



## Povzetek projekta Po kreativni poti do znanja 2017 – 2020, 1. odpiranje, za namen objave in predstavitve na spletni strani sklada

### 1. Polni naslov projekta: Določevanje stopnje toplotne modifikacije lesa

- V katero področje na prvi klasifikacijski ravni KLASIUS-P se uvršča projekt glede na vsebinsko zasnovo (neustrezno področje izbrišite):

4 - Naravoslovje, matematika in računalništvo

### 2. V sodelovanju z:

Univerzo v Ljubljani, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo,  
Univerzo v Ljubljani, Biotehniško fakulteto in  
Silvaproduktom d.o.o.

### 3. Besedilo:

- Opredelite problem, ki se je razreševal tekom izvajanja projekta

Termično modificiran les postaja vedno pomembnejši gradbeni material. Zaradi pomanjkanja metod za določanje kakovosti se na trgu pogosto pojavljajo cenejši nadomestki, ki ne dosegajo želene kakovosti. Naš namen je bil s pomočjo uporabe termogravimetrije (TG) in dinamične sorpcije vodne pare (DVS), ki sta primerni in hitro metodi za naknadno kontrolo kvalitete modificiranega lesa, oceniti odpornost, dimenzijsko stabilnost in mehanske lastnosti termično modificiranega lesa.

Z namenom določiti povezavo med stopnjo modifikacije (izguba mase med modifikacijo je bila identificirana kot ključni kazalnik stopnje modifikacije lesa) smo pri treh različnih pogojih (komercialni postopek Silvapro in dva laboratorijska postopka; les zavrt v alu-folijo, ki je preprečevala dostop kisika do lesa in les, modificiran v sušilniku) smo modificirali štiri ključne lesne vrste, ki smo jih v sodelovanju z industrijskim partnerjem identificirali kot primerne za modifikacijo in sicer; smrekovino (*Picea abies*), bukovino (*Fagus sylvatica*), topolovino (*Populus sp.*) in jesenovino (*Fraxinus excelsior*). Les smo modificirali pri štirih različnih temperaturah v območju med 180°C in 230°C. Vzorcem smo gravimetrično določili izgubo mase med modifikacijo, izmerili smo izgubo mase med nadaljnjim segrevanjem v inertni atmosferi (TG), količino ponovno vezane vlage v atmosferi z nadzorovano vlažnostjo, barvo v skladu s CIE L\*a\*b\* sistemom, določili smo osnovno gostoto in gostoto celične stene, tlačno trdnost in tlačni modul elastičnosti, izmerili vrednost pH, stični kot vodne kapljice na površini, spremljali smo navzem vode in vodne pare (DVS).

- Opišite potek reševanja problema oz. kratek povzetek projekta

V laboratorijski komori za termično modifikacijo lesa Kambič smo modificirali les v skladu s tremi postopki modifikacije (Silvapro, v foliji pri atmosferskih pogojih) in temperaturah v območju med 180°C in 230°C. Določili smo povezavo med pogoji modifikacije izbranih lesnih vrst in izgubo mase. Največjo izgubo mase smo določili pri modifikaciji v atmosferskih pogojih, najnižjo pa pri vzorcih, zavrtih v folijo.

Vzorci smo zmleli in presejali skozi sito z velikostjo 1 mm. S termogravimetričnimi meritvami smo na instrumentu Mettler Toledo TGA/SDTA 851<sup>e</sup> določevali izgubo mase vzorcev med 25 in 600 °C v inertni atmosferi. Ker se je objavljena umeritvena premica za smrekovino in bukovino izkazala za neuporabno (razlogi so detajlno obrazloženi v prilogi končnega poročila), smo umeritvene premice izdelali na osnovi znane izgube mase med termično modifikacijo vzorcev z oznako **S** (ti bili pripravljene po postopku, ki je najbolj podoben industrijskemu), nato pa iz na osnovi meritev izračunali izgube mase za vzorce **F** (vzorci, ki so bili modificirani v sušilniku in oviti v aluminijasto folijo) in vzorec **B** (vzorci, ki so bili modificirani v sušilniku, brez folije – neoviti). Za vse lesne vrste smo za izdelavo umeritvene krivulje izmerili po štiri vzorce; ki so bili modificirani pri različnih temperaturah (vsako meritev smo trikrat ponovili), vzorcem **B** in **F** pa smo na osnovi teh premic računali izgubo mase in jih primerjali z dejanskimi. Na koncu smo iz umeritvenih premic izračunali

