

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Aleš CIBER

**LEPLJENJE LESA Z UPORABO NOVIH
MATERIALOV IN TEHNIK**

DIPLOMSKO DELO

Visokošolski strokovni študij

Ljubljana, 2016

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Aleš CIBER

LEPLJENJE LESA Z UPORABO NOVIH MATERIALOV IN TEHNIK

DIPLOMSKO DELO

Visokošolski strokovni študij

**ADHESIVE BONDING OF WOOD USING NEW MATERIALS AND
TECHNIQUES**

GRADUATION THESIS
Higher professional studies

Ljubljana, 2016

Diplomsko delo je zaključek Visokošolskega strokovnega študija lesarstva. Opravljeno je bilo na Katedri za lepljenje, lesne kompozite in obdelavo površin na Oddelku za lesarstvo, Biotehniške fakultete, Univerze v Ljubljani.

Senat Oddelka za lesarstvo je za mentorja diplomskega dela imenoval prof. dr. Milana Šerneka, za recenzenta pa doc. dr. Mirka Kariža.

Komisija za oceno in zagovor:

Predsednik:

Član:

Član:

Datum zagovora:

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

Aleš Ciber

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

| | |
|----|---|
| ŠD | Vs |
| DK | UDK 630*824.8 |
| KG | utekočinjen les/fenol formaldehidno lepilo/utrjevanje/strižna trdnost |
| AV | CIBER, Aleš |
| SA | ŠERNEK, Milan (mentor)/KARIŽ, Mirko (recenzent) |
| KZ | SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VIII/34 |
| ZA | Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo |
| LI | 2016 |
| IN | LEPLJENJE LESA Z UPORABO NOVIH MATERIALOV IN TEHNIK |
| TD | Diplomsko delo (visokošolski strokovni študij) |
| OP | X, 42 str., 15 pregl., 19 sl., 17 vir., 8 pril. |
| IJ | sl |
| JJ | sl/en |
| AI | V diplomskem delu smo raziskovali možnost uporabe utekočinjenega lesa kot materiala za izdelavo lepil. Les topola smo utekočinili na podlagi že raziskanih postopkov utekočinjenja s pomočjo glicerola kot reagenta za utekočinjanje ter žveplove (VI) kisline kot katalizatorja. Prvi del raziskave je obsegal optimizacijo utekočinjenja, drugi pa spremljanje utrjevanja utekočinjenega lesa v kombinaciji z dodatki lepil. Utrjevanje lepilnih mešanic smo spremljali z določanjem reoloških lastnosti na reometru ter z merjenjem dielektričnih lastnosti lepila med utrjevanjem v stiskalnici. Z izbranimi mešanicami utekočinjenega lesa (UL) in fenol-formaldehidnega (FF) lepila smo zlepili preizkušance pri različnih časih stiskanja ter testirali strižno trdnost in ocenili delež loma po lesu. Rezultati so pokazali, da lahko za lepljenje lesa uporabimo FF lepilo, ki mu dodamo majhen delež UL, in tako izboljšamo strižno trdnost lepilnih spojev ter odpornost proti vlagi oziroma vodi. Če pri lepljenju uporabimo večji delež UL kot FF, lahko lepljenca uporabimo samo v suhih pogojih. |

KEY WORDS DOCUMENTATION

- ND Vs
- DC UDC 630*824.89
- CX liquefied wood/phenol-formaldehyde adhesive/curing/shear strength
- AU CIBER, Aleš
- AA ŠERNEK, Milan (supervisor)/KARIŽ, Mirko (co-advisor)
- PP SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VIII/34
- PB University of Ljubljana, Biotechnical Faculty, Department of Wood Science and Technology
- PY 2016
- TY ADHESIVE BONDING OF WOOD USING NEW MATERIALS AND TECHNIQUES
- DT Graduation Thesis (Higher professional studies)
- NO X, 42 p., 15 tab., 19 fig., 17 ref., 8 ann.
- LA sl
- Al sl/en
- AB In the thesis paper the possibility of using liquefied wood as a material for manufacturing adhesives was researched. Poplar wood was liquefied; the process based on already investigated liquefaction processes using glycerol as the reagent for the liquefaction and the sulfuric acid (VI) as a catalyst. The first part of the study included the optimization of the liquefaction, and the second part monitoring the hardening of liquid timber in combination with the adhesive additives. The hardening of adhesive mixtures was monitored by determining the rheological properties of the rheometer and by measuring the dielectric properties of the adhesive during curing in a press. The selected mixtures of liquefied wood (LW) and phenol-formaldehyde (PF) glue were used to glue test pieces at different times of compression followed by testing the shear strength and the assessment of the proportion of wood fracture. The results showed that for gluing wood PF glue with the addition of a small proportion of LW can be used and thus improve the shear strength of the adhesive joints as well as the resistance to moisture or water. If for gluing a higher proportion of LW as PF is used, the bonded blocks can be used only in dry conditions.

KAZALO VSEBINE

| | |
|--|----------|
| | str. |
| Ključna dokumentacijska informacija (KDI) | III |
| Key words documentation (KDW) | IV |
| Kazalo vsebine | V |
| Kazalo preglednic | VIII |
| Kazalo slik | IX |
| Kazalo prilog | X |
| | |
| 1 UVOD | 1 |
| 1.1 OPREDELITEV PROBLEMA | 1 |
| 1.2 CILJI NALOGE | 1 |
| 1.3 DELOVNE HIPOTEZE | 1 |
| 2 PREGLED OBJAV | 2 |
| 2.1 LES | 2 |
| 2.1.1 Zgradba lesa | 2 |
| 2.1.1.1 Celuloza | 2 |
| 2.1.1.2 Hemiceluloze | 2 |
| 2.1.1.3 Lignin | 2 |
| 2.1.1.4 Ekstraktivne snovi | 2 |
| 2.2 UTEKOČINJEN LES | 3 |
| 2.2.1 Utekočinjenje s fenoli | 3 |
| 2.2.2 Utekočinjenje s polihidričnimi alkoholi | 3 |
| 2.2.3 Uporaba utekočinjenega lesa | 3 |
| 2.2.3.1 Utekočinjen les kot gorivo | 3 |
| 2.2.3.2 Utekočinjen les kot lepilo | 4 |
| 2.2.3.3 Utekočinjen les kot dodatek k poliuretanskim penam | 4 |
| 2.2.3.4 Utekočinjen les - fenol-formaldehidna smola | 4 |
| 2.3 REOLOGIJA | 4 |
| 2.3.1 Reometer | 5 |
| 2.3.2 Spremljanje utrjevanja lepil z reometrom | 5 |
| 2.4 DIELEKTRIČNA ANALIZA | 6 |

| | | |
|--------------|--|----|
| 2.4.1 | Stopnja utrjenosti ali indeks utrjevanja | 6 |
| 3 | MATERIALI IN METODE | 7 |
| 3.1 | LES | 7 |
| 3.1.1 | Topol, <i>Populus spp.</i> | 7 |
| 3.1.2 | Bukev, <i>Fagus sylvatica L.</i> | 7 |
| 3.2 | UTEKOČINJANJE LESA | 8 |
| 3.2.1 | Glicerol | 8 |
| 3.2.2 | Žveplova (VI) kislina | 8 |
| 3.2.3 | Dioksan | 9 |
| 3.3 | LEPILNE MEŠANICE | 9 |
| 3.3.1 | Fenol-formaldehidno lepilo | 9 |
| 3.4 | UTEKOČINJENJE LESA | 9 |
| 3.4.1 | Prva priprava | 10 |
| 3.4.2 | Druga priprava | 10 |
| 3.4.3 | Tretja priprava | 10 |
| 3.4.4 | Četrta priprava | 10 |
| 3.4.5 | Peta priprava | 11 |
| 3.5 | SPREMLJANJE UTRJEVANJA LEPILNIH MEŠANIC IZ UL IN FF LEPILA Z REOMETROM | 12 |
| 3.6 | VLAŽNOST LESA | 13 |
| 3.7 | LEPLJENJE PRESKUŠANCEV V VROČI STISKALNICI | 13 |
| 3.8 | IZDELAVA PRESKUŠANCEV ZA TESTIRANJE LEPILNIH SPOJEV | 15 |
| 3.8.1 | Standard SIST EN 12765:2002 – Razvrstitev duromernih lepil za les za nekonstrukcijsko uporabo | 15 |
| 3.8.2 | Standard SIST EN 205:2003 – Lepila – Lepila za les za nekonstrukcijsko uporabo – Ugotavljanje natezno strižne trdnosti spojev s preklopom ... | 17 |
| 3.9 | UGOTAVLJANJE STRIŽNE TRDNOSTI LEPILNIH SPOJEV | 18 |
| 4 | REZULTATI | 19 |
| 4.1 | UTEKOČINJENJE LESA | 19 |
| 4.2 | UTRJEVANJE LEPILNIH MEŠANIC IZ UL IN FF LEPILA | 21 |
| 4.3 | VLAŽNOST LESA | 22 |
| 4.4 | DIELEKTRIČNA ANALIZA | 23 |
| 4.5 | STRIŽNA TRDNOST LEPILNEGA SPOJA | 24 |

| | | |
|-------|--|----|
| 4.5.1 | Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za pripravo 1 | 25 |
| 4.5.2 | Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za pripravo 2 | 26 |
| 4.5.3 | Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za pripravo 3 | 27 |
| 4.5.4 | Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za pripravo 4 | 29 |
| 5 | RAZPRAVA IN SKLEPI | 30 |
| 5.1 | RAZPRAVA | 30 |
| 5.2 | SKLEPI | 35 |
| 6 | VIRI | 36 |
| | ZAHVALA | 38 |

KAZALO PREGLEDNIC

| | |
|--|----|
| Preglednica 1: Deleži komponent v lepilni mešanici za reološke meritve | 12 |
| Preglednica 2: Deleži komponent v lepilni mešanici ter čas stiskanja | 15 |
| Preglednica 3: Deleži komponent v lepilni mešanici ter čas stiskanja | 15 |
| Preglednica 4: Deleži komponent v lepilni mešanici ter čas stiskanja | 15 |
| Preglednica 5: Trajnostni razredi in primeri uporabe duromernih lepil za nekonstrukcijsko uporabo | 16 |
| Preglednica 6: Pogoji priprave preskušancev in zahteve za posamezen trajnostni razred .. | 16 |
| Preglednica 7: Delež utekočinjenega lesa pri prvi pripravi glede na različne čase reakcije | 20 |
| Preglednica 8: Delež utekočinjenega lesa pri drugi pripravi glede na različne čase reakcije | 20 |
| Preglednica 9: Delež utekočinjenega lesa pri tretji pripravi s časom reakcije 105 min | 20 |
| Preglednica 10: Delež utekočinjenega lesa pri četrti pripravi glede na različne čase reakcije | 21 |
| Preglednica 11: Delež utekočinjenega lesa pri peti pripravi s časom reakcije 120 min..... | 21 |
| Preglednica 12: Vlažnost kontrolnega lesa bukovine..... | 23 |
| Preglednica 13: Pogoji priprave preskušancev in zahteve za posamezen trajnostni razred | 24 |
| Preglednica 14: Povzetek meritev spremljanja utrjevanja lepilnih mešanic z reometrom .. | 31 |
| Preglednica 15: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus lepljencev po različnih pripravah..... | 34 |

KAZALO SLIK

| | |
|--|----|
| Slika 1: Kemijska formula glicerola (Glycerol, 2010) | 8 |
| Slika 2: Kemijska formula žveplove (VI) kisline | 9 |
| Slika 3: Dioksan | 9 |
| Slika 4: Merjenje reoloških lastnosti z reometrom ARES-G2 | 12 |
| Slika 5: Električno ogrevana stiskalnica za lepljenje preskušancev | 14 |
| Slika 6: Oblika preskušancev za ugotavljanje natezno strižne trdnosti lepljenih spojev | 17 |
| Slika 7: Testirni stroj Zwick/Roell Z100 (Bajuk, 2010)..... | 18 |
| Slika 8: Ocena loma po lesu; 100 % lom po lesu (levo) in 0 % lom po lesu (desno) | 19 |
| Slika 9: Stopnja utrjenosti lepilnih mešanic v odvisnosti od časa..... | 22 |
| Slika 10: Stopnja utrjenosti lepilnih mešanic v odvisnosti od časa..... | 23 |
| Slika 11: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 1, 600 s..... | 25 |
| Slika 12: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 1, različen čas stiskanja | 26 |
| Slika 13: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 2, 600 s..... | 27 |
| Slika 14: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 2, različen čas stiskanja | 27 |
| Slika 15: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 3, 600 s..... | 28 |
| Slika 16: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 3, različen čas stiskanja | 28 |
| Slika 17: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 4, 600 s..... | 29 |
| Slika 18: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 4, različen čas stiskanja | 30 |
| Slika 19: Rezultati utekočinjenja lesa pri pripravi 1 in 2 | 31 |

KAZALO PRILOG

- Priloga A: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 1 pri času stiskanja 600 s
- Priloga B: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 1 pri različnem času stiskanja
- Priloga C: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 2 pri času stiskanja 600 s
- Priloga D: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 2 pri različnem času stiskanja
- Priloga E: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 3 pri času stiskanja 600 s
- Priloga F: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 3 pri različnem času stiskanja
- Priloga G: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 4 pri času stiskanja 600 s
- Priloga H: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 4 pri različnem času stiskanja

1 UVOD

1.1 OPREDELITEV PROBLEMA

V današnjem času, ko je vse usmerjeno k uporabi obnovljivih in naravnih virov, so takšne usmeritve zelo prisotne tudi pri razvoju lepil za les.

Okoljska osveščenost je dandanes na zelo visokem nivoju, v smislu vse strožjih okoljevarstvenih zahtev uvedbe uredb glede hlapilnih organskih substanc, in tudi zaradi višanja cen naftnih derivatov. Zato na trg prodira vse več izdelkov, ki so narejeni iz naravnih in obnovljivih materialov. Glede na vse to je izdelava lepil za les iz naravnih in obnovljivih virov zelo perspektivna.

