Za pomoč v laboratoriju se zahvaljujem tudi sodelavcem s Katedre za lepljenje, lesne kompozite in obdelavo površin mag. Bogdanu Šegi, dr. Alešu Ugovšku ter mlademu raziskovalcu Matjažu Čopu.

Velika zahvala gre tudi mizarstvu Kunc in mizarstvu Piskar.

PRILOGE

Priloga A: Rezultati C1 trajnostnega razreda za bukove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)

Lepilna mešanica	$UL_{H_2SO_4}-100/MUF-0$		$UL_{H_2SO_4}-90/MUF-10$		$UL_{H_2SO_4}-50/MUF-50$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90$		$UL-0/MUF-100+AF$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	3,4	100	2,3	0	7,0	0	11,1	100	11,9	100	12,9	100
2	2,3	100	4,0	0	7,5	5	11,3	100	10,0	100	15,9	100
3	3,9	100	4,7	0	6,7	0	10,6	100	10,9	100	11,5	100
4	4,0	100	3,7	0	7,3	0	8,2	100	10,3	100	13,1	100
5	3,5	100	2,4	0	8,3	10	11,2	100	11,8	100	12,8	100
6	6,8	100	3,8	0	10,8	10	10,9	100	10,7	100	10,9	100
7	7,7	100	3,6	0	11,3	100	12,2	100	13,6	100	13,2	100
8	7,4	100	3,3	0	11,8	100	12,8	100	11,5	100	10,5	100
9	5,5	100	3,8	0	6,7	5	11,2	100	11,7	100	12,7	100
10	5,8	100	3,4	0	8,8	10	8,0	100	9,8	100	12,8	100
Povprečje	5,0	100	3,5	0	8,6	24	10,7	100	11,2	100	12,6	100

Priloga B: Rezultati C1 trajnostnega razreda za bukove preskušance (UL_{pTSA}/MUF)

Lepilna mešanica	$UL_{pTSA}-100/MUF-0$		$UL_{pTSA}-90/MUF-10$		$UL_{pTSA}-50/MUF-50$		$UL_{pTSA}-10/MUF-90$		$UL-0/MUF-100+AF$		$UL_{pTSA}-10/MUF-90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	2,7	0	1,6	0	7,8	100	7,8	100	11,9	100	13,8	100
2	2,2	0	1,8	5	7,9	0	9,2	100	10,0	100	13,9	90
3	2,5	0	1,8	0	9,1	0	9,2	100	10,9	100	13,4	100
4	2,0	0	1,7	0	9,5	0	9,7	100	10,3	100	12,5	100
5	3,2	0	2,5	0	7,1	0	9,1	100	11,8	100	13,1	100
6	3,5	0	2,3	0	6,1	0	12,0	100	10,7	100	13,4	100
7	2,6	0	2,8	0	6,9	5	11,3	100	13,6	100	13,3	100
8	1,0	0	3,7	5	8,8	5	10,4	100	11,5	100	11,6	100
9	3,7	0	2,7	0	10,4	100	10,8	100	11,7	100	11,5	100
10	2,4	20	2,5	0	7,8	0	11,3	100	9,8	100	13,9	100
Povprečje	2,6	2	2,3	1	8,1	21	10,1	100	11,2	100	13,0	99

Priloga C: Rezultati C1 trajnostnega razreda za gabrove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)

Lepilna mešanica	$UL_{H_2SO_4}-100/MUF-0$		$UL_{H_2SO_4}-90/MUF-10$		$UL_{H_2SO_4}-50/MUF-50$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90$		$UL_{H_2SO_4}-0/MUF-100+AF$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	6,4	85	0	0	7,2	0	10,0	100	11,6	100	12,8	100
2	2,3	25	0	0	9,6	0	11,4	100	11,4	100	12,0	5
3	6,2	100	0	0	6,8	0	11,7	100	13,4	95	12,9	100
4	4,8	75	0	0	8,1	0	9,9	100	11,7	100	11,8	100
5	4,0	5	0	0	7,5	35	11,0	100	9,3	100	10,4	100
6	3,6	15	0	0	10,2	10	12,2	100	8,5	100	12,5	100
7	3,6	60	0	0	8,9	10	10,5	100	12,3	95	12,2	100
8	5,6	25	0	0	2,6	0	11,8	100	11,0	100	13,0	100
9	2,8	0	0	0	5,4	0	10,9	100	12,1	100	11,2	100
10	4,8	85	0	0	4,5	0	10,1	100	14,8	100	11,1	100
Povprečje	4,4	48	0	0	7,1	6	11,0	100	11,6	99	12,0	91

