
Doktori értekezés
tézisei

Fafelületek attribútumainak
elemzése a
nedvesíthetőség
vonatkozásában, különböző
fafajokon

Papp Éva Annamária

SOPRONI EGYETEM

2017

SOPRONI EGYETEM

Simonyi Károly Műszaki, Faanyagtudományi és Művészeti Kar
Cziráki József Faanyagtudomány és Technológiák Doktori Iskola
Fafeldolgozási Technológiák és Kreatív Tervezés Alprogram

Témavezetők:

Dr. habil Csiha Csilla
Prof. Dr. Csóka Levente DSc.

Bevezetés

A faanyag olyan megújuló alapanyagforrás, amely környezetünkben eltérő mennyiségben és minőségben, de mindig jelen van. A különböző faanyagok földrészenként, éghajlati övenként, de még országrészenként is sokrétű módon különböznek. Ilyen eltérések lehetnek a növekedési habitus, színváltozat vagy a felhasználáskori eltérések. Különbözőségei miatt a faanyag, mint szerkezeti alapanyag azon tulajdonságai, amelyek a feldolgozóipar számára hasznos információt hordoznak, illetve ezek változásai jelenleg is nyitott kérdéseket tartalmaznak. A faanyag felületkezelése és ragasztása során, elsősorban a fafajból, a feldolgozott faanyag előéletéből, a megmunkálásból és annak módjából, valamint a faanyag tárolásából származó eltérések okozhatnak problémát. A létrejövő hibák kiküszöbölésének céljából teendő elsődleges feladat, azok okainak feltérképezése. A faanyagok ragasztásakor és felületkezelésekor nehézségként adódó, az optimális mértéktől elmaradó adhézió minősége, a korszerű technológiai háttér ellenére gyakori probléma.

Jelen dolgozat fő témakörei a faanyag, mint gyártáskori alapanyag felületi tulajdonságai köré csoportosulnak, amelyek közül a legfontosabbak a *fafelületek megmunkálásától számított eltelt időre, felületi érdekességére* és a *felületek - folyadékok peremszögét befolyásoló - kémiai összetételére* vonatkoznak.

Az említett témakörökkel kapcsolatos vizsgálatok elvégzése szórt likacsú (bükk (*Fagus sylvatica* L.) és nyír (*Betula pendula*)), gyűrűs likacsú (kocsánytalan tölgy (*Quercus petraea*)), valamint fenyő (lucfenyő (*Picea abies*)) fajokon történt.

I. Célkitűzések

A *fafelületek megmunkálása után eltelt időre*, mint felhasználáskori felületi paraméternek vizsgálatára természetes, illetve mesterséges öregítés segítségével kerestük a választ. A vizsgálatok célja a megmunkálást követő időszak felületi energiát befolyásoló hatásának megismerése volt, mind kvalitatív, mind pedig kvantitatív szempontból.

A *felületi érdesség*, mint peremszöget befolyásoló tényező, már hosszú ideje vizsgált paraméter. Mivel korábban az e témában végzett kutatások, többnyire az alkalmazott érdességi skála kisebb periódusainak vizsgálatára összpontosítottak, a disszertációban a vizsgálatoknak alávett érdességi tartomány szélesebb körű vizsgálata került sor. A kitűzött cél a tartományok határainak meghatározása, illetve a különböző érdességi periódusok folyadékok peremszögére gyakorolt hatásainak megismerése volt.

Faanyagok esetében a harmadik, és egyben legösszetettebb hatással bíró, nedvesíthetőséget befolyásoló tényezők, a *faanyagokban jelen lévő kémiai anyagok* (valamint azok mennyisége és minősége). Annak megértésére, hogy a faanyag kémiai összetevőinek módosulásai milyen összefüggésben állnak a faanyagok felületén öregedés, illetve öregítés hatására bekövetkező felületi energia változásokkal, az öregítés vizsgálatokkal párhuzamosan a kémiai összetevők többrétű (FTIR, totál-fenol és összes kioldható szénhidrát tartalom) vizsgálatára is sor került.

