

12

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 79200769.2

51 Int. Cl.<sup>3</sup>: **B 27 K 5/00**

22 Anmeldetag: 17.12.79

30 Priorität: 25.04.79 DE 2916677

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
12.11.80 Patentblatt 80/23

84 Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE FR GB IT LU NL SE

71 Anmelder: Rütgerswerke Aktiengesellschaft  
Mainzer Landstrasse 217  
D-6000 Frankfurt a.Main 1(DE)

72 Erfinder: Giebeler, Eberhard, Dr.  
Keetmannstrasse 32  
D-4100 Duisburg(DE)

72 Erfinder: Bluhm, Bernhard  
Letjensstrasse 5  
D-4100 Duisburg(DE)

72 Erfinder: Alscher, Arnold, Dr.  
Valentiniastrasse 25  
D-6802 Ladenburg(DE)

72 Erfinder: Moraw, Klaus, Dr.  
Im Ährenfeld 24  
D-4100 Duisburg(DE)

72 Erfinder: Collin, Gerd, Dr.  
Hagensallee 56  
D-4100 Duisburg(DE)

72 Erfinder: Nilles, Heinzpeter  
Emmericher Strasse 33  
D-4100 Duisburg(DE)

54 Verfahren zur Vergütung von Holz.

57 Die Dimensionsstabilität von Holz und daraus hergestellten Produkten bei wechselnden Luftfeuchtigkeitsgehalten wird erreicht durch ein Vergütungsverfahren durch Wärmebehandlung in einem geschlossenen heizbaren Gefäß) wenn der Wassergehalt des Ausgangsmaterials nicht höher als 10 Gew,-% ist.

**EP 0 018 446 A1**

RÜTGERSWERKE AKTIENGESELLSCHAFT, D-6000 Frankfurt

Pat-723-R

P a t e n t a n m e l d u n g

Verfahren zur Vergütung von Holz

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Vergütung von Holz und daraus hergestellten Holzprodukten durch Wärmebehandlung.

5 Neben der Pilzbeständigkeit sind die Dimensionsstabilität bei wechselnden Luftfeuchtigkeitsgehalten, eine glatte Oberfläche und eine gute Bearbeitbarkeit die wichtigsten geforderten Eigenschaften; denn bei Dimensionsänderungen ist z.B. die Abdichtungs- und Wärmeisolierfunktion von Fenstern und Türen  
10 nicht mehr gewährleistet und bei einer spannungsreichen und mit Rissen versehenen Oberfläche ist das Holz nicht nur wartungsanfälliger, sondern es kann auch nicht in befriedigender Qualität mit Kunststoffen beschichtet werden. Eine glatte Oberfläche nach der Beschichtung setzt bei modernen Beschichtungsverfahren, z.B. Extrusionsbeschichtungstechniken,  
15 eine glatte, rißfreie Oberfläche des Einsatzmaterials voraus. Auch bei einer Kunststoffbeschichtung muß eine Dimensionsstabilität und Pilzbeständigkeit gewährleistet sein, um bei

Beschädigungen des Oberzugs keine Zerstörung des Holzes und keine nachfolgende Ablösung des Kunststoffmantels befürchten zu müssen.

5 Aus der DE-PS 2 263 758 ist es bekannt, daß durch thermische  
Behandlung von Holz bei Holzfeuchtigkeiten zwischen 15 und 30%  
und Temperaturen zwischen 100 und 180°C eine Verminderung der  
Quellung erzielt werden kann. Bei dicken Hölzern tritt jedoch  
10 bei diesen Feuchtigkeitsgehalten bei der thermischen Behand-  
lung leicht eine Ribbildung im Holz ein, die um so ausge-  
prägter ist, je höher die Holzfeuchtigkeit und je höher die  
Reaktionstemperaturen sind. Die Ursachen liegen in den  
Spannungen, die beim zu schnellen Trocknen erfahrungsgemäß  
entstehen. Buchenholz ist dabei wesentlich empfindlicher als  
15 Tannen- oder Kiefernholz; andererseits kann Buchenholz durch  
eine ribbfreie Dimensionsstabilisierung eine wesentliche Wert-  
steigerung erfahren. Dünne Hölzer, wie z.B. Furniere, mit  
Ausgangsfeuchten oberhalb von 10 %, erleiden während der Be-  
handlung zwar keine Ribbildung, gehen aber stark gewellt aus  
20 der Behandlung hervor. Dies führt zu Schwierigkeiten bei der  
nachfolgenden Verleimung, denn eine gleichmäßige maschinelle  
Auftragung des Klebers ist dann kaum möglich und bei den zum  
Verleimen notwendigen Pressdrücken tritt häufig eine Ribbil-  
dung ein. Ein weiterer Nachteil liegt in den langen Reaktions-  
25 zeiten,\*), wodurch die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens beein-  
trächtigt ist.