1.2 CILJI NALOGE

Glavni cilj raziskave je bil proučiti možnosti lepljenja lesa z utekočinjenim lesom oziroma mešanicami utekočinjenega lesa in obstoječih lepil. Zanimalo nas je, če je možno z uporabo naravnih materialov doseči zadovoljive trdnosti lepilnih spojev. Namen raziskave je bil tudi ugotoviti maksimalen delež utekočinjenega lesa v lepilni mešanici pri lepljenju lesa in doseči zadostno trdnost spoja.

1.3 DELOVNE HIPOTEZE

Raziskava novih materialov – lepil za lepljenje lesa, izhaja iz predpostavke, da bo atribut okoljske prijaznosti in vpliva na zdravje potrošnikov v naslednjih nekaj letih postal bistvena blagovna in zaščitna znamka evropske lesne industrije.

Predvidevamo, da je z mešanico utekočinjenega lesa in obstoječih lepil za les možno zlepiti lepljence in doseči zadovoljivo strižno trdnost lepilnih spojev. Za doseganje optimalne trdnosti pa je potrebno prilagoditi delež utekočinjenega lesa v lepilni mešanici ter prilagoditi proces lepljenja (npr. podaljšati čas stiskanja).

2 PREGLED OBJAV

2.1 LES

2.1.1 Zgradba lesa

Les je sestavljen iz različnih tkiv in celic. Kemično je sestavljen iz celuloze, hemiceluloze, lignin, ekstraktivne snovi in neorganske mineralne snovi (Čufar, 2006). Sama elementarna sestava lesa vsebuje 50 % ogljika, 43 % kisika, 6 % vodika ter 1 % dušika (Pipa, 1997).

2.1.1.1 Celuloza

Zrel les listavcev in iglavcev vsebuje stalen delež celuloze in sicer 42 ± 2 %. Celuloza predstavlja glavno sestavino rastlinskih celičnih sten in tudi lesa (Fengel in Wegener, 1989).

2.1.1.2 Hemiceluloze

Količina hemiceluloz variira med drevesnimi vrstami. Od celuloze se hemiceluloza razlikuje v tem, da ima v stranskih verigah sladkorje, acetilne estre in sladkorne kisline (Gorišek, 2009).

2.1.1.3 Lignin

Lignin je tridimenzionalni aromatični polimerni kompozit. Nahaja se v medceličnih prostorih. Pri iglavcih je vsebnost lignina 23 do 33 %, v tropskih lesovih ga najdemo več, pri listavcih zmernega pasu pa manj (od 16 do 25 %). Lignifikacija se prične v celičnih ogliščih, ko se konča površinska rast celice in pred začetkom nastanka sekundarne stene (Gorišek, 2009).

2.1.1.4 Ekstraktivne snovi

Ekstraktivne snovi najdemo v celičnih stenah ali lumnih celic. Le-te predstavljajo širok spekter kemičnih spojin. Ekstraktivne snovi pripomorejo k vonju, značilnemu za določeno vrsto lesa, povečajo njegovo gostoto, trdnost kot tudi trdoto lesa. Pri obdelavi in predelavi lesa so ekstraktivne snovi lahko škodljive ali dražeče za ljudi (Fengel in Wegener, 1989).

2.2 UTEKOČINJEN LES

Po strukturi je les kompleksen trden material. Sestavljen je iz lignina in hemiceluloze ter polimernih molekul celuloze. S procesom utekočinjenja samo strukturo lesa razgradimo na enostavne, tekoče, manjše gradnike in dobimo gosto temnorjavo tekočino, katero imenujemo utekočinjen les (Kranjec, 2010).

V zadnjih desetletjih so razvili nove postopke utekočinjenja lesa pod blažjimi pogoji. Načina, ki prevladujeta kako utekočiniti les pri povišani temperaturi in pod normalnim tlakom, sta utekočinjenje s fenoli in utekočinjenje s polihidričnimi alkoholi (Tišler, 2002).

2.2.1 Utekočinjenje s fenoli

V alkalnem mediju lahko poteka utekočinjanje lesa s fenoli. Najboljši katalizator, katere so preizkusili, je v primerjavi s številnimi anorganskimi solmi NaOH. Za optimalno utekočinjenje je zelo pomembno razmerje med količinami fenola, lesne moke in NaOH. Kot katalizator lahko uporabimo tudi fosforno kislino H_3PO_4 (Tišler, 2002).

2.2.2 Utekočinjenje s polihidričnimi alkoholi

Metoda za utekočinjenje lesa s polihidričnimi alkoholi, ki je najpogosteje opisana, je metoda, kjer lesno moko ali lesne sekance utekočinimo pri 150 °C ter glicerol in polietilen glikol uporabimo kot reagent za utekočinjanje. Kot katalizator služi žveplova kislina (Tišler, 2002).

2.2.3 Uporaba utekočinjenega lesa

2.2.3.1 Utekočinjen les kot gorivo

Utekočinjen les se lahko uporablja kot gorivo, saj kakor kažejo trendi, se bodo fosilna goriva drastično podražila, lahko pa se zgodi, da bodo pošle zaloge, kar predstavlja veliko prednost. Sama kurilna vrednost utekočinjenega lesa je veliko boljša kot kurilna vrednost trdih goriv.

2.2.3.2 Utekočinjen les kot lepilo

Les lahko utekočinimo na tak način, da nam na koncu ostane samo utekočinjen les brez večine snovi, katere so potrebne za samo utekočinjanje. Trendi stremijo k temu, da bi namesto sintetičnih lepil uporabljali lepila pridobljena iz naravnih materialov, na primer utekočinjen les. Uporabljalo bi se ga lahko predvsem v proizvodnji lesnih kompozitov. Predvidevamo lahko, da bi se utekočinjen les kot lepilo uporabljal v pohištveni industriji, proizvodnji konstrukcijskega lesa, vendar pri tem ne smemo pozabiti, da je utekočinjen les črne barve in je lepilni spoj tako bolj opazen.

2.2.3.3 Utekočinjen les kot dodatek k poliuretanskim penam

Utekočinjen les se prav tako uporablja v gradbeništvu kot izolacijski material pri pripravi poliuretanskih pen. Poliuretanska pena je sestavljena iz sintetičnih materialov z dodatkom utekočinjenega lesa, približno 30 do 40 %. Oplemenitena pena je dimenzijsko bolj stabilna ob minimalnem povečanju koeficienta toplotne prevodnosti.

2.2.3.4 Utekočinjen les - fenol-formaldehidna smola

Fenol-formaldehidno smolo dobimo, v kolikor les utekočinjamo s fenolom v kislem mediju ter mu dodamo formaldehid, na ta način dobimo odlično novolak smolo. Prednost omenjene sinteze je v tem, da formaldehid deluje tako, da v sami smoli nimamo fenola, kateri bi bil nezreagirani. Fenol-formaldehidne smole imajo v tekočem stanju podobne lastnosti kot novolak smole (Tišler, 2002).

2.3 REOLOGIJA

Reologija je interdisciplinarna veda o tokovnem obnašanju in deformaciji materiala, ki združuje znanja medicine, biologije, genetsko in kemijskega inženirstva, kemije, fizike... Reologije je proučevanje obnašanja snovi pod vplivom strižne sile v območju delovanja Hookovega in Newtonovega zakona, pri čemer gre lahko za trde, poltrde ali tekoče snovi. Odzivi materiala so različni: povratna elastična deformacija ali nepovraten viskoelastičen tok ali kombinacija obeh (Kariž in Šernek, 2009).

2.3.1 Reometer

Reometer je naprava, s katero spremljamo reološke lastnosti materiala pri rotaciji ali oscilaciji v odvisnosti od frekvence, časa, temperature, napetosti in amplitude. Z njem lahko proučujemo lepila, polimere, premaze, srednje in visoko viskozne tekočine, trde snovi ter reaktivne materiale. Ločimo jih v dve skupine in sicer reometri z nastavljivo strižno napetostjo in reometri z nastavljivo strižno hitrostjo (Kariž in Šernek, 2009).

V lesarstvu se reometer uporablja za merjenje reoloških lastnosti lepil, premazov in smol. Z njem se ugotavlja tudi viskoelastične lastnosti in viskoznost materiala. Pri torzijski obremenitvi lahko po fazah spremljamo spremembe v materialu, dinamične mehanske lastnosti trdih snovi in predhodna stanja med utrjevanjem. Reometer nam omogoča, da lahko spremljamo delovanje različnih materialov in identifikacijo območij faznih sprememb (Šernek, 2009; Kariž in Šernek, 2009).

Na reometru lahko izvajamo meritve z rotacijo ali pa s t.i. oscilatornim testom, ki se uporablja pri raziskavah vseh vrst viskoelastičnih materialov, elastomerov, polimernih raztopin, gelov, mešanic in celo nekaterih trdnih snovi. Pri oscilaciji spreminjamo frekvenco obremenitve in deformacijo (amplitudo) (Šernek, 2009; Kariž in Šernek, 2009).

2.3.2 Spremljanje utrjevanja lepil z reometrom

Pri utrjevanju lepil najpogosteje spremljamo spremembe dinamičnega strižnega modula (G). Ta ima komponenti viskoznega strižnega modula G'' (modul energetske izgube) in elastičnega strižnega modula G' (modul akumulacije energije). Fazni kot δ je zamik med sinusoidno frekvenco obremenjevanja in frekvenco povzročene napetosti v materialu, tangens faznega kota δ pa je enak razmerju med G'' in G' (Kariž in Šernek, 2009).

Različna prehodna stanja in pojave pri utrjevanju duromernih lepil je mogoče spremljati na več načinov, med drugim tudi s proučevanjem sprememb reoloških lastnosti. Če želimo rezultate reoloških meritev povezati s praktičnim utrjevanjem lepila v lepilnem spoju, je potrebno lepilo v reometru izpostaviti enakim pogojem utrjevanja. Ker je amplituda obremenjevanja majhna, se notranja struktura lepila ne poruši, utrjevanje pa je zaradi tega nemoteno. Tako lahko kontinuirano spremljamo spremembe reoloških lastnosti čez celoten proces utrjevanja. Rezultati meritev so neposredno povezani z mehanskimi lastnostmi utrjenega lepila (Kariž in Šernek, 2009).

2.4 DIELEKTRIČNA ANALIZA

Nadzorovati in predvideti stopnjo utrjenosti lepila med stiskanjem v vroči stiskalnici je ključno za uspešno proizvodnjo in doseganje kvalitete proizvodov. Za spremljanje utrjevanja lepila v laboratorijskih pogojih je bilo razvitih več metod, kot so na primer dinamična mehanska analiza (DMA), diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC), dinamična termična analiza (DTA). Ni pa s temi metodami mogoče nadzorovati procesa v proizvodnji, da bi bili ves čas na razpolago ažurni podatki. Dielektrična analiza (DEA) je nedestruktivna metoda, ki bi jo bilo mogoče uporabljati za zbiranje podatkov o procesu utrjevanja lepila neposredno v proizvodnji (Šernek in Kariž, 2009).

DEA je najpogosteje uporabljena in obetajoča metoda za kontinuirano spremljanje utrjevanja v lepilnem spoju. Meritve potekajo s trpežnim in tankim senzorjem, ki je med lepljenjem neposredno vstavljen v lepilni spoj. Spremljanje utrjevanja z dielektrično analizo temelji na merjenju sprememb dielektričnih lastnosti materiala – lepila. Takšna analiza razkriva podrobnosti o pojavih, kot so temperatura steklastega prehoda, inter- in intramolekulske interakcije, relaksacijski čas, ionska viskoznost,... Spremembe dielektričnih lastnosti so povezane s spremembo utrjenosti in viskoznosti lepila, zato je z merjenjem sprememb dielektričnih lastnosti lepila mogoče ugotoviti soodvisnost med temperaturo stiskanja, časom stiskanja in stopnjo utrjenosti (Šernek, 2004).

2.4.1 Stopnja utrjenosti ali indeks utrjevanja

Indeks utrjevanja (α) ali stopnjo utrjenosti ob času t lahko izračunamo na podlagi merjenja dielektričnega faktorja izgub (ϵ''). Indeks utrjevanja izračunamo po enačbi (1) (Šernek in Kamke, 2007):

$$\alpha = \frac{\epsilon_i'' - \epsilon_t''}{\epsilon_i'' - \epsilon_f''} \quad \dots(1)$$

ϵ_t'' – dielektrični faktor izgub ob času t

ϵ_i'' – maksimalni dielektrični faktor izgub

ϵ_f'' – minimalni dielektrični faktor izgub

Dielektrični faktor izgub (ε'') je potrebno izračunati. Predstavlja ga rezultat produkta dielektrične vrednosti in tangensa izgubnega kota, kot prikazuje enačba (2) (Šernek, 2004):

$$\varepsilon'' = \varepsilon' \times \tan\delta \quad \dots(2)$$

$\tan\delta$ – tangens izgubnega kota

ε' – dielektrična vrednost

Za stopnjo utrjenosti obstaja enostavnejši zapis in sicer enačba (3), ki izhaja iz zveze med prevodnostjo, ki je direktno merjena količina, dielektričnim faktorjem izgub, frekvence in začetne kapacitivnosti (Šernek in Kamke, 2007):

$$\alpha = \frac{G_{max} - G_t}{G_{max} - G_{min}} \quad \dots(3)$$

G_t – prevodnost ob času t

G_{max} – maksimalna prevodnost

G_{min} – minimalna prevodnost

3 MATERIALI IN METODE

3.1 LES

V diplomskem delu smo uporabili les topola za izdelavo utekočinjenega elsa, ter les bukve za lepljenje.

3.1.1 Topol, *Populus spp.*

Topol je zelo pomembna drevesna vrsta, najbolj zaradi svoje hitre rasti. Les topola ima zelo nizko gostoto, se malo krči, je zelo homogen, ampak ni trajen. Uporablja se ga v mizarstvu za nevidne dele pohištva, manj obremenjene notranje konstrukcije, vezani les, vžigalce, ... (Čufar, 2006; Pipa, 1997).