II. Vizsgálati anyagok és módszerek

A kutatás során a következő vizsgálatssorozatok elvégzésére került sor:

- *különböző csiszolópapírral csiszolt fafelületek*: érdességmérés, peremszög mérés (desztillált vízzel), SEM felvételek,
- *beltérben, természetesen öregített mintatestek*: peremszög mérés (desztillált vízzel),
- *mesterségesen öregített mintatestek*: peremszög mérés (desztillált vízzel és dijjódmétánnal), nedvességtartalom vizsgálat, totál-fenol és összes kioldható szénhidrát tartalom meghatározás, illetve FTIR vizsgálat,

a vizsgálatok kivitelezéséhez a következő fajok kerültek kiválasztásra:

- bükk (*Fagus sylvatica* L.),
- nyír (*Betula pendula*),
- kocsánytalan tölgy (*Quercus petraea*), illetve
- lucfenyő (*Picea abies*).

Különböző érdességű faanyagok vizsgálata, különös tekintettel a nedvesíthetőségre

A különböző érdességű faanyagok megmunkálása Sandya 3S (SCM Group, Olaszország) kontakt csiszológépen történt rostirányban. Ezt követően alapos portalanításra került sor. A faanyagokon alkalmazott csiszolópapírok szemcsefinomságai a következők voltak: 60, 80, 100, 120, 150, 180, 220, 240, 280, 320, 400, 500 és 600.

A peremszög érdességfüggésének vizsgálata során érdesség mérésre, peremszög mérésre és pásztázó elektronmikroszkópos felvételek elkészítésére került sor.

Az érdességmérés PERTHEN-Mahr S3P (PERTHEN, MAHR GmbH, Németország) érdességmérő készülékkel, a peremszög mérés PG-X goniométerrel (FIBRO SYSTEMS AG, Svédország), a SEM felvételek elkészítése pedig Hitachi S3400 (HITACHI Ltd., Japán) készülékkel történt.

Az érdességmérés kivitelezése

A négy különböző fajaj, különböző szemcsefinomságú csiszolópapírral csiszolt mintáin, felülettípusonként 10 érdességmérés elvégzésére került sor. Az érdességmérések eredményeinek kiértékelésekor az R_z (egyenletlenség magasság) paraméter került felhasználásra.

A peremszög mérés kivitelezése

A négy különböző fajaj, különböző szemcsefinomságú csiszolópapírral csiszolt mintáin, felülettípusonként 20, dinamikus peremszög mérés elvégzésére került sor. A vizsgálófolyadék cseppmérete 5 μl , a vizsgálati időpont pedig 1 s volt.

A pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) felvételek elkészítése

A különböző szemcsefinomságú csiszolópapírral (60,220 és 500) csiszolt mintatestek SEM felvételeihez készített mintatestek mérete 20 * 20 mm volt. A felvételek elkészítésekor 10 kV gyorsító feszültség került alkalmazásra. A felvételek 100x nagyított, 3D típusú képek.

Mesterségesen öregített faanyagok vizsgálata, kiemelt figyelemmel a nedvesíthetőségre

A mesterségesen öregített mintatestek felülete 150-es szemcsefinomságú csiszolópapírral csiszolt volt.

Mesterséges öregítéshez 3 típusú mintatest került kialakításra fajajonként, amelyek a következők voltak:

- peremszög vizsgálathoz és nedvességtartalom méréshez,
- a totál-fenol és az összes kioldható szénhidrát tartalom meghatározásához, illetve
- az FTIR vizsgálatok kivitelezéséhez készített mintatestek.

A mesterséges öregítés technológiai háttere és a vizsgálati időpontok meghatározása

A különböző faanyagok mesterséges öregítésére Original Hanau Suntest (HERAEUS, Németország) berendezéssel került sor, amely xenon izzóval és beépített UV tükörrel felszerelt. Az öregítés során a faanyagok felületi hőmérséklete nem haladta meg az $55\pm 5^\circ\text{C}$ hőmérsékletet.