Priloga D: Rezultati C2 trajnostnega razreda za bukove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)

Lepilna mešanica	$UL_{H_2SO_4}-100/MUF-0$		$UL_{H_2SO_4}-90/MUF-10$		$UL_{H_2SO_4}-50/MUF-50$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90$		$UL-0/MUF-100+AF$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	0	0	0	0	3,7	0	8,9	100	6,2	100	8,6	100
2	0	0	0	0	3,4	0	6,6	100	6,5	100	-	-
3	0	0	0	0	1,1	0	8,4	100	6,2	100	9,2	100
4	0	0	0	0	2,7	0	8,8	100	6,7	100	7,8	100
5	0	0	0	0	2,0	0	7,3	100	6,5	100	6,6	100
6	0	0	0	0	6,4	15	9,3	100	7,3	90	6,0	100
7	0	0	0	0	4,0	0	9,9	60	7,4	100	7,6	100
8	0	0	0	0	1,9	0	9,4	100	6,6	100	8,1	100
9	0	0	0	0	5,2	0	8,4	100	8,6	90	7,1	100
10	0	0	0	0	5,9	5	6,6	100	7,6	100	7,8	100
Povprečje	0	0	0	0	3,6	2	8,3	96	7,0	98	7,6	100

Oznaka » - « pomeni, da je prišlo pri testiranju preskušanca na testirnem stroju do napake, zato vrednost ni podana.

Priloga E: Rezultati C2 trajnostnega razreda za bukove preskušance (UL_{pTSA}/MUF)

Lepilna mešanica	UL _{pTSA} -100/MUF-0		UL _{pTSA} -90/MUF-10		UL _{pTSA} -50/MUF-50		UL _{pTSA} -10/MUF-90		UL-0/MUF-100+AF		UL _{pTSA} -10/MUF-90+AF	
Št. preskušanca	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	0	0	0	0	1,3	0	6,6	100	6,2	100	7,2	100
2	0	0	0	0	1,4	0	5,8	100	6,5	100	9,2	100
3	0	0	0	0	0	0	5,8	100	6,2	100	6,7	100
4	0	0	0	0	0,8	0	6,1	100	6,7	100	7,5	100
5	0	0	0	0	1,0	0	6,3	100	6,5	100	7,2	100
6	0	0	0	0	3,6	0	8,0	100	7,3	90	8,6	100
7	0	0	0	0	4,7	5	7,9	100	7,4	100	7,3	100
8	0	0	0	0	2,5	0	8,3	100	6,6	100	8,3	100
9	0	0	0	0	4,4	5	8,2	100	8,6	90	8,8	100
10	0	0	0	0	2,4	0	8,2	100	7,6	100	6,7	100
Povprečje	0	0	0	0	2,2	1	7,1	100	7,0	98	7,7	100

Priloga F: Rezultati C2 trajnostnega razreda za gabrove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)

Lepilna mešanica	UL _{H₂SO₄} -100/MUF-0		UL _{H₂SO₄} -90/MUF-10		UL _{H₂SO₄} -50/MUF-50		UL _{H₂SO₄} -10/MUF-90		UL _{H₂SO₄} -0/MUF-100+AF		UL _{H₂SO₄} -10/MUF-90+AF	
Št. preskušanca	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f _v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	0	0	0	0	1,9	0	10,1	100	7,4	100	10,8	70
2	0	0	0	0	0	0	9,1	50	8,0	100	10,6	95
3	0	0	0	0	1,7	0	6,1	100	7,4	100	10,1	80
4	0	0	0	0	*7,1	*0	10,3	70	8,9	85	8,7	20
5	0	0	0	0	1,9	0	7,9	100	10,7	100	8,2	100
6	0	0	0	0	2,9	0	7,9	100	9,3	100	8,6	95
7	0	0	0	0	0	0	6,6	100	8,1	100	7,6	100
8	0	0	0	0	3,2	0	7,2	100	6,1	85	8,0	100
9	0	0	0	0	0	0	8,1	100	7,6	100	8,1	100
10	0	0	0	0	0	0	6,9	100	5,9	85	7,1	100
Povprečje	0	0	0	0	1,3	0	8,0	92	7,9	96	8,8	86

Vrednosti, ki sta označeni z znakom » * « ter rumenim ozadjem sta osamelca, ter nista vključena v izračun povprečja.