Aus der DE-OS 2 654 958 ist es weiterhin bekannt, durch ein  
mehrstufiges aufwendiges Verfahren Holz in wässrigen Lösungen  
30 unter Zusatz von oberflächenaktiven Substanzen und Alkalien  
bei Drücken bis 3 bar und Temperaturen bis 130°C zu vergüten.  
Es wird dabei eine Zunahme der Festigkeit des Holzes erreicht,  
\*) bei Temp. unter 180°C

außerdem wird das Holz pilzbeständiger und in der Farbgebung einheitlicher. Es handelt sich aber dabei um ein aufwendiges und teureres Verfahren, insbesondere im Hinblick auf die Aufarbeitung der wäßrigen Lösungen aus Umweltschutzgründen.

5

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es deshalb, ein Verfahren zur Vergütung von Holz bereitzustellen, das die genannten Nachteile vermeidet. Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zur Vergütung von Holz und daraus hergestelltem Holzprodukten durch Wärmebehandlung in einem geschlossenen heizbaren Gefäß, das dadurch gekennzeichnet ist, daß der Wassergehalt des Ausgangsmaterials nicht höher als 10 Gew.-% ist. Vorzugsweise wird Holz mit einem Wassergehalt von 3 bis 8 Gew.-% verwendet.

15

Es hat sich gezeigt, daß nach dem erfindungsgemäßen Verfahren Holz vergütet werden kann, ohne daß es zu der nachteiligen Ribbildung bei dicken Hölzern oder zu einer stark ausgeprägten Wellenbildung bei Furnieren kommt.

20

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren kann auch unproblematisch bei Temperaturen oberhalb von 180°C gearbeitet werden, was den Vorteil bedeutend kürzerer Reaktionszeiten mit sich bringt. Zweckmäßigerweise arbeitet man bei Temperaturen von 160 bis 240°C, insbesondere zwischen 180 - 230°C.

25

Die Arbeitsdrücke liegen im allgemeinen zwischen 3 und 20 bar, insbesondere zwischen 5 und 10 bar.

30

Die Behandlungsdauer liegt in der Regel zwischen 0,5 und 8 Stunden; sie ist im allgemeinen um so kürzer, je höher die Temperatur gewählt wird.

Besonders gute Ergebnisse werden nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhalten, wenn man relativ dicke Hölzer, vorzugsweise mit einem Durchmesser von mindestens 2 cm, z.B. Holzkanteln mit einer Kantlänge von mindestens 2 cm, einsetzt.

5

Besonders gute Ergebnisse, insbesondere im Hinblick auf die Vermeidung von Spannungen und Druckgradienten, können auch erzielt werden, wenn man die bei der thermischen Behandlung aus dem Holz entweichenden Produkte im Reaktionsgefäß anreichert. Dies kann erreicht werden z.B. durch einen hohen Füllungsgrad des Reaktors, also durch ein niedriges Verhältnis von Reaktorvolumen zu Holzvolumen, vorzugsweise niedriger als 7, und/oder durch einen Zusatz von Holzcondensat und/oder eines oder mehrerer Holzcondensat-Inhaltsstoffe.

10  
15

Von dem im Holzcondensat vorhandenen Inhaltsstoffen, wie z.B. Ameisensäure, Essigsäure, Furfural, Furfurylalkohol, Methanol, oder auch Wasser, sind insbesondere Essigsäure und/oder Ameisensäure geeignet. Auch höhere Alkankarbonsäuren, insbesondere mit bis zu 6 Kohlenstoffatomen, bzw. auch die Anhydride der genannten Säuren, z.B. Essigsäureanhydrid, kommen als Zusatz in Frage. Die Zusätze können dabei vor der Wärmebehandlung in den Reaktionsraum eingegeben werden, oder werden vorzugsweise während der Behandlung dem Reaktor von außen zugeführt. Eine weitere Möglichkeit besteht auch darin, das zu behandelnde Holz vor der Behandlung mit den Zusatzstoffen zu tränken.

20  
25  
30

Die Menge an Zusatzstoff ist im allgemeinen nicht kritisch. Die Summe der Partialdrücke sollte in der Regel 12 bar nicht

überschreiten; es sollen auf keinen Fall Konzentrationen erreicht werden, bei denen bereits eine Teilkondensation der Zusatzstoffe im Reaktionsgefäß erfolgt.