A különböző vizsgálatok kivitelezésére a következő időpontok kerültek meghatározásra: 0 h (kontrol), 1 h, 3 h, 5 h, 8 h, 10 h, 15 h, 20 h, 30 h, 60 h, 96 h, 132 h, 174 h, valamint 240 h.

A peremszög mérések kivitelezése mesterségesen öregített mintatestek esetén

Felülettípusonként, minden öregítési ciklus idején, 20-20 mérés elvégzésére került sor, bi-desztillált víz (poláris és diszperzív), illetve dijudmetán (diszperzív) (SIGMA-ALDRICH, USA) alkalmazásával.

A totál-fenol és összes kioldható szénhidrát tartalom meghatározása

A mesterségesen öregített faanyagok totál-fenol és összes kioldható szénhidrát tartalmának meghatározására az előre meghatározott öregítési ciklusokkor került sor, a mintatestek felső $\sim 75\text{-}100$ mikrométeres vastagságú rétegének felhasználásával.

Alkoholos extrakció

Az extrakció elvégzésére 4:1 metanol:víz extraháló szerrel került sor. A leválasztott faanyagmintákhoz (~0,05 g), 5 ml extraháló szer hozzáadása után, az extrakció elvégzésére 20 perc ultrahangos fürdő (BRANSON 3510, EMERSON, USA) segítségével került sor. Az így kapott extraktum centrifugálására MiniSpin (EPPENDORF, Németország) típusú centrifugában került sor, 10 percig (13400 1/r fordulatszám).

A totál-fenol tartalom meghatározása

A totál-fenol tartalom vizsgálat során, a meghatározás Folin-Ciocalteu módszere alapján történt (Singleton és Rossi, 1965). A mérések során, a pontosan kimért, 0,5 ml extraktumhoz 2,5 ml tízszeres hígítású Folin-Ciocalteu reagens hozzáadása után, 1 perc elteltével 2 ml 0,7M koncentrációjú Na_2CO_3 oldat hozzáadása történt meg. A reakcióelegyet 50 °C hőmérsékletű vízfürdőben (Memmert WNB 200, MEMMERT GmbH, Németország) 5 perc időtartamig történő melegítése után, hideg vízfürdőben való hűtés következett, az oldat szobahőmérsékletre (~25°C) hűléséig. A totál-fenol tartalom meghatározása spektrofotometriás módszerrel (Metertech SP 8001, METERTECH Inc., Kína) történt, 760 nm hullámhosszon. A standardként kvercetin volt.

Az összes kioldható szénhidrát tartalom meghatározása

Az összes kioldható szénhidrát tartalom meghatározása Dubois és társai (1956) módszere alapján történt. Az előzetesen kimért 0,5 ml extraktumhoz 0,5 ml 5%-os fenol oldat adagolása történt, majd az elegyhez 2,5 ml koncentrált kénsav hozzáadására került sor. A zárt kémcsövek 10 perc időtartamig szobahőmérsékleten, ezt követően pedig további 20 percen keresztül 25 °C hőmérsékletű vízfürdőben hűltek.

Az összes kioldható szénhidrát tartalom meghatározása spektrofotométerrel (Metertech SP 8001, METERTECH Inc., Kína) történt, 490 nm hullámhosszon. A standard glükóz volt.

Az FTIR vizsgálatok kivitelezése

Az infravörös színeképek felvétele DR-81 FTIR 6300 (JASCO, USA) spektrofotométer alkalmazásával történt. A minták vizsgált felülete 150-es szemcsefinomságú csiszolópapírral csiszolt volt.

A fapelületek vizsgálati eredményei 50 mérés átlagából, 4 cm^{-1} felbontással készültek az FTIR készülékhez tartozó *Spectra Manager* program segítségével. A színeképek háttereként alumínium lapot alkalmaztam. A spektrális intenzitás Kubelka-Munk (K-M) egységben került meghatározásra a FTIR eszköz szoftvere által. Az FTIR mérések kivitelezése során kettő, előre meghatározott (3800 cm^{-1} és 1900 cm^{-1}) hullámszám érték alkalmazásával alapvonal korrekció elvégzésére is sor került.

Természetes beltéri öregítésnek kitett faanyagok vizsgálata, kiemelt tekintettel a nedvesíthetőségre

A mintatestek kialakítása

Természetes beltéri öregítésnek kitett minták felülete 150 szemcsefinomságú csiszolópapírral csiszolt volt.

A természetes beltéri öregítés ideje

A természetes beltéri öregítésre 2014.04.07. és 2014.05.20. között került sor, a napsütéssel telt órákban, átlagosan naponta 9 és 17 óra között. A mintatesteket D-DK-i irányba néztek és ablaküveg mögött kerültek elhelyezésre.

A vizsgálatok (peremszög mérés desztillált víz alkalmazásával) a következő időpontokban kerültek elvégzésre: 0 h (kontrol), 1 h, 3 h, 5 h, 8 h, 10 h, 15 h, 30 h, 60 h, 96 h, 174 h, illetve 240 h.

A peremszög mérés kivitelezése

Felülettípusonként, minden öregítési ciklus idején, 20-20 mérés elvégzésére került sor, bi-desztillált víz (poláris és diszperzív), alkalmazásával.

A különböző vizsgálati eredmények kiértékelése

A különböző eredmények feldolgozására és kiértékelésére minden vizsgálat és mérési eredmény esetében Microsoft Excel (2010) és STATISTICA (8) programok segítségével került sor.

III. Tézisek

1. tézis

Megállapítottam, hogy desztillált víz peremszögének változása a szemcsefinomság függvényében, három jól elkülöníthető periódusra bontható a vizsgált fajok esetében, az alkalmazott érdesség tartományon belül, az illesztett görbe lefutása alapján, amelynek egyenlete a következő:

$$y = b_5 * \left(\sin \left\{ b_4 * \left(1 - e^{-(b_3 * (x - b_2))^{b_1}} \right) \right\} \right) + b_0, \text{ ahol}$$

y: a desztillált víz peremszöge [°],

x: a szemcsefinomság értéke.

A három meghatározott tartomány közül az első, élesen csökkenő szakasz a 60 és 100, a második kiegyensúlyozott szakasz a 120 és 320, a harmadik, enyhén növekvő szakasz pedig a 400 és 600 szemcsefinomságok között határozható meg.

2. tézis

Megállapítottam, hogy fafelületek esetében a hosszú idejű beltéri öregítés, illetve imitálására alkalmazott mesterséges öregítés során, desztillált víz peremszöge a kezdeti növekedést követően, a kezdeti kontroll érték közelébe csökken. Az intenzív változást felületi kémiai módosulások okozzák, amelyek a faanyag fő összetevőinek bomlásából származnak. A kémiai változások a felületi polaritás változásán keresztül a fafelületek nedvesíthetőséget kezdetben negatívan befolyásolják, az öregítés utolsó vizsgált szakaszában javítják azt.

3. tézis

A mesterségesen öregített felületeken más, erőteljesebb változások következnek be a desztillált vízzel folytatott peremszög mérések alapján, mint természetes öregítés hatására. Természetesen öregített (240 h időtartam) fafelületeken, desztillált vízzel végzett peremszög mérések eredményei kisebb mértékű maximális eltérést mutatnak a kezdeti értékhez viszonyítva, mint a mesterségesen öregített (240 h időtartam) felületeken mért peremszög értékek. Ez az eltérés 50 h időtartamú öregítés után válik kimutathatóvá.