izgubo mase za industrijsko termično modificirane vzorce in naše rezultate primerjali s pravimi (te je delovni mentor poznal, saj je vzorce tehtal pred in po modifikaciji).

Za termično modificirane vzorce smrekovine, bukovine, topolovine in jesenovine smo izgubo mase med predhodno termično obdelavo skušali določiti še iz umeritvenih premic oz. krivulj na osnovi ponovnega navzemanja vodne pare v komori s kontrolirano vlažnostjo. Vzorce smo natehtali v lončke (cca 10 mg) in jih izpostavili vlažnosti 54 %, kar pri 25 °C omogoča nasičena raztopina magnezijevega nitrata. Počakali smo tri dni, da se je vzpostavilo ravnotežje, vlažne stehali, nato pa jih popolnoma posušili v sušilniku in suhe ponovno stehali. Vzorce, modificirani v komori za termično modifikacijo z začetnim vakuumom, smo uporabili kot referenčne (za njih smo izgubo mase med termično modifikacijo poznali), za ostale vzorce pa smo omenjeno izgubo mase določili iz teh krivulj. Opisane meritve smo ponovili v komori z večjo relativno vlažnostjo (93,6 % pri 25 °C dosežemo z nasičeno raztopino KNO<sub>3</sub>).

Vzorcem smo z univerzalnim testirnim strojem Zwick določili tlačno trdnost. Zaradi izboljšanih sorpcijskih lastnosti, se tlačna trdnost termično modificiranemu lesu celo izboljša.

Z goniometrom Theta smo določili stični kot vode na modificiranem lesu. Med stopnjo modifikacije in stičnim kotom vode na lesu smo določili tesno povezavo.

Med sorpcijskimi lastnostmi lesa in stopnjo modifikacije smo določili tesno povezavo. Najtesnejšo povezavo smo določili pri analizo z DVS (dynamic vapour sorption) (Surface Measurement Systems).

Določali smo dva tipa gostote, gostoto celične stene in gostoto lesa z opremo proizvajalca Micromeritics. Med gostoto lesa in stopnjo modifikacije ni značilne povezave.

- Navedite in opišite rezultate projekta ter njihov doprinos k družbeni koristnosti

Za smrekovino smo za določitev izgube mase med termično modifikacijo uporabili umeritveno krivuljo, narejeno na osnovi termogravimetričnih meritev iz povprečne izgube mase vzorcev **S** v temperaturnem območju med 130 in 280 °C in 130 in 300 °C (umeritvena krivulja je bila narejena na osnovi povprečja treh paralelnih meritev). Največja razlika med pravo in izračunano izgubo mase je bila 2,52 % (vzorec F, modificiran pri 230 °C). Dobljeni rezultati so pokazali, da bomo za termično manj obdelane vzorce (pri 200 °C), kjer je izguba mase med termično modifikacijo manjša od 4 %, dobili na osnovi umeritvene premice dobre rezultate (največja napaka bo okoli 1 %); naša napoved pa se bo slabšala z naraščajočo stopnjo termične obdelave (pri 8 do 10 % izgubi mase med termično modifikacijo bo okvirna napaka znašala cca 2,5 %). Pri procesu rehidracije/dehidracije je bila največja razlika med pravo in iz meritev izračunano vrednostjo 3,87 % (v folijo zaviti vzorec, modificiran v sušilniku), termično modificiran pri 230 °C najmanjša pa 0,46 % (v sušilniku modificiran vzorec pri 230 °C).