Priloga G: Rezultati C3 trajnostnega razreda za bukove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)

Lepilna mešanica	$UL_{H_2SO_4}-100/MUF-0$		$UL_{H_2SO_4}-90/MUF-10$		$UL_{H_2SO_4}-50/MUF-50$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90$		$UL-0/MUF-100+AF$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	0	0	0	0	1,8	0	6,9	100	6,2	100	12,4	100
2	0	0	0	0	2,5	0	8,1	100	7,1	100	7,2	100
3	0	0	0	0	1,2	0	7,7	100	6,5	100	-	-
4	0	0	0	0	0	0	8,2	100	6,9	100	8,4	100
5	0	0	0	0	1,1	0	6,2	100	6,1	100	7,0	100
6	0	0	0	0	4,4	0	7,4	100	6,7	100	8,3	100
7	0	0	0	0	4,1	0	5,4	100	6,4	100	8,3	100
8	0	0	0	0	3,0	0	10,1	30	7,5	100	7,3	75
9	0	0	0	0	4,1	5	8,2	100	7,9	100	8,4	100
10	0	0	0	0	3,7	0	10,1	100	6,6	100	6,6	100
Povprečje	0	0	0	0	2,6	1	7,8	93	6,8	100	8,2	97

Oznaka » - « pomeni, da je prišlo pri testiranju preskušanca na testirnem stroju do napake, zato vrednost ni podana.

Priloga H: Rezultati C3 trajnostnega razreda za bukove preskušance (UL_{pTSA}/MUF)

Lepilna mešanica	$UL_{pTSA}-100/MUF-0$		$UL_{pTSA}-90/MUF-10$		$UL_{pTSA}-50/MUF-50$		$UL_{pTSA}-10/MUF-90$		$UL-0/MUF-100+AF$		$UL_{pTSA}-10/MUF-90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	0	0	0	0	4,3	0	6,0	100	6,2	100	8,6	100
2	0	0	0	0	3,4	5	6,1	100	7,1	100	7,2	100
3	0	0	0	0	0	0	5,3	100	6,5	100	8,9	100
4	0	0	0	0	1,8	0	6,3	100	6,9	100	8,0	100
5	0	0	0	0	3,1	5	6,7	100	6,1	100	7,4	100
6	0	0	0	0	4,6	0	7,8	100	6,7	100	7,7	100
7	0	0	0	0	5,1	5	8,1	100	6,4	100	7,2	100
8	0	0	0	0	5,4	0	8,0	100	7,5	100	8,7	100
9	0	0	0	0	4,3	0	7,2	100	7,9	100	7,5	100
10	0	0	0	0	5,6	0	7,1	100	6,6	100	6,3	100
Povprečje	0	0	0	0	3,7	2	6,9	100	6,8	100	7,8	100

Priloga I: Rezultati C3 trajnostnega razreda za gabrove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)

Lepilna mešanica	$UL_{H_2SO_4} \cdot 100/MUF \cdot 0$		$UL_{H_2SO_4} \cdot 90/MUF \cdot 10$		$UL_{H_2SO_4} \cdot 50/MUF \cdot 50$		$UL_{H_2SO_4} \cdot 10/MUF \cdot 90$		$UL_{H_2SO_4} \cdot 0/MUF \cdot 100+AF$		$UL_{H_2SO_4} \cdot 10/MUF \cdot 90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	0	0	0	0	0	0	8,0	90	7,6	85	8,4	95
2	0	0	0	0	0	0	7,2	100	7,2	100	10,0	45
3	0	0	0	0	0	0	8,2	100	9,6	10	9,1	90
4	0	0	0	0	0	0	7,2	100	7,9	100	9,5	100
5	0	0	0	0	0	0	9,0	100	7,4	100	8,6	80
6	0	0	0	0	0	0	8,6	70	8,9	100	9,2	100
7	0	0	0	0	0	0	8,4	100	8,1	65	4,3	70
8	0	0	0	0	0	0	9,1	80	8,1	85	6,7	100
9	0	0	0	0	0	0	6,0	30	8,7	80	7,9	95
10	0	0	0	0	0	0	9,0	50	10,3	50	7,7	100
Povprečje	0	0	0	0	0	0	8,1	82	8,4	78	8,1	88

