

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Simon DRLINK
Rok MAROLT

**VPLIV MODIFIKACIJE POLIAKRILATNEGA
VEZIVA NA LASTNOSTI UTRJENEGA PREMAZA**

DIPLOMSKO DELO

Visokošolski strokovni študij - 1. stopnja

Ljubljana, 2016

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Simon DRLINK
Rok MAROLT

**VPLIV MODIFIKACIJE POLIAKRILATNEGA VEZIVA NA
LASTNOSTI UTRJENEGA PREMAZA**

DIPLOMSKO DELO
Visokošolski strokovni študij - 1. stopnja

**EFFECT OF MODIFICATION OF A POLIACRYLATE BINDER ON
PROPERTIES OF A CURED COATING**

B. SC. THESIS
Professional Study Programmes

Ljubljana, 2016

Diplomsko delo je zaključek Visokošolskega strokovnega študija Tehnologije lesa in vlaknatih kompozitov – 1. stopnja. Delo je bilo izvedeno na Katedri za lepljenje, lesne kompozite in obdelavo površin.

Senat Oddelka za lesarstvo je za mentorja diplomskega dela imenoval prof. dr. Marka Petriča, za somentorja dr. Matjaža Pavliča in za recenzentko doc. dr. Ido Poljanšek.

Komisija za oceno in zagovor:

Predsednik:

Član:

Član:

Datum zagovora:

Podpisana izjavjava, da je naloga rezultat najinega lastnega dela. Izjavjava, da je elektronski izvod identičen tiskanemu. Na univerzo neodplačno, neizključno, prostorsko in časovno neomejeno prenašava pravici shranitve avtorskega dela v elektronski obliki in reproduciranja ter pravico omogočanja javnega dostopa do avtorskega dela na svetovnem spletu preko Digitalne knjižnice Biotehniške fakultete.

Simon Drlink
Rok Marolt

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

ŠD	Dv1
DK	UDK 674.07
KG	poliakrilatno vezivo/modifikacija s silani/premazi za les/lastnosti premazov/umetno pospešeno staranje
AV	DRLINK, Simon, MAROLT, Rok
SA	PETRIČ, Marko (mentor) /PAVLIČ, Matjaž (somentor) /POLJANŠEK, Ida (recenzentka)
KZ	SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VIII/34
ZA	Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo
LI	2016
IN	VPLIV MODIFIKACIJE POLIAKRILATNEGA VEZIVA NA LASTNOSTI UTRJENEGA PREMAZA
TD	Diplomski delo (Visokošolski strokovni študij - 1. stopnja)
OP	IX, 58 str., 13 pregl., 39 sl., 30 vir.
IJ	sl
JI	sl/en
AI	Namen diplomskega dela je bil razvoj cenovno ugodnega poliakrilatnega veziva in lesnih premazov, ki imajo visoko zaščitno učinkovitost. Raziskovali smo tudi lastnosti obstoječih vodoobojnih premazov, ki vsebujejo silane. Modificirane smole na osnovi poliakrilata bi predstavljale cenovno ugodnejše izhodišče za osnovno surovino za vezivo, ki bi bila kakovostnejša. Raziskovali smo modifikacijo nizkocenovnih surovin, ki vsebujejo silane, vključno z ovrednotenjem pogojev modifikacije ter kemičnih in reoloških sprememb silaniziranih smol. Dokazali smo, da je modifikacija poliakrilatnih smol s silani možna in da jih lahko uporabljamo kot veziva za izdelavo površinskih premazov, ki so dovolj kvalitetni za zaščito lesa v zunanjih pogojih. V okviru laboratorijskega dela smo izvedli meritve, na osnovi katerih smo primerjali testirane površinske premaze pred umetnim pospešenim staranjem in po njem. Vzorcem smo po standardnih in nestandardnih metodah določili izbrane lastnosti. Ugotovili smo, da je silaniziranje možno, najboljše lastnosti pa smo dosegli s smolo 98, s katero smo tudi izvedli večino meritev. Dokazali smo, da dodajanje silana v večini primerov pomeni boljšo kvaliteto premaza.

KEY WORDS DOCUMENTATION

ND Dv1
DC UDC 674.07
CX polyacrylate binder/modification with silanes/wood coatings/properties of coatings/artificial accelerated weathering
AU DRLINK, Simon, MAROLT, Rok
AA PETRIČ, Marko (supervisor) /PAVLIČ, Matjaž (co-supervisor) /POLJANŠEK, Ida (reviewer)
PP SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VIII/34
PB University of Ljubljana, Biotechnical Faculty, Department of Wood Science and Technology
PY 2016
TY EFFECT OF MODIFICATION OF A POLIACRYLATE BINDER ON PROPERTIES OF A CURED COATING
DT B. Sc. Thesis (Professional Study Programmes)
NO IX, 58 p., 13 tab., 39 fig., 30 ref.
LA sl
AL sl/en
AB The aim of this project was the development of a cheap polyacrylate binder and wood coatings with a high protective efficiency. We also researched the properties of existing water repellent coatings, which contain silanes. Modified resins, based on a polyacrylate, would represent a more affordable starting point for the basic raw material for a binder, which would be of a higher quality. We also studied modification of low-cost raw materials which contain silanes, including evaluation of modification conditions, as well as chemical and rheological changes of the silanised resins. We have shown that the modification of the polyacrylate resin with silanes is possible and that such resins could be used as binders for the production of surface coatings, which are of a sufficient quality to protect wood in outdoor conditions. In the laboratory we carried out the measurements, with the purpose of the comparison of the tested surface coatings before and after artificial accelerated ageing. The properties of the samples were determined in accordance with the standard and non-standard methods. We found out, that it is possible to silanise the resins. We achieved the best results with the resin 98, with the majority of measurements was carried out. We demonstrated that the addition of a silane in most cases leads to the higher quality of the coating.

KAZALO VSEBINE

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA	3
KAZALO VSEBINE	5
KAZALO SLIK	7
KAZALO PREGLEDNIC	9
1 UVOD	1
1.1 DELOVNE HIPOTEZE	1
1.2 CILJI NALOGE.....	1
2 PREGLED OBJAV	2
2.1 TRAJNOST IN ZAŠČITA LESA	2
2.2 PREMAZI.....	2
2.2.1 Delitev premazov	2
2.2.2 Vodni laki.....	4
2.3 POLIAKRILATNA VEZIVA	5
2.4 SILANI	6
2.4.1 Uporaba in modifikacija silanov	6
3 MATERIALI IN METODE	9
3.1 HIDROLIZA SILANOV	9
3.2 MODIFIKACIJA VEZIV (SMOL) S SILANI	9
3.3 MERITVE VISKOZNOSTI Z BROOKFIELDOVIM VISKOZIMETROM	10
3.4 DOLOČANJE VREDNOSTI PH	10
3.5 MODIFIKACIJA SMOLE V	10
3.6 MODIFIKACIJA SMOL D2 IN L3	16
3.7 MODIFIKACIJA SMOLE 98	18
3.8 DOLOČANJE TRDOTE Z METODO PO KÖNIGU.....	20
3.9 NANOS PREMAZOV NA LESENE PODLAGE	21
3.10 MERJENJE DEBELINE SUHEGA FILMA,	22
3.11 DOLOČANJE ODPORNOSTI PROTI RAZENJU.....	22
3.12 DOLOČANJE OPRIJEMNOSTI.....	23
3.13 DOLOČANJE BARVE	24
3.13.1 Sistem CIELAB	24
3.14 DOLOČANJE SIJAJA.....	25
3.15 DOLOČANJE ODPORNOSTI PROTI HLADNIM TEKOČINAM	26
3.16 DOLOČANJE STIČNEGA KOTA	26

3.17	UMETNO POSPEŠENO STARANJE (UPS)	27
4	Rezultati in razprava.....	29
4.1	TRDOTA	29
4.2	KOLIČINA MOKREGA NANOSA PRIPRAVKOV.....	30
4.3	DEBELINA SUHEGA FILMA.....	31
4.4	ODPORNOST PROTI RAZENJU	32
4.5	OPRIJEMNOST	33
4.6	ODPORNOST UTRJENIH FILMOV PROTI HLADNIM TEKOČINAM.....	35
4.7	STIČNI KOT VODE	36
4.8	VPLIV UMETNEGA POSPEŠENEGA STARANJA NA BARVO	38
4.9	VPLIV UMETNEGA POSPEŠENEGA STARANJA NA SIJAJ.....	40
5	SKLEPI	42
6	POVZETEK.....	43
7	VIRI	45

ZAHVALA

KAZALO SLIK

Slika 1: Vrste premazov (Kričej, 2008a).....	3
Slika 2: Zgradba premazov (Kričej, 2008a).....	4
Slika 3: Molekula SiH ₄ (Yambo tutorial, 20016).....	6
Slika 4: Potek postopka sol-gel	7
Slika 5: Premazni sistem, nanesen s tehniko sol-gel (Gholamiyan in sod.,2015)	8
Slika 6: Pripravljena hidrolizirana silana	9
Slika 7: Merjenje vrednosti pH	10
Slika 8: Merjenje viskoznosti z viskozimetrom	11
Slika 9: Mešanje hidroliziranega silana in smole.....	11
Slika 10: Viskoznosti v odvisnosti od časa reakcije silaniziranja smole V in od koncentracije dodanega silana GLYMO	12
Slika 11: pH v odvisnosti od časa reakcije silaniziranja smole V in od koncentracije dodanega silana GLYMO	14
Slika 12: Nanos tekočega pripravka z nanašalcem	16
Slika 13: Sveže nanešen pripravek s smolo D2.....	17
Slika 14: Pripravek s smolo D2 med sušenjem	17
Slika 15: Krčenje filma in njegova neenakomerna debelina zaradi previsoke površinske napetosti	17
Slika 16: Enakomerno debel, gladek in utrjen film pripravka s silanizirano smolo 98 brez dodanega silana.....	18
Slika 17: Viskoznost pripravkov s smolo 98, v odvisnosti od časa silaniziranja in od koncentracije . silana v reakcijski zmesi	19
Slika 18: vrednosti pH pripravkov s smolo 98, v odvisnosti od časa silaniziranja in od koncentracije silana v reakcijski zmesi	20
Slika 19: Pendulum Damping Tester (Kričej, 2008c)	21
Slika 20: Sveže nanesen pripravek smole 98 na podlagi iz bukovine.....	21
Slika 21: Mikroskop Olympus SZH (Kričej, 2008b)	22
Slika 22: Svinčnik za testiranje odpornosti proti razenju (Pavlič, 2016)	23
Slika 23: Shematski prikaz pečata na površini filma za določanje oprijemnosti (Pavlič, 2003)....	23
Slika 24: Sveže prilepljen pečat	24
Slika 25: CIELAB sistem (Kričej, 2008b)	25
Slika 26: instrument za merjenje sijaja X-Rite AcuGloss TRI.....	25
Slika 27: Kontaktni kot (Gillis, 2006).....	27
Slika 28: Vzorci med izpostavitvijo umetnemu pospešenemu staranju	28
Slika 29: Čas iznihanja nihala	30
Slika 30: Prikaz merjenja debeline filma s pomočjo lupe	32
Slika 31: Grafični prikaz oprijemne trdnosti.....	33
Slika 32: Preizkušanci po že opravljenih meritvah določanja oprijemnosti.....	34
Slika 33: Adhezijski tip loma	34
Slika 34: Način testiranja odpornosti filma proti hladnim tekočinam.....	35
Slika 35: Povprečne vrednosti stičnih kotov vode na nestaranih in staranih preizkušancih	37

Slika 36: Stični koti vode pri 35. sekundi merjenja	38
Slika 37: Kolorimeter X-RITE SP 62 med meritvijo.....	39
Slika 38: Grafični prikaz sprememb barvnih parametrov zaradi izpostavitve preizkušancev umetnemu pospešenemu staranju	40
Slika 39: Izguba sijaja zaradi staranja v odvisnosti od deleža silana v premaznem sredstvu	41

KAZALO PREGLEDNIC

Preglednica 1: Časovna odvisnost viskoznosti med reakcijo modifikacije smole V s silanom GLYMO, pri različnih koncentracijah hidroliziranega silana v zmesi.....	11
Preglednica 2: Vrednost pH v odvisnosti od časa reakcije silaniziranja smole V in od koncentracije dodanega silana GLYMO.....	13
Preglednica 3: Deleži suhe snovi v vzorcih s silanizirano smolo V.....	15
Preglednica 4: Vrste sijaja (Kričej 2008b)	25
Preglednica 5: Trdota utrjenih pripravkov z modificirano smolo 98, pri filmih z nazivnima debelinama nanosa 120 µm in 240 µm	29
Preglednica 6: Količina nanosa premaznega sistema.....	31
Preglednica 7: Debeline utrjenih filmov	32
Preglednica 8: Rezultati določanja odpornosti proti razenju na nestaranih vzorcih in na vzorcih, ki so bili izpostavljeni umetnemu pospešenemu staranju.....	33
Preglednica 9: Oprijemna trdnost filma [MPa] v odvisnosti od deleža silana v pripravku.....	34
Preglednica 10 Ocene poškodb zaradi izpostavitve filmov hladnim tekočinam	35
Preglednica 11: Barvni parametri pred staranjem in po njem	38
Preglednica 12: Sprememba barve zaradi izpostavitve umetnemu pospešenemu staranju	39
Preglednica 13: Sijaj nestaranih in staranih vzorcev.....	41

1 UVOD

(Avtorja: Simon Drlink in Rok Marolt)

Kvaliteta veziva močno vpliva na kakovost in trajnost premazov za eksterier in prav tako na mehanske lastnosti premazov za interier, vendar so premazi z visoko kvalitetnimi vezivi zelo dragi. Zato slovenski proizvajalec premazov razvija nova poliakrilatna veziva z modifikacijo cenovno ugodnih smol, za konkurenčne premaze za eksterier z visoko zaščitno učinkovitostjo. Uvajajo tudi nove premaze na osnovi tehnologije sol-gel, ki vsebujejo silane. Potrebno bo preveriti učinkovitost in trajnost novih premazov oz. njihovo odpornost proti vremenskim vplivom in mehanskim poškodbam.

1.1 DELOVNE HIPOTEZE

(Avtorja: Simon Drlink in Rok Marolt)

Pričakujemo, da bodo lastnosti novih premazov boljše od lastnosti klasičnih premazov za les z nemodificiranimi vezivi in da bo vsaj eden izmed novo razvitih testiranih premaznih sistemov zadovoljeval kriterijem pričakovane odpornosti proti vremenskim vplivom in mehanskim obremenitvam.

1.2 CILJI NALOGE

(Avtorja: Simon Drlink in Rok Marolt)

Rok Marolt se bo osredotočil na naslednje cilje: Trajnost komercialnih in novih premazov bomo testirali s simulacijo izpostavitve vremenskim vplivom, z metodo umetnega pospešenega staranja. Nove premaze bomo modificirali s silanom, in predvidevamo, da bomo dobili boljšo akrilno smolo. Načrtovana modifikacija bo izboljšala lastnosti smole in bo s primerljivimi smolami na tržišču dosegala nižjo ceno. Odpornost novih premazov proti vremenskim vplivom bomo ocenjevali z vidika estetskih (barva, sijaj) in hidrofobnih lastnosti. Proizvajalec premaznih sistemov bo dobil povratno informacijo, na podlagi katere bo lahko optimiral sestavo le-teh.

Simon Drlink bo osredotočen na naslednje cilje: Trajnost komercialnih in novih premazov bomo določali z različnimi testnimi metodami in primerjali mehanske/fizikalne lastnosti glede na debelino filma in delež silana v premazu, vrednost pH in viskoznost premaza. Proizvajalcu bomo poslali povratne informacije, na podlagi katerih bo lahko optimiral sestavo premazov in še dodatno izboljšal njihove lastnosti.