4. tézis

Megállapítottam, hogy hosszú időtartamú (240 h) mesterséges öregítés hatására a fafelületek polaritása poláris irányba erősödik, emiatt a poláris és diszperzív (desztillált víz) folyadék peremszöge nagyobb mértékű változást mutat a diszperzív folyadék (dijódmétán) peremszögéhez viszonyítva. A fafelületek felületi energiája 60 h mesterséges öregítést követően növekszik a kezdeti fölé, amelyből a felületek nedvesíthetőségének javulására következtethetünk.

5. tézis

Megállapítottam, hogy a vizsgált faanyagok esetében, mesterséges xenon izzós öregítés során, a felületi rétegben (75-100 μm) a kioldható összes szénhidrát tartalom növekvő tendenciát mutat. A faanyagok felületi rétegében az extrahálható fenolos anyagok növekvő mennyiségben vannak jelen, a növekedés üteme a mesterséges öregítés időtartama alatt lassul. A 240 h mesterséges öregítés hatására az összes kioldható szénhidrát tartalom 6-8-szorosára, a totál-fenol tartalom 15-szeresére növekszik. Bár a szénhidrátok és fenolos anyagok mennyisége egyaránt növekszik és a fenolos anyagok össznövekedése nagyobb, mint a szénhidrátoké, a szénhidrátok alapvetően nagyobb mértékű jelenlétük miatt, nagyobb befolyással vannak a peremszög alakulására, mint a fenolos anyagok.

6. tézis

A kutatómunka során elvégzett FTIR vizsgálatok alapján, a vizsgált fafajok (bükk (*Fagus sylvatica* L.), nyír (*Betula pendula*), kocsánytalan tölgy (*Quercus petraea*), illetve lucfenyő (*Picea abies*)) esetében megállapítottam, hogy folyadékok peremszögét, ezzel együtt pedig a nedvesíthetőséget nagymértékben befolyásoló,- a faanyag felületén és felületi rétegében jelen lévő fenolos anyagok a lignin degradációjából származnak.

IV. Javaslattétel további kutatási feladatokra

A felületi érdesség befolyásoló hatásának még pontosabb feltérképezése, a felület megmunkálásából származó por hatásainak figyelembe vétele mellett.

A felületi érdesség felületi energiára gyakorolt hatásának további vizsgálata, különböző szemcsefinomságú csiszolópapírral csiszolt felületek FTIR vizsgálatával.

A faanyag sűrűségének és a felületi energia összefüggésének vizsgálata, annak megállapítására, hogy a különböző sűrűségű – és lehetőség szerint hasonló járulékos anyag tartalommal rendelkező – faanyagok mutatnak-e jelentős különbséget – azonos megmunkálás, illetve a megmunkálástól számított kor mellett – felületi energia tekintetében. A vizsgálatokhoz alkalmazandó mérési módszereként dinamikus peremszög mérési eljárás ($t=30$ s) javasolt, az abszorpció minőségének megfelelő leírásának érdekében.

V. A kutatási témában megjelent saját publikációk

Folyóiratcikk

Papp, É. A. – Csiha, Cs. (2017): Contact angle as function of surface roughness of different wood species. Surfaces and Interfaces 8 pp. 54-59.

Papp, É. A. – Csiha, Cs. (2014): Tölgy fafelületek néhány paraméterének vizsgálata megmunkálás után. FAIPAR 62 (1) pp. 63-67.

Könyvrészlet/Konferenciaközlemény

Papp, É. A. – Csiha, Cs. – Tolvaj, L. – Csóka, L. (2016): Investigation of artificial aged beech wood surfaces with FTIR spectroscopy. In: Proceedings of Eco-efficient resource Wood with Special Focus on Hardwoods (eds.: Teischinger, A. – Németh, R. – Rademacher, P. – Bak, M. – Fodor, F.), Sopron, Hungary, 8-9 September 2016. pp. 28-29.

Csiha, Cs. – Papp, É. A. (2014): Gyalult lucfenyő (Picea abies) felületi paraméterének vizsgálata mesterséges öregítés hatására. In: Az 5. Báthory-Brassai Konferencia tanulmánykötetei, Budapest, Magyarország, 21-22 Május 2014. pp. 417-421. (ISBN: 978-615-5460-38-8).