3.1.2 Bukev, *Fagus sylvatica L.*

Bukov les je gost in trd ter z velikim dimenzijskim delovanjem. Les je dobro cepljiv, plastičen in malo elastičen. V mizarstvu se ga uporablja kot vezan, masiven in krivljen les.

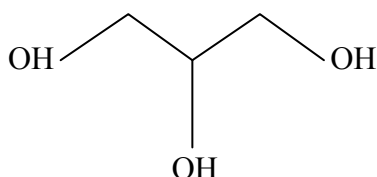
Iz bukovega lesa ne izdelujejo le pohištva temveč tudi ročaje, embalažo, železniške pragove, galanterijske izdelke,... prav tako pa ga uporabljajo v proizvodnji ivernih plošč, za celulozo in izdelavo luščenega furnirja (Čufar, 2006).

3.2 UTEKOČINJANJE LESA

Pri utekočinjanju lesa smo uporabili glicerol, žveplovo kislino in dioksan.

3.2.1 Glicerol

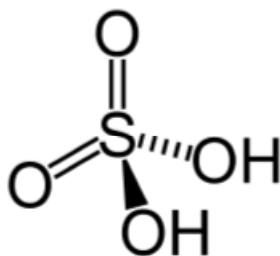
Glicerol je nehlapna tekočina, gosta, sladkega okusa, brez vonja in brez barve. Mešamo ga lahko z vodo. Njegovo tališče je pri 18 °C, vrelišče pa pri 290 °C. Uporablja se v farmacevtski, kozmetični in papirni industriji. Prav tako je nepogrešljiv v proizvodnji epoksidnih smol, lakov in v sredstvih proti zmrzovanju hladilne vode,... (Schroter in sod., 1993; Leksikon kemije, 2001).



Slika 1: Kemijska formula glicerola (Glycerol, 2010)

3.2.2 Žveplova (VI) kislina

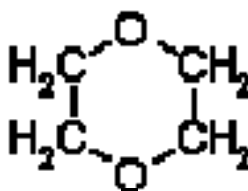
Žveplova (VI) kislina je oljnata tekočina brez barve in vonja. Velja za zelo močno kislino in jo uvrščamo med pomembnejše kemijske surovine. Njena gostota je 1,84 g/cm³. Njeno tališče je pri 10,4 °C in vrelišče pri 338 °C. V raziskavi smo uporabili 96 % raztopino. Kislina močno razjeda kožo in je zelo higroskopna. Lahko jo mešamo z vodo, vendar se pri tem močno segreje. Uporabljajo jo za izdelavo pralnih sredstev, zdravil, umetnih mas, eksplozivov, gnojil,... (Schroter in sod., 1993; Leksikon kemije, 2001).



Slika 2: Kemijska formula žveplove (VI) kisline

3.2.3 Dioksan

Dioksan ($C_4H_8O_2$) je brez barve, gorljiv ter z rahlim vonjem po etru. Dioksan je dobro topilo za voske, mineralna olja, maščobe, celulozne derivate, smole in je potencialno kancerogen (Leksikon kemija, 2004).



Slika 3: Dioksan

3.3 LEPILNE MEŠANICE

Pri lepljenju smo utekočinjen les mešali s fenol-formaldehidnim lepilom, ki se uporablja v lesarstvu.

3.3.1 Fenol-formaldehidno lepilo

Fenol-formaldehidna (FF) lepila so na voljo v trdni, prašnati in tekoči obliki. Področje uporabe FF lepila je široko, omejitveni faktor pa je včasih njihova temna barva. Najpogosteje ga uporabljajo za lepljenje lesnih plošč, lesenih elementov v gradbeništvu, za čolne, jadrnice, smuči, ... Lepilni spoji s FF lepilom so odporni na hladno in vročo vodo, na večino masti, kislin, olj in organskih topil, na glivice in bakterije. FF lepilo nad $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ veže brez utrjevalca. Do nekvalitetnih spojev lahko pride, če lepimo pri temperaturi pod $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Lepilni spoj pa začne razpadati nad $220\text{ }^{\circ}\text{C}$. Lepilo je elastično, povzroča minimalno obrabo orodij in je manj občutljivo na debelino spoja, vendar je njegova uporaba omejena zaradi neprijetnega vonja in strupenosti. Običajen način nanašanja je ločen nanos smole in utrjevalca z brizganjem ali z valji (Kalčič, 2006).

3.4 UTEKOČINJENJE LESA

Za izdelavo utekočinjenega lesa (UL) smo potrebovali naslednje sestavine:

- glicerol

- žveplova kislina 96 %
- topol (*Populus nigra* L.)
- zmes dioksana in vode 4/1

Iveri topola smo morali najprej posušiti na temperaturi 103 °C do absolutnega suhega stanja. Zaradi različnih velikosti iveri, smo morali opraviti sejalno analizo na laboratorijskem vertikalnem sejalniku. Sejali smo 6 min po 700 g iveri. Odločili smo se, da uporabimo iveri, katere so ostale na situ z odprtino 0,237 mm.

3.4.1 Prva priprava

Za prvo pripravo mešanice smo uporabili 5 epruvel, katere smo potopili v oljno kopel, pred tem pa smo v vsako od epruvel dali 4 g lesa, 16 g glicerola ter 0,48 g H₂SO₄.

Oljno kopel smo segreli na 150 °C, ter vsako od epruvel nekajkrat pomešali pred in med samim kuhanjem.

Med kuhanjem smo iz epruvel jemali vzorce mešanice za določitev deleža UL. In sicer; prvič na 8 minut, drugič na 15 minut, tretjič 30 minut, četrtič 45 minut, petič 60 minut, šestič 75 minut, sedmič 95 minut, osmič 105 minut, devetič 130 minut.

3.4.2 Druga priprava

Za drugo pripravo smo uporabili enak postopek z enakimi količinami, spremenili smo le čas jemanja vzorcev, in sicer; prvič 105 minut, drugič 130 minut, tretjič 145 minut, četrtič 160 minut, petič 175 minut, šestič 190 minut.

3.4.3 Tretja priprava

Za tretjo pripravo UL smo uporabili enake količine kot v prvih dveh pripravah. Razlika je bila v tem, da smo kuhanje zaključili po 105 minutah. Po zaključku kuhanja smo iz vsake epruvete vzeli vzorec mešanice. Za vsak vzorec smo izračunali delež utekočinjenega lesa.

3.4.4 Četrta priprava

V četrti pripravi smo imeli večje količine in sicer 150 g lesa, 450 g glicerola in 13,5 g H₂SO₄. Ker je sestavin veliko, smo kuhali v večji stekleni posodi. Med kuhanjem smo

jemali vzorce mešanice za določitev deleža utekočinjenega lesa. In sicer pri prvič 45 minut, drugič 60 minut, tretjič 75 minut, četrtič 90 minut, petič 105 minut, šestič 120 minut, sedmič 135 minut, osmič 150 minut.

3.4.5 Peta priprava

Priprava količin je enaka kot pri četrti pripravi. Čas kuhanja pa je bil 120 min. Po zaključku kuhanja smo iz steklene posode vzeli tri vzorce mešanice. Za vsak vzorec smo izračunali delež UL. Končni produkt smo imeli za nadaljevanje raziskave.

Po vseh petih pripravah smo morali iz produkta izločiti trde snovi in sicer s filtracijo. Za postopek filtracije smo potrebovali vakuum črpalko na zrak, filtrirne papirčke 388 g/m², laboratorijski sušilnik in tehtnico.

Zaradi visoke viskoznosti, smo UL razredčili in sicer, da smo dodali dioksan in vodo (razmerje 4/1). Skozi filtrirne papirje, ki smo jih predhodno osušili v sušilniku 30 min na 103 °C ter stehali, smo zmes prefiltrirali s pomočjo vakuum črpalke. Uporabljeni filtrirni papirčki na katerih je ostal netopen ostanek, smo po koncu filtriranja dali v sušilnik za 24 ur na 103 °C. Sledilo je tehtanje. Po enačbi (4) smo izračunali delež UL.

$$DUL = \left(1 - \frac{W1-W2}{W3}\right) \times 100\% \quad \dots(4)$$

- DUL – Delež utekočinjenega lesa [%]
- W1 – Masa filtrirnega papirčka z netopnim ostankom [g]
- W2 – Masa filtrirnega papirčka [g]
- W3 – Masa topolovega lesa [g]

Mešanico utekočinjenega lesa z 4/1 dioksanom in vodo smo pretočili v izparilno bučko, jo gregli v kopeli z vročim oljem, segretim na 55 °C ter med mešanjem odparili odvečna topila. Ko se je zmes nehala vrteti, smo postopek končali in dobili utekočinjen les.

3.5 SPREMLJANJE UTRJEVANJA LEPILNIH MEŠANIC IZ UL IN FF LEPILA Z REOMETROM

Za reološke meritve smo izbrali 5 mešanic z različnimi deleži UL in FF lepila.

Preglednica 1: Deleži komponent v lepilni mešanici za reološke meritve

| Test | Delež komponent | |
|------|-----------------|--------|
| | UL (%) | FF (%) |
| 1 | 0 | 100 |
| 2 | 25 | 75 |
| 3 | 50 | 50 |
| 4 | 75 | 25 |
| 5 | 100 | 0 |

Reometer ARES-G2 proizvajalca TA Instruments (slika 4) smo uporabili za merjenje reoloških lastnosti lepilnih spojev. V čeljusti reometra smo vpeli dva aluminasta diska s premerom 25 mm. Vsako lepilno mešanico posebej, z različnimi deleži FF in UL, smo pripravili, ter nanесли na aluminijast disk. Z oscilatornim testom smo izvajali meritve. Za spremljanje reoloških lastnosti mešanic, smo na reometru nastavili debelino lepilnega spoja in sicer na 0,5 mm. Segrevali smo s hitrostjo 25 °C/min. Na začetku merjenja smo imeli temperatura 30 °C, na koncu pa 180 °C.



Slika 4: Merjenje reoloških lastnosti z reometrom ARES-G2

Nastavitve oscilatornega testa z reometrom:

- začetna temperatura 30 °C
- hitrost segrevanja 25 °C/min
- končna temperatura 180 °C
- pogostost meritev - 1 meritev na sekundo
- deformacija 0.01
- frekvenca 1.0 Hz

3.6 VLAŽNOST LESA

Vlažnost lamel za lepljenje smo določili po standardu SIST EN 322. Preizkušance smo klimatizirali s standardno klimo (RZV = 65%, T = 20 °C), jih tehtali (m_H), osušili na absolutno suho stanje (24 ur, T = 103 °C) in jih nato zopet tehtali (m_O).

Enačba za izračun vlažnosti (5) (SIST EN 322):

$$u = \frac{m_H - m_O}{m_O} \times 100 \quad \dots(5)$$

Kjer je:

u - vlažnost lesa [%]

m_O - masa absolutno suhega preizkušanca [g]

m_H - masa vlažnega preizkušanca [g]

3.7 LEPLJENJE PRESKUŠANCEV V VROČI STISKALNICI

Uporabili smo predhodno pripravljene bukove lamele, katere smo pred tem sedem dni klimatizirali v standardni klimi (RZV = 65 ± 5 % in T = 20 ± 2 °C). Pred lepljenjem smo lamele na debelinskem skobljenem stroju poskobljali na debelino 5 mm. Lepilo smo nanašali z valjčkom in sicer v nanosu 200 g/m². Formula za nanos lepila na posamezni lepljenec (6):

$$d = \frac{m}{S} \rightarrow m = d \times S$$

$$m = 200 \text{ g/m}^2 \times (0.5 \text{ m} \times 0.13 \text{ m}) \quad \dots(6)$$

$$m = 13 \text{ g/kos}$$

Kjer je:

m - masa lepila [g]

S - lepilna površina [m²]

d - količina nanosa lepila [g/m²]

Ko smo pripravili po dva lepljenca, smo ju takoj vstavili v stiskalnico, segreto na 180 °C (slika 5). Da smo dosegli tlak stiskanja 10 barov, smo morali pred stiskanjem nastaviti tlak olja na stiskalnici, kar smo izračunali z enačbo (7).

$$S_{lepljenca} \times P_{lepljenca} = S_{bata} \times P_{olja}$$
$$(2 \times 0,13m \times 0,5m) \times 10bar = P_{olja} \times \frac{\pi \times 0,159m^2}{4} \quad \dots(7)$$
$$P_{olja} = 65,5bar$$

Za vsako kombinacijo lepljenja (mešanica UL lepilo, čas stiskanja) smo zlepili po 2 lepljenca (4 lamele). Pri prvem preizkusu smo pri lepljenju delali še DEA analizo, časi so bili različni. Pri drugim preizkusu so bili časi konstantni in sicer 600 s, pri tretjem smo pa pri povečanju deleža UL povečali tudi čas stiskanja.



Slika 5: Električno ogrevana stiskalnica za lepljenje preskušancev

1. lepljenje:

Preglednica 2: Deleži komponent v lepilni mešanici ter čas stiskanja

| Test | Delež komponent | | Čas (s) |
|------|-----------------|--------|---------|
| | UL (%) | FF (%) | |
| A | 0 | 100 | 600 |
| C | 50 | 50 | 700 |
| E | 100 | 0 | 2400 |

2. lepljenje:

Preglednica 3: Deleži komponent v lepilni mešanici ter čas stiskanja

| Test | Delež komponent | | Čas (s) |
|------|-----------------|--------|---------|
| | UL (%) | FF (%) | |
| A | 0 | 100 | 600 |
| B | 25 | 75 | 600 |
| C | 50 | 50 | 600 |
| D | 75 | 25 | 600 |
| E | 100 | 0 | 600 |

3. lepljenje

Preglednica 4: Deleži komponent v lepilni mešanici ter čas stiskanja

| Test | Delež komponent | | Čas (s) |
|------|-----------------|--------|---------|
| | UL (%) | FF (%) | |
| F | 25 | 75 | 660 |
| G | 50 | 50 | 720 |
| H | 75 | 25 | 1200 |
| I | 100 | 0 | 2400 |

3.8 IZDELAVA PRESKUŠANCEV ZA TESTIRANJE LEPILNIH SPOJEV

Strižna trdnost lepilnih spojev je bila preskušena po standardu SIST EN 205:2003 ter trajnost po standardu SIST EN 12765:2002.