- 5 Aus Sicherheitsgründen, und um einen oxidativen Holzabbau zu unterdrücken, soll die Sauerstoffkonzentration im Reaktionsgefäß 10 Volumenprozent nicht überschreiten. Um eine möglichst helle Tönung des behandelten Holzes sicherzustellen, ist es zweckmäßig, Sauerstoff ganz auszuschalten; man arbeitet  
10 dann in einer Inertgasatmosphäre, z.B. unter Stickstoff.

Als Reaktionsgefäß (Reaktor) wird vorzugsweise ein Autoklav<sup>\*\*</sup> aus korrosionsbeständigem Material, z.B. aus V2A<sup>\*</sup> oder V4A<sup>\*</sup>-Stahl verwendet. Die Größe und Dimensionierung richtet sich  
15 dabei nach der Größe der einzusetzenden Hölzer. Die Wärmezufuhr erfolgt vorzugsweise über im Reaktionsgefäß eingebaute Heizschlangen durch überhitzten Wasserdampf von z.B. 40 bar. Zur Verbesserung des Wärmeaustausches vom Wärmeträger in die Gasatmosphäre und von der Gasatmosphäre in das Holz hat sich  
20 dabei eine Gasumwälzung im Reaktionsraum, z.B. mittels eines Ventilators oder eines Gebläses, als zweckmäßig erwiesen.

Ein nach dem erfindungsgemäßen Verfahren vergütetes Holz eignet sich z.B. sehr gut für die Außenanwendung, insbesondere  
25 als Baumaterial für Fenster und Türen. Es eignet sich infolge seiner Eigenschaften auch hervorragend für eine Beschichtung mit Kunststoffen. Als Ausgangsmaterial kann auch nicht zugeschnittenes Rohholz eingesetzt werden. So eignet sich z.B. Schwachholz mit Durchmessern bis zu ca. 15 cm, das bisher  
30 kaum eine Verwendung gefunden hatte, und in großen Mengen ungenutzt verkommt, als kostengünstiges Rohmaterial. Zur Senkung  
\*) (1.4571-Stahl)  
\*\*) (1.4541-Stahl)

-6-

der Gesamtkosten des Verfahrens ist es vorteilhaft, das Holz vor der Behandlung nicht zu entrinden. Nach der thermischen Behandlung blättert die Rinde leicht ab und stellt einen gut vermahlbaren Rohstoff dar, der sich z.B. als Extender für Kleber eignet. Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erzielbare Verkürzung der Reaktionszeiten ist beachtlich. Die Reaktionszeit zur Erreichung einer maximalen Restquellung von ca. 5 % beträgt z.B. bei Buchenholzkanteln mit Kantenlängen zwischen 30 mm und 50 mm bei einer Temperatur von 200°C 1 bis 2,5 Stunden.

Wenn nicht anders angegeben, beziehen sich Temperaturangaben auf die Celsius-Skala, Druckangaben auf bar und %-Angaben auf Gewichtsprozente.

### Beispiele

Die in den Beispielen angegebenen Quellungswerte wurden nach DIN 52 184 bestimmt.

#### Beispiel 1 (mit Vergleichsbeispiel)

##### Einfluß der Ausgangsfeuchte auf die Vergütung von Furnieren.

In einem indirekt mit Wasserdampf (40 bar) beheizten Autoklaven aus 1.4571-Stahl (Durchmesser 600 mm, Länge 1500 mm) werden Schäl furniere der Rotbuche in den Abmessungen 4 x 200 x 1300 mm bei 10 bar in einer Stickstoffatmosphäre 1 1/2 Stunden bei 220°C behandelt. Die Temperaturkonstanz im Autoklaven wird nach ca. 10 Minuten erreicht, da eine Gasumwälzung den Wärmeübergang und den Temperaturausgleich beschleunigt. Die Reaktionsbedingungen bei Charge 1 und 2 unterscheiden sich nur in der Ausgangsfeuchte der Furniere.

-7-

BAD ORIGINAL



Ergebnisse:

Charge 1 (Ausgangsfeuchte 20 %):

Die maximale Quellfähigkeit (in tangentialer Richtung) ist um 58 % (Mittelwert) vermindert worden. Die Furniere sind aber stark gewellt (ca. 50 mm aus der Ebene heraus). In der Klebepresse reißen die Furniere deshalb mehrfach in Faser-  
5 richtung. Die durch Verleimen der Furniere hergestellten Platten und Schichthölzer sind durch diese Ribbildung minderwertig.