Csiha, Cs. – Papp, É. A. (2014): Surface tension measurement of differently rough sanded oak surfaces. In: International Conference on Processing Technologies: Proceedings of the 3rd Conference for the Forest and Bio-based Products Industries (PTF BPI 2014), Kuchl, Austria, 24-26 September 2014.

Papp, É. A. – Csiha, Cs. (2013): Surface analysis of sanded and planed wood surfaces. In: Proceedings of the 'Science for Sustainability' International Scientific Conference for PhD Students (eds.: Neményi, M. – Varga, L. – Facskó, F. – Lőrincz, I.), Győr, Hungary, 19-20 March 2013. (ISBN: 978-963-3341-03-2) pp. 22-27.

Csiha, Cs. – Papp, É. A. – Valent, J. (2012): Feature of contact angle of ageing Beech and Birch surfaces. In: The 5th Conference on Hardwood Research and Utilization in Europe 2012: Proceedings of the 'Hardwood Science and Technology' (eds.: Németh, R. – Teischinger, A.), Sopron, Hungary, 10-11 September 2012. (ISBN: 978-963-9883-97-0) pp. 41-49.

VI. Egyéb publikációk

Folyóiratcikk

Horváth, N. – Papp, É. A. (2017): Nyárkutató új szempontok figyelembevételével: Termőhely-specifikus faanyagtudományi vizsgálatok. ERDÉSZETI LAPOK 152 (1) pp. 2-5.

Papp, É. A. - Horváth, N. (2016): Nyár faanyagok anyagtudományi vizsgálataihoz szükséges hazai szakirodalom áttekintése, értékelése. FAIPAR 64 (2) pp. 22-28.

Csiha, Cs. – Papp, É. A. – Valent, J. (2013): The feature of color alteration of bleached oak, beech and black locust surfaces during artificial xenon radiation. Wood Material Science And Engineering 8:(3) pp. 212-218.

Csiha, Cs. – Valent, J. – Papp, É. A. (2011): Hagyományos bevonatok teljesítmény mutatói. FAIPAR 59 (4) pp. 16-25.

Könyvrészlet/Konferenciaközlemény

Csiha, Cs. – Papp, É. A. (2013): Investigation on bleaching Beech wood using environment friendly agent. In: Proceedings of the XXVith International Conference Research for Furniture Industry (ed.: Szmardzewsky, J.), Poznan, Poland, 19-20 September 2013. pp. 7-15.

Csiha, Cs. – Papp, É. A. (2013): Bleached furniture surfaces – color stability under natural and artificial radiation. In: Process and service life modelling (eds.: van Acker, J. - van den Bulcke, J.), Ghent, Belgium, 17-19 April 2013. pp. 1-2.

Papp, É. A. – Csiha, Cs. – Valent, J. (2016): Colour change of some wood species during artificial xenon radiation. In: International Interdisciplinary Conference on Colour and Pattern Harmony: 5th Colour Specialists International Conference in Hungary (eds.: Ürmös, A. – Mihalik, G.), Budapest, Hungary, 12-13 June 2012. pp. 89-96.

VII. Felhasznált szakirodalom

Singleton, V. L. - Rossi, J.A. (1965): Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. American Journal of Enology and Viticulture 16 pp. 144–158.

Dubois, M. - Gilles, K. A. - Hamilton, J. K. - Rebers, P. A. - Smith, F. (1956): Colorimetric method for determination of sugars and related substances. Analytical Chemistry 28 pp. 350 – 356.

Köszönetnyilvánítás

A kutatás a TÁMOP 4.2.4. A/2-11-1-2012-0001 azonosító számú „Nemzeti Kiválóság Program – Hazai hallgatói, illetve kutatói személyi támogatást biztosító rendszer kidolgozása és működtetése konvergencia program” című kiemelt projekt keretében zajlott. A projekt az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.