3.8.1 Standard SIST EN 12765:2002 – Razvrstitev duromernih lepil za les za nekonstrukcijsko uporabo.

Duromerna lepila za nekonstrukcijsko uporabo razvrščamo glede na področje uporabe v štiri razrede, in sicer: C1, C2, C3 in C4. Področja uporabe lepil ter pogoji, katerim so le-ti lahko izpostavljeni, so prikazani v preglednici 5.

Preglednica 5: Trajnostni razredi in primeri uporabe duromernih lepil za nekonstrukcijsko uporabo

| Trajnostni razred | Področje uporabe klimatskih pogojev |
|-------------------|--|
| C1 | Notranja uporaba, kjer je ravnovesna vlažnost lesa $u_r < 15 \%$ |
| C2 | Notranja uporaba, z občasnimi kratkotrajnimi izpostavitvami kondenzirani vodi in/ali občasno visoki RZV, kjer je $u_r < 18 \%$ |
| C3 | Notranja uporaba, s pogostimi kratkotrajnimi izpostavitvami tekoči in kondenzirani vodi in/ali visoko 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, so pa površinsko zaščiteni |

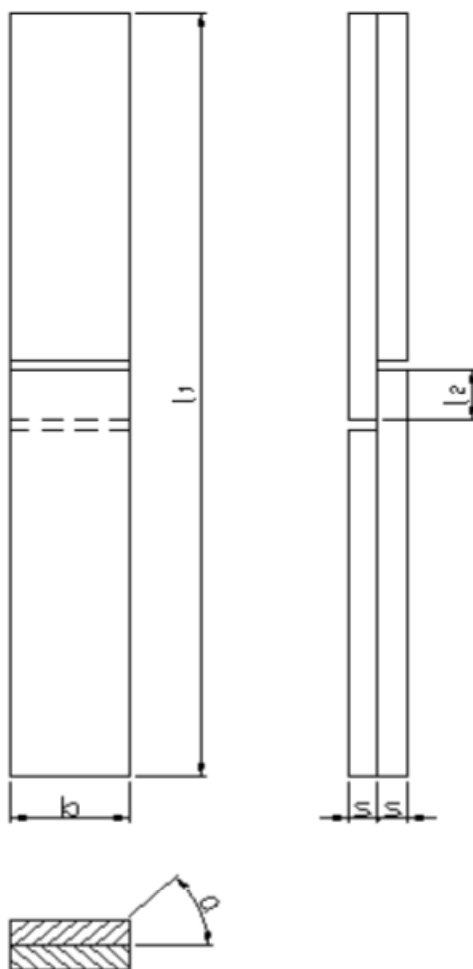
Za vsak trajnostni razred morajo biti zlepljeni preskušanci ustrezno pripravljene, lepila določenega trajnostnega razreda pa morajo izpolnjevati zahtevano minimalno trdnost lepilnega spoja – f_v (Preglednica 6).

Preglednica 6: Pogoji priprave preskušancev in zahteve za posamezen trajnostni razred

| Način priprave | | Trdnost lepilnega spoja f_v (N/mm ²) | | | |
|----------------|--|--|-----------|-----------|-----------|
| | | Trajnostni razred | | | |
| št. | Trajanje in pogoji | 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 ± 5) °C | - | ≥ 7 | ≥ 7 | ≥ 7 |
| 3 | 7 dni v standardni klimi 3 h v vodi (67 ± 2) °C 2 h v vodi (20 ± 5) °C | - | - | ≥ 4 | - |
| 4 | 7 dni v standardni klimi 3 h v vreli vodi 2 h v vodi (20 ± 5) °C | - | - | - | ≥ 4 |

3.8.2 Standard SIST EN 205:2003 – Lepila – Lepila za les za nekonstrukcijsko uporabo – Ugotavljanje natezno strižne trdnosti spojev s preklopom

Za preizkušanje natezne strižne trdnosti lepilnega spoja je po standardu predpisana naslednja metoda: dve radialni oz. polradialni bukovi lameli debeline 5 mm, z 12 % vlažnostjo in povprečno gostoto 700 kg/m^3 , zlepijo ploskovno pri pogojih, ki jih predpisuje proizvajalec lepila. Ko lepilo dokončno utrdi, razžagamo lameli v dimenzije preizkušancev, ki jih narekuje standard (slika 6).



Slika 6: Oblika preskušancev za ugotavljanje natezno strižne trdnosti lepljenih spojev

Kjer je:

α – 30 do 90 °C: kot med letnicami in površino lepljenja

b – ($20 \pm 0,2$ mm): širina preskušanca

l_1 – (150 ± 5 mm): dolžina preskušanca

l_2 – ($10 \pm 0,2$ mm): dolžina testne površine preskušanca

s – ($5 \pm 0,1$ mm): debelina lamele

3.9 UGOTAVLJANJE STRIŽNE TRDNOSTI LEPILNIH SPOJEV

Preizkušance smo razžagali, jih označili ter jih razvrstili glede na tip lepilne mešanice. Sledila je klimatizacija preizkušancev v standardni klimi ($RZV = 65 \%$, $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$). Preizkušance smo izpostavili štirim različnim načinom priprave (Preglednica 6). Po deset preizkušancev smo uporabili za vsakega od načinov priprave. Vse strižne teste smo opravili na univerzalnem testirnem stroju Zwick/Roell Z100 (slika 7) v skladu s standardom SIST EN 205:2003.



Slika 7: Testirni stroj Zwick/Roell Z100 (Bajuk, 2010)

Stroj je računalniško podprt. Pred vpetjem smo vsak preizkušanec izmerili z digitalnim kljunastim merilom. Izmerjeno dolžino in širino strižne ploskve smo vnesli v računalniški program. Nato smo preizkušanec vpeli v vpenjalno čeljust stroja in obremenili z natezno silo do porušitve. Hitrost vleka je bila 6 mm/min . Računalniški program je nato po porušitvi preizkušanca na podlagi največje izmerjene sile po enačbi (7) izračunal strižno trdnost.

$$f_v = \frac{F_{max}}{A} = \frac{F_{max}}{l_2 \times b} \quad \dots(7)$$

f_v - strižna trdnost [N/mm²]

A - površina strižne ploskve [mm²]

F_{max} - maksimalna sila [N]

b - širina strižne ploskve [mm]

l_2 - dolžina strižne ploskve [mm]

Po porušitvi preizkušanca smo delež loma po lesu ocenili vizualno (slika 8) in sicer v odstotkih od 0 % do 100 % (10 % interval). Izračunali smo še povprečno strižno trdnost (f_v) desetih preskušancev v N/mm² in povprečni delež loma po lesu v %.



Slika 8: Ocena loma po lesu; 100 % lom po lesu (levo) in 0 % lom po lesu (desno)

4 REZULTATI

4.1 UTEKOČINJENJE LESA

Ves pripravljen utekočinjen les smo utekočinjali po isti recepturi. Kot katalizator smo uporabili žveplovo (VI) kislino (H₂SO₄) in kot reagent glicerol. Razmerje med količino lesa in količino glicerol je bilo 1:4, količina H₂SO₄ pa je znašala 3 % količine glicerola. V prvih treh pripravah smo kuhali v majhnih količinah, zato smo delali v epruveh. V četrti in peti pripravi smo pa zaradi nadaljnje uporabe in večjih količin utekočinjen les kuhali v stekleni posodi s prostornino 1000 ml. Med kuhanjem smo kontrolirali temperaturo, mešali ter na določen čas odvzeli vzorce. Nato smo določili delež utekočinjenega lesa. Rezultati utekočinjenja lesa so podani v preglednicah.

Prva priprava

Preglednica 7: Delež utekočinjenega lesa pri prvi pripravi glede na različne čase reakcije

| Čas reakcije (min) | Oznaka vzorca | Masa suhega filtra z oborino (g) | Masa suhega filtra (g) | Masa dodanega lesa (g) | Delež utekočinjenega lesa (%) |
|--------------------|---------------|----------------------------------|------------------------|------------------------|-------------------------------|
| 8 | 1 | 2,50 | 0,29 | 4 | 44,78 |
| 15 | 2 | 2,02 | 0,32 | 4 | 57,40 |
| 30 | 3 | 2,52 | 0,31 | 4 | 44,80 |
| 45 | 4 | 1,98 | 0,32 | 4 | 58,63 |
| 60 | 5 | 1,41 | 0,31 | 4 | 72,63 |
| 75 | 6 | 1,24 | 0,31 | 4 | 76,88 |
| 95 | 7 | 1,05 | 0,29 | 4 | 81,13 |
| 105 | 8 | 1,53 | 0,31 | 4 | 69,63 |
| 130 | 9 | 1,03 | 0,31 | 4 | 82,13 |

Druga priprava

Preglednica 8: Delež utekočinjenega lesa pri drugi pripravi glede na različne čase reakcije

| Čas reakcije (min) | Oznaka vzorca | Masa suhega filtra z oborino (g) | Masa suhega filtra (g) | Masa dodanega lesa (g) | Delež utekočinjenega lesa (%) |
|--------------------|---------------|----------------------------------|------------------------|------------------------|-------------------------------|
| 105 | 1 | 0,79 | 0,33 | 4 | 88,50 |
| 145 | 2 | 0,70 | 0,32 | 4 | 90,50 |
| 160 | 3 | 0,67 | 0,32 | 4 | 91,25 |
| 175 | 4 | 0,70 | 0,33 | 4 | 90,75 |
| 190 | 5 | 0,67 | 0,31 | 4 | 91,00 |

Tretja priprava

Preglednica 9: Delež utekočinjenega lesa pri tretji pripravi s časom reakcije 105 min

| Čas reakcije (min) | Oznaka vzorca | Masa suhega filtra z oborino (g) | Masa suhega filtra (g) | Masa dodanega lesa (g) | Delež utekočinjenega lesa (%) |
|--------------------|---------------|----------------------------------|------------------------|------------------------|-------------------------------|
| 105 | 1 | 0,99 | 0,31 | 4 | 83,00 |
| 105 | 2 | 0,89 | 0,31 | 4 | 85,50 |
| 105 | 3 | 0,74 | 0,31 | 4 | 89,25 |
| 105 | 4 | 0,82 | 0,30 | 4 | 87,00 |
| 105 | 5 | 0,73 | 0,33 | 4 | 90,00 |

Četrta priprava

Preglednica 10: Delež utekočinjenega lesa pri četrti pripravi glede na različne čase reakcije

| Čas reakcije (min) | Oznaka vzorca | Masa suhega filtra z oborino (g) | Masa suhega filtra (g) | Masa dodanega lesa (g) | Delež utekočinjenega lesa (%) |
|--------------------|---------------|----------------------------------|------------------------|------------------------|-------------------------------|
| 45 | 1 | 0,49 | 0,33 | 2,09 | 92,35 |
| 60 | 2 | 0,33 | 0,31 | 0,68 | 97,21 |
| 75 | 3 | 0,36 | 0,32 | 2,07 | 98,36 |
| 90 | 4 | 0,33 | 0,31 | 2,07 | 98,75 |
| 105 | 5 | 0,33 | 0,30 | 2,30 | 99,00 |
| 120 | 6 | 0,31 | 0,29 | 2,38 | 99,24 |
| 135 | 7 | 0,32 | 0,30 | 2,29 | 99,30 |
| 150 | 8 | 0,36 | 0,32 | 3,00 | 98,67 |

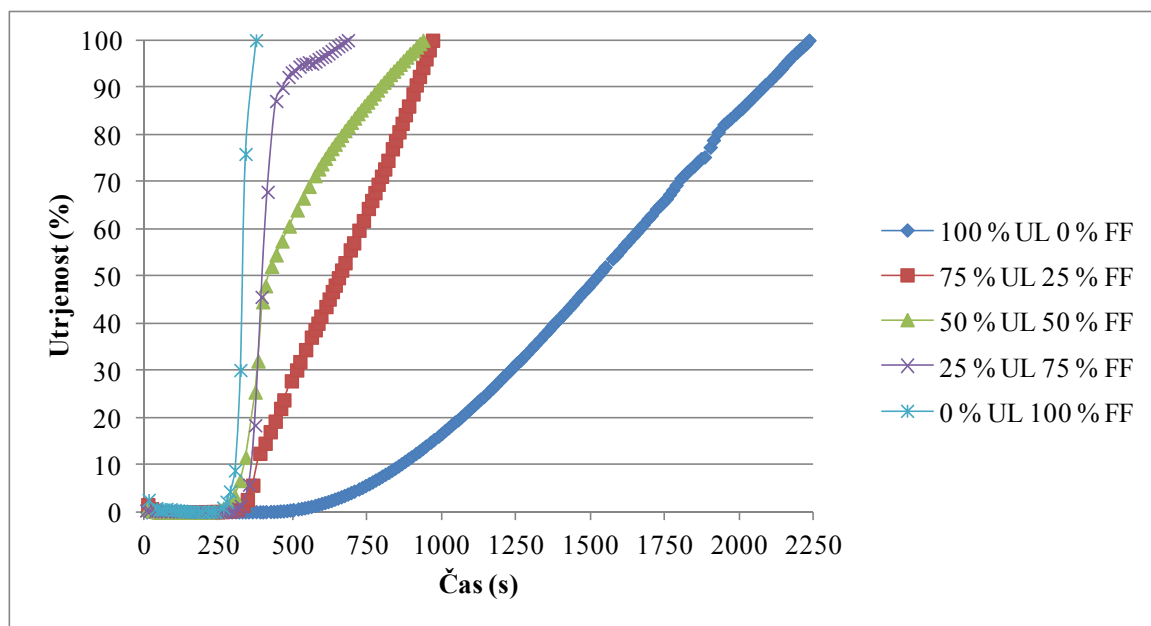
Peta priprava

Preglednica 11: Delež utekočinjenega lesa pri peti pripravi s časom reakcije 120 min

| Čas reakcije (min) | Oznaka vzorca | Masa suhega filtra z oborino (g) | Masa suhega filtra (g) | Masa dodanega lesa (g) | Delež utekočinjenega lesa (%) |
|--------------------|---------------|----------------------------------|------------------------|------------------------|-------------------------------|
| 120 | 1 | 0,38 | 0,32 | 3,43 | 98,19 |
| 120 | 2 | 0,39 | 0,31 | 3,97 | 98,09 |
| 120 | 3 | 0,39 | 0,32 | 3,99 | 98,17 |

4.2 UTRJEVANJE LEPILNIH MEŠANIC IZ UL IN FF LEPILA

Utrjevanje lepilnih mešanic z različnimi deleži UL in FF lepila smo spremljali z reometrom. Stopnjo utrjenosti (α) smo izračunali po enačbi (1) na osnovi sprememb dielektričnih lastnosti v lepilnem spoju. Za vsako lepilno mešanico smo prikazali rezultate z različno krivuljo.