10

Charge 2 (Ausgangsfeuchte 6 %):

Die maximale Quellung liegt bei 5,5 % (Mittelwert) und ist damit um 56 % reduziert worden. Die Furniere sind nur leicht gewellt (10 - 20 mm aus der Ebene heraus). Der Kleber läßt sich gleichmäßig maschinell auftragen. In der Klebepresse tritt keine Ribbildung auf.  
15

Beispiel 2

Einfluß des Wasserdampfpartialdrucks auf die Vergütung  
20 von Furnieren

In dem in Beispiel 1 skizzierten Autoklaven werden Buchenholzschäl-  
furniere (4 x 200 x 1300 mm) behandelt. Bei den Chargen 3, 4 und 5 liegen als gemeinsame Bedingungen vor eine Temperatur von 195°C, ein Druck von 10 bar und eine Verweilzeit von  
25 2 1/2 h. Die Versuchsbedingungen unterscheiden sich in folgenden Punkten:

Charge 3	Ausgangsfeuchte	0 %;	Stickstoffatmosphäre
Charge 4	"	5,2 %;	"
Charge 5	"	0 %;	Atmosphäre aus Stickstoff (8,5 bar) und Wasserdampf (1,5 bar),

30

Wasser wurde von außen zudosiert und im Autoklaven verdampft.

## Ergebnisse:

Bei allen drei Ansätzen gehen die Furniere (14 Stück pro Ansatz) gering gewellt und rißfrei verleimbar aus dem Ansatz hervor. Die Abnahme des Quellvermögens beträgt bei

5 Charge 3 nur 35 %, bei Charge 4 schon 48 % und bei Charge 5 52 %.

Dies Beispiel belegt, daß die Anwesenheit von Wasserdampf die Dimensionsstabilisierung fördert und es in dieser Hinsicht nahezu gleichgültig ist, ob Wasser zudosiert wird

10 oder in Form der Holzfeuchte in den Reaktor gelangt. Zur Vermeidung einer starken Verformung der Furniere wird Wasserdampf aber vorzugsweise zudosiert.

## Beispiel 3

15 Einfluß des Druckes auf die Vergütung von Furnieren

In dem in Beispiel 1 skizzierten Autoklaven werden Buchenschälurniere bei 220°C in Stickstoffatmosphäre jeweils 1 h behandelt. Die Ausgangsfeuchte der Furniere ist 5,2 %. Die Bedingungen bei den Chargen 6, 7 und 8 unterscheiden sich nur

20 im Gesamtdruck, der bei Charge 6 1,7 bar, bei Charge 7 6 bar und bei Charge 8 11 bar beträgt.

## Ergebnisse:

Alle Furniere sind gering gewellt und gut verarbeitbar, aber

25 hinsichtlich der Dimensionsstabilisierung unterschiedlich vergütet. Bei 11 bar (Charge 8) ist das Quellvermögen um 53 % vermindert worden, bei 6 bar (Charge 7) um 44 % und bei 1,7 bar (Charge 6) nur noch um 34 %.

30 Beispiel 4 (mit Vergleichsbeispiel)

Einfluß der Holzausgangsfeuchte auf die Vergütung von  
Kanthölzern

Buchenholzkanteln (50 x 50 x 300 mm) werden im Autoklaven

-9-

(vgl. Beispiel 1) 2 1/2 h bei 200°C und 10 bar in Stickstoffatmosphäre vergütet. Die in fünf verschiedenen Chargen eingesetzten KanteIn unterscheiden sich in den Feuchtigkeitsgehalten. Alle KanteIn waren vor der Behandlung rißfrei.

5

Ergebnis:

	Feuchte %	Quellung tangential	Biegefestigkeit N/mm <sup>2</sup>
Charge 9	0	4,8 ± 0,7	95 ± 5
10 Charge 10	5	5,3 ± 0,8	82 ± 5
Charge 11	10	4,6 ± 0,4	74 ± 7
Charge 12	14	5,0 ± 0,5	74 ± 7
Charge 13	22	4,9 ± 0,4	87 ± 6

15 Nach der Behandlung sind die KanteIn mit 0 % und 5 % Ausgangsfeuchte äußerlich und im Innern rißfrei. Die KanteIn mit 10 % Ausgangsfeuchte weisen zu ca. 20 % im Innern Rißweiten bis zu 1 mm auf. 30 % der KanteIn mit einer Ausgangsfeuchte von 14 % weisen Risse mit ca. 3 mm Rißweite auf. Alle KanteIn mit

20 Feuchtigkeitsgehalten von 22 % sind im Innern stark gerissen (Rißweite 4 - 6 mm).

In der maximalen Restquellung (s. Tabelle) unterscheiden sich die KanteIn mit unterschiedlicher Ausgangsfeuchte kaum.