2 PREGLED OBJAV

2.1 TRAJNOST IN ZAŠČITA LESA

(Avtorja: Simon Drlink in Rok Marolt)

Les za uporabo v eksterieru je pogosto izpostavljen soncu, dežju, temperaturnim spremembam in vetru. Zaradi teh dejavnikov les začne slej kot prej propadati, če ni pravilno zaščiten. Da bi te neželene spremembe čim bolj preprečili, moramo les zaščititi z različnimi premaznimi sredstvi. Les, ki je izpostavljen zunanjim pogojem, običajno najprej zaščitimo z impregnacijo, ki zagotavlja zaščito pred insekti in glivami, kar lesu ohranja mehanske lastnosti. Z ustrezeno impregnacijo lesu povečamo odpornost in ustrezeno podaljšamo življenjsko dobo.

Kemična zaščita s premazi na vodni ali topilni osnovi na površini lesa tvori premazni film, ki je vodoodbojen in ščiti les pred UV (ultravijoličnimi) žarki, površini daje dodatno trdoto, poleg izboljšanih mehanskih lastnosti pa lesu daje tudi želeni estetski izgled.

2.2 PREMAZI

(Avtorja: Simon Drlink in Rok Marolt)

Premazi so praviloma filmotvorne snovi, ki so v tekoči ali praškasti obliki in jih nanašamo na izbrano osnovno površino kjer se utrdijo. Lastnosti nastalega filma na leseni podlagi so odvisne od sestave premaza. Pod besedo premaz običajno opredeljujemo naslednja sredstva:

- barve,
- laki, emajli,
- lazurni premazi,
- voski, olja, smole.

2.2.1 Delitev premazov

(Avtorja: Simon Drlink in Rok Marolt)

Ločimo jih po dekorativnem učinku na:

- prekrivne,
- prosojno obarvane,
- prosojne.

Glede na mesto uporabe:

- za eksterier,
- za interier.

Po vrsti veziva:

- nitrocelulozne,
- kislinske,
- poliuretanske,
- poliestrske,
- poliakrilatne.

Po vrsti topila:

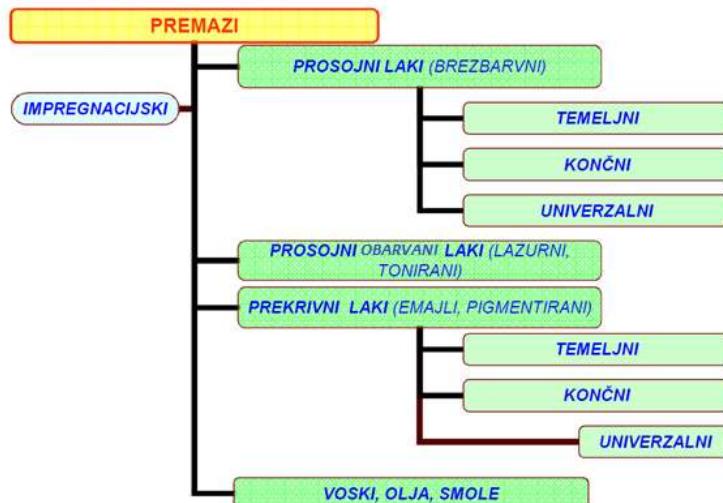
- na osnovi organskih topil,
- na osnovi vode,
- disperzije in emulzije.

Po načinu utrjevanja:

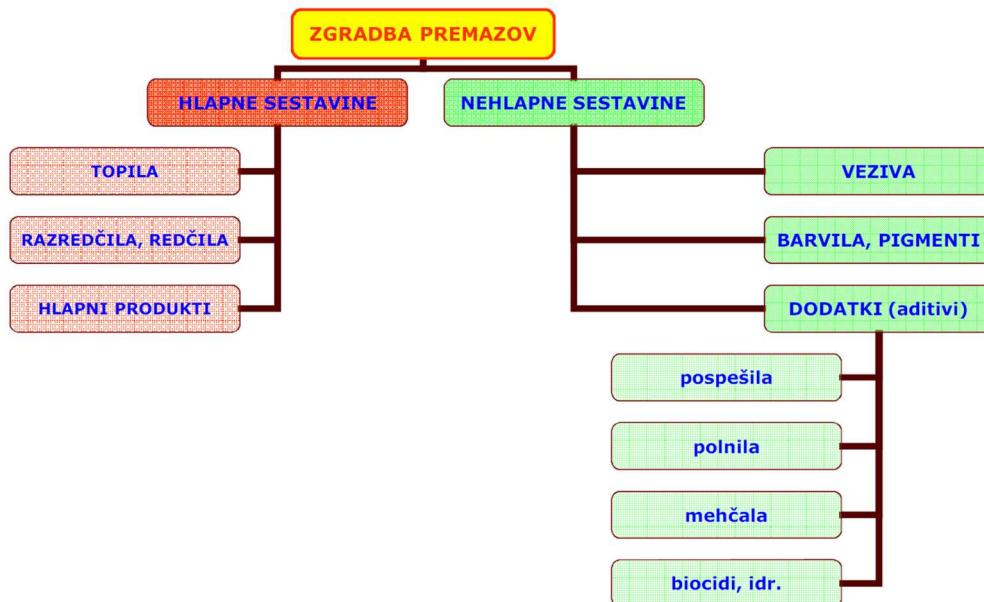
- fizikalno,
- fizikalno-kemijsko,
- kemijsko.

Vrste premazov:

Kričej (2008a) razdeli premaze na podoben način (slika 1), njihovo sestavo pa deli na hlapne (topila, redčila in hlapne produke) in nehlapne sestavine (veziva, barvila, pigmenti in dodatki) (slika 2).



Slika 1: Vrste premazov (Kričej, 2008a)



Slika 2: Zgradba premazov (Kričej, 2008a)

2.2.2 Vodni laki

(Avtor: Rok Marolt)

Ta skupina lakov ni definirana glede na vrsto veziva, saj je njihova bistvena značilnost topilo - voda, veziva pa so lahko vsa že opisana. Po mnogih lastnostih so zato podobni različnim drugim lakom na osnovi organskih topil. V javnosti velja zmotno prepričanje, da so vodni laki za notranjo opremo praviloma slabše kvalitete od lakov na osnovi organskih topil. To v veliki večini primerov ni več res, res pa je, da voda kot topilo kar nekaj težav povzroča proizvajalcem: vemo, da les vpija vodo in zaradi tega nabreka, prihaja do dviga lesnih vlaken na površini in zato je zagotavljanje gladkosti površine zahtevnejše. Vendar pa so smernice jasne: zaradi okoljskih zahtev proizvodnja in poraba lakov na osnovi organskih topil upadata. V nekaj letih bo verjetno večina lakov, s katerimi bodo proizvajalci obdelali notranjo opremo, izdelana na vodni osnovi. Vodni laki, ki se dobijo na trgu, so eno ali dvokomponentne vodne disperzije. Laki še vedno vsebujejo od 2 % do 5 % organskih topil, ki so potrebna za uravnavanje viskoznosti in izboljšanje oprijema. Odvisno od vrste veziva in načina utrjevanja izbiramo med različnimi vrstami vodnih lakov (temeljnimi in laki za končni videz v motni ali mat, pol sijajni ali sijajni različici). Enokomponentni vodni laki so od 30 % do 60 % disperzije poliakrilatnih smol, polnil in drugih dodatkov v vodi. Utrjujejo fizikalno, to je z izparevanjem vode in nato še topil. Tovrstni laki sodijo v nižji in srednji kakovostni razred. Pri sodobnih vodnih lakih pa na koncu, ko izparijo vse hlapne sestavine, poteče tudi kemijska reakcija samozamreženja. Kvaliteta takih premazov je seveda višja v primerjavi z lastnostmi klasičnih, fizikalno sušecih se lakov. Dvokomponentni vodni laki vsebujejo poliuretanske in poliakrilatne

smole ter razne dodatke, dispergirane v vodi. Utrjujejo fizikalno-kemijsko. Utrjeni film je dokaj elastičen in kakovosten ter odporen proti obrabi in kemikalijam. Taki laki se priporočajo za lakiranje stopnišč in parketov. UV utrjujoči vodni laki so vodne disperzije poliakrilatnih ali poliuretanskih smol, ki vsebujejo fotoiniciator in druge dodatke. Utrjujejo fizikalno-kemijsko z UV-žarki. UV vodni laki tvorijo zelo kakovostne, mehansko in kemijsko odporne filme, uporabljajo pa se zlasti za industrijska velikoserijska lakiranja pohištvenih elementov in gotovega parketa (Petrič, 2007; Jaić in Živanović-Trbojević, 2000).

Prednosti vodnih lakov:

- nizka cena,
- ni vonja,
- požarna varnost,
- topilo je voda.

Pomanjkljivosti vodnih lakov:

- dvig lesnih vlaken,
- v nekaterih primerih počasno sušenje,
- možna (odvisno od dodatkov) visoka površinska napetost,
- možno (odvisno od dodatkov) slabo omakanje lesa,
- možna (odvisno od dodatkov) nizka viskoznost.

2.3 POLIAKRILATNA VEZIVA

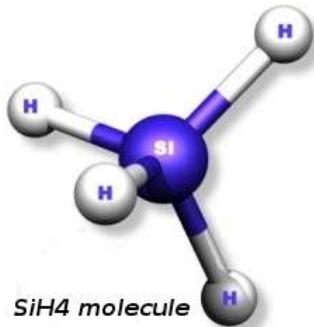
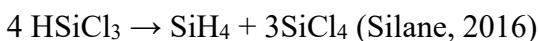
(Avtor: Rok Marolt)

Poliakrilati so polimeri, ki imajo majhno trdoto, so odporni proti UV svetlobi, kisiku, kislinam in bazam. Pridobljeni so s polimerizacijo estrov amidov in nitridov akrilne kisline ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$). Estri, ki so pripravljeni iz poli (etilakrilata) in poli(butilakrilata) izhajajo iz radikalnih polimerizacijskih monomerov. Največ se uporabljajo za lepila, predelavo papirja, tekstila in usnja. V lesni industriji se uporabljajo za predelavo lesa in zaščito lesa v premaznih sredstvih. Poliakrilamid je topen v vodi in ga pridobivajo s polimerizacijo akrilamida v vodni raztopini. Najbolj pogosto se uporablja za uravnavanje viskoznosti raztopine (zgoščevalec) (Poliakrilati, 2016).

2.4 SILANI

(Avtor: Rok Marolt)

Silani (slika 3) so spojine silicija, primerljive alkanom, kjer so v ogljikovi verigi atomi ogljika nadomeščeni z verigo silicijevih atomov. Med silicijevimi in vodikovimi atomi nastane kovalentna vez. Splošna formula silanov je $\text{Si}_n\text{H}_{(2n+2)}$. Najenostavnnejši silan je SiH_4 . Pridobivamo jih z dvostopenjskim procesom, pri katerem najprej silan reagira z vodikovim kloridom pri približno $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ in dobimo triklorosilan. Le-tega kasneje vremo v smoli, ki vsebuje katalizator (aluminijev klorid), ki pospešuje tvorbo silana in silicijevega tetraklorida po kemijski enačbi:



Slika 3: Molekula SiH_4 (Yambo tutorial, 20016)

2.4.1 Uporaba in modifikacija silanov

(Avtor: Rok Marolt)

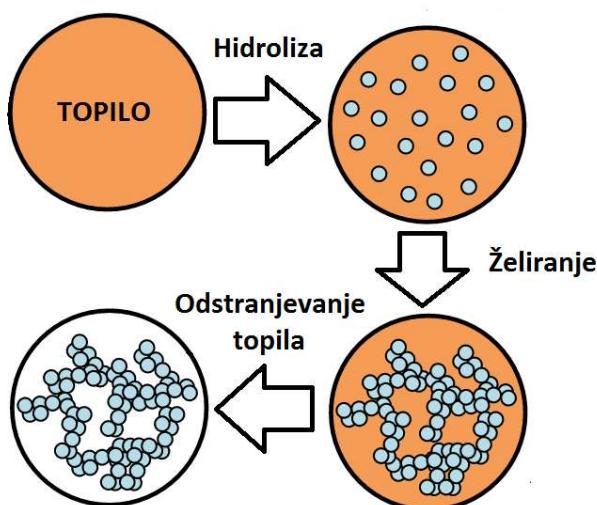
Namen diplomskega dela je bil razvoj cenovno ugodnih poliakrilatnih veziv za lesene površine, katere bodo dobro ščitile površino proti vremenskimi in mehanskimi vplivi. V današnjih časih lepila menjajo standardne metode povezovanja in združevanja dveh različnih vrst materialov, v različnih industrijskih panogah. Zelo pomembno je združevati materiale, ki imajo različne razteznostne koeficiente, kot so recimo les, beton, železo, steklo in v našem primeru les in film premaznega sistema. S silaniziranjem dosežemo večjo elastičnost in hkrati trdnost, kar vodi do želenih lastnosti premaznega sistema. Do sedaj so silane v industriji večinoma uporabljali kot osnovo za lepljenje vlaken, kot so npr. steklena ali ogljikova vlakna, s tem delom pa želimo preveriti ali bi bila možna uporaba tudi na področju lesarske industrije. Zadali smo si cilj, da bi uspešno modificirali akrilne smole s silani, kar bi predstavljalo boljšo izhodiščno osnovno surovino, ki bi jo lahko izdelali za bistveno nižjo ceno glede na primerljive že obstoječe premaze na tržišču. Modificirane smole so predstavljale osnove surovine za uporabo v formulacijah.

Modifikacija pomeni uvajanje neke spremembe, preoblikovanje oziroma prilagoditev, da s tem izboljšamo obstoječe lastnosti.

2.4.1.1 Tehnologija sol-gel

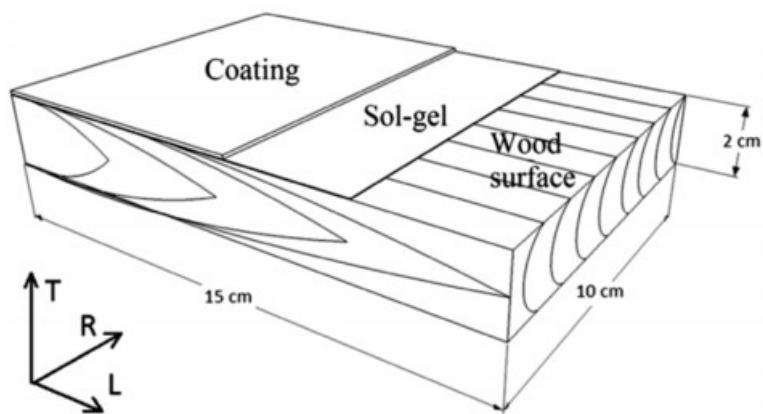
(Avtor: Rok Marolt)

Slab oprijem med lesom in premazom je ena izmed glavnih težav pri obstojnosti premazov in njihovi odpornosti proti dejavnikom izpostavitev med uporabo. Teoretično se tekočina (tekoč premaz) absorbira v les, kjer se utrdi in posledično predvsem zaradi mehanskega sidranja sile adhezije vzpostavlja povezavo med površino podlage in premazom. Na splošno izkazujejo vodni premazi precej manjšo oprijemnost od topilnih premazov, do česar pride zaradi slabše penetracije premaza v les. Dognali so, da postopki sol-gel priprave premazov na površini lesa zelo izboljšajo odpornost lesa proti vlagi in UV svetlobi. Tehnologija sol-gel je izdelava trdih delcev iz malih molekul. V tem kemičnem postopku nastane raztopina ki vsebuje zelo drobne trdne delce. Volumski delež tekočih delcev je velik. Odvečno tekočino odstranimo, tako da nastane gel, ki ga sestavljajo verige med seboj zamreženih polimernih molekul. V fazi sušenja odstranjujemo topilo, medtem pa se sistem krči in zgošča ter tako nastane film.