Slika 9: Stopnja utrjenosti lepilnih mešanic v odvisnosti od časa

Na začetku, ko je utrjenost enaka 0, krivulja predstavlja tekočo, neutrjeno lepilno mešanico. S slike je razvidno, da lepilna mešanica 100 % UL 0 % FF začne utrjevati pri 500 s. Nato stopnja utrjenosti začne sorazmerno naraščati. Pri času 2230 s, ko utrjenost doseže vrednost 100 %, je lepilna mešanica popolnoma utrjena. Lepilna mešanica 75 % UL 25 % FF začne utrjevati pri 400 s, utrjevanje potem nekoliko naraste v kratkem času, nato začne naraščati sorazmerno. Pri času 970 s je lepilna mešanica popolnoma utrjena. Lepilna mešanica 50 % UL 50 % FF začne utrjevati pri 300 s, utrjevanje je po tem času nekoliko hitrejše, po času 400 s pa nekoliko počasnejše. Pri času 940 s je lepilna mešanica popolnoma utrjena. Lepilna mešanica 25 % UL 75 % FF začne utrjevati pri 340 s. V kratkem času utrjenost strmo naraste, ter po času 460 s narašča počasnejše. Pri času 685 s je lepilna mešanica popolnoma utrjena. Lepilna mešanica 0 % UL 100 % FF začne utrjevati pri 280 s, nato utrjenost strmo naraste v kratkem času. Pri času 380 s, ko utrjenost doseže vrednost 100 %, je lepilna mešanica popolnoma utrjena.

4.3 VLAŽNOST LESA

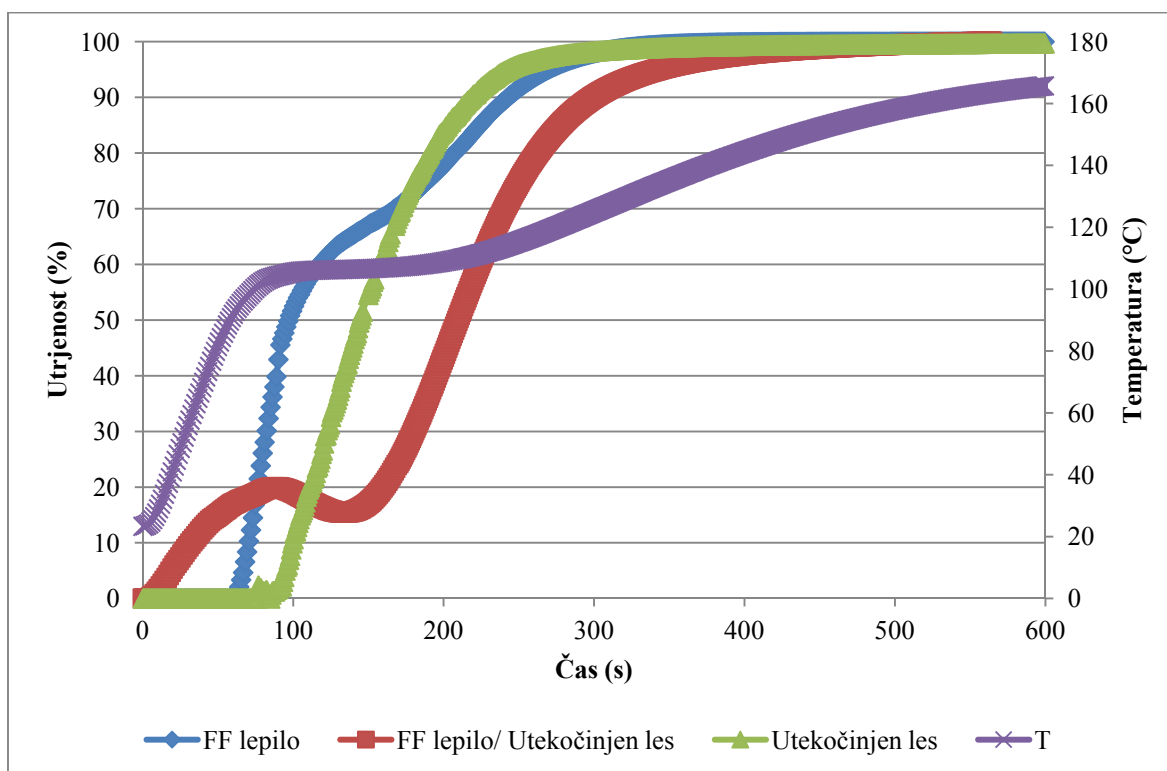
Po klimatizaciji preizkušancev in pred nadaljnjim preizkušanjem smo naključno odvzeli del preizkušanca, ga stehali, dali v sušilnik ter ponovno stehali v absolutnem suhem stanju. Po enačbi smo nato izračunali ravnovesno vlažnost lesa.

Preglednica 12: Vlažnost kontrolnega lesa bukovine

| Test | Masa vlažnega lesa (g) | Masa suhega lesa (g) | Vlažnost (%) |
|------|------------------------|----------------------|--------------|
| 1 | 87,45 | 79,70 | 9,72 |
| 2 | 70,15 | 64,00 | 9,61 |
| 3 | 61,10 | 55,80 | 9,50 |

4.4 DIELEKTRIČNA ANALIZA

Z dielektrično analizo smo med stiskanjem spremljali utrjenost lepilnega spoja. Naprava vsako sekundo s pomočjo senzorja in termočlena beleži spremembe prevodnosti in kapacitivnosti, izgubnega faktorja, temperature, induktivnosti v lepilnem spoju. Stopnjo utrjenosti lepila smo izračunali na osnovi podatkov o prevodnosti.



Slika 10: Stopnja utrjenosti lepilnih mešanic v odvisnosti od časa

V pričakovanju je bilo, da bo lepilo utrđilo najprej pri lepljenju s FF lepilom, vendar opazimo, da je FF/UL lepilo najprej in najhitreje začelo utrjevati, vendar le na začetku. Kasneje se utrjevanje nekoliko umiri in zatem spet hitro narašča. FF lepilo je pri 70 s

začelo strmo utrjevati, nato se nekoliko umirilo, nato spet nadaljevalo. UL je začelo utrjevati nekoliko pozneje in sicer pri 90 s, nato naglo nadaljevalo. Pri 175 s je celo UL utrjevalo hitreje kot FF lepilo.

4.5 STRIŽNA TRDNOST LEPILNEGA SPOJA

S strižnim testom ugotovimo, do kakšnega loma je pri sami porušitvi prišlo ter kakšno silo prenese lepilni spoj. Strižno trdnost spoja smo izračunali glede na maksimalno silo, ki jo je prenesel lepilni spoj in površino lepilnega spoja. Delež loma po lesu smo ocenili vizualno.

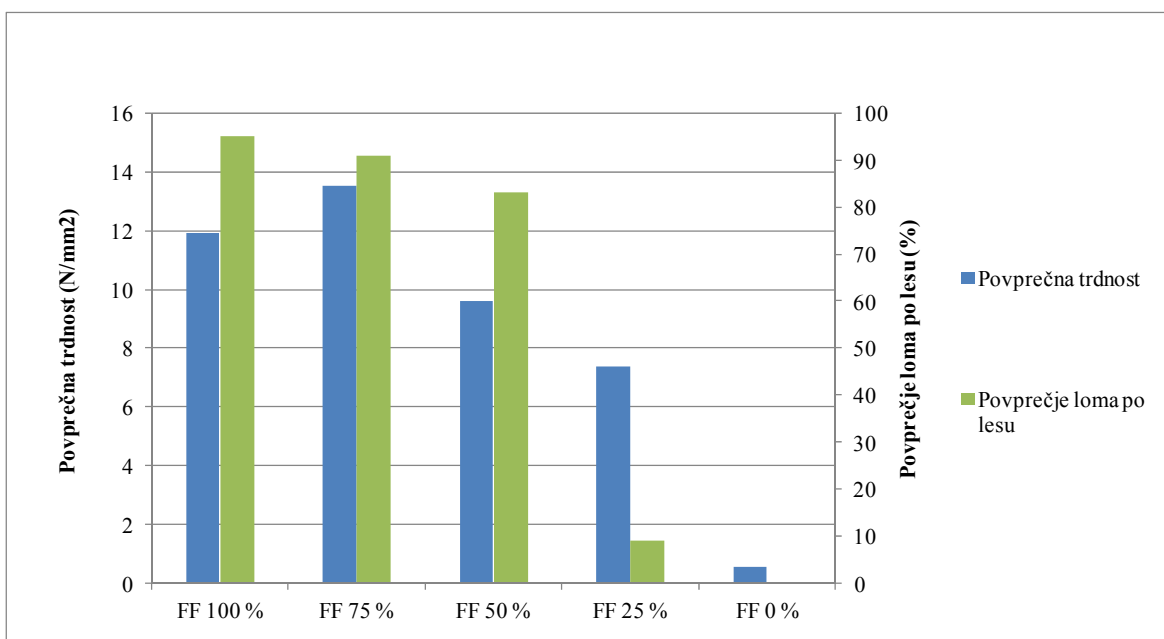
Vsako pripravo smo pripravili v dveh časih stiskanja. Po standardu SIST EN 12765 smo za posamezni način priprave izpostavili različnim pogojem in času (preglednica 13). Za vsak način priprave posebej so predstavljeni grafi. Z vsemi lepilnim mešanicom smo lepili bukove lamele.

Preglednica 13: Pogoji priprave preskušancev in zahteve za posamezen trajnostni razred

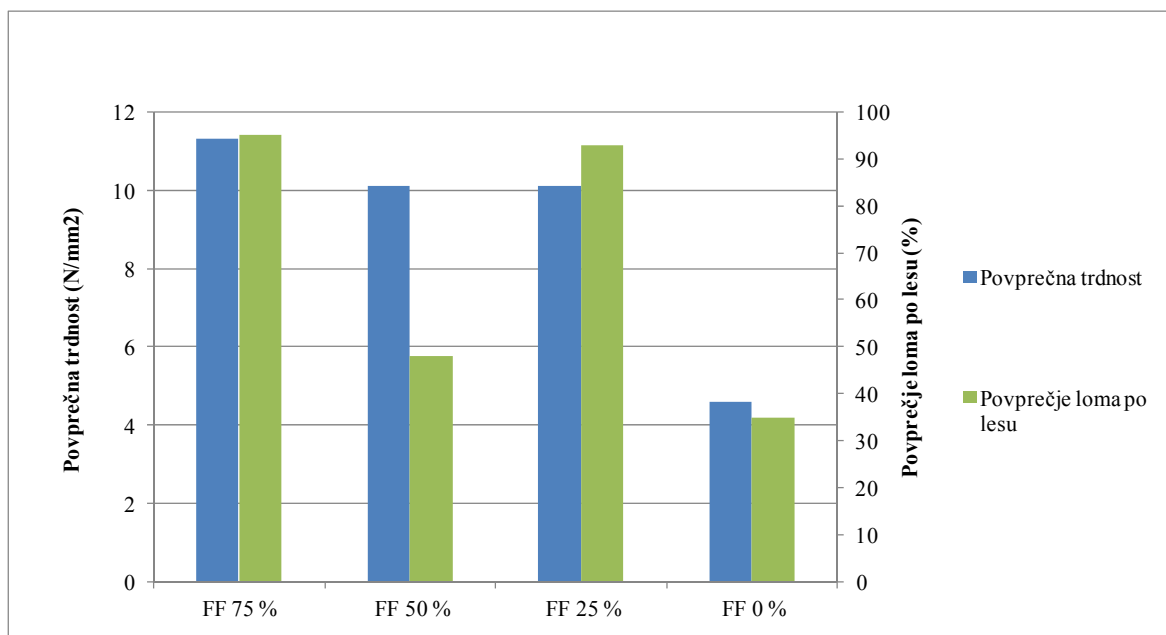
| Način priprave preskušancev | | Trdnost spoja V (N/mm ²) | | | |
|-----------------------------|---|--------------------------------------|-----|-----|-----|
| | | Razred lepila | | | |
| | Trajanje in pogoji | C1 | C2 | C3 | C4 |
| Priprava 1 | 7 dni v standardni klimi | ≥10 | ≥10 | ≥10 | ≥10 |
| Priprava 2 | 7 dni v standardni klimi, 1 dan namakanja v hladni vodi (20 ± 5 °C) | | ≥7 | ≥7 | ≥7 |
| Priprava 3 | 7 dni v standardni klimi, 3 ure namakanja v vodi (67 ± 3 °C), 2 uri ohlajanja v hladni vodi (20 ± 5 °C) | | | ≥4 | |
| Priprava 4 | 7 dni v standardni klimi, 3 ure kuhanja v vreli vodi, 2 uri ohlajanja v hladni vodi (20 ± 5 °C) | | | | ≥4 |

4.5.1 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za pripravo 1

Pri pripravi 1 (Preglednica 13) smo preizkušance testirali po enotedenskem klimatiziranju pri temperaturi 20 °C in RZV 65 %. Največjo strižno trdnost je dosegla lepilna mešanica FF 75 % UL 25 % pri času stiskanja 600 s in sicer 13,5 N/mm² ter s 91 % vrednostjo loma po lesu. Največjo vrednost loma po lesu je dosegla lepilna mešanica FF 100 % pri 600 s, ter FF 75 % UL 25 % pri 660 s stiskanja in sicer s 95 %.



