(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) **EP 2 114 644 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
29.12.2010 Patentblatt 2010/52

(21) Anmeldenummer: **08707424.1**

(22) Anmeldetag: **30.01.2008**

(51) Int Cl.:
B27K 3/34 *(2006.01)*

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2008/000729

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2008/095635 (14.08.2008 Gazette 2008/33)

(54) VERFAHREN ZUR BEHANDLUNG VON HOLZTEILEN

METHOD OF TREATING WOODEN PARTS

PROCÉDÉ DE TRAITEMENT DE PIÈCES DE BOIS

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MT NL NO PL PT RO SE SI SK TR

(30) Priorität: **03.02.2007 DE 102007005527**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.11.2009 Patentblatt 2009/46

(73) Patentinhaber: **AlzChem Trostberg GmbH**
83308 Trostberg (DE)

(72) Erfinder:
- **GÜTHNER, Thomas**
  83308 Trostberg (DE)
- **SANS, Jürgen**
  83308 Trostberg (DE)

(74) Vertreter: **Dey, Michael**
Weickmann & Weickmann
Patentanwälte
Richard-Strauss-Strasse 80
81679 München (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 278 641
WO-A-91/00327
GB-A- 600 961
US-A- 3 483 184

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 2 114 644 B1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von Holzteilen zur Verbesserung deren anwendungstechnischer Eigenschaften wie z. B. Härte, Wasseraufnahme und Witterungsbeständigkeit.

[0002] Tropische Edelhölzer werden für anspruchsvolle Holzkonstruktionen im Innen- und Außenbereich gegenüber heimischen Hölzern bevorzugt, da sie vorteilhafte Eigenschaften aufweisen. Andererseits führt der vermehrte Einsatz tropischer Edelhölzer zur Dezimierung tropischer Regenwälder und ist daher aus ökologischen Gründen abzulehnen. Zudem sind ausreichende Mengen an einheimischen Hart- und Weichhölzern verfügbar, die jedoch oftmals die technischen Anforderungen nicht erfüllen.

[0003] Aus diesem Zwiespalt wurde die Idee der thermischen Behandlung von minderwertigeren Hölzern zur Eigenschaftsverbesserung entwickelt. Gemäß EP 0 759 137 A1 und EP 0 695 408 A1 werden z. B. Verfahren beschrieben, mit denen Hölzer durch Anwendung von erhöhten Temperaturen so modifiziert werden, dass sie ein Anforderungsprofil abdecken, wie es üblicherweise nur von tropischen Edelhölzern erreicht werden kann. Insbesondere wird die Beständigkeit gegen Schimmel und Fäulnis verbessert. Nachteilig ist, dass die Behandlung bei hohen Temperaturen von über 200 °C erfolgen muss, und dass die resultierenden Eigenschaften teilweise nicht in dem gewünschten Maße verbessert werden können.

[0004] Alternativ sind Verfahren bekannt, bei denen Holz durch Imprägnierung mit reaktiven Monomeren sowie anschließender Vernetzung derselben modifiziert wird. Derartige Verfahren sind z. B. aus WO 2006/117 159 A1 bzw. WO 2004/033 171 A1 bekannt. Es resultieren Holzwerkstoffe, die eine hohe Härte, Witterungsbeständigkeit und Dimensionsstabilität aufweisen.

[0005] Nachteilig ist jedoch, dass große Mengen an Imprägniermittel verwendet werden müssen, die zudem das spezifische Gewicht des Holzwerkstoffes deutlich erhöhen. Außedem resultieren aus dem Formaldehydgehalt der verwendeten Imprägniermittel unerwünschte Emissionen aus dem Holzwerkstoff.

[0006] Die Behandlung von Cellulose-haltigen Materialien mit Cyanamid ist prinzipiell bekannt. So wird Cellulose - wie in US 3,051,698 bzw. US 3,380,799 beschrieben - mit Cyanamid bei pH-Werten über 8,5 behandelt und anschließend angesäuert, wobei kationisch modifizierte Cellulosen mit ionischen Eigenschaften resultieren, die z. B. als Adsorptionsmittel geeignet sind.

[0007] Bei der Umsetzung von Cellulosefasern mit Cyanamid, reaktiven Aldehyden und Aminen gemäß DE 16 19 047 A1 bei Raumtemperatur entstehen polymermodifizierte Cellulosen, die besonders für Elektroisolierpapiere geeignet sind.

[0008] Es ist jedoch kein Verfahren zur Behandlung von Cellulose-haltigen Materialien, insbesondere von Holz mit Cyanamid bekannt, bei dem auf den Zusatz weiterer reaktiver Stoffe verzichtet werden kann.

[0009] Der vorliegenden Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Modifizierung von Holzteilen in Form von Holz bzw. Holzwerkstoffen zu entwickeln, welches die genannten Nachteile des Standes der Technik nicht aufweist, sondern das bekannte Verfahren zur thermischen Behandlung von Holz mit einem Imprägnierverfahren in der Weise verbessert, dass nur geringe Mengen eines toxikologisch und ökologisch unbedenklichen Imprägniermittels benötigt werden und dennoch vorteilhafte Eigenschaften erhalten werden.

[0010] Diese Aufgabe wurde durch ein Verfahren gemäß dem vorliegenden Anspruch 1 gelöst.

[0011] Es hat sich nämlich überraschenderweise gezeigt, dass die Imprägnierung mit Cyanamid bereits in kleinen Mengen die Eigenschaften der resultierenden Hölzer deutlich positiv beeinflusst und dass die Wärmebehandlung eine spezifische Vernetzungsreaktion zwischen Cyanamid und reaktiven Gruppen innerhalb der Holzstruktur auslöst. Das Cyanamid wird so überraschenderweise irreversibel in die Holzstruktur eingebunden und verbessert die technischen Eigenschaften der so behandelten Hölzer.

[0012] Beim Verfahren entsprechend der vorliegenden Erfindung werden die Holzteile in Form von Hölzern oder Holzwerkstoffen zuerst einer Imprägnierung mit Cyanamid (Stufe a)) und anschließend einer Wärmebehandlung (Stufe b)) unterworfen.

[0013] Hierbei werden preiswerte Hart- und Weichhölzer der gemäßigten Breiten behandelt, die vorzugsweise aus nachhaltiger Forstwirtschaft stammen. Beispiele sind die europäischen Hölzer Fichte, Tanne, Kiefer, Birke, Buche, wie z.B. Rotbuche oder Hainbuche, Ahorn, Pappel, Erle, Linde, Douglasie, Esche und Eiche sowie außereuropäische Hölzer mit analogem Eigenschaftsprofil.

[0014] Die Hölzer liegen vorzugsweise als Massivhölzer (Bretter, Bohlen, Latten) vor. Sie können aber auch in Form von Furnieren oder Spänen zur nachfolgenden Verwendung zur Herstellung von Holzwerkstoffen vorliegen. Alternativ können auch fertige Holzwerkstoffe (Sperrholz, Spanplatten, Holzfaserplatten, OSB-Platten, Leimholz) mit dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt werden.

[0015] Die genannten Hölzer bzw. Holzwerkstoffe werden vorzugsweise durch Anwendung von Vakuum und/oder Druck mit einer Cyanamid-haltigen Lösung imprägniert. Geeignet hierfür sind Einrichtungen, wie sie üblicherweise für die Kesseldruckimprägnierung von Hölzern eingesetzt werden.

[0016] Die wässrige Imprägnierlösung soll 1 bis 50 Gew.-% Cyanamid, besonders bevorzugt 5 bis 25 Gew.-% Cy-

anamid, insbesondere 10 bis 15 Gew.-% Cyanamid enthalten. Der pH-Wert der Imprägnierlösung soll im Bereich 3,0 bis 7,0 liegen, vorzugsweise pH 4,0 bis 5,5 oder pH 4,5 bis 5,0. Die Imprägnierlösung kann ggf. weitere Stoffe enthalten, wobei dem Fachmann bekannte, wasserlösliche Holzschutzmittel im Konzentrationsbereich von jeweils 0,01 bis 5,0 Gew.-% bevorzugt sind. Typische Beispiele für derartige Zusatzstoffe sind z. B. Fungizide, Insektizide oder Biozide, wie z. B. Kupferverbindungen, Fluoride, Borate, Silicate, Phenol, 1,2,4-Triazole, insektizide Phosphorsäureester oder Neonicotinoid-Insektizide. Zur Verbesserung der Flammfestigkeit der Hölzer oder Holzwerkstoffe können Phosphate, Borate oder Sulfamate zugemischt werden. Zusätzlich können Pigmente und/oder Farbstoffe und/oder ultraviolettes Licht absorbierende Stoffe enthalten sein.

[0017] In einer bevorzugten Ausführungsform enthält die wässrige Cyanamidlösung weiter oberflächenaktive Stoffe, vorzugsweise in einer Menge von 0,02 bis 0,2 Gew.-%, insbesondere 0,05 bis 0,015 Gew.-%. Durch die Verwendung oberflächenaktiver Stoffe wird die Imprägnierung des Holzes erleichtert, besonders geeignet sind dabei nicht-ionische, kationische oder anionische Tenside.

[0018] Die Imprägnierung (Stufe a)) erfolgt geeigneterweise in einem Temperaturbereich zwischen 0 und 60 °C, insbesondere 20 bis 40 °C. Durch Anwendung von Vakuum (0,02 bis 0,98 bar) bzw. Druck (1,02 bis 15 bar), auch nacheinander und in mehreren Zyklen, kann eine möglichst vollständige Imprägnierung des Holzes mit der Imprägnierlösung erreicht werden. Beispielsweise kann ein 1- bis 5-maliger Wechsel von Druck- und Vakuumbehandlung erfolgen. Entsprechende Verfahren sind dem Fachmann bekannt.

[0019] Es ist als erfindungswesentlich anzusehen, dass die derart imprägnierten Hölzer ggf. nach Trocknung einer Wärmebehandlung unterzogen werden. Die optionale Trocknung der mit der wässrigen Cyanamid-Lösung imprägnierten Hölzer kann bei Temperaturen von 20 bis 150 °C, vorzugsweise bei 40 bis 130 °C erfolgen, wobei der äußere Druck ggf. durch Anlegen von Vakuum auf 0,01 bis 1,0 bar eingestellt wird. Die Trocknungszeit beträgt mehrere Stunden, vorzugsweise 1 bis 24 Stunden.

[0020] Es ist jedoch auch möglich, die Trocknung der imprägnierten Hölzer in einem gemeinsamen Verfahrensschritt zusammen mit der beschriebenen Wärmebehandlung durchzuführen. Gemäß dieser speziellen Verfahrensvariante wird die Trocknung durch Einwirkung der für die Wärmebehandlung vorgesehenen Temperatur- und Druckbedingungen eingeleitet, wobei dann ein gleitender Übergang zur Wärmebehandlung erfolgt.

[0021] Der Temperaturbereich der Wärmebehandlung liegt zwischen 130 und 250 °C, bevorzugt 150 bis 220 °C, insbesondere 170 bis 200 °C. Die Zeitdauer der Wärmebehandlung beträgt 1 bis 36 Stunden, wobei Zeiten zwischen 2 und 12 Stunden oder 4 bis 8 Stunden bevorzugt sind. Die Trocknung und anschließende Wärmebehandlung erfolgt bevorzugt in mehreren Temperaturstufen, wobei schrittweise die genannte Temperatur angenähert wird.

[0022] Die Wärmebehandlung kann drucklos erfolgen, ggf. aber auch unter einem Druck von bis zu 10 bar, z.B. bei 3 bis 7 bar, wobei die Atmosphäre bevorzugt Luft, Stickstoff, Wasserdampf oder eine Mischung derselben enthalten kann.

[0023] Nach der Wärmebehandlung haben die behandelten Hölzer eine Restfeuchte von vorzugsweise kleiner 10 %. Sie können als solche als Konstruktionshölzer eingesetzt werden, wie z. B. für tragende oder nichttragende Bauteile an Gebäuden, für Türen, Fenster, Möbel (insbesondere Gartenmöbel) und Holzelemente im Gartenbau. Alternativ können die behandelten Hölzer (insbesondere in Form von Furnieren, Spänen etc.) zur Herstellung von Holzwerkstoffen eingesetzt werden, die wiederum für die genannten Einsatzbereiche Verwendung finden können.

[0024] Die erfindungsgemäß behandelten Holzteile zeichnen sich durch sehr gute anwendungstechnische Eigenschaften wie z. B. hohe Härte, geringe Wasseraufnahme und sehr gute Witterungsbeständigkeit aus.

[0025] Aufgrund der beobachteten Eigenschaftsprofile ist davon auszugehen, dass Cyanamid mit den spezifischen Inhaltsstoffen von Holz (Cellulose, Hemicellulose, Lignin) in einer Weise reagiert, dass dieses auch ohne Einsatz zusätzlicher Vernetzungsmittel nach Wärmebehandlung kovalent in das Holz-Netzwerk eingebunden wird und so zur Eigenschaftsverbesserung entscheidend beiträgt.

[0026] Die nachfolgenden Beispiele sollen das Wesen der Erfindung näher erläutern.

Beispiele

Beispiel 1

[0027] Aus homogenem Holzmaterial (Fichte bzw. Birke) wurden Probekörper im Format 80 x 25 x 25 mm geschnitten, getrocknet und gewogen.

[0028] Die Probekörper wurden in Cyanamid-Lösung (bzw. Wasser als Referenz) eingetaucht und durch 2-maliges Evakuieren komplett imprägniert. Dann wurde bei 60 °C im Vakuum getrocknet.

[0029] Wie aus Abbildung 1 ersichtlich, ist die Cyanamid-Aufnahme ins Holz proportional zur Cyanamid-Konzentration (5 bzw. 10 Gew.-%) der eingesetzten Imprägnierlösungen.

Beispiel 2

[0030] Probekörper, die mit Wasser bzw. mit 10 Gew.-%iger Cyanamid-Lösung gemäß Beispiel 1 imprägniert waren, wurden bei 160 °C (8 Stunden) bzw. bei 200 °C (3 Stunden) thermisch nachbehandelt. Über die Gewichte der Probekörper wurde die Wasseraufnahme bzw. -abgabe sowie die Cyanamid-Aufnahme festgehalten (siehe Abbildung 2).

[0031] Durch die Wärmebehandlung dunkeln die Hölzer nach, naturgemäß bei 200 °C stärker als bei 160 °C. Birke bekommt bei 200 °C etwa die Farbe von Mahagony. Die Anwesenheit von Cyanamid hatte keinen Einfluss auf die Farbe. Lediglich bei den mit Cyanamid behandelten Fichtenproben zeigte sich eine Gelbfärbung, die bei Wärmebehandlung wieder verschwand.

[0032] Die Gewichtsabnahme bei der Wärmebehandlung zeigt zweierlei Effekte:

- Ca. 6 Gew.-% gebundenes Wasser werden bei schonender Trocknung abgegeben, bei 160 °C erhöht sich die Menge auf 8 Gew.-%, bei 200 °C auf Gew.-12 %. Ursache ist die bekannte Kondensation freier OH-Gruppen im Holz unter Wasserabspaltung.
- Befindet sich Cyanamid im Holz, so wird bei der Wärmebehandlung (korrigiert um das Cyanamid-Gewicht) mehr Wasser abgegeben, und zwar bei 160 °C bzw. 200 °C zusätzlich jeweils etwa 30 Gew.-% des Cyanamid-Gewichts. Diese zusätzliche Wasserabgabe ist auf eine Reaktion von Cyanamid mit OH-Gruppen in der Holzstruktur zurückzuführen.

Beispiel 3

[0033] Die gemäß Beispiel 2 behandelten Hölzer wurden auf ihre Härte geprüft. Dabei ergab sich:

Holzart	Imprägnierung	Wärmebehandlung	Härte
Fichte	ohne	Trocknung bei 60 °C	gering
Fichte ohne		Wärmebehandlung 200 °C, 3 Stunden	mittel
Fichte	mit 10%iger Cyanamid-Lösung	Trocknung bei 60 °C	gering
Fichte	mit 10%iger Cyanamid-Lösung	Wärmebehandlung 200 °C, 3 Stunden	hoch
Birke	ohne	Trocknung bei 60 °C	mittel
Birke	ohne	Wärmebehandlung 200 °C, 3 Stunden	hoch
Birke	mit 10%iger Cyanamid-Lösung	Trocknung bei 60 °C	mittel
Birke	mit 10%iger Cyanamid-Lösung	Wärmebehandlung 200 °C, 3 Stunden	sehr hoch

Beispiel 4

[0034] Die gemäß Beispiel 2 behandelten Hölzer wurden für 7 Tage bei 20 °C in Wasser eingetaucht. Die Wasseraufnahme (als Massen-%) bzw. die Volumenzunahme der Prüfkörper wurde ermittelt (siehe Abbildungen 3 und 4).

[0035] Hier zeigte sich, dass - wie erwartet - die Wasseraufnahme durch Wärmebehandlung des Holzes reduziert wird. Bei gleichzeitiger Anwesenheit von Cyanamid wurde die Wasseraufnahme noch weiter reduziert, wobei der Effekt proportional zur eingebrachten Cyanamid-Menge war.

[0036] Ohne nachfolgende Wärmebehandlung zeigte die Imprägnierung mit Cyanamid keinen ausgeprägten Effekt. Ein chemischer Einbau des Cyanamids unter Vernetzung der Holzstrukturen ist somit anzunehmen.

Beispiel 5

[0037] Das Wasser, in dem die Probekörper aus Beispiel 4 eingetaucht waren, wurde chemisch analysiert. Dabei ergaben sich folgende in Abbildungen 5, 6 und 7 dargestellte Analysenwerte:

- bei Imprägnierung und anschließender Trocknung bei 60 °C waren nur ca. 30 bis 40 Gew.-% des in Form von Cyanamid eingebrachten Stickstoffs nicht extrahierbar.
  Über 60 bis 70 Gew.-% der im Holz befindlichen Stickstoff-Verbindungen waren durch Wasser extrahierbar. Die extrahierbaren StickstoffKomponenten bestanden zu über 90 Gew.-% aus unverändertem Cyanamid, daneben fand sich nur etwas Dicyandiamid und Harnstoff. Es zeigt sich also, dass ohne nachfolgende Wärmebehandlung die

Cyanamid-Behandlung keine vorteilhaften Eigenschaften ergibt.

- Nach Wärmebehandlung bei 160 °C waren ca. 70 bis 80 Gew.-% des in Form von Cyanamid eingebrachten Stickstoffs durch Wasser nicht mehr extrahierbar.
  Nur ca. 20 bis 30 Gew.-% der im Holz befindlichen Stickstoff-Verbindungen waren durch Wasser extrahierbar. Unter den extrahierten Stickstoff-Verbindungen war kein Cyanamid nachweisbar. Ca. 75 Gew.-% der extrahierbaren Stickstoffkomponenten bestanden aus Dicyandiamid, 5 Gew.-% aus Harnstoff, 5 Gew.-% aus Guanidin und 10 Gew.-% aus Melamin.
- Nach Wärmebehandlung bei 200 °C waren > 90 Gew.-% des in Form von Cyanamid eingebrachten Stickstoffs nicht mehr extrahierbar, d. h. fest an das Holz gebunden.
  Weniger als 10 Gew.-% der im Holz befindlichen Stickstoff-Verbindungen waren durch Wasser extrahierbar. Unter den extrahierten Stickstoff-Verbindungen war kein Cyanamid nachweisbar. Ca. 40 Gew.-% der extrahierbaren