Slika 4: Potek postopka sol-gel

Postopek sol-gel omogoča nanos hibridne anorgansko-organske tanke plasti na les, (slika 5) ki jo lahko nanesemo pri sobni temperaturi. Tshabalala in Sung (2007) trdita, da priprava premazov s tehnologijo sol-gel ne izboljša samo UV- in vlogo-odpornosti, temveč tudi odpornost proti barvni degradaciji lesa (Brock in sod., 2000).



Slika 5: Premazni sistem, nanesen s tehniko sol-gel (Gholamiany in sod.,2015)

3 MATERIALI IN METODE

3.1 HIDROLIZA SILANOV

(Avtor: Rok Marolt)

Silane smo najprej hidrolizirali. To smo naredili z dvema različnima komercialnima silanoma, označenima z "G" (GLYMO) in "M" (MCMP 200) (opomba: zaradi varovanja poslovnih podatkov, v nalogi za večino uporabljenih kemikalij uporabljamo le kratke oznake in ne navajamo njihovih imen. Vendar so vsi podatki o tem dosegljivi v arhivu obeh avtorjev). Hidroliza poteka z mešanjem (združevanjem) komponent v izbranem masnem razmerju v določenem vrstnem redu (silan, aditivi, voda, ocetna kislina). Za potrebe raziskav smo pripravili po 250 ml hidroliziranih silanov in jih shranili pri laboratorijskih pogojih (sobna temperatura, običajna relativna zračna vlaga v laboratoriju). Pričakovali smo rjavo/rumenkasto obarvanje vsaj enega izmed obeh pripravkov, vendar se to ni zgodilo (slika 6). Vse omenjene raziskave v diplomske nalogi so v nadaljevanju potekale s silanom G, saj je v podobnih raziskavah v literaturi bolj razširjen, uveljavljen in komercialno lažje dosegljiv.



Slika 6: Pripravljena hidrolizirana silana

3.2 MODIFIKACIJA VEZIV (SMOL) S SILANI

(Avtor: Rok Marolt)

Sledila je modifikacija smol z izbranimi silani. Prve poskuse modifikacije smo izvedli pri sedmih različnih koncentracijah dodanega silana ((0, 0,1, 0,5, 1,0, 2,0, 5,0 in 10) %). Modifikacijo smo spremljali z meritvami viskoznosti in vrednosti pH.

3.3 MERITVE VISKOZNOSTI Z BROOKFIELDOVIM VISKOZIMETROM

Viskoznost tekočih pripravkov smo določali z Brookfieldovim viskozimetrom DV-II+ Pro EXTRA (slika 9) po standardu SIST EN ISO 2555. Napravo smo pred začetkom preizkusov kalibrirali in nastavili na pravo velikost diska. Vzorce smo pred preizkusom dobro premešali in se prepričali, da v pripravku ni bilo zračnih mehurčkov.

3.4 DOLOČANJE VREDNOSTI PH

Vrednosti pH smo določali z laboratorijskim pH-metrom Mettler Toledo - S20 (slika 7). Vzorce smo dobro premešali, sondo potopili v tekočino in počakali, da je naprava odčitala vrednost.



Slika 7: Merjenje vrednosti pH

3.5 MODIFIKACIJA SMOLE V

(Avtor: Rok Marolt)

Za modifikacijo smole V smo pripravili raztopine izbranega hidroliziranega silana GLYMO, zgoraj omenjenih koncentracij. Med reakcijo modifikacije smo deset dni zaporedoma merili vrednost pH (slika 7) in viskoznost (slika 8). Merili smo pri temperaturi 20,9 °C in 67 % zračni vlažnosti. Pred merjenjem smo vsako raztopino dobro premešali z mešalom Tehnica Železniki UM-405 (slika 9), da smo dobili enakomerno razporeditev vseh komponent po celotni vsebini premaza. Meritve viskoznosti so navedene v preglednici 1.



Slika 8: Merjenje viskoznosti z viskozimetrom

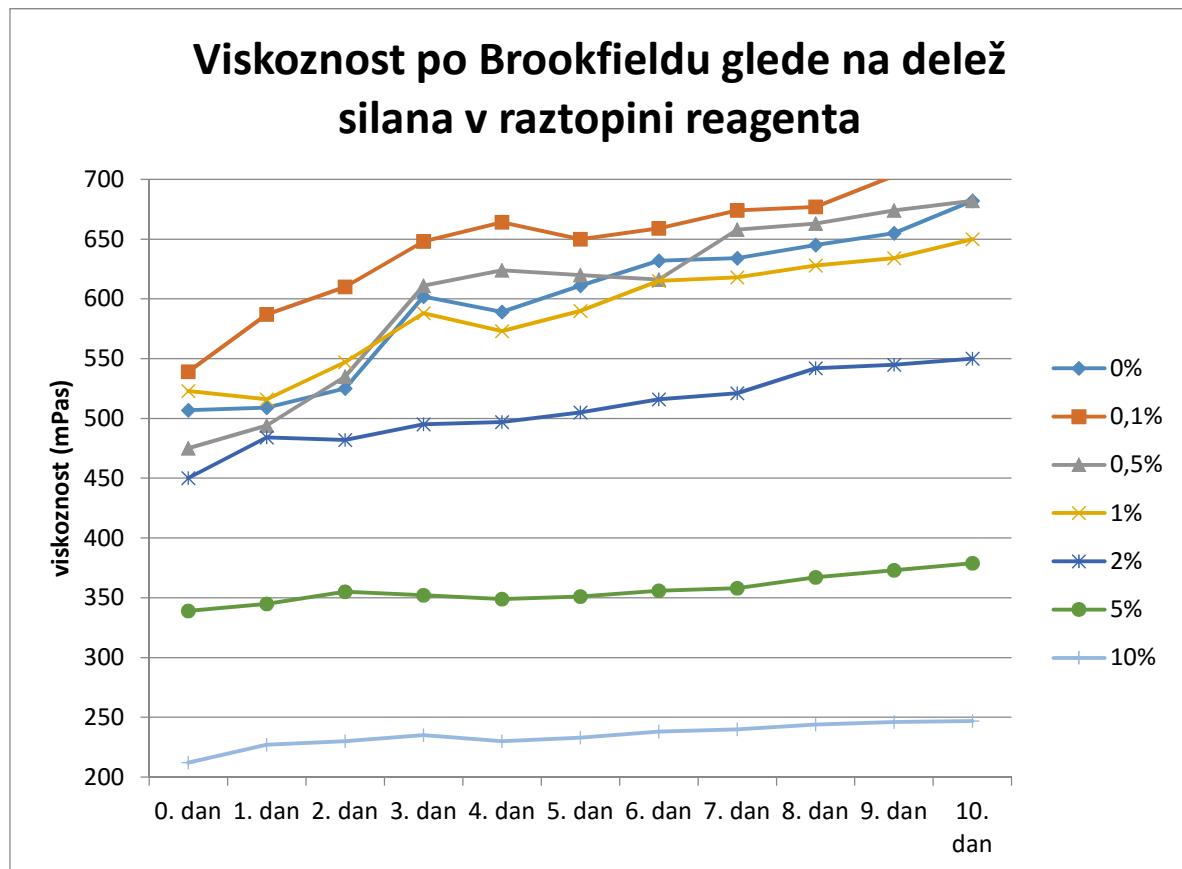


Slika 9: Mešanje hidroliziranega silana in smole

Preglednica 1: Časovna odvisnost viskoznosti med reakcijo modifikacije smole V s silanom GLYMO, pri različnih koncentracijah hidroliziranega silana v zmesi

Delež silana v zmesi:	0 %	0,1 %	0,5 %	1,0 %	2,0 %	5,0 %	10 %
Dan meritve	Viskoznost (mPa·s)						
0. dan	507	539	475	523	450	339	212
1. dan	509	587	494	516	484	345	227
2. dan	525	610	535	547	482	355	230
3. dan	602	648	611	588	495	352	235
4. dan	589	664	624	573	497	349	230
5. dan	611	650	620	590	505	351	233
6. dan	632	659	616	615	516	356	238
7. dan	634	674	658	618	521	358	240
8. dan	645	677	663	628	542	367	244
9. dan	655	703	674	634	545	373	246
10. dan	682	725	682	650	550	379	247

Prvi dan smo opazili zelo visoke razlike v viskoznosti premaza v odvisnosti od deleža dodanega silana. Vsi pripravki so postali pri vseh koncentracijah silana bolj viskozni. Po petih dneh reakcije smo opazili, da je bila pri nižjih koncentracijah silana viskoznost za 20 % višja od izhodiščne vrednosti, pri višjih koncentracijah dodanega silana pa se je viskoznost dvignila za približno 7 %. Po enajstih dneh meritev viskoznosti je trend naraščanja viskoznosti ostal. Razlog za to lahko verjetno iščemo v izhlapevanju topil med mešanjem, pred vsako meritvijo (slika 10).

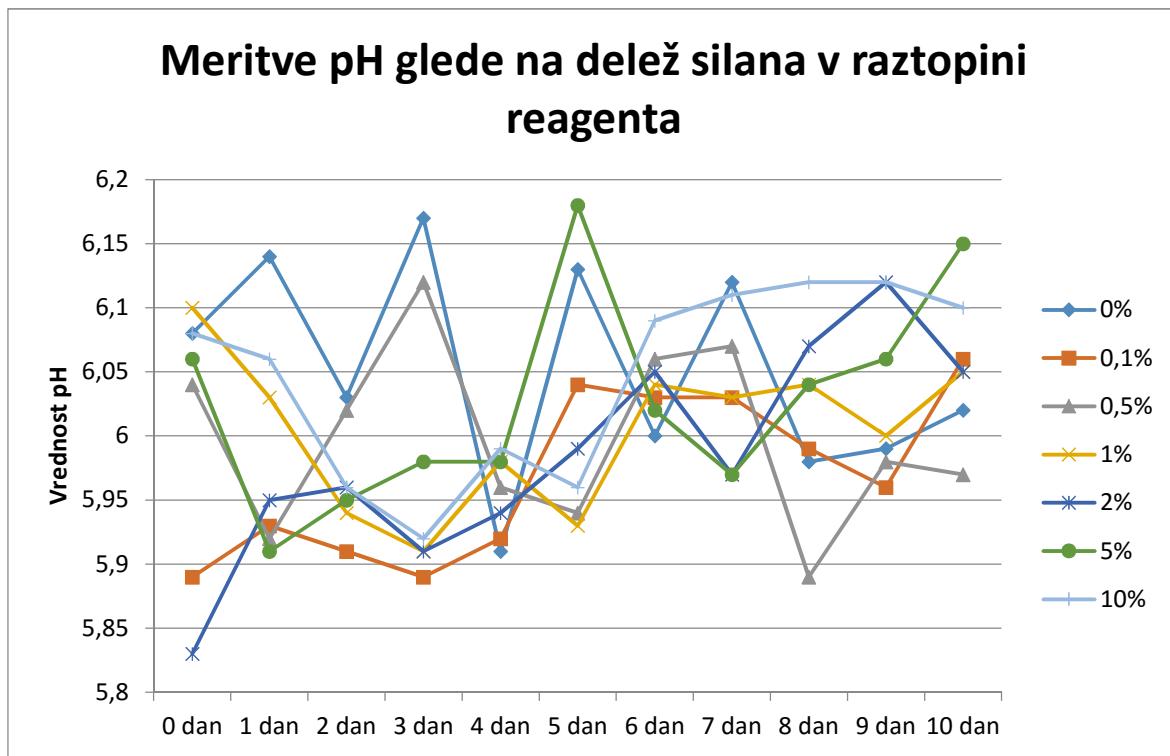


Slika 10: Viskoznosti v odvisnosti od časa reakcije silaniziranja smole V in od koncentracije dodanega silana GLYMO

Meritve pH (preglednica 2) po enajstih dneh niso pokazale nobenih pravilnosti oz. nekega konstantnega trenda. Vsak dan smo pri nekaterih koncentracijah silana v reakcijskih zmeseh opazili relativno velika in nepojasnjena nihanja vrednosti pH (slika 11). Pričakovali smo, da bo vrednost pH pokazala ali vsaj nakazala potek reakcije med vezivom in hidroliziranim silanom, vendar se pH ni spremenil, kar je nakazovalo, da proces silaniziranja ni bil uspešen.

Preglednica 2: Vrednost pH v odvisnosti od časa reakcije silaniziranja smole V in od koncentracije dodanega silana GLYMO

Dan meritve	Vrednost pH pri različnih koncentracijah silana v zmesi						
	0 %	0,1 %	0,5 %	1,0 %	2,0 %	5,0 %	10 %
0. dan	6,08	5,89	6,04	6,10	5,83	6,06	6,08
1. dan	6,14	5,93	5,92	6,03	5,95	5,91	6,06
2. dan	6,03	5,91	6,02	5,94	5,96	5,95	5,96
3. dan	6,17	5,89	6,12	5,91	5,91	5,98	5,92
4. dan	5,91	5,92	5,96	5,98	5,94	5,98	5,99
5. dan	6,13	6,04	5,94	5,93	5,99	6,18	5,96
6. dan	6,00	6,03	6,06	6,04	6,05	6,02	6,09
7. dan	6,12	6,03	6,07	6,03	5,97	5,97	6,11
8. dan	5,98	5,99	5,89	6,04	6,07	6,04	6,12
9. dan	5,99	5,96	5,98	6,00	6,12	6,06	6,12
10. dan	6,02	6,06	5,97	6,05	6,05	6,15	6,10



Slika 11: pH v odvisnosti od časa reakcije silaniziranja smole V in od koncentracije dodanega silana GLYMO

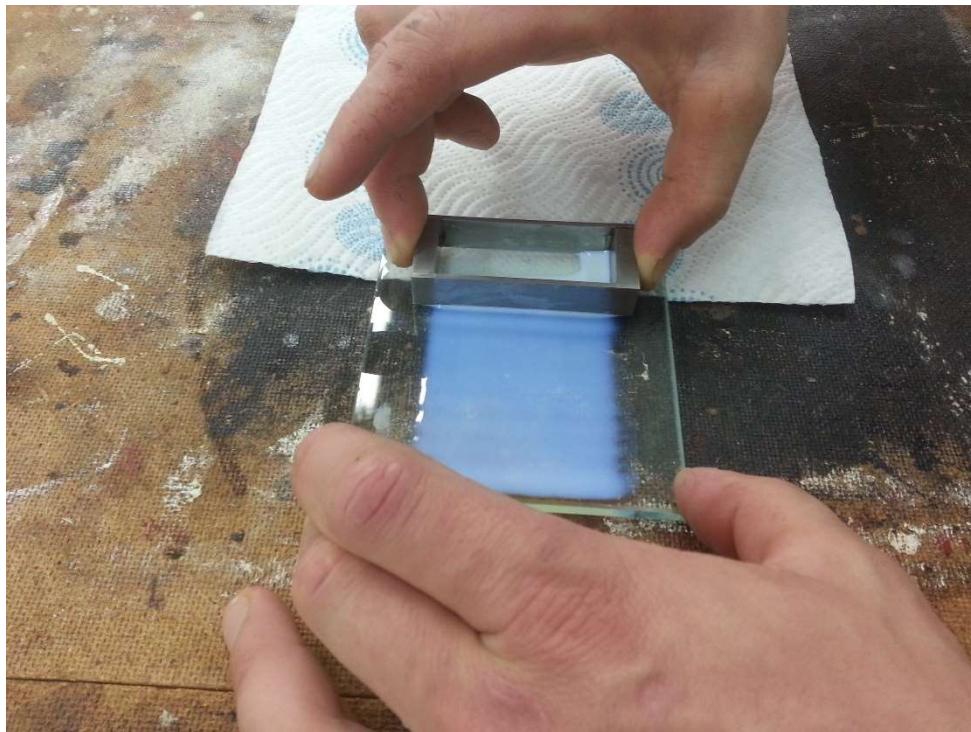
Sledilo je določanje deleža suhe snovi v reakcijskih zmeseh, po standardu SIST EN ISO 3251. Na steklo smo nanesli po 3 vzorce vsake koncentracije silana, s približno maso 1 g. Vzorec smo stehtali skupaj s steklom, ga čim bolj enakomerno razporedili in pustili 24 ur na zraku, da se je osušil. Po 24 urah smo želeli premaze stehtati, vendar smo ugotovili, da tekočine še niso popolnoma utrjene, saj so bile na otip še lepljive. Zato smo steklo z vzorcem vstavili v sušilno komoro s temperaturo 105 °C in vzorec sušili 60 min. Po končanem sušenju smo vzorec iz komore in ga klimatizirali še 24 ur pri sobnih pogojih ($T = 22$ °C, relativna zračna vlažnost 76 %). Naslednji dan smo vzorce ponovno želeli stehtati, a še vedno niso bili popolnoma suhi. Tehtanje smo kljub temu izvedli (preglednica 3).