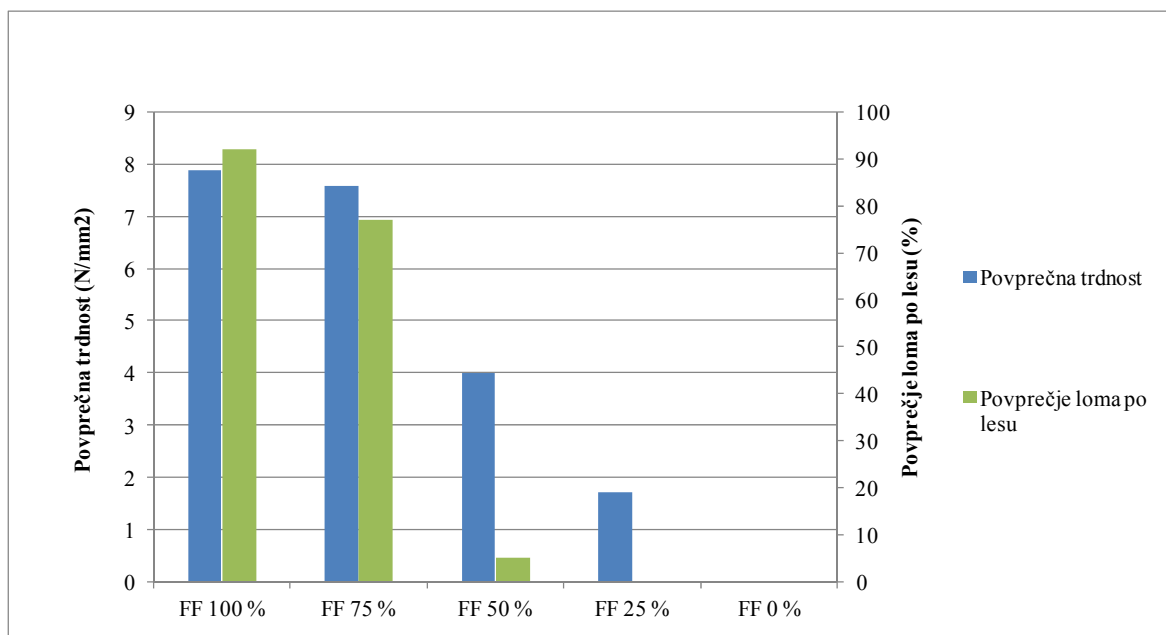
Slika 11: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 1, 600 s



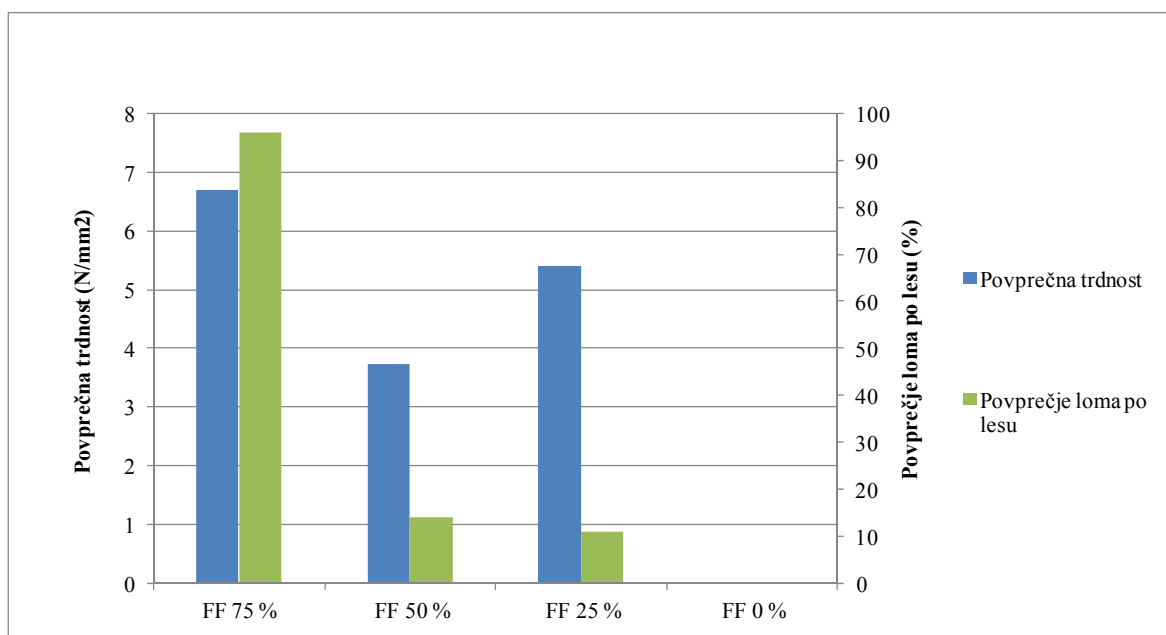
Slika 12: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 1, različen čas stiskanja

4.5.2 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za pripravo 2

Pri pripravi 2 (Preglednica 13) smo preizkušance za 24 h potopili v vodo s temperaturo 20 ± 5 °C. Nato smo jim takoj ugotavljali strižno trdnost. Največjo strižno trdnost je dosegla lepilna mešanica FF 100 % pri času stiskanja 600 s in sicer $7,89 \text{ N/mm}^2$ ter s 92 % vrednostjo loma po lesu. Največjo vrednost loma po lesu je dosegla lepilna mešanica FF 75% UL 25 % pri 660 s stiskanja in sicer s 96 %. Preizkušanci, ki so bili zlepljeni z UL 100 %, pri času 600 s kot pri 2400 s, so razpadli pri namakanju v vodi.



Slika 13: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 2, 600 s

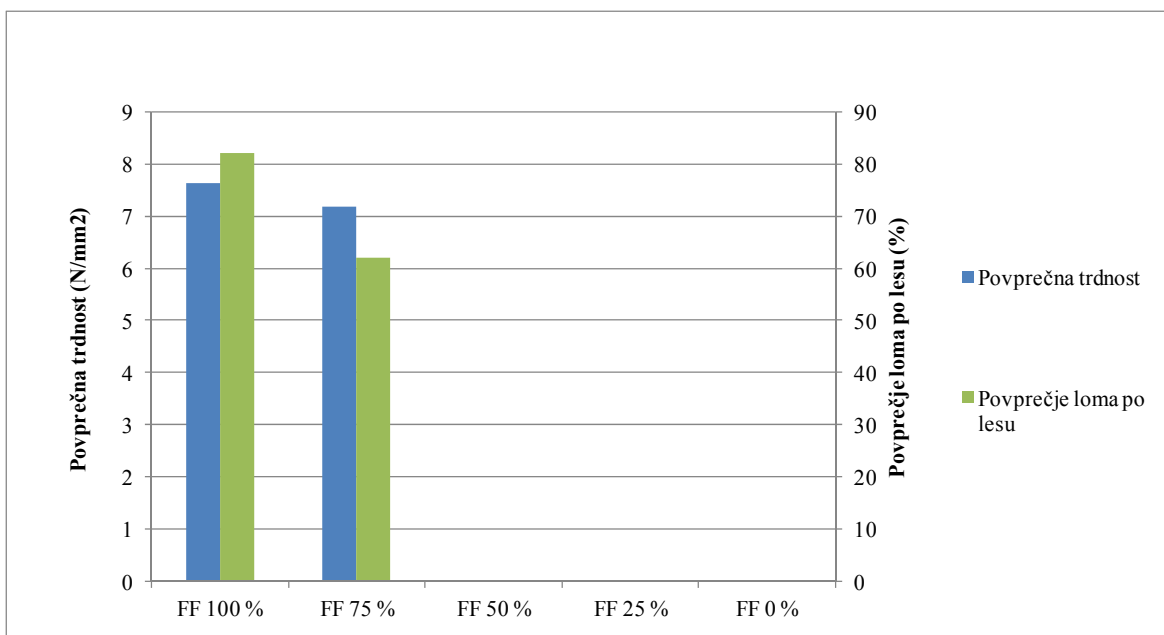


Slika 14: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 2, različen čas stiskanja

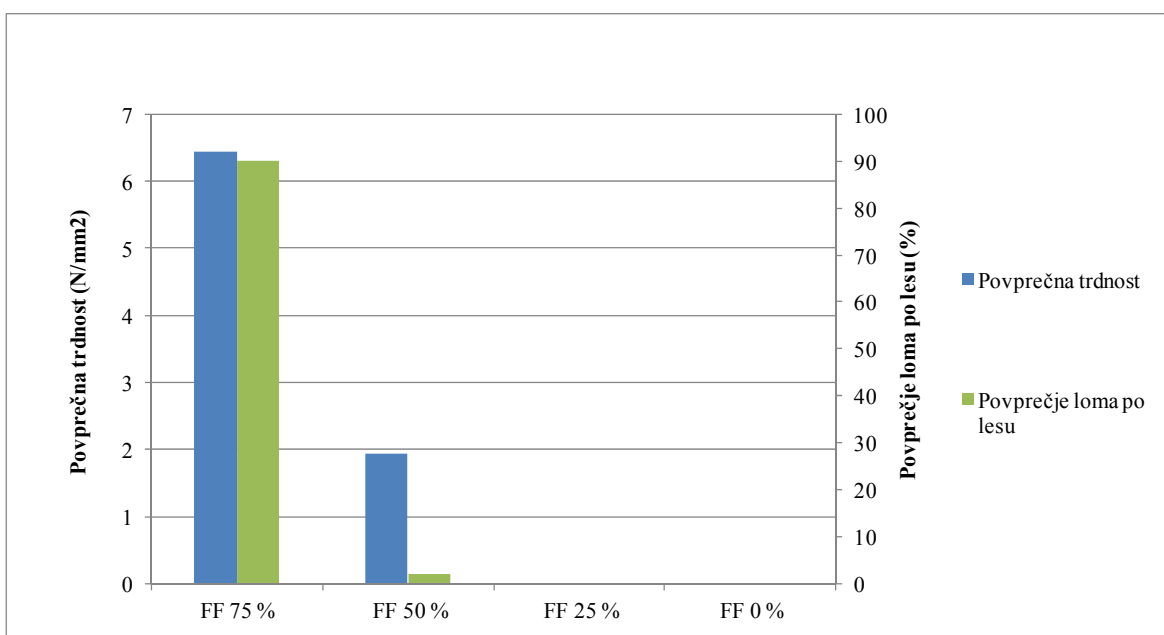
4.5.3 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za pripravo 3

Pri pripravi 3 (Preglednica 13) smo preizkušance za 3 h potopili v vodo s temperaturo 67 ± 3 °C. Po končanem namakanju smo preizkušance 2 uri ohlajali v hladni vodi 20 ± 5 °C, Nato smo jim takoj ugotavljali strižno trdnost. Največjo strižno trdnost je dosegla lepilna

mešanica FF 100 % pri času stiskanja 600 s in sicer $7,64 \text{ N/mm}^2$ ter s 82 % vrednostjo loma po lesu. Največjo vrednost loma po lesu je dosegla lepilna mešanica FF 75 % UL 25 % pri 660 s in sicer s 90 %. Preizkušanci, ki so bili zlepljeni z lepilno mešanico s časom 600 s, katere je bil delež FF pod 75 %, so razpadli pri namakanju v vodi. Pri lepljenju s daljšimi časi, pa so preizkušanci razpadli v vodi, kateri je bil delež FF pod 50 %.



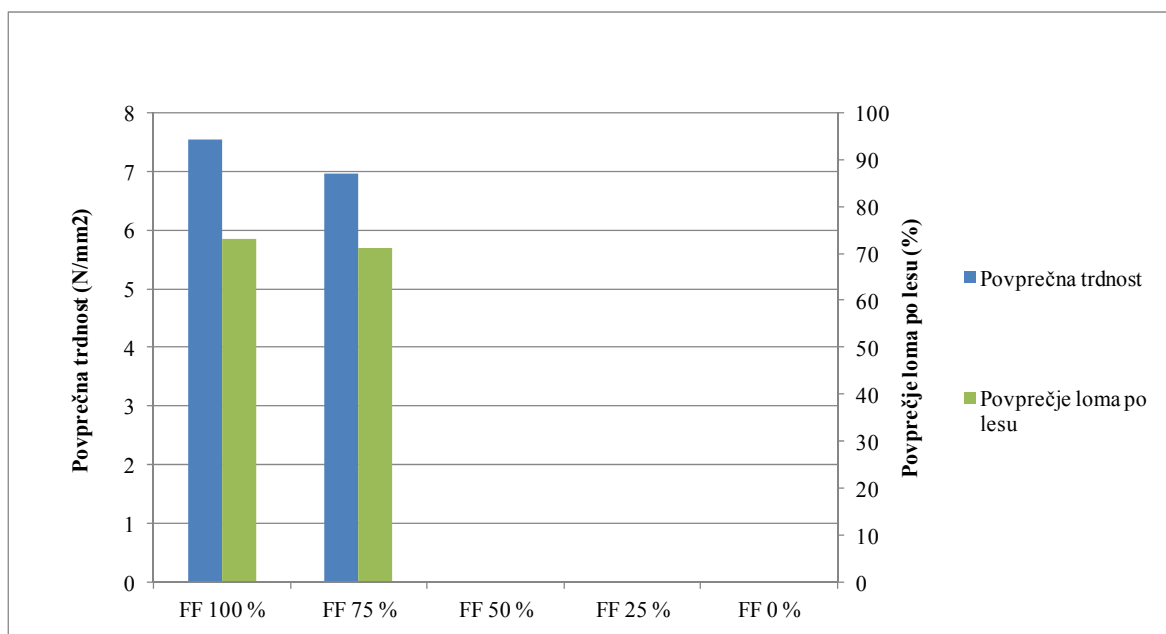
Slika 15: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 3, 600 s