Priloga J: Rezultati C4 trajnostnega razreda za bukove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)

Lepilna mešanica	$UL_{H_2SO_4} \cdot 100/MUF \cdot 0$		$UL_{H_2SO_4} \cdot 90/MUF \cdot 10$		$UL_{H_2SO_4} \cdot 50/MUF \cdot 50$		$UL_{H_2SO_4} \cdot 10/MUF \cdot 90$		$UL \cdot 0/MUF \cdot 100+AF$		$UL_{H_2SO_4} \cdot 10/MUF \cdot 90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	0	0	0	0	0	0	5,6	100	6,0	90	3,9	5
2	0	0	0	0	0	0	5,4	5	7,5	90	-	-
3	0	0	0	0	0	0	7,2	100	6,1	100	3,9	10
4	0	0	0	0	0	0	6,2	90	6,3	15	2,2	20
5	0	0	0	0	0	0	-	-	5,7	100	7,8	70
6	0	0	0	0	0	0	-	-	6,8	85	5,4	25
7	0	0	0	0	0	0	-	-	6,5	100	5,5	40
8	0	0	0	0	0	0	-	-	6,7	70	5,5	25
9	0	0	0	0	0	0	-	-	6,5	100	5,2	40
10	0	0	0	0	0	0	-	-	6,6	75	4,2	10
Povprečje	0	0	0	0	0	0	6,1	74	6,5	83	4,9	27

Oznaka » - « pomeni, da je prišlo pri testiranju preskušanca na testirnem stroju do napake, zato vrednost ni podana. Pri lepilni mešanici $UL_{H_2SO_4} \cdot 10/MUF \cdot 90$ so se testirali samo širje preskušanci. Ker vsi širje preskušanci močno presegajo minimalne trdnostne zahteve (4 N/mm²), smo jih vključili med rezultate, saj sklepamo da bi tudi ostalih šest preskušancev presegali minimalne trdnostne zahteve.

Priloga K: Rezultati C4 trajnostnega razreda za bukove preskušance (UL_{pTSA}/MUF)

Lepilna mešanica	$UL_{pTSA}-100/MUF-0$		$UL_{pTSA}-90/MUF-10$		$UL_{pTSA}-50/MUF-50$		$UL_{pTSA}-10/MUF-90$		$UL-0/MUF-100+AF$		$UL_{pTSA}-10/MUF-90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	0	0	0	0	0	0	5,6	90	6,0	90	4,8	60
2	0	0	0	0	0	0	6,2	100	7,5	90	7,3	60
3	0	0	0	0	0	0	5,6	100	6,1	100	5,0	55
4	0	0	0	0	0	0	5,2	100	6,3	15	6,2	50
5	0	0	0	0	2,1	0	5,5	100	5,7	100	7,1	75
6	0	0	0	0	0,5	0	7,3	95	6,8	85	6,0	25
7	0	0	0	0	1,8	0	7,1	90	6,5	100	6,2	35
8	0	0	0	0	3,2	0	6,3	70	6,7	70	6,8	30
9	0	0	0	0	2,3	0	6,3	100	6,5	100	6,4	100
10	0	0	0	0	-	-	7,5	95	6,6	75	7,0	45
Povprečje	0	0	0	0	1,1	0	6,3	94	6,5	83	6,3	54

Oznaka » - « pomeni, da je prišlo pri testiranju preskušanca na testirnem stroju do napake, zato vrednost ni podana.

Priloga L: Rezultati C4 trajnostnega razreda za gabrove preskušance ($UL_{H_2SO_4}/MUF$)

Lepilna mešanica	$UL_{H_2SO_4}-100/MUF-0$		$UL_{H_2SO_4}-90/MUF-10$		$UL_{H_2SO_4}-50/MUF-50$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90$		$UL_{H_2SO_4}-0/MUF-100+AF$		$UL_{H_2SO_4}-10/MUF-90+AF$	
Št. preskušanca	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]	f_v [N/mm ²]	Lom po lesu [%]
1	0	0	0	0	0	0	3,7	0	4,8	0	1,3	0
2	0	0	0	0	0	0	4,5	0	4,8	0	0,6	0
3	0	0	0	0	0	0	4,5	0	4,3	0	2,4	10
4	0	0	0	0	0	0	5,0	0	7,1	60	3,1	0
5	0	0	0	0	0	0	4,1	0	5,7	0	3,1	0
6	0	0	0	0	0	0	3,9	0	5,7	5	2,5	0
7	0	0	0	0	0	0	6,5	0	3,8	0	5,1	0
8	0	0	0	0	0	0	4,5	0	5,6	0	1,8	0
9	0	0	0	0	0	0	5,5	0	6,0	0	*0,1	*0
10	0	0	0	0	0	0	2,4	0	4,2	0	2,4	0
Povprečje	0	0	0	0	0	0	4,5	0	5,2	7	2,5	1

Vrednosti, ki sta označeni z znakom »*« ter rumenim ozadjem sta osamelca, ter nista vključena v izračun povprečja.

Priloga M: Meldur H97, tehnična dokumentacija



Certified Quality System
SIQ
ISO 9001:2000, No. Q-069
ISO 14001:1996, No. E-071



Datum: 1.4.2004
Stran: 1/1

MELDUR H97
melaminsko-sečninsko-formaldehidno lepilo

MELDUR H97 se uporablja za termično lepljenje jelovega in bukovega lesa za vodooodporne izdelke E-1 emisijskega razreda. Prav tako je primeren v proizvodnem procesu, kjer imajo pred termičnim stiskanjem tudi hladno predstiskanje.

Fizikalno kemične lastnosti

Videz:	mlečno bela tekočina
Suha snov:	63 ± 2 %
Viskoznost (DIN EN ISO 2431 φ4, 20 °C):	80 - 200 sekund
Prosti formaldehid:	max. 0,5 %
pH:	9,2 - 9,5
Stabilnost pri 20 °C:	2 meseca

Način uporabe

MELDUR H97:	100 delov
Ržena moka:	5-7 delov
Katalizator:	((NH ₄ Cl) 1 del ali (NH ₄) ₂ SO ₄ 2-3 dele)

Vse naštete komponente zasujemo v mešalno posodo in mešamo z električnim mešalcem 15 do 20 minut. Tako pripravljena leplilna mešanica je stabilna pri 20 °C 8 ur. Priporočamo dodajanje katalizatorja v prahu, ker z dodatkom raztopine mešanici znižujemo viskoznost, ki jo uravnavamo z dodatkom polnila (moke), s tem pa lahko poslabšamo vodooodpornost zlepilencev.

Nanos lepila naj bi bil 180 - 250 g/m², pri lepljenju furnirja na iverne plošče pa naj bi bil nanos od 100 - 200 g/m². Vlaga lesa naj bi bila med 6 in 12 %. Preveč suh oz. preveč vlažen les lahko povzroči nepravilnosti pri lepljenju. Pri visokofrekvenčnem lepljenju je potrebno povečati količino katalizatorja, ki pa jo je potrebno optimizirati.

Pogoji za utrijevanja lepila:

Temperatura:	125 - 135°C
Pritisak:	1,8 - 2,5 N/mm ²
Odprtih čas (pri 25°C):	15 - 30 minut
Čas:	odvisno od debeline $\frac{1 \text{ min} / 1 \text{ mm}}{2} + \text{osnovni čas (4 min)}$

Recepture so okvirne in neobvezne.

Transport, skladiščenje, embaliranje, obstoinost

Lepilo MELDUR H97 polnimo v izolirane 1000 in 2500 kg plastične kontejnerje. Transport pa je možen tudi z avtocisternami. Lepilo mora biti skladiščeno pri temperaturi od 10 do 25 °C. Pri temperaturi nižji od 10°C pride lahko do odsedanja lepila iz raztopine. Pri 20 °C je MELDUR H97 obstojen 2 meseca.

Navodilo za varno delo

MELDUR H97 vedno vsebuje nekaj prostega formaldehida. Ta se pri lepljenju sprošča kot plin, ki draži sluznico in občutljivo kožo ter lahko pri občutljivih ljudeh povzroči neprijetna vnetja. Temu se lahko izognemo s prezračevanjem prostorov, rednim umivanjem rok, uporabo zaščitnih krem in zaščitnih sredstev (rokavice, predpasniki). Če pride do razlitja manjših količin izpiramo MELDUR H97 z veliko količino vode, pri večjih količinah pa absorbiramo na žagovino.