Preglednica 3: Deleži suhe snovi v vzorcih s silanizirano smolo V

Vzorec(delež silana)/meritev	m0 (g)	nanos (g)	m1 (g)	m2 (g)	NV (%)	Povp. (%)
0 % (kontrola)	1	34,94	1,02	35,96	35,49	53,92
	2	51,61	1,04	52,65	52,14	50,96
	3	53,03	0,99	54,02	53,53	50,51
0%	1	50,52	1,05	51,57	51,06	51,43
	2	52,19	1,01	53,20	52,70	50,50
	3	50,21	1,02	51,23	50,75	52,94
0,1 %	1	29,83	1,01	30,84	30,35	51,49
	2	35,40	0,99	36,39	35,92	52,53
	3	55,82	1,01	56,83	56,33	50,50
0,5 %	1	34,84	1,03	35,87	35,37	51,46
	2	55,84	1,00	56,84	56,37	53,00
	3	52,40	1,01	53,41	52,91	50,50
1,0 %	1	47,61	1,02	48,63	48,14	51,96
	2	53,33	1,01	54,34	53,86	52,48
	3	54,50	1,01	55,51	55,02	51,49
2,0 %	1	35,45	1,00	36,45	35,96	51,00
	2	38,82	1,01	39,83	39,35	52,48
	3	46,15	1,00	47,15	46,67	52,00
5,0 %	1	57,72	1,00	58,72	58,23	51,00
	2	23,46	1,01	24,47	23,97	50,50
	3	50,43	1,00	51,43	50,92	49,00
10 %	1	53,09	1,00	54,09	53,56	47,00
	2	51,04	1,01	52,05	51,51	46,53
	3	35,16	1,00	36,16	35,62	46,00

m0=	masa prazne posode
m1=	masa prazne posode in nanesenega premaza
m2=	masa prazne posode in suhega ostanka
NV=	delež suhe (nehlapne) snovi

Na stekelca smo nanesli tekoč premaz debeline 240 µm (slika 12). Raztopino vsake koncentracije silana smo nanesli na tri stekelca in tako dobili 21 preizkušancev. Čez 4 dni smo izvedli še drugi nanos premaza, vendar so se pri tem spet pojavile težave, zaradi neutrjenosti predhodnega nanosa.



Slika 12: Nanos tekočega pripravka z nanašalcem

Po 24 urah smo želeli izvesti merjenje trdote po standardu SIST EN ISO 1522, vendar pripravek ni bil suh. Počakali smo še 24 ur, in ponovno poizkusili izvesti merjenje trdote s Königovim nihalom. Pripravki še vedno niso bili suhi, zato smo jih postavili v sušilnik na 65 °C za 60 minut. Po opravljenem sušenju se pripravki na otip še vedno niso spremenili, zato smo vzorce zavrgli, preizkuse z modificirano smolo V pa opustili.

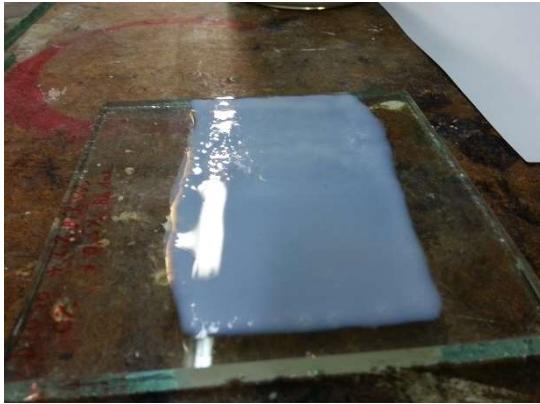
3.6 MODIFIKACIJA SMOL D2 IN L3

(Avtor: Rok Marolt)

Zaradi vseh težav s smolo V, smo se odločili, da poizkusimo izdelati premaze s smolama D2 in L3 v različnih koncentracijah silana (0,0 % in 5,0 %). Spremenili smo sestavo formulacij in tudi vrstni red mešanja posameznih komponent, ki jih je bilo več kot pri smoli V. Zadali smo si cilj, da bi bila optimalna viskoznost od 40 s do 45 s (izmerjena z DIN časo z velikostjo iztočne odprtine 4 mm), vrednost pH pa smo želeli naravnati na med 8 do 9.

Izmerjeni iztočni čas je pri silaniziranem pripravku smola D2 znašal 44 s, pri silaniziranem pripravku smola L3 pa samo 28 s, kar ni bilo optimalno. Vrednost pH je bila v obeh primerih 9,2.

Zaradi težav s smolo V smo preverili, kako je z utrjevanjem na novo pripravljenih formulacij. Tekoče pripravke smo nanesli na stekelca (slika 13) in pripravki so se utrdili, vendar se je pojavila nova težava. Vsi premazi, ne glede na koncentracijo dodanega silana v zmesi, so imeli previsoko površinsko napetost in zato niso ustvarjali filmov enakomerne debeline, ne glede na to, ali smo jih sušili v sušilniku ali pri sobni temperaturi (slika 14 in slika 15).



Slika 13: Sveže nanešen pripravek s smolo D2

Zaradi previsoke površinske napetosti smo dodali formulaciji površinsko aktivno snov BY R 333 in zgoščevalo BR100. Kljub temu rezultati še vedno niso bili ustreznii za nadaljevanje izvajanje raziskav, zato smo tudi poskuse s smolama D2 in L3 zavrgli.



Slika 14: Pripravek s smolo D2 med sušenjem



Slika 15: Krčenje filma in njegova neenakomerna debelina zaradi previsoke površinske napetosti

3.7 MODIFIKACIJA SMOLE 98

(Avtor: Rok Marolt)

Poizkuse smo nadaljevali s smolo 98 – s poliakrilatnim vezivom, ki smo ga zopet modificirali s hidroliziranim silanom. Postopek hidrolize silanov je bil enak že opisanemu postopku. Tokrat smo pripravili 5 različnih testnih pripravkov, ki smo jih modificirali z raztopinami različnih koncentracij silana (0 %, 1,0 %, 2,0 %, 5,0 %, 10 %) in za mešanje uporabili dispergor, da so se komponente dobro premešale. Nato je sledilo spremljanje vrednosti pH in določanje viskoznosti z Brookfieldovim viskozimetrom. Sledil je ročni nanos premaza na steklo, pripravkov vseh izbranih koncentracij silana na 3 stekla. Filmi, ki smo jih z novimi pripravki tvorili na steklenih ploščicah so bili tanki, vendar se je zopet pojavila težava s površinsko napetostjo. Premazu smo dodajali površinsko aktivne snovi in zgoščevalo, da smo dobili ustrezne lastnosti, ki omogočajo nadaljevanje dela. Uravnati smo morali še viskoznost premazov, to pa smo dosegli tako, da smo formulacijam pripravkov dodali manj demineralizirane vode in sicer tistim z višjo koncentracijo hidroliziranega silana. Vodo smo dodajali po potrebi, brez tehtanja – zgolj po subjektivni oceni.

Pripravek s smolo 98 je vseboval več različnih komponent. Največji delež sta predstavljala modificirano poliakrilatno vezivo in demineralizirana voda. Dodali smo še dodatek AD13, amoniak, etildiglikol, Dm77, in na koncu ponovno demineralizirano vodo. Sestava pripravkov se je nekoliko razlikovala v odvisnosti od deleža silana. Pri mešanju smo morali paziti na vrstni red dodajanja posameznih komponent.

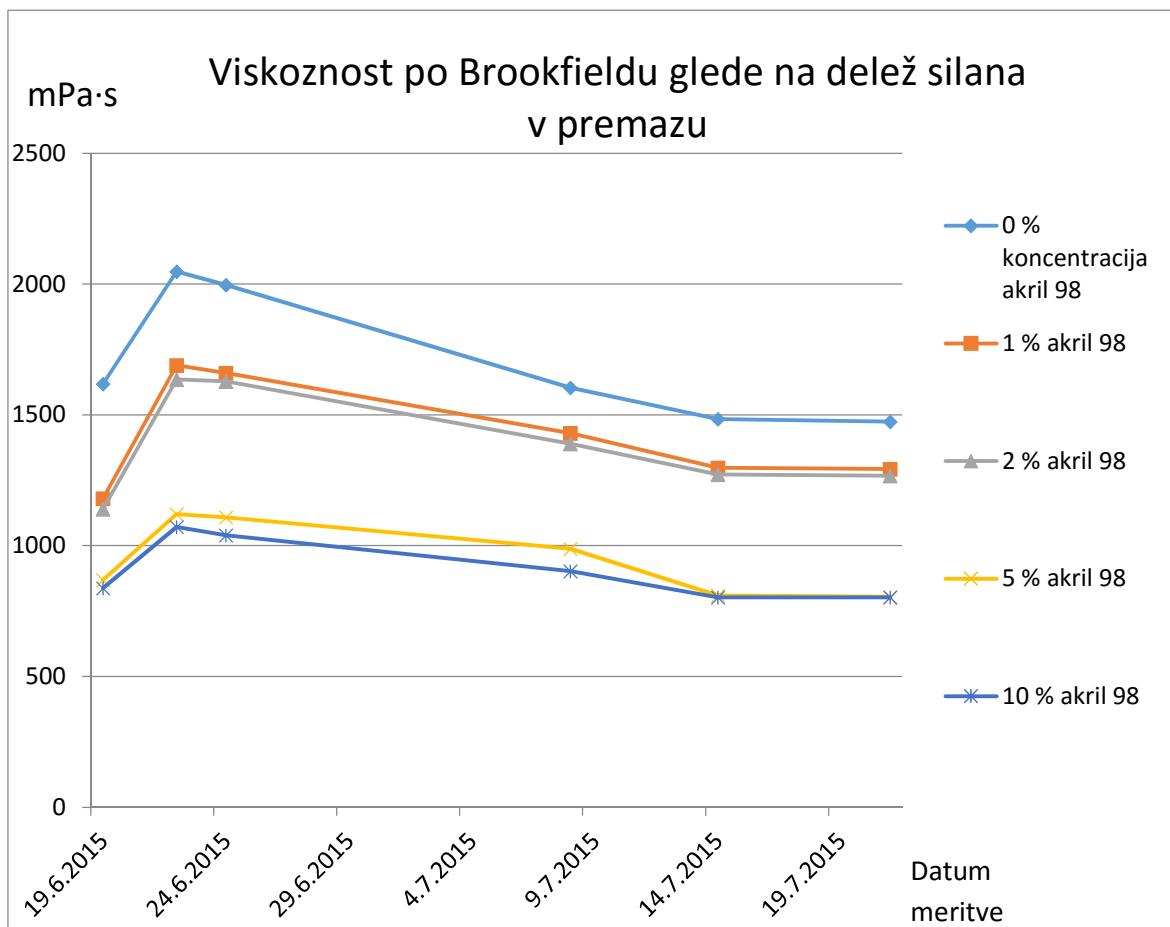
Izdelali smo po 600 g pripravka vsake koncentracije silana, ki nam je zadostovala za kasnejše nanose na bukove elemente, dimenzijs 20 mm × 60 mm × 500 mm.

Pripravke smo nanesli na steklo in se prepričali, ali se film utrdi in ali nima prevelike površinske napetosti, zaradi zagotovitve enakomerne debeline nanosa (slika 16).

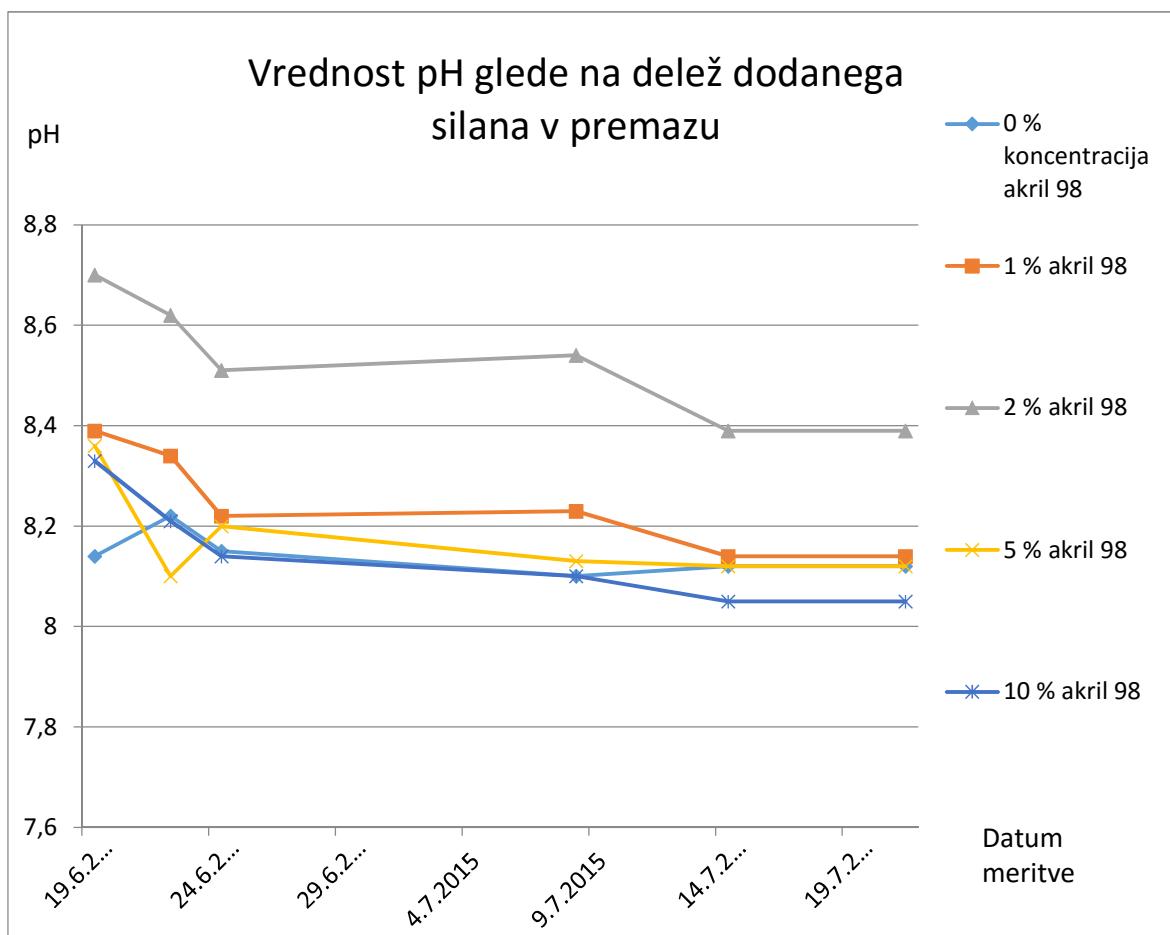


Slika 16: Enakomerno debel, gladek in utrjen film pripravka s silanizirano smolo 98 brez dodanega silana

Tudi pri pripravkih s smolo 98 smo merili viskoznost in vrednost pH v odvisnosti od časa reakcije s hidroliziranim silanom. Meritve so prikazane na slikah 17 in 18 in so v tem primeru precej drugačne od meritov, ki smo jih dobili s pripravki na osnovi smol V, D2 in L3. Na sliki 17 vidimo, da se je viskoznost po približno treh dneh silaniziranja začela zmanjševati in se po približno enem mesecu tudi ustalila. Iz tega podatka lahko predvidevamo, da se je takrat reakcija silaniziranja končala. Na sliki 18 pa vidimo, da se je tudi vrednost pH po enem mesecu ustalila, kar nakazuje na to, da je se reakcija silaniziranja končala.