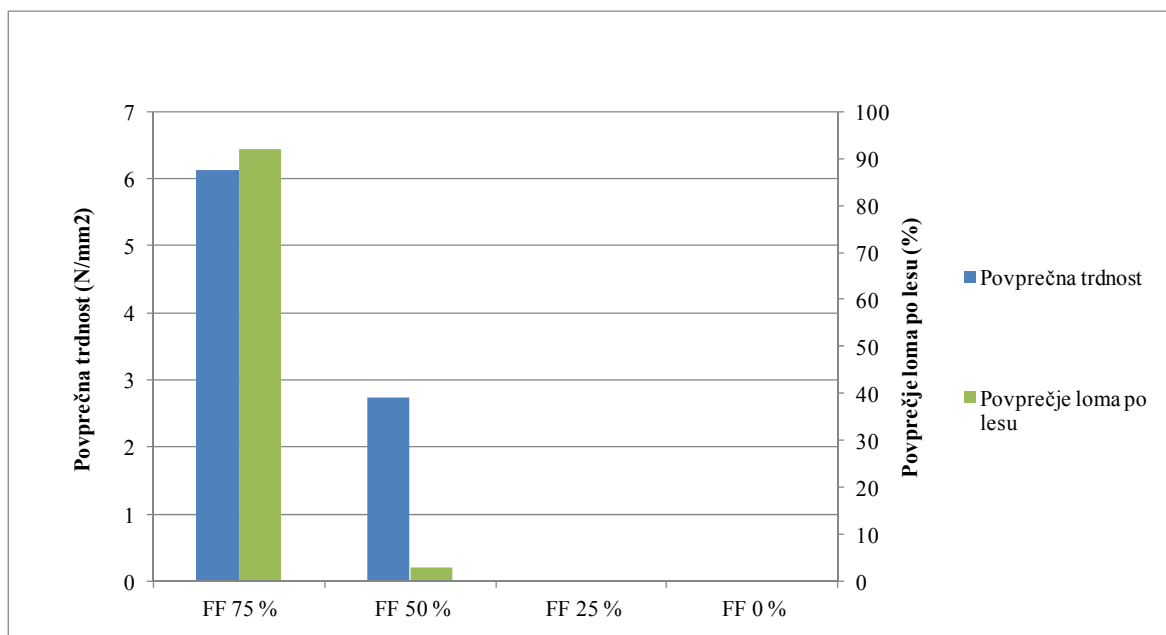
Slika 16: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 3, različen čas stiskanja

4.5.4 Strižna trdnost in ocena deleža loma po lesu za pripravo 4

Pri pripravi 4 (Preglednica 13) smo preizkušance 3 h kuhali v vodi. Po končanem kuhanju smo preizkušance 2 uri ohlajali v hladni vodi 20 ± 5 °C, nato pa smo jim takoj ugotavljali strižno trdnost. Največjo strižno trdnost je dosegla lepilna mešanica FF 100 % pri času stiskanja 600 s in sicer $7,54$ N/mm² ter 73 % vrednostjo loma po lesu. Največjo vrednost loma po lesu je dosegla lepilna mešanica FF 75 % UL 25 % pri 660 s in sicer s 92 %. Preizkušanci, ki so bili zlepljeni z lepilno mešanico s časom 600 s, katere je bil delež FF pod 75 %, so razpadli pri kuhanju v vodi. Pri lepljenju s daljšimi časi, pa so preizkušanci razpadli v vodi, kateri je bil delež FF pod 50 %.



Slika 17: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 4, 600 s

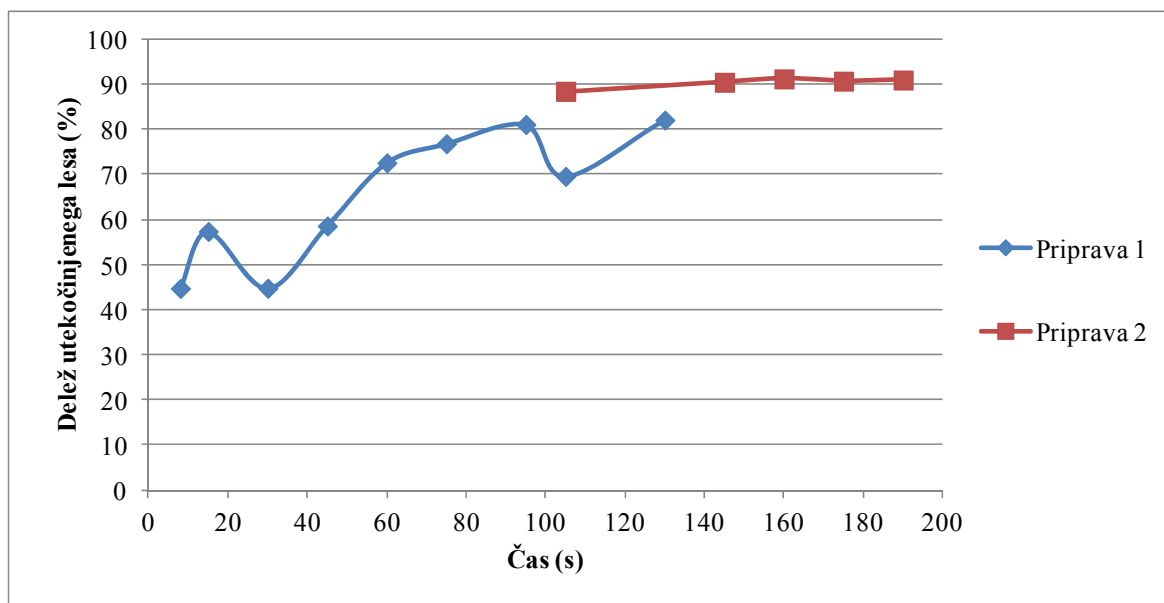


Slika 18: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 4, različen čas stiskanja

5 RAZPRAVA IN SKLEPI

5.1 RAZPRAVA

Les smo utekočinili na podlagi ugotovitev starejših raziskav. Za utekočinjenje lesa smo uporabili topol, kot katalizator žveplovo (VI) kislino, za reagent pa glicerol. Celoten proces je potekal v steklenem reaktorju. Utekočinjenemu lesu nato dodali zmes 4/1 dioksana in vode, da je zmes postala manj viskozna, za lažjo filtracijo. Nadalje je sledilo odparevanje 4/1 dioksana in vode, kar smo izvedli z napravo z rotacijskim mešalnikom in z izparilno bučko.



Slika 19: Rezultati utekočinjenja lesa pri pripravi 1 in 2

Utekočinjenje lesa smo pripravljali pri različnih časih. Preizkusili smo s časom 8 min ter ugotovili, da je del utekočinjenja le 44,78 %. Nato se je delež utekočinjenega lesa povečeval s trajanjem utekočinjanja do okoli 120 min, kjer je bil delež utekočinjenja nad 90 %, potem se pa ni več bistveno povečeval, zato smo za nadaljevanje raziskave uporabili ta čas reakcije.

Sledilo je spremljanje utrjevanja lepilnih mešanic z reometrom. Za spremljanje reoloških lastnosti mešanic, smo na reometru nastavili debelino lepilnega spoja in sicer na 0,5 mm. Segrevali smo s hitrostjo 25 °C/min. Na začetku merjenja smo imeli temperaturo 30 °C, na koncu pa 180 °C. V preglednici 14 so prikazani časi začetka utrjevanja in čas ko je lepilna mešanica popolnoma utrdila. Večji ko je delež UL v mešanici, pozneje začne utrjevati in daljši je čas preden lepilna mešanica popolnoma utrdi. FF lepilo je tako začelo utrjevati že po 280 sekundah in utrdilo po 380 s. Lepilna mešanica iz 50 % UL in 50 % FF utrdila po 940 s, sam UL pa je utrdil šele po 2230 s.

Preglednica 14: Povzetek meritev spremljanja utrjevanja lepilnih mešanic z reometrom

| Meritev | Začetek utrjevanja (s) | Popolnoma utrjeno (s) |
|-----------------|------------------------|-----------------------|
| 100 % UL 0 % FF | 500 | 2230 |
| 75 % UL 25 % FF | 400 | 970 |
| 50 % UL 50 % FF | 300 | 940 |
| 25 % UL 75 % FF | 340 | 685 |
| 0 % UL 100 % FF | 280 | 380 |

Glavni namen raziskave je bil raziskati strižno trdnost preizkušancev, ki so bili zlepljeni pri različnih časih stiskanja in različnih lepilnih mešanica. Zato smo v laboratoriju bukove lamele lepili v dvoslojne lepljence. Lamele so bile v stiskalnici izpostavljene temperaturi 180 °C in tlaku stiskanja 1 N/mm². Pri drugem preizkušanju je bil čas lepljenja 600 s, pri tretjem pa različni in sicer 660, 720, 1200, 2400 s. Pri preizkušanju smo z vsako lepilno mešanico zlepili po dva lepljenca. Iz dveh lepljencev smo dobili 40 preizkušancev. Za vsak razred izpostavitve različnim pogojem smo pripravili po 10 preizkušancev.

Na univerzalnem testirnem stroju Zwick smo testirali preizkušance. Vsak preizkušanec smo vpeli v čeljusti naprave in ga natezno obremenili do porušitve. Izračunali smo strižno trdnost spoja in zabeležili oceno loma po lesu. Lom lahko poteka na dva načina, in sicer po lesu, kar pomeni 100 % lom po lesu, ali po lepilnem spoju, kar pomeni 0 % lom po lesu. Ker je v večini primerov lom potekal deloma po lesu deloma po spoju, smo lom ocenili na 10 % interval. Pri času stiskanja 600 s smo za čisto FF lepilo dobili visoke deleže loma po lesu, torej je bil lepilni spoj močnejši od lesa. S povečevanjem deleža UL v lepilni mešanici, je delež loma po lesu padal in pri lepilnih spojih iz samega UL je bil delež loma po lesu 0 %. S povečevanjem časa stiskanja se je povečal tudi delež loma po lesu za mešanice z UL in sicer na 35 %.

Pri času stiskanja 600 s nismo dobili dobrih rezultatov, zato smo se odločili, da čase podaljšamo. Vendar so se izboljšali samo pri prvi pripravi. Na podlagi rezultatov o strižni trdnosti lahko ugotovimo, da trdnost nekaterih preizkušancev zadovoljuje zahteve standarda EN 12765 (2002) in sicer pri prvi pripravi (7 dni v standardni klimi) zadovoljujejo z minimalno trdnost 10 N/mm² lepilne mešanice FF 100 % s povprečno trdnost 11,91 N/mm², FF 75 % s povprečno trdnost 11,32 N/mm², FF 50 % s povprečno trdnost 10,10 N/mm² ter mešanica FF 25 % s povprečno trdnost 10,12 N/mm². Pri drugi pripravi (7 dni v standardni klimi, 1 dan namakanja v hladni vodi (20 ± 5 °C) standardu zadovoljujejo s minimalno trdnostjo 7 N/mm² FF 100 % s povprečno trdnost 7,89 N/mm² ter FF 75 % s povprečno trdnost 7,57 N/mm². Za tretjo pripravo (7 dni v standardni klimi, 3 ure namakanja v vodi (67 ± 3 °C), 2 uri ohlajanja v hladni vodi) zahteva standard minimalno trdnost 4 N/mm². Pri naši raziskavi temu ustrezata mešanici FF 100 % s povprečno trdnost 7,64 N/mm² in FF 75 % s povprečno trdnost 7,18 N/mm². Pri četrti pripravi (7 dni v standardni klimi, 3 ure kuhanja v vreli vodi, 2 uri ohlajanja v hladni vodi)

zahtevi standarda (minimalna trdnost 4 N/mm^2) ustrezajo preskušanci zlepljeni s FF 100 % s povprečno trdnost $7,54 \text{ N/mm}^2$ ter FF 75 % s povprečno trdnost $6,96 \text{ N/mm}^2$.

Enak čas stiskanja (600 s)

Priprava 1

| | Povprečna trdnost (N/mm ²) | Povprečje loma po lesu (%) |
|----------|--|----------------------------|
| FF 100 % | 11,91 | 95 |
| FF 75 % | 13,49 | 91 |
| FF 50 % | 9,61 | 83 |
| FF 25 % | 7,38 | 9 |
| FF 0 % | 0,56 | 0 |

Priprava 2

| | Povprečna trdnost (N/mm ²) | Povprečje loma po lesu (%) |
|----------|--|----------------------------|
| FF 100 % | 7,89 | 92 |
| FF 75 % | 7,57 | 77 |
| FF 50 % | 4,00 | 5 |
| FF 25 % | 1,72 | 0 |
| FF 0 % | 0,00 | 0 |

Priprava 3

| | Povprečna trdnost (N/mm ²) | Povprečje loma po lesu (%) |
|----------|--|----------------------------|
| FF 100 % | 7,64 | 82 |
| FF 75 % | 7,18 | 62 |
| FF 50 % | 0,00 | 0 |
| FF 25 % | 0,00 | 0 |
| FF 0 % | 0,00 | 0 |

Priprava 4

| | Povprečna trdnost (N/mm ²) | Povprečje loma po lesu (%) |
|----------|--|----------------------------|
| FF 100 % | 7,54 | 73 |
| FF 75 % | 6,96 | 71 |
| FF 50 % | 0,00 | 0 |
| FF 25 % | 0,00 | 0 |
| FF 0 % | 0,00 | 0 |

Različen čas stiskanja

Priprava 1

| Čas stiskanja (s) | | Povprečna trdnost (N/mm ²) | Povprečje loma po lesu (%) |
|-------------------|----------|--|----------------------------|
| 600 | FF 100 % | | |
| 660 | FF 75 % | 11,32 | 95 |
| 720 | FF 50 % | 10,10 | 48 |
| 1200 | FF 25 % | 10,12 | 93 |
| 2400 | FF 0 % | 4,60 | 35 |

Priprava 2

| Čas stiskanja (s) | | Povprečna trdnost (N/mm ²) | Povprečje loma po lesu (%) |
|-------------------|----------|--|----------------------------|
| 600 | FF 100 % | | |
| 660 | FF 75 % | 6,70 | 96 |
| 720 | FF 50 % | 3,74 | 14 |
| 1200 | FF 25 % | 5,41 | 11 |
| 2400 | FF 0 % | 0,00 | 0 |

Priprava 3

| Čas stiskanja (s) | | Povprečna trdnost (N/mm ²) | Povprečje loma po lesu (%) |
|-------------------|----------|--|----------------------------|
| 600 | FF 100 % | | |
| 660 | FF 75 % | 6,45 | 90 |
| 720 | FF 50 % | 1,93 | 2 |
| 1200 | FF 25 % | 0,00 | 0 |
| 2400 | FF 0 % | 0,00 | 0 |

Priprava 4

| Čas stiskanja (s) | | Povprečna trdnost (N/mm ²) | Povprečje loma po lesu (%) |
|-------------------|----------|--|----------------------------|
| 600 | FF 100 % | | |
| 660 | FF 75 % | 6,13 | 92 |
| 720 | FF 50 % | 2,74 | 3 |
| 1200 | FF 25 % | 0,00 | 0 |
| 2400 | FF 0 % | 0,00 | 0 |

Preglednica 15: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus lepljenecv po različnih pripravah

Na osnovi rezultatov raziskave lahko zaključimo, da je utekočinjen les potencialno uporaben za izdelavo lepil, tako za uporabo v suhih in vlažnih pogojih kot tudi za uporabo v zunanjih pogojih. Če mu je dodano vsaj 75 % FF lepila, mu zagotovimo tudi vodoodpornost.

5.2 SKLEPI

Na osnovi rezultatov opravljene raziskave lahko zapišemo naslednje sklepe:

- večji ko je bil delež UL v lepilni mešanici, pozneje je lepilna mešanica začela utrjevati, ter daljši so bili časi utrjevanja;
- strižna trdnost lepilnega spoja se je zmanjševala z naraščajočim deležem UL v lepilni mešanici;
- preizkušanci zlepljeni z lepilnimi mešanicami z deležem UL 25, 50 in 75 % so dosegli zahteve standarda EN 12765 (2002) razred 1, ki predpisuje minimalno strižno trdnost 10 N/mm²;
- preizkušanci zlepljeni z lepilno mešanico UL 25 % FF 75 %, so dosegli zahteve standarda EN 12765 (2002) razred 2, ki predpisuje minimalno strižno trdnost 7 N/mm²;
- preizkušanci zlepljeni z lepilno mešanico UL 25 % FF 75 %, so dosegli zahteve standarda EN 12765 (2002) razred 3, ki predpisuje minimalno strižno trdnost 4 N/mm²;
- preizkušanci zlepljeni z lepilno mešanico UL 25 % FF 75 %, so dosegli zahteve standarda EN 12765 (2002) razred 4, ki predpisuje minimalno strižno trdnost 4 N/mm².

Na podlagi pridobljenih rezultatov sklepamo, da lahko celo izboljšamo strižno trdnost lepilnih spojev, če dodamo FF lepilu majhen delež UL (do 25 %). V kolikor smo uporabili velik delež UL pri lepljenju, se je pokazalo, da lepilna mešanica ni primerna za zahtevnejša lepljenja, saj je lepilni spoj dosegel majhno strižno trdnost prav tako pa ni bil trajen v vlažnih pogojih.

6 VIRI

- Bajuk J., 2010. Mehanske in fungicidne lastnosti vezanih plošč zaščitene s Silvanolinom, Diplomsko delo. Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta Oddelek za lesarstvo: 28 str.
- Brus R., 2008. Dendrologija za gozdarje: študijsko gradivo. 2 Natis. Ljubljana. Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta. Oddelek za gozdarstvo in obnovljive gozdne vire: 137 str., 311 str.
- Čufar K., 2006. Anatomija lesa: študijsko gradivo. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta. Oddelek za lesarstvo: 185 str.
- Fengel D., Wegener G. 1989. Wood: chemistry, ultrastructure, reactions. Berlin, Walter de Gruyter: 319-344
- Fengel D., Wegener G., 1984. Wood: chemistry, ultrastructure, reactions. Berlin, Walter de Gruyter: 613 str.
- Gorišek Ž., 2009. LES: zgradba in lastnosti: njegova variabilnost in heterogenost. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 178str.
- Kač M. 2004., Leksikon, Kemija. Ljubljana. Učila: 83 str., 117 str., 146 str., 440 str.
- Kalčič I., 2006. Omočitev in adhezija pri lepljenju hitro rastočih lesnih vrst. Diplomsko delo. Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta Oddelek za lesarstvo: 11 str.
- Kariž M., Šernek M. 2009, Spremljanje reoloških lastnosti lepil med utrjevanjem. Les, 61:178-187.
- Kariž M., Šernek M. 2012. Utrjevanje PVAc lepila pri lepljenju termično modificiranega lesa. Les. 64: 57-62.
- Kranjec G., 2010. Strižna trdnost in trajnost spojev lepljenih z lepilom iz utekočinjenega lesa, Diplomski projekt. Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta Oddelek za lesarstvo: 1 - 70 str.
- Schroter W., Lautenschlager K., Bibrack H. 1993. Kemija: splošni priročnik. Ljubljana, Tehniška založba Slovenije: 712 str.
- Šernek M., 2004. Spremljanje utrjevanja lepila z dielektrično analizo. Les, 56, 12: 404-408
- Šernek M., 2009. Reometer ARES G2-Raziskovalna oprema nove generacije na oddelku za lesarstvo. Les, 61: 211-212.

Šernek M., Kamke F. A. 2007. Application of dielectric analysis for monitoring the cure process of phenol formaldehyde adhesive. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 27: 562-567

Šernek M., Kutnar A. 2009. Aminoplastična lepila. *Les*, 61, 2: 47-53

Tišler V. 2002. Utekočinjen les in njegova uporaba. *Les wood*, 54, 9: 281 – 284

ZAHVALA

Iskreno se zahvaljujem mentorju prof. dr. Milanu Šerneku, za strokovno pomoč pri nastajanju in oblikovanju diplomskega projekta. Zahvalil bi se tudi recenzentu doc. dr. Mirku Karižu za strokovno mnenje o tem delu.

Zahvala gre tudi sodelavcu s Katedre za lepljenje, lesne kompozite in obdelavo površin dr. Francu Budiji za tehnično pomoč ter pomoč pri izvedbi same raziskave.

Rad bi se iskreno zahvalil tudi vsem mojim bližnjim, ki so me med študijem iskreno spodbujali in podpirali.

Priloga A: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 1 pri času stiskanja 600 s

| | | | |
|----------------------------|-------------------------------|---|----------------------------|
| FF 100 % UL 0 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 9,95 | 50 |
| | Max | 15,11 | 100 |
| | Povprečje | 11,92 | 95 |
| | Standardni odklon | 1,67 | |
| | Koeficient variacije % | 14 | |
| FF 75 % UL 25 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 11,73 | 70 |
| | Max | 18,15 | 100 |
| | Povprečje | 13,50 | 91 |
| | Standardni odklon | 2,08 | |
| | Koeficient variacije % | 15 | |
| FF 50 % UL 50 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 7,81 | 60 |
| | Max | 11,04 | 100 |
| | Povprečje | 9,61 | 83 |
| | Standardni odklon | 1,18 | |
| | Koeficient variacije % | 12 | |
| FF 25 % UL 75 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 5,85 | 0 |
| | Max | 8,82 | 30 |
| | Povprečje | 7,38 | 9 |
| | Standardni odklon | 1,02 | |
| | Koeficient variacije % | 14 | |
| FF 0 % UL 100 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 2,14 | 0 |
| | Povprečje | 0,56 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,85 | |
| | Koeficient variacije % | 153 | |

Priloga B: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 1 pri različnem času stiskanja

| | | | |
|----------------------------|-------------------------------|---|----------------------------|
| FF 75 % UL 25 % | Čas 660 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 10,10 | 50 |
| | Max | 13,32 | 100 |
| | Povprečje | 11,32 | 95 |
| | Standardni odklon | 0,97 | |
| | Koeficient variacije % | 9 | |
| FF 50 % UL 50 % | Čas 720 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 7,72 | 10 |
| | Max | 11,63 | 100 |
| | Povprečje | 10,10 | 48 |
| | Standardni odklon | 1,39 | |
| | Koeficient variacije % | 14 | |
| FF 25 % UL 75 % | Čas 1200 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 9,14 | 70 |
| | Max | 11,08 | 100 |
| | Povprečje | 10,12 | 93 |
| | Standardni odklon | 0,61 | |
| | Koeficient variacije % | 6 | |
| FF 0 % UL 100 % | Čas 2400 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 1,48 | 10 |
| | Max | 5,90 | 80 |
| | Povprečje | 4,60 | 35 |
| | Standardni odklon | 1,43 | |
| | Koeficient variacije % | 31 | |

Priloga C: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 2 pri času stiskanja 600 s

| | | | |
|----------------------------|-------------------------------|---|----------------------------|
| FF 100 % UL 0 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 6,41 | 80 |
| | Max | 9,07 | 100 |
| | Povprečje | 7,89 | 92 |
| | Standardni odklon | 0,86 | |
| | Koeficient variacije % | 11 | |
| FF 75 % UL 25 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 6,88 | 50 |
| | Max | 8,79 | 100 |
| | Povprečje | 7,58 | 77 |
| | Standardni odklon | 0,63 | |
| | Koeficient variacije % | 8 | |
| FF 50 % UL 50 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,59 | 0 |
| | Max | 5,79 | 30 |
| | Povprečje | 4,00 | 5 |
| | Standardni odklon | 1,56 | |
| | Koeficient variacije % | 39 | |
| FF 25 % UL 75 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 2,76 | 0 |
| | Povprečje | 1,72 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,92 | |
| | Koeficient variacije % | 53 | |
| FF 0 % UL 100 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |

Priloga D: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 2 pri različnem času stiskanja

| | | | |
|----------------------------|-------------------------------|---|----------------------------|
| FF 75 % UL 25 % | Čas 660 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 4,98 | 80 |
| | Max | 7,90 | 100 |
| | Povprečje | 6,70 | 96 |
| | Standardni odklon | 0,89 | |
| | Koeficient variacije % | 13 | |
| FF 50 % UL 50 % | Čas 720 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,38 | 0 |
| | Max | 7,16 | 40 |
| | Povprečje | 3,74 | 14 |
| | Standardni odklon | 2,47 | |
| | Koeficient variacije % | 66 | |
| FF 25 % UL 75 % | Čas 1200 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 3,85 | 0 |
| | Max | 6,61 | 70 |
| | Povprečje | 5,41 | 11 |
| | Standardni odklon | 0,94 | |
| | Koeficient variacije % | 17 | |
| FF 0 % UL 100 % | Čas 2400 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |

Priloga E: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 3 pri času stiskanja 600 s

| | | | |
|----------------------------|-------------------------------|---|----------------------------|
| FF 100 % UL 0 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 6,91 | 60 |
| | Max | 8,56 | 100 |
| | Povprečje | 7,64 | 82 |
| | Standardni odklon | 0,56 | |
| | Koeficient variacije % | 7 | |
| FF 75 % UL 25 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 5,42 | 20 |
| | Max | 8,72 | 90 |
| | Povprečje | 7,18 | 62 |
| | Standardni odklon | 1,04 | |
| | Koeficient variacije % | 14 | |
| FF 50 % UL 50 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |
| FF 25 % UL 75 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |
| FF 0 % UL 100 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |

Priloga F: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 3 pri različnem času stiskanja

| | | | |
|----------------------------|-------------------------------|---|----------------------------|
| FF 75 % UL 25 % | Čas 660 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 5,35 | 70 |
| | Max | 7,21 | 100 |
| | Povprečje | 6,45 | 90 |
| | Standardni odklon | 0,63 | |
| | Koeficient variacije % | 10 | |
| FF 50 % UL 50 % | Čas 720 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 6,98 | 20 |
| | Povprečje | 1,93 | 2 |
| | Standardni odklon | 2,28 | |
| | Koeficient variacije % | 118 | |
| FF 25 % UL 75 % | Čas 1200 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |
| FF 0 % UL 100 % | Čas 2400 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |

Priloga G: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 4 pri času stiskanja 600 s

| | | | |
|----------------------------|-------------------------------|---|------------------------|
| FF 100 % UL 0 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 6,43 | 30 |
| | Max | 9,15 | 100 |
| | Povprečje | 7,54 | 73 |
| | Standardni odklon | 0,81 | |
| | Koeficient variacije % | 11 | |
| FF 75 % UL 25 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 5,06 | 40 |
| | Max | 8,34 | 90 |
| | Povprečje | 6,96 | 71 |
| | Standardni odklon | 0,96 | |
| | Koeficient variacije % | 14 | |
| FF 50 % UL 50 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |
| FF 25 % UL 75 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |
| FF 0 % UL 100 % | | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |

Priloga H: Strižna trdnost in ocena loma po lesu za strižni preizkus priprave 4 pri različnem času stiskanja

| | | | |
|----------------------------|-------------------------------|---|------------------------|
| FF 75 % UL 25 % | Čas 660 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 4,89 | 80 |
| | Max | 6,94 | 100 |
| | Povprečje | 6,13 | 92 |
| | Standardni odklon | 0,73 | |
| | Koeficient variacije % | 12 | |
| FF 50 % UL 50 % | Čas 720 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 5,99 | 20 |
| | Povprečje | 2,74 | 3 |
| | Standardni odklon | 2,24 | |
| | Koeficient variacije % | 12 | |
| FF 25 % UL 75 % | Čas 1200 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |
| FF 0 % UL 100 % | Čas 2400 s | Povprečna trdnost (N/mm²) | Lom po lesu (%) |
| | Min | 0,00 | 0 |
| | Max | 0,00 | 0 |
| | Povprečje | 0,00 | 0 |
| | Standardni odklon | 0,00 | |
| | Koeficient variacije % | 0 | |