25

#### Beispiel 5

##### Einfluß der KanteInndicke auf die Vergütung

30 BuchenholzkanteIn unterschiedlicher Abmessung werden gemeinsam in einem Autoklaven nach Beispiel 1 2 1/2 h bei 200°C in Stickstoffatmosphäre (10 bar) behandelt. Die Ausgangsfeuchte ist 0 %. Die behandelten KanteIn werden hinsichtlich

Rißbildung, Quellvermögen und Biegefestigkeit begutachtet.  
 In der Tabelle ist ebenfalls der Quotient aus relativer  
 Quellungsabnahme  $\Delta Q$  und relativer Abnahme der Biegefestig-  
 keit  $\Delta B$  angegeben, der bei den am höchsten vergüteten Kanteln  
 5 den größten Wert hat (Vergütung  $\sim \Delta Q / \Delta B$ )

	Kantelabmessung mm	Rißbildung	rel. Abnahme	rel. Abnahme	$\Delta Q / \Delta B$
			des Quellver- mögens $\Delta Q \%$	der Biege- festigkeit $\Delta B \%$	
10	10 x 10 x 300	keine	28	48	0,58
	20 x 20 x 300	keine	42	31	1,35
	30 x 30 x 300	keine	57	17	3,35
	50 x 50 x 300	keine	66	38	1,74

15 Das Beispiel zeigt eine Zunahme der Vergütung mit steigender  
 Querschnittsfläche der im Querschnitt quadratischen Kanteln  
 bis zu einem Maximum, das bei den hier gewählten Bedingungen  
 bei den Abmessungen 30 x 30 mm liegt, sich aber bei anderen  
 20 Bedingungen verschieben kann.

#### Beispiel 6

##### Einfluß von gasförmigen Holzcondensationsprodukten auf die Vergütung von Kanteln

25 Buchenholzkanteln mit den Abmessungen 30 x 30 x 300 mm werden  
 1 1/2 h bei 200°C und 10 bar vergütet. Die eingesetzten Kanteln  
 sind darrtrocken, jedoch wird die Gaszusammensetzung im  
 Autoklaven variiert, indem Wasser bzw. Holzcondensat in den  
 Autoklaven dosiert und dort zu Beginn der Vergütung verdampft  
 30 werden. Das Holzcondensat enthält 80 % Wasser, 15 % Essig-  
 säure, 2 % Ameisensäure und 3 % sonstige Komponenten.



ROTGERSWERKE AKTIENGESELLSCHAFT, D-6000 Frankfurt

Pat-723-R

P a t e n t a n s p r ü c h e

- 5 1. Verfahren zur Vergütung von Holz und daraus hergestellten Holzprodukten durch Wärmebehandlung in einem geschlossenen heizbaren Gefäß, d a d u r c h g e k e n n z e i c h - n e t, daß der Wassergehalt des Ausgangsmaterials nicht höher als 10 Gew.-% ist.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n - z e i c h n e t, daß der Wassergehalt 3 - 8 Gew.-% beträgt.
- 15 3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß man bei Temperaturen von 160 - 240°C arbeitet.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß man bei Drücken von 3 bis 15 bar arbeitet.

-2-

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, d a d u r c h  
g e k e n n z e i c h n e t, daß die Behandlungsdauer  
0,5 bis 8 Stunden beträgt.
- 5 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, d a d u r c h  
g e k e n n z e i c h n e t, daß man dicke Hölzer mit  
einem Durchmesser von mindestens 2 cm vergütet.
- 10 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, d a d u r c h  
g e k e n n z e i c h n e t, daß das Verhältnis von Reak-  
torvolumen zu Holzvolumen kleiner als 7 ist.
- 15 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, d a d u r c h  
g e k e n n z e i c h n e t, daß man in Gegenwart eines  
oder mehrerer Holzkondensatinhaltsstoffe arbeitet.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, d a d u r c h  
g e k e n n z e i c h n e t, daß man in Gegenwart von  
Ameisensäure und/oder Essigsäure arbeitet.





EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 4)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
D	<u>DE - A - 2 263 758</u> (BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND)  * Patentansprüche; Figur 1; Seite 2, Absätze 2 und 3; Beispiele * --	1-9	B 27 K 5/00
	<u>US - A - 1 366 225</u> (H.F. WEISS)  * Seite 1, Zeilen 20-46; Seite 4, Zeilen 87-123 * --	1-3,5,6	
	<u>DE - C - 910 836</u> (H. WUNSCHER)  * Das ganze Dokument * --	1-3,5,6	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3)
	<u>DE - C - 878 553</u> (MAPA)  * Patentansprüche * -----	1,2,4-6	B 27 K 5/00
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	20.08.1980	DECORTE	