Slika 17: Viskoznost pripravkov s smolo 98, v odvisnosti od časa silaniziranja in od koncentracije silana v reakcijski zmesi



Slika 18: vrednosti pH pripravkov s smolo 98, v odvisnosti od časa silaniziranja in od koncentracije silana v reakcijski zmesi

3.8 DOLOČANJE TRDOTE Z METODO PO KÖNIGU

(Avtor: Simon Drlink)

Preizkušanje s Königovim nihalom uporabljamo za določanje trdote premazov oz. lakov, sintetičnih materialov ipd., ne da bi pri tem poškodovali površino. Zaradi specifičnosti instrumenta je le-ta zelo občutljiv, zato so meritve trdote z nihalom zelo natančne (Mihevc, 1987).

Trdoto smo vrednotili na utrjenih filmih pripravkov, ki smo jih nanesli na stekleno podlago. Merili smo po standardu: SIST EN ISO 1522. Nihalo odklonimo za 6° in merimo čas, v katerem se nihalo izniha do kota 3° . Za testiranje smo uporabili napravo Pendulum Damping Tester, Model 299/300 proizvajalca Erichsen (slika 19).



Slika 19: Pendulum Damping Tester (Kričej, 2008c)

3.9 NANOS PREMAZOV NA LESENE PODLAGE

(Avtor: Simon Drlink)

Vsi vzorci bukovega lesa so bili sveže poskobljeni in tik pred premazovanjem ročno obrušeni z brusnim papirjem granulacije P120, za zagotovitev najboljšega možnega oprijema pripravkov. Vzorce na osnovi silanizirane smole 98 smo razdelili v pet skupin glede na delež silana v pripravku in za vsako skupino izbrali po 2 vzorca radialnega bukovega lesa. Tako pripravljeni preizkušance smo kasneje uporabili za izpostavitev umetnemu pospešenemu staranju. Za določanje mehanskih lastnosti pa smo pripravke nanesli na tangencialno usmerjen bukov les. Na vzorce smo s čopičem ročno nanesli po 4 sloje tekočega pripravka (slika 20).



Slika 20: Sveže nanesen pripravek smole 98 na podlagi iz bukovine

3.10 MERJENJE DEBELINE SUHEGA FILMA,

(Avtor: Simon Drlink)

Debelino suhega filma smo merili s pomočjo mikroskopa Olympus SZH (slika 21) po standardu SIST EN ISO 2808. Vzorce smo prečno prezali, prezano ploskev smo obrusili in pod mikroskopom s pomočjo skale odčitali debelino filma. Ena enota na skali je predstavljala 83 µm.



Slika 21: Mikroskop Olympus SZH (Kričej, 2008b)

3.11 DOLOČANJE ODPORNOSTI PROTI RAZENJU

(Avtor: Simon Drlink)

Pri tej metodi uporabljamo vzemtni svinčnik z iglo (slika 22), ki jo lahko poljubno obremenimo, s silami med 0 N in 20 N. Preskuse smo izvedli po standardu SIST EN ISO 1518. Uporabili smo konico premera 1 mm, s katero smo pri različnih silah površino razili prečno na vlakna preizkušanca, ob ravnili. Hitrost pomikanja svinčnika je bila približno 3 cm/s, silo pa smo povečevali, dokler se na podlagi ni pojavila mehanska poškodba ali plastična deformacija, širša od 0,5 mm. Za določanje širine raze smo uporabili lupo z vgravirano skalo. Opazovano območje smo obsvetili s svetilko, da smo jasneje videli poškodbe.

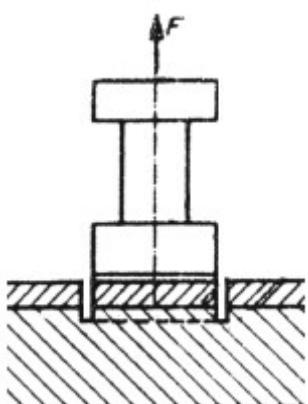


Slika 22: Svinčnik za testiranje odpornosti proti razenju (Pavlič, 2016)

3.12 DOLOČANJE OPRIJEMNOSTI

(Avtor: Simon Drlink)

Metodo smo izvajali po standardu SIST EN 24624. Na vsak utrjen film smo nalepili po pet pečatov premera 20 mm (sliki 23 in 24). Uporabili smo dvokomponentno lepilo UHU Plus Endfest 300. Pečate smo vstavili v trgalni stroj, s katerim smo odtrgali pečat in odčitali silo, potrebno za razslojitev. Ocenili smo še delež razslojevanja med podlago in lakom. Hitrost obremenjevanja pečatov je bila 0,5 mPa/s (Podpečan, 2014).



Slika 23: Shematski prikaz pečata na površini filma za določanje oprijemnosti (Pavlič, 2003)



Slika 24: Sveže prilepljen pečat

3.13 DOLOČANJE BARVE

(Avtor: Rok Marolt)

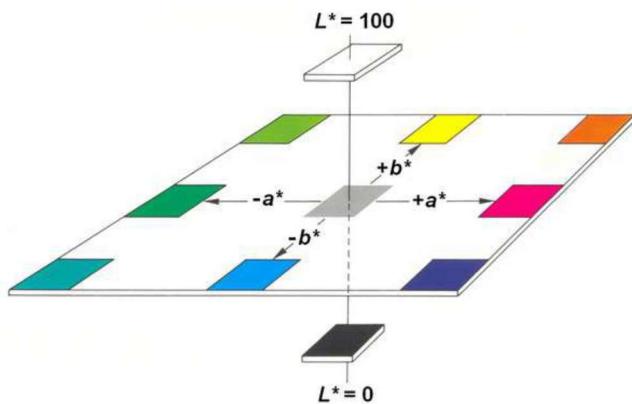
Barvo smo določali s kolorimetrom X-RITE SP 62, s katerim smo odčitavali vrednosti L^* , a^* in b^* . Iz teh vrednosti lahko izračunamo razlike med barvami preskušancev, ΔE^* . Napravo smo najprej kalibrirali na priloženi kalibrirni plošči in kasneje na vsakem vzorcu izvedli po 10 meritev – po 5 v vsako smer glede na potek vlaken, in sicer na vzorcih, ki niso bili izpostavljeni umetnemu pospešenemu staranju in na preizkušancih po staranju.

3.13.1 Sistem CIELAB

(Avtor: Rok Marolt)

Sistem CIELAB (slika 25) je sistem za numerično vrednotenje barve, ki izhaja iz leta 1976 in je najbolj uporabljen in izpopolnjen sistem za vrednotenje barve. Predstavlja matematično kombinacijo kartezjskega in cilindričnega koordinatnega sistema. Barva je opredeljena z naslednjimi vrednostmi (Demšar, 2015):

- L^* ... določa svetlost barve in zavzema vrednost od 0 (absolutno črno) do 100 (absolutno belo)
- a^* ... določa lego barve na rdeče (+) – zeleni (-) osi
- b^* ... določa lego barve na rumeno (+) – modri (-) osi
- c^* ... predstavlja kromo oz. delež čiste barvne komponente v neki barvi (Božič in sod., 2001)



Slika 25: CIELAB sistem (Kričej, 2008b)

3.14 DOLOČANJE SIJAJA

(Avtor: Rok Marolt)

Sijaj je videz površine, ki nam jo daje od nje odbita svetloba (iz Slovarja slovenskega knjižnega jezika - SSKJ). Poznamo več kriterijev, na podlagi katerih določimo vrsto sijaja (preglednica 4) Na vzorcih smo sijaj določali pred izpostavitvijo umetnemu pospešenemu staranju (UPS) in po njej. Na vsakem vzorcu smo izvedli po pet meritve pri vpadnem kotu svetlobe 60° po standardu SIST EN ISO 2813 (vključno s tehničnim popravkom 1:1997) z instrumentom X-Rite AcuGloss TRI (slika 26). Meritve smo opravljali v vzdolžni smeri poteka vlaken.

Preglednica 4: Vrste sijaja (Kričej 2008b)

Mat	Manj kot 10
Polmat	10-35
Polsijajen	35-60
Sijajen	60-80
Visokosijajen	Več kot 80



Slika 26: instrument za merjenje sijaja X-Rite AcuGloss TRI

3.15 DOLOČANJE ODPORNOSTI PROTI HLADNIM TEKOČINAM

(Avtor: Rok Marolt)

Določanje odpornosti smo izvajali po standardu SIST EN 12720. Na vzorce smo položili po 3 tampone, ki so bili 30 sekund namočeni v različnih tekočinah:

- 48 % alkohol,
- voda,
- kava (pripravljena po standardu 40 g/1000 ml vode)

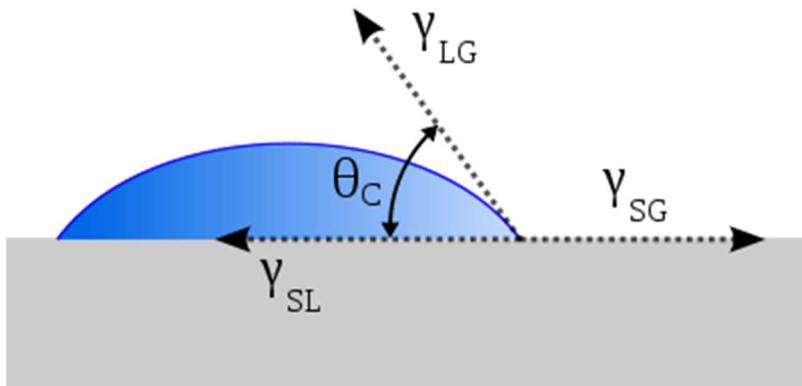
Tamponi so bili v stiku s površino 60 min in pokriti s stekleno čašo, da smo preprečili izhlapevanje topila. Po eni uri smo tampone odstranili, ocenjevanje pa je sledilo po 24 urah. Poškodbe površin zaradi izpostavljenosti tekočinam smo ocenjevali po sledečih kriterijih:

- 5 – ni nobenih sprememb;
- 4 – majhna sprememba v sijaju ali barvi, vidna le v soju odbite svetlobe ali nekaj izloranih manj poškodovanih mest;
- 3 – Manjša poškodba, vidna iz veih zornih kotov, npr. vidno celotno mesto izpostavitve filtrirnega tampona ali čaše;
- 2 – Večja poškodba, strukutra površine večinoma nespremenjena
- 1 – Večja poškodba s spremenjeno strukturo površine ali popolnoma ali delno odstranjen površinski sloj ali pa se folrirni papir lepi na površino; (Pavlič 2015)

3.16 DOLOČANJE STIČNEGA KOTA

(Avtor: Rok Marolt)

Stični (oz. kontaktni) kot je definiran s kotom, ki ga oklepata tangenta na površino kapljice in podlaga, na kateri je kapljica nanesena (Šernek, 2004).



Slika 27: Kontaktni kot (Gillis, 2006)

Stične kote smo merili s kapljično metodo s pomočjo digitalne kamere, računalnika in strojne opreme Biolin Scientific Theta Optical Tensiometer. S programsko opremo za obdelavo slik in določanje kontaktnega kota One Attension, je računalnik prikazal različne parametre (čas, levi in desni kot kapljice, spodnjo stično širino kapljice na podlagi in volumen), ki jih je na 0,8 sekunde vpisoval v razpredelnico. Iz te razpredelnice smo kasneje odčitali kontaktni kot glede na čas ležanja kapljice na podlagi. Napravo smo umerili s 4 mm veliko kroglico.

3.17 UMETNO POSPEŠENO STARANJE (UPS)

(Avtor: Simon Drlink)

Naprava za umetno pospešeno staranje, ki jo uporabljanu na Oddelku za lesarstvo Biotehniške fakultete v Ljubljani je prostorsko razdeljena na dva dela. V prvem delu so vzorci izpostavljeni umetnemu dežju, v drugem delu pa UV in IR (infrardečem) sevanju. Izmenično izpostavljanje vzorcev umetnemu dežju in sevanju je izvedeno s pomicnim vozičkom, ki avtomatično, glede na fazo umetnega staranja, vzorce transportira v prvi ali drugi del naprave. Površina, namenjena za namestitev vzorcev velikosti 1300 mm x 1000 mm omogoča, da je velikost vzorcev lahko zelo različna in omogoča izpostavljanje že izdelanih in površinsko obdelanih konstrukcijskih elementov (npr. okenskih kril). Čas umetnega staranja je 500 ur, s ciklusom po 1 uro. V enem ciklusu se zvrstijo naslednje faze:

Umetni dež	22 min
Mirovanje	9 min
UV in IR sevanje (60°C)	3 min
UV sevanje	21 min
UV in IR sevanje (60°C)	3 min
Mirovanje	2 min
Skupaj	60 min

Postopki umetnega pospešenega staranja se med seboj razlikujejo predvsem v času trajanja posameznih faz (umetni dež, sevanje, mirovanje), njih intenzivnosti in v času trajanja celotnega staranja. Osnovne faze umetnega-pospešenega staranja, umetni dež, UV in IR sevanje ter mirovanje, ki posnemajo naravne obremenitve. Za umetni dež se uporablja destilirana voda, sončno svetlobo posnemajo ultravijolične in ksenon sijalke, sijalke z obločno svetlobo ter infrardeče sijalke.

Film premaza je v fazi umetnega dežja izpostavljen ohlajevanju, zaradi vpijanja vode pa raztezanju in nabrekanju ter mehčanju. V fazi obsevanja z IR žarki pa je premaz zaradi izhlapevanja vode izpostavljen krčenju in strjevanju. Posledica UV obsevanja je razkrojevanje premaza. Prepustnost filma premaza omogoča prodiranje vode v les in s tem raztezanje lesa. Toplotni učinek IR žarkov pa povzroči gibanje vode v nasprotni smeri in s tem sušenje in krčenje lesa. Pomemben je prehod faze UV in IR sevanja, v kateri se površina premaza zelo segreje, v fazi umetnega dežja, ki povzroči hiter in velik padec temperature na površini premaza (temperatura destilirane vode je 15 °C – 20 °C). V filmu premaza se pojavijo v tem trenutku velike napetosti, katerih posledica je zmanjšanje kohezije in pokanje filma premaza.

Primerjanje lastnosti premazov (absorpcija vode in/ali vodne pare preko premaznega filma, debelina, hrapavost površine filma premaza, trdota, elastičnost, sijaj) na neizpostavljenih in umetnemu pospešenemu staranju izpostavljenih vzorcih ter beleženje nastalih poškodb (razpoke, odstopanje filma premaza, izpiranje premaza, sprememba barve, pojavi mikroorganizmov itd.) v času umetnega pospešenega staranja, omogoča oceno o sposobnosti premaza, da zaščiti les pred zunanjimi klimatskimi vplivi in trajnosti premaza. (Kričej, 1974)

Vzorce, ki so bili namenjeni umetnemu pospešenemu staranju, smo s čela premazali z zaščitnim sredstvom EPOLOR HB (dvokomponentna epoksidna barva). Nanos tega premaza smo izvedli 2-krat s čopičem, da bi preprečili navzem vode prek čelnih površin, kjer je sicer navzem vode največji. Na sliki 28 v ozadju po barvi izstopajo širje vzorci. To so nepremazani vzorci z najmanj hidrofobno površino. Tudi barva teh vzorcev se je po staranju najbolj spremenila, saj so precej posivelni.



Slika 28: Vzorci med izpostavitvijo umetnemu pospešenemu staranju

4 REZULTATI IN RAZPRAVA

Vsi rezultati v nadaljevanju se nanašajo na lastnosti pripravkov silaniziranega premaza – smola 98, z uporabljenim silanom G.

4.1 TRDOTA

(Avtor: Simon Drlink)

Iz rezultatov v preglednici 5 lahko opazimo, da je bil čas iznihanja Königovega nihala krajši pri filmih nanosov nazivne debeline 240 µm. To pomeni, da je imel utrjen film nižjo trdoto in posledično večji upor za nihalo, ki se je bolj ugreznilo v film kot pri debelini 120 µm. Rezultat je bil pričakovani, saj se je na otip čutilo, da je bil premaz mehak.

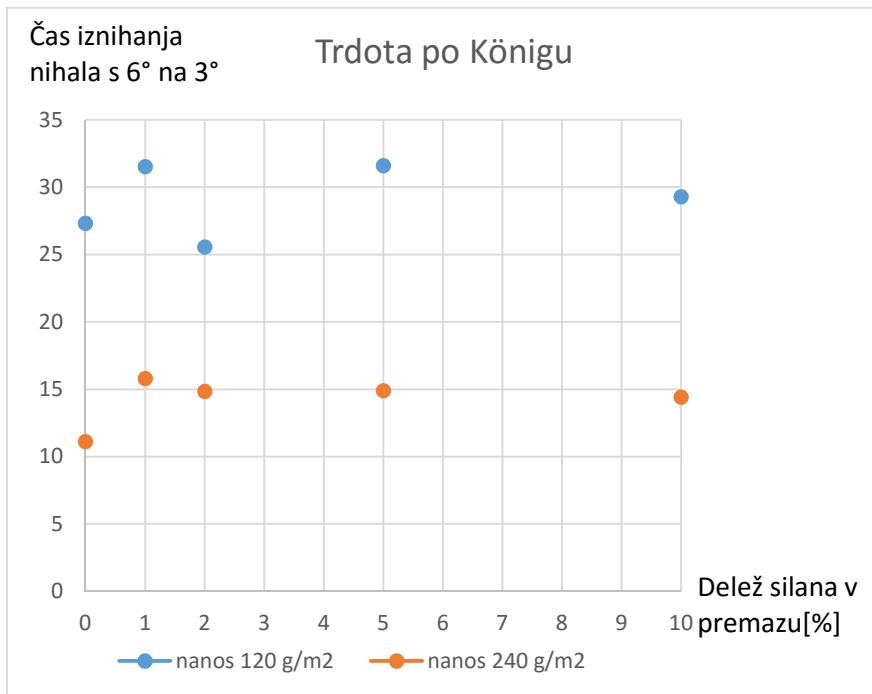
Nazivna debelina 120 µm in 240 µm pomeni debelino mokrega nanosa premaza na podlago. To debelino izbiramo z velikostjo reže na ročnem nanašalcu (slika 12).

Preglednica 5: Trdota utrjenih pripravkov z modificirano smolo 98, pri filmih z nazivnima debelinama nanosa 120 µm in 240 µm

Delež silana	Številka vzorca	Povprečje			
		120 µm	240 µm	120 µm	240 µm
		ČAS IZNIHANJA [s]			
0 %	1	25,03	11,12	27,32	11,11
	2	27,74	11,05		
	3	29,20	11,15		
1,0 %	1	34,78	15,31	31,53	15,80
	2	29,19	16,75		
	3	30,62	15,33		
2,0 %	1	23,73	15,33	25,57	14,86
	2	27,88	13,92		
	3	25,10	15,32		
5,0 %	1	27,91	13,93	31,61	14,89
	2	34,83	15,37		
	3	32,08	15,36		
10%	1	29,31	14,01	29,30	14,43
	2	29,29	15,35		
	3	29,30	13,93		

Iz slike 29 lahko razberemo, da smo največjo trdoto filmov zabeležili pri pripravkih z 1,0 % in 5,0 % deležem silana, najnižjo pa pri 0 % in 2,0 % deležu silana. Pri sušenju filma se

je pojavljala neenakomerna razporeditev pripravka, zato je na rezultate vplivalo tudi področje merjenja na površini preizkušanca.



Slika 29: Čas iznihanja nihala

4.2 KOLIČINA MOKREGA NANOSA PRIPRAVKOV

(Avtor: Simon Drlink)

Elementi št. 1 in št. 2 so bili pripravljeni za izpostavitev vzorcev umetnemu pospešenemu staranju in smo jih premazali tudi po robovih, medtem ko so bili elementi št. 3 premazani zgolj po zgornji ploskvi, saj so bili namenjeni zgolj določanju mehanskih lastnosti utrjenih filmov. Pri izračunu količine nanosa smo zato uporabili dve različno veliki površini.

V preglednici 6 je prikazana masa mokrega nanosa posameznih koncentracij v gramih. Iz preglednice lahko razberemo količino nanesenega premaza v štirih zaporednih nanosih, v različnem časovnem razmaku.

Premazno sredstvo smo nanesli štirikrat, saj smo se po dveh nanosih odločili, da je film še vedno relativno tanek. Glede na debelino filma smo se odločili, da je nanesenega dovolj premaznega sredstva za nadaljnje delo. Iz rezultatov lahko razberemo, da smo največ sredstva nanesli v prvem nanosu, najmanj v zadnjem.

Preglednica 6: Količina nanosa premaznega sistema

		1. nanos			2. nanos			3. nanos		4. nanos		
		7.9.2015			9.9.2015			16.9.2015		16.9.2015		
		pred nanosom	po nanosu	nanos	pred nanosom	po nanosu	nanos	pred nanosom	po nanosu	nanos	pred nanosom	po nanosu
0%	1	649,93	655,66	5,73	648,74	653,19	4,45	654,47	658,27	3,80	656,43	657,65
	2	613,85	618,88	5,03	610,31	613,92	3,61	616,09	619,98	3,89	618,41	619,60
	3	619,89	623,53	3,64	616,95	621,10	4,15	623,96	626,58	2,62	625,00	626,26
1%	1	593,08	602,69	9,61	590,59	596,93	6,34	597,00	601,24	4,24	599,60	601,13
	2	593,65	600,09	6,44	589,66	595,33	5,67	596,61	600,71	4,10	598,83	600,18
	3	626,85	630,53	3,68	622,55	626,38	3,83	628,71	631,50	2,79	630,17	630,80
2%	1	621,53	626,80	5,27	617,50	623,61	6,11	624,74	628,71	3,97	626,58	627,86
	2	664,71	670,69	5,98	660,58	665,71	5,13	666,65	670,67	4,02	668,89	669,86
	3	651,57	655,03	3,46	646,21	649,48	3,27	652,30	655,15	2,85	653,90	654,47
5%	1	628,13	636,97	8,84	625,93	630,34	4,41	631,45	635,05	3,60	633,25	634,16
	2	658,33	663,87	5,54	657,52	661,71	4,19	661,69	665,22	3,53	663,52	664,45
	3	599,04	603,91	4,87	595,50	599,19	3,69	601,46	603,86	2,40	602,84	603,76
10%	1	588,60	595,79	7,19	587,52	592,90	5,38	592,85	596,62	3,77	594,69	595,80
	2	666,45	674,46	8,01	664,57	669,10	4,53	668,23	671,43	3,20	669,94	671,09
	3	632,84	638,04	5,20	626,19	633,54	7,35	631,81	634,73	2,92	633,79	634,63
povprečen nanos vzorec 1,2 [g]		6,76			4,98			3,81				1,16
povprečen nanos vzorec 3 [g]		4,17			4,46			2,72				0,84
Povprečen nanos g/m ²		137,14			124,12			83,39				25,71

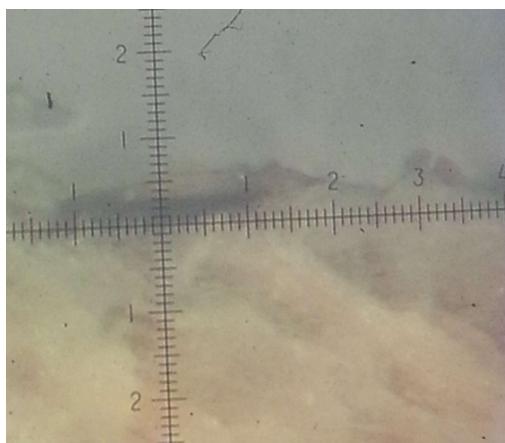
4.3 DEBELINA SUHEGA FILMA

(Avtor: Simon Drlink)

Pred pričetkom mehanskih testiranj smo izmerili debelino utrjenega filma in se s tem tudi prepričali, da so bili štirje nanosi dovolj za uspešno izvedbo preskusov v nadaljevanju raziskave. Izmerjene debeline utrjenih filmov so bile na posameznih vzorcih med seboj zelo različne, v območju od 166 µm do 498 µm (preglednica 7). Predvidevamo da zaradi tega, ker je pri razrezu vzorcev prihajalo do poškodb lesa in filma (slika 30). Rimske številke (I, II, III) označujejo število meritev na enem vzorcu, saj smo iz več meritev natančneje določili debelino filma, po izračunu povprečja treh meritev.

Preglednica 7: Debeline utrjenih filmov

Delež silana	VZOREC	I	II	III	Povprečje
		[μm]	[μm]	[μm]	[μm]
0 %	1	249	249	166	221
	2	332	166	166	221
1,0 %	1	249	166	166	194
	2	322	166	249	246
2,0 %	1	249	332	249	277
	2	415	166	166	249
5,0 %	1	166	83	249	166
	2	149	332	249	243
10 %	1	415	498	415	443
	2	332	332	249	304



Slika 30: Prikaz merjenja debeline filma s pomočjo lupe

4.4 ODPORNOST PROTI RAZENJU

(Avtor: Simon Drlink)

Iz preglednice 8 razberemo, da je na filmih, ki niso bili izpostavljeni umetnemu pospešenemu staranju, višji delež silana pripomogel k boljši odpornosti proti razenju. Na vzorcih, ki so bili izpostavljeni UPS, smo po staranju pri filmih z nižjim deležem silana opazili dvig odpornosti proti razenju, medtem ko se je ta odpornost pri vzorcih z višjim deležem silana nekoliko zmanjšala. V preglednici je navedena odčitana sila pred staranjem in po njem, ki se nanaša na silo konice svinčnika na podlago. Obremenitev na podlago smo povečevali toliko časa, da je prišlo do poškodbe filma laka oziroma je postala raza večja od 0,5 mm. V našem primeru do poškodbe filma ni prišlo, zato smo dobljene rezultate odčitali na podlagi plastične deformacije.

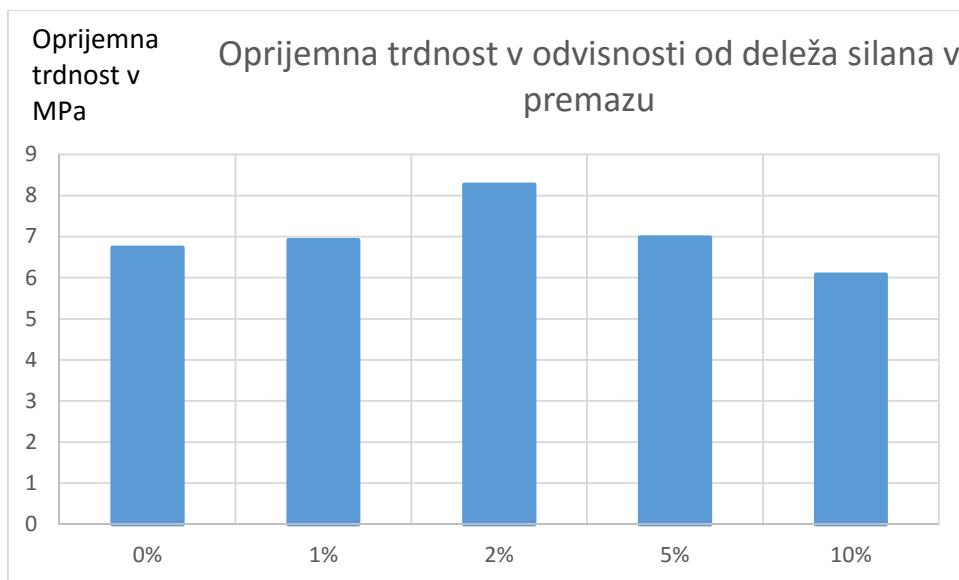
Preglednica 8: Rezultati določanja odpornosti proti razenju na nestaranih vzorcih in na vzorcih, ki so bili izpostavljeni umetnemu pospešenemu staranju

Delež silana	Sila pred staranjem [N]	Sila po staranju [N]
0 %	7	8
1,0 %	7	8
2,0 %	8	8
5,0 %	9	8
10 %	10	8

4.5 OPRIJEMNOST

(Avtor: Simon Drlink)

Na sliki 31 najbolj izstopa rezultat pri pripravku z 2,0 % koncentracijo silana, kjer je spoj med filmom in podlago popustil pri 8,27 MPa. Vsi rezultati določanja oprijemnosti so zelo dobri, saj je zaželeno, da je minimalna oprijemna trdnost vsaj 2 MPa. Pri odtrgovovanju pečatov smo v večini primerov opazili adhezijski tip loma (slika 32 in slika 33), kar pomeni, da dobljene vrednosti opisujemo oprijemnosti premaza na podlago (površino lesa). Pri izvedenem poizkusu lahko trdimo, da so adhezijske sile večje od medsebojnega privlaka gradnikov v premazu.



Slika 31: Grafični prikaz oprijemne trdnosti

V preglednici 9 so navedeni rezultati petih meritev na posameznih nestaranih vzorcih, z različno koncentracijo silana v premazu.

Preglednica 9: Oprijemna trdnost filma [MPa] v odvisnosti od deleža silana v pripravku

	1	2	3	4	5	povprečje
0 %	7,10	5,95	8,16	6,70	5,75	6,73
1,0 %	8,56	7,83	7,88	5,28	5,08	6,93
2,0 %	9,52	7,69	8,08	7,99	8,09	8,27
5,0 %	7,66	6,75	7,38	6,97	6,17	6,99
10 %	6,06	6,19	7,12	5,66	5,39	6,10



Slika 32: Preizkušanci po že opravljenih meritvah določanja oprijemnosti



Slika 33: Adhezijski tip loma

4.6 ODPORNOST UTRJENIH FILMOV PROTI HLADNIM TEKOČINAM

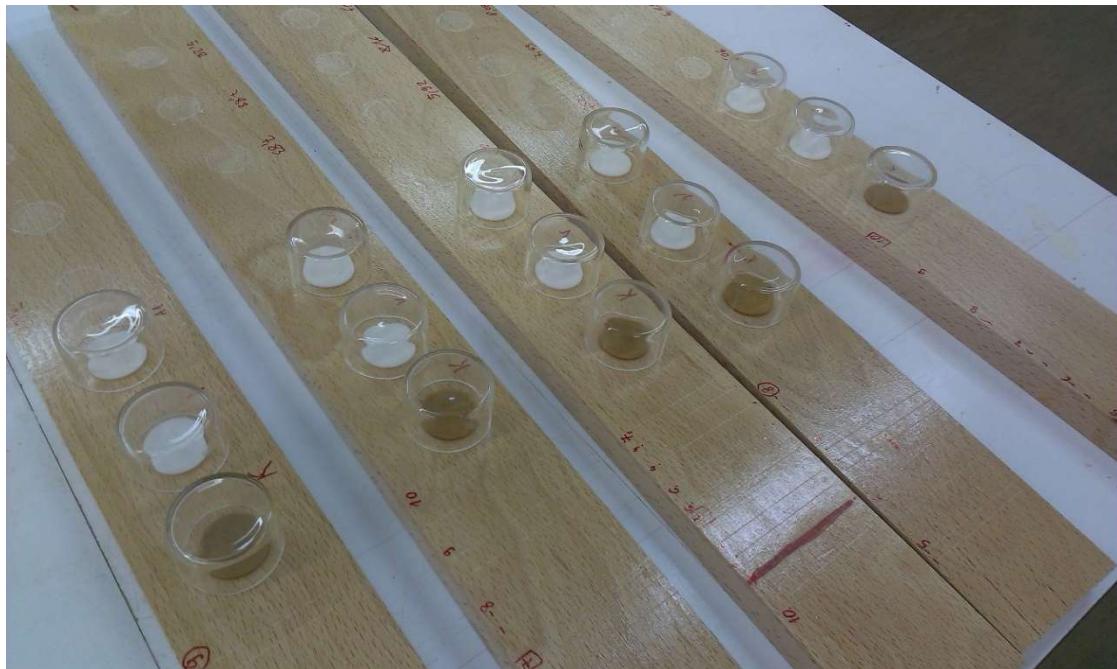
(Avtor: Rok Marolt)

V preglednici 10 so navedene ocene odpornosti proti tekočinam (slika 34), s katerimi smo testirali preizkušance. Najslabša odpornost se je izkazala pri premazu, ki ni imel dodanega silana. Ostali premazi so se obnesli enako dobro, največ sprememb je bilo pri izpostavitvi 48 % alkoholu.

V preglednici 10 imamo podane ocene odpornosti različnih deležev silana v premazu glede na izpostavitev različnim hladnim tekočinam.

Preglednica 10: Ocene poškodb zaradi izpostavitve filmov hladnim tekočinam

Delež silana	Alkohol	Voda	Kava
0 %	3	5	4
1,0 %	4	5	5
2,0 %	4	5	5
5,0 %	4	5	5
10 %	4	5	5



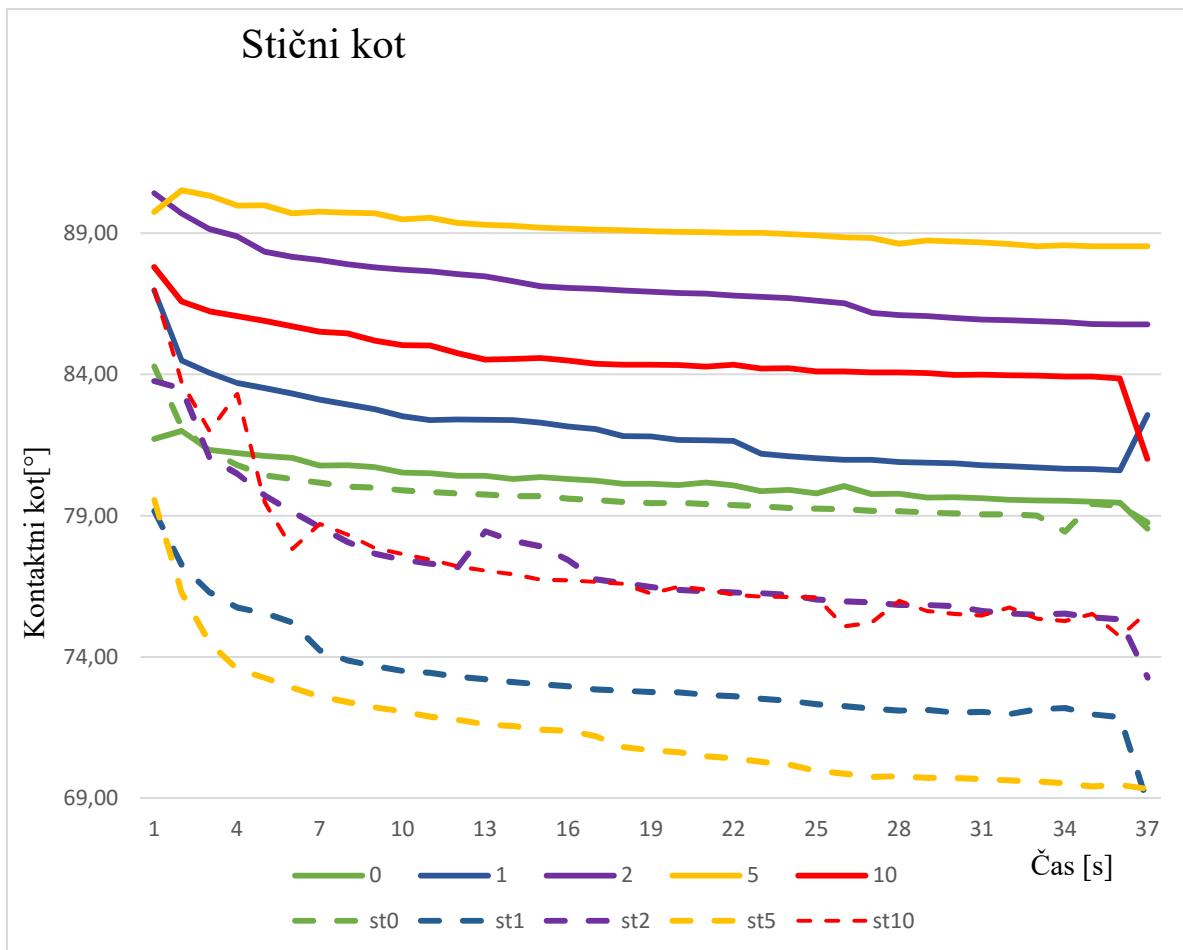
Slika 34: Način testiranja odpornosti filma proti hladnim tekočinam

4.7 STIČNI KOT VODE

(Avtor: Rok Marolt)

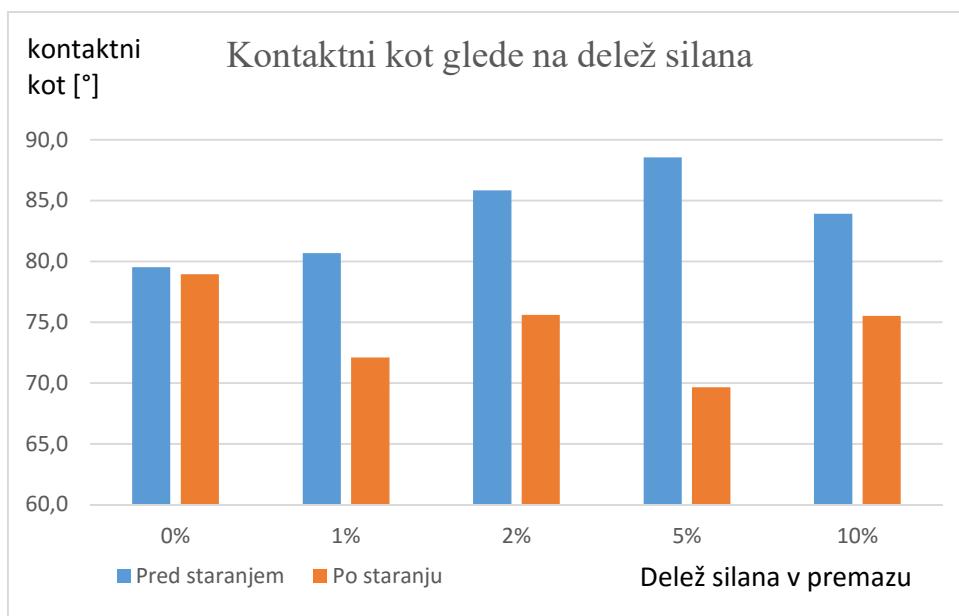
Na sliki 35 je prikazano spremjanje kontaktnega kota vode, v odvisnosti od časa od prvega stika kapljice s podlago, kakor tudi v odvisnosti od deleža silana v reakcijski zmesi za silanizirane smole 98. Meritev se je pričela takoj po nanosu kapljice in je trajala do 35 sekunde po nanosu. Na vsakem vzorcu smo izvedli po 3 meritve na dveh vzporednih preizkušancih za vsako koncentracijo silana, na vzorcih pred staranjem in po njem, in iz treh meritev izračunali povprečje.

Na sliki 35 so zbrani vsi rezultati merjenja kontaktnih kotov. S slike lahko razberemo, da se je kontaktni kot vode pri vseh premazih po izpostavitvi umetnemu pospešenemu staranju zmanjšal. Pri vzorcih pred staranjem je bil največji kontaktni kot pri vzorcu, ki je bil premazan s pripravkom, kateremu je bilo dodano 5,0 % silana. Temu vzorcu se je vodoodbojnost po izpostavitvi UPS najbolj zmanjšala. Tako bi lahko bilo tak pripravek smotrno uporabljati le na lesenih izdelkih za notranjo uporabo. Pred staranjem je najmanjši kontaktni kot vode izkazoval vzorec z 0 % dodanega silana, vendar je bila v tem primeru po UPS sprememba stičnega kota najmanjša. Sodeč po rezultatih določanja stičnega kota vode, bi bil glede na kontaktni kot za lesene izdelke, ki so izpostavljeni zunanjim vremenskim vplivom, najbolj primeren prav ta premaz.



Slika 35: Povprečne vrednosti stičnih kotov vode na nestaranih in staranih preizkušancih

Podatki, prikazani na sliki 36 so bili zajeti pri času 35 s, saj smo želeli izpostaviti stični kot vode na premazu po daljšem časovnem obdobju, ker so premazi v eksterieru izpostavljeni vplivu vode dalj časa kot le nekaj sekund. Iz spodnje slike lahko razberemo, da je bil največji kontaktni kot pri koncentraciji 5,0 % dodanega silana v primeru nestaranih vzorcev, v primeru staranih vzorcev pa je bil največji kontaktni kot pri premazu brez dodanega silana.



Slika 36: Stični koti vode pri 35. sekundi merjenja

4.8 VPLIV UMETNEGA POSPEŠENEGA STARANJA NA BARVO

(Avtor: Rok Marolt)

Barva lesa ima za izdelke (pohištvo, furnir, intarzije, rezbarstvo) velik dekorativni pomen. S postopki površinske obdelave lahko naravni barvni ton lesa načrtno spremenimo (luženje, beljenje, lakiranje ...).

Naravna barva lesa se pod vplivom različnih zunanjih naravnih dejavnikov spreminja:

- na sončni svetlobi (UV-žarki) les porumeni in kasneje posivi,
- pod vplivom dežja, snega in sonca (atmosferilij) les posivi in postane strukturiran,
- višja vlažnost tudi spremeni barvo lesa (npr. črenjenje hrasta),
- s parjenjem in segrevanjem lesa se barva spremeni (parjena bukev ima rdečkast ton),
- okužba z glivami lahko povzroči hitre barvne spremembe lesa (glive modrivke) (Kovačič, 2016).

Preglednica 11: Barvni parametri pred staranjem in po njem

	Delež silana v premazu	Pred staranjem			Po staranju		
		L*	a*	b*	L*	a*	b*
	0 %	71,78	8,31	21,83	65,25	10,54	28,48
	1,0 %	72,21	8,23	22,08	66,87	9,95	25,98
	2,0 %	73,18	8,15	22,20	66,30	10,03	26,40
	5,0 %	68,70	9,34	22,75	64,02	10,04	25,53
	10 %	74,99	7,01	20,74	67,96	9,83	27,12
	Brez premaza	70,58	7,81	18,55	55,43	7,91	19,72



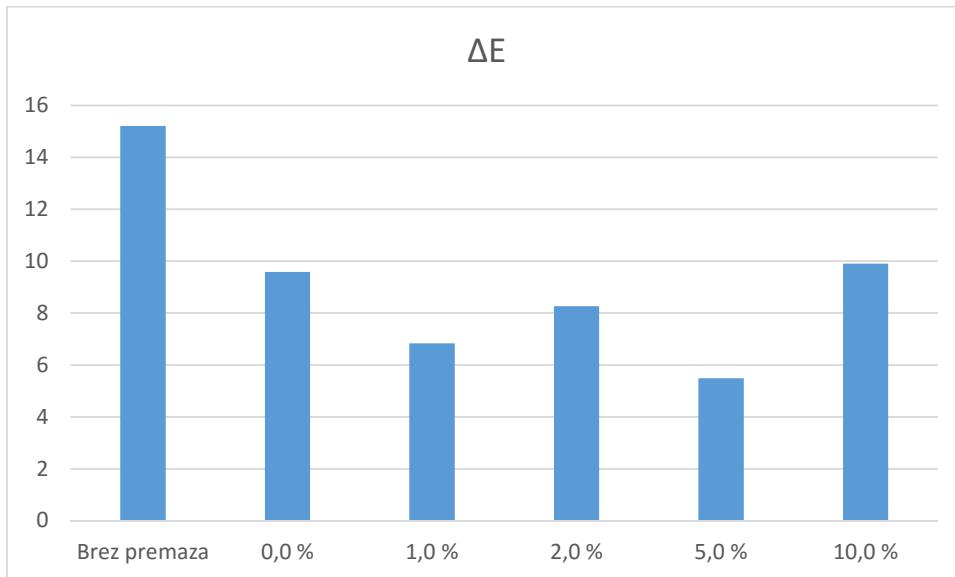
Slika 37: Kolorimeter X-RITE SP 62 med meritvijo

Z meritvami barve (slika 40) smo dobili barvo vzorcev pred staranjem in po njem, tako da smo lahko izračunali barvno razliko ΔE , ki je nastala zaradi staranja.

Barva se je najmanj spremenila pri vzorcu s 5,0 % deleža silana v premaznem pripravku. Najslabši med zaščitenimi vzorci je bil pripravek z 10,0 % deležem silana (preglednica 12, slika 38). Pričakovano so vsi vzorci po staranju spremenili svetlost (ΔL^*). Vsi vzorci so postali temnejši. Največjo razliko svetlosti smo opazili pri vzorcu, ki ni bil premazan. Spremembe Δa^* so bile relativno majhne - okoli vrednosti $\Delta a^* = (0-3)$. Medtem Δb^* , ki prikazuje spremembo barve od $-b^*$ /modra/ do $+b^*$ /rumena/ dosega večje spremembe, od 1-7. (preglednica 12)

Preglednica 12: Sprememba barve zaradi izpostavitve umetnemu pospešenemu staranju

Delež silana v premazu	Oznaka osi v koordinatnem sistemu CIELAB			
	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE^*
	Brez premaza	-15,16	0,09	1,17
0 %	-6,53	2,23	6,65	9,58
1,0 %	-5,35	1,72	3,90	6,84
2,0 %	-6,87	1,88	4,20	8,27
5,0 %	-4,68	0,70	2,78	5,49
10 %	-7,03	2,83	6,38	9,91



Slika 38: Grafični prikaz sprememb barvnih parametrov zaradi izpostavitve preizkušancev umetnemu pospešenemu staranju

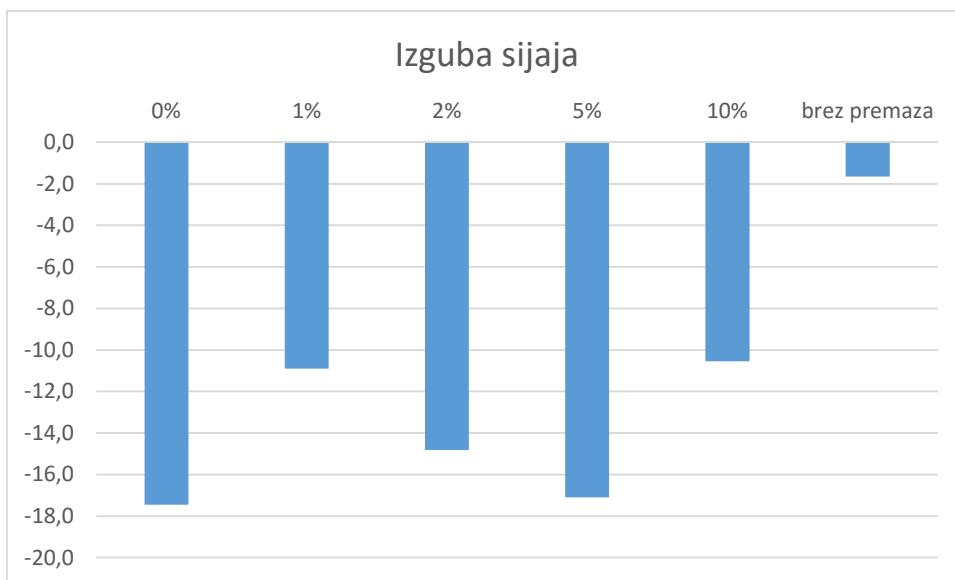
4.9 VPLIV UMETNEGA POSPEŠENEGA STARANJA NA SIJAJ

(Avtor: Rok Marolt)

Izguba sijaja po izpostavitvi UPS, ki je simulirala enoletno izpostavitev preizkušancev v naravi, je bila pričakovana, kakor je bil pričakovani najmanjši sijaj pri bukovem vzorcu, ki je bil brez filma (preglednica 13). V povprečju so sijaj najbolj zadržali vzorci, ki so bili premazani s pripravki z 1,0 % in 10 % deležem silana v premazu. Najslabše so se obnesli vzorci, ki so bili premazani s pripravki z 0,0 % in 5,0 % deležem silana v premazu (slika 39). Sicer pa so se razlike v sijaju pokazale že pri meritvah na nestaranih preizkušancih. Do teh razlik prihaja zaradi različnih količin nanosa, sestave pripravkov in degradacije površine lesa. Po pregledu dobljenih rezultatov lahko sklepamo, da ima debelina filma vpliv na obstojnost sijaja, saj je premaz z 10 % deleža silana v premazu najbolje obdržal sijaj, debelina utrjenega filma je znašala v povprečju med 304 µm in 433 µm, medtem ko je pri ostalih vzorcih bila debelina filma med 166 µm in 277 µm. Pri meritvah debeline filma je lahko prišlo do nenatančnih meritev, predvidevamo da zaradi poškodbe lesa in filma pri razrezu vzorcev, zato so možna odstopanja.

Preglednica 13: Sijaj nestaranih in staranih vzorcev

	Pred staranjem	Po staranju	Δ sijaj
Delež silana v premazu	0 %	55,8	38,3
	1,0 %	45,7	34,8
	2,0 %	55,3	40,5
	5,0 %	60,2	43,1
	10 %	48,3	37,7
	brez premaza	3,7	2,1



Slika 39: Izguba sijaja zaradi staranja v odvisnosti od deleža silana v premaznem sredstvu

5 SKLEPI

(Avtorja: Simon Drlink in Rok Marolt)

- Vse smole niso primerne za silaniziranje. Od štirih preizkušenih smol je bila ustrezna le ena, kar se je pokazalo z meritvami pH in viskoznosti.
- Dokazali smo, da dodajanje silana v večini primerov pomeni boljšo kvaliteto premaza.
- Ugotovili smo, da je silaniziranje možno, a ne z vsemi smolami. Najboljše lastnosti smo dosegli s smolo 98, s katero smo tudi izvedli večino meritev.
- Na splošno smo najboljše lastnosti dosegli s smolo 98, ki smo jo silanizirali s 5,0 % deležem dodanega silana v zmesi. Vendar pa to ne pomeni, da so se pripravki s to smolo izkazali kot najboljši z vidika vseh izmerjenih lastnosti.
- Meritve stičnega kota vode so pokazale, da je dodajanje silana premazom smiselno, če so namenjeni uporabi v interieru. Po drugi strani dodajanje silana smolam, ki so izpostavljene umetnemu pospešenemu staranju, poslabša trajnost njihove vodoodbojnosti. Izguba hidrofobnosti na površini filma pomeni, da se voda v premazan les lažje vpija, kar pomeni slabšo zaščito lesa proti vremenskim vplivom.
- V primeru, da želimo zgolj ohranjati trajnost lesa, bi bila smotrna uporaba premaza brez dodanega silana, saj je bil stični kot vode po staranju v tem primeru največji, kar pomeni boljšo hidrofobnost površine.
- Umetno pospešeno staranje v vseh primerih poslabša lastnosti utrjenih filmov testiranih pripravkov, pri čemer različni delež silana različno vpliva na intenzivnost sprememb.
- Vzorci so zaradi staranja najmanj spremenili barvo v primeru uporabe pripravkov s 5,0 % dodanega silana, medtem ko je bila pri teh vzorcih izguba sijaja zaradi staranja največja.
- Izguba sijaja je bila najmanjša pri premazu z 10,0 % deležem silana, medtem ko je sprememba barve največja.
- V primeru, da želimo ohranjati videz lesa (barvo in sijaj), bi uporabili premaz z 1,0 % dodanega silana, kajti če pogledamo rezultate spremembe barve in sijaja kot celoto, lahko opazimo, da sta v obeh primerih imela minimalno slabše lastnosti kot pred staranjem.

6 POVZETEK

(Avtorja: Simon Drlink in Rok Marolt)

V nalogi so opisane raziskave, ki so zajemale pripravo modificiranih premazov – na osnovi silanizirane poliakrilatne smole - in testiranje utrjenih filmov, njihovih mehanskih lastnosti in ugotavljanje sprememb vizualnih karakteristik po izpostavitvi umetnemu pospešenemu staranju. Cilj naloge je bil izboljšati cenovno ugodne premaze, z dodatkom silana, oz. z modifikacijo smole za vezivo s hidroliziranim silanom. Raziskave so temeljile na ugotavljanju lastnosti tako pri pripravkih za uporabo v notranjih prostorih, kakor za njihovo uporabo na prostem.

V prvem delu raziskave smo hidrolizirali silane, ki so bili osnova za modifikacijo smol. V nadaljevanju smo s hidroliziranim silanom modificirali smolo V, vendar pa le-ta ni zadovoljila naših pričakovanj. Nanesen film se na stekleni površini namreč ni utrdil. Delo s smolo V smo zato prekinili in poskuse nadaljevali s smolama D2 in L3. Novi smoli sta imeli preveliko površinsko napetost, ki smo jo želeli zmanjšati s površinsko aktivno snovjo. Pripravka sta kljub dodani površinsko aktivni snovi tvorila neustrezne filme, tako da smo tudi ta dva pripravka zavrgli. V nadaljevanju smo s silanom modificirali še smolo z oznako 98, pri kateri težav s previsoko površinsko napetostjo in utrjevanjem filma nismo zaznali. Modifikacijo smo izvedli s petimi različnimi koncentracijami dodanega silana. Vse nadaljnje poskuse smo izvedli s tako pripravljenimi formulacijami. Modifikacijo smole s silanom smo spremajali z meritvami viskoznosti in vrednosti pH.

Ker so se pripravki s smolo 98 izkazali za ustrezne, smo na steklo in bukove obdelovance nanesli premazne sisteme in jih pripravili za izvajanje meritev pred umetnim pospešenim staranjem in po njem. Na vzorcih smo izvedli naslednja testiranja:

- določanje trdote po Königu,
- merjenje debeline suhega filma,
- odpornost proti razenju z vzmetnim svinčnikom,
- določanje oprijemnosti z metodo odtrgovanja pečatov,
- merjenje barve,
- merjenje sijaja,
- ocenjevanje odpornosti proti hladnim tekočinam,
- merjenje stičnega kota vode.

Določanje trdote po Königu, določanje oprijemnosti z metodo odtrgovanja pečatov in ocenjevanje odpornosti proti hladnim tekočinam, smo izvedli na vzorcih, ki niso bili izpostavljeni UPS, ostale zgoraj navedene preizkuse pa smo izvedli pred umetnim pospešenim staranjem in po njem.

Iz dobljenih rezultatov smo ugotovili, da so za silaniziranje primerne le določene smole, ki ustrezno reagirajo s silanom. Ni nujno, da dodajanje silana pomeni tudi boljše lastnosti

premazov, vendar so v večini izvedenih meritev rezultati boljši. V diplomski nalogi so obravnavani rezultati dobljeni na podlagi smole 98, ki je bila silanizirana z različnimi deleži silana. V interieru je smiselno uporabljati premaze, ki smo jim dodali silan, saj smo dokazali, da s tem premazom izboljšamo mehanske lastnosti. Na lesene izdelke, katerim želimo povečati trajnost na prostem, je bolj smiselno nanašati premaze ki nimajo dodanega silana, če pa želimo na izdelkih ohraniti izgled, pa bi uporabili premaz, ki vsebuje 1 % dodanega silana.

7 VIRI

Božič D., Golob V. 2001. Interdisciplinarnost barve. 1. del: V znanosti. Maribor, Društvo koloristov Slovenije: 384 str.

Brock T., Groteklaes M, Mischeke P. 2000. European Coatings Handbook. Kraj izdaje, Vincentz Network GmbH & Co KG: 410 str.

Demšar B. 2015. Primerjava vrednotenja barvnih razlik lesnih premazov s kolorimetrom in z vizualnim zaznavanjem. Diplomsko delo Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Odd. za lesarstvo: 39 str.

Gholamiyan H., Tarmian A., Ranjbar Z., Abdolkhani A., Azadfallah M., Mai C. 2016. Silane nanofilm formation by sol-gel processes for promoting adhesion of waterborne and solvent-borne coatings to wood surface. Holzforschung; 70, 5:429-437

Gillis J. 2006. Contact angle.

https://en.wikipedia.org/wiki/Contact_angle, (junij 2016)

Jaić M., Živanović-Trbojević R. 2000. Porvрšinska obrada drveta. Beograd, Zavod za grafičku tehniku Tehnološko-metalurškog fakulteta: 395 str.

Kovačič B. 2016. Osnove lesarstva lepotne in fizikalne lastnosti lesa.
http://www.cpi.si/files/cpi/userfiles/Lesarstvo_tapetnistvo/lepotne_fizikalne_lastnosti_lesa.pdf (14.11. 2016)

Kričej B. 1974. Postopki umetnega pospešenega staranja premazov, namenjenih za površinsko obdelavo lesnih konstrukcij, izpostavljenih na prostem. Les, 4: 131-133

Kričej B. 2008a. Površinska obdelava lesa.

http://les.bf.uni-lj.si/e-pouk1516/pluginfile.php/9264/mod_folder/content/0/3a1_sestava_premazov.ppt?forcedownload=1 (14.11.2016)

Kričej B. 2008b. Lastnosti površinskih sistemov – novih površin.

http://les.bf.uni-lj.si/e-pouk1516/pluginfile.php/9264/mod_folder/content/0/45_lastnosti_utrjenih_premazov.ppt?forcedownload=1 (14.11.2016)

Kričej B. 2008c. Lastnosti utrjenih premazov.

http://les.bf.uni-lj.si/e-pouk1516/pluginfile.php/9264/mod_folder/content/0/45a_lastnosti_utrjenih_premazov_dodatno_.ppt?forcedownload=1 (14.11.2016)

Mihevc V. 1987. Kontrolne metode lepljenja in površinske obdelave lesa. Biotehniška fakulteta, VTOZD za lesarstvo, Katedra za pohištvo, 1987 - (109-110) 179 str.

Pavlič M. 2003. Lastnosti premazov in premaznih sistemov za zunanjou zaščito lesa. Gradivo za SIST seminar. Ljubljana, Univ. v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo, 9 str.

Pavlič M. 2015. Odpornostne lastnosti 1,

<http://les.bf.uni-lj.si/e-pouk1516/mod/resource/view.php?id=6972>

Pavlič M. 2016. Preizkušanje materialov v PO Trdota, prožnost.

http://les.bf.uni-lj.si/e-pouk1516/pluginfile.php/9305/mod_resource/content/0/32%20MLTPO_-_Trdota%20proznost.pdf (14.11.2016)

Petrič M. 2007. Premazi za površinsko obdelavo lesenih talnih oblog. Del.1. Splošno o premazih za les. Korak, 8, 3: 35-41

Podpečan T. 2014. Primerjava različnih metod za določanje oprijemnosti utrjenih premazov na les. Diplomsko delo, Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Odd. za lesarstvo: 54 str.

Poliakrilati. 2016. Zagreb, Leksikografski zavod Miroslav Krleža.
<http://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?id=49113> (2. marec 2016)

Silane. 2016. Wikipedia.

<https://en.wikipedia.org/wiki/Silane> (15. apr 2016)

SIST EN 12720:1997 – Pohištvo – Ugotavljanje odpornosti površine proti hladnim tekočinam (ISO 4211:1979) - Furniture - Assessment of surface resistance to cold liquids 15 str.

SIST EN 24624:1997 – Barve in laki – Preskušanje adhezije z odstranjnjem filma (ISO 4624:1978) - Paints and varnishes – Pull-off test 14 str.

SIST EN ISO 1518:2001 – Barve in laki – Preskus z razenjem (ISO 1518:1992) - Paints and varnishes - Scratch test (ISO 1518:1992).

SIST EN ISO 1522:2007 – Barve in laki – Preskus trdote z dušenjem nihanja (ISO 1522:2006) - Paints and varnishes - Pendulum damping test

SIST EN ISO 2555:2000 – Polimerni materiali – Tekoče smole, emulzije ali disperzije - Preskusna metoda za določanje navidezne viskoznosti po Brookfieldu - Plastics - Resins in the liquid state or as emulsions or dispersions - Determination of apparent viscosity by the Brookfield Test method.

SIST EN ISO 2808:2007 – Barve in laki – Ugotavljanje debeline plasti - Paints and varnishes - Determination of film thickness.

SIST EN ISO 2813:1999 – Barve in laki – Določevanje sijaja neefektivnih premaznih sredstev pod koti 20°, 60° in 85° (ISO 2813:1994, vključno s tehničnim popravkom 1:1997) – Paints and varnishes – Determination of specular gloss of non metallic paint films at 20°, 60° in 85° (ISO 2813:1994, Including Technical Corrigendum 1:1997): 11 str.

SIST EN ISO 3251:2003 – Barve, laki in plastične mase – Določevanje nehlapnih snovi - Paints, varnishes and plastics - Determination of non-volatile-matter content.

Tshabalala M.A., Sung L.P. 2007. Wood surface modification by in-situ sol-gel deposition of hybrid inorganic-organic thin films. J. Coat. Technology: 483-490

Šernek M. 2004. Furnir in lepljen les. Študijsko gradivo. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 24 str.

Yambo tutorial: SiH4 (2008-2015)

<http://www.yambo-code.org/tutorials/SiH4/index.php>, (23. apr 2016)

ZAHVALA

Zahvaljujeva se prof. dr. Marku Petriču, asist. dr. Matjažu Pavliču, tehniškemu sodelavcu Juretu Žigonu, mag. inž. les., dr. Nejcu Thalerju, recenzentki doc. dr. Idi Poljanšek, in vsem ostalim, ki so pripomogli k izdelavi, urejanju in oblikovanju diplomskega dela.

Za ves trud in posredovano znanje ter gradivo, ki nama je bilo v pomoč pri izdelavi te diplomske naloge, gre zahvala dr. Pavli Poriju.

Zahvala gre tudi najinima družinama in prijateljem, ki so nama zvesto stali ob strani skozi celoten študij.