Za bukovino smo uporabili enak postopek, izgubo mase med termično modifikacijo smo računali iz povprečja izgube mase med 130 in 280 °C in 130 in 320 °C (umeritvena krivulja je bila narejena na osnovi povprečja treh paralelnih meritev). Za termično bolj modificirane vzorce dobimo dobro napoved, za manj pa slabšo. Izračunane vrednosti odstopajo v pozitivno in negativno smer glede na pravo vrednost. Pri 180 °C so odstopanja med 2,02 in 2,73 %, pri 200 °C so med 0,32 in 1,36 %, pri 210 °C so med 0,09 in 0,57 %, pri 220 °C pa so med 0,31 in 0,45 %. Pri procesu ponovne vezave vode je bila največja razlika med pravo in iz meritev izračunano vrednostjo 2,34 % (v folijo zaviti vzorec, modificiran v sušilniku, termično modificiran pri 200 °C) najmanjša pa 0,25 % (v folijo zaviti vzorec, modificiran v sušilniku, termično modificiran pri 210 °C).

Za topol in jesen smo morali določiti temperaturno območje, v katerem smo za risanje umeritvenih krivulj referenčnih vzorcev, v nadaljevanju pa tudi neznanih vzorcev, določevali izgubo mase. Pri topolu je bilo to območje med 130 in 260 °C. Primerjava med pravimi vrednostmi izgube mase med modifikacijo in izračunanimi na osnovi našega postopka pokaže, da se z naraščajočo temperaturo modifikacije razlika med vrednostmi zmanjšuje, pri 180 °C pa so ujemanja slaba. Pri tej temperaturi so razlike med 3,83 in 3,47 %, pri 200 °C so razlike med 5,96 in 1,83 %, pri 210 °C med 2,99 in 1,61 %, pri 220 °C pa med 1,66 in 0,17 %. Pri določitvi stopnje modifikacije z umeritveno premico za dehidracijo pa je bilo največje odstopanje 3,2 %, kar pomeni, da je pri topolu izgubo mase med termično modifikacijo bolj smiselno določevati na osnovi dehidracije. Pri termičnem razpadu jesenovine je bilo najbolj indikativna razlika v izgubah mase termično različno modificiranih vzorcev od 130 do 270 °C. Najboljše ujemanje med pravimi vrednostmi izgube mase med modifikacijo in izračunanimi pri smo dobili pri najnižji stopnji modifikacije (180 °C) in sicer med 1,93 in 0,29 %. Pri 200 °C je ujemanje med 5,35 in 2,36 %, pri 210 °C med 10,31 in 5,43 % in pri 220 °C med 9,06 in 6,58 % (rezultati so podani za prve meritve, za druge meritve so bile razlike manjše). Iz procesa dehidracije rezultati niso nič boljši, verjetno pa bi morali imeti za samo izdelavo umeritvenih premic na voljo širši razpon vzorcev (širši obseg in število vzorcev s predhodno različno izgubo

mase med termično modifikacijo).

V okviru projekta smo nadalje identificirali kazalnike, ki so poleg izgube mase med segrevanjem oz. dehidracijo navlaženih vzorcev v tesni povezavi s stopnjo termične modifikacije lesa. Med identificiranimi kazalniki (DVS, sorpcijske lastnosti, gostota lesa, navzemanje kapljevinate vode, stični kot vode na površini lesa, vrednost pH ...) se je najtesnejša povezava med stopnjo modifikacije in izbranimi kazalniki pokazala pri sorpcijskih lastnostih. Kot najboljši kazalnik se je izkazal naklon premice, ki nakazuje navlaževanje suhega lesa v klimi s 95% relativno zračno vlažnostjo. Poleg tega se je kot uporaben kazalnik izkazala še barvna sprememba lesa, svetlost lesa in stični kot vode na površini lesa. Izbrani kazalniki so bili razviti za vsako lesno vrsto posebej. Izkazalo se je, da je metoda uporabna pri različnih postopkih modifikacije.

#### 4. Priloge:

- Slikovno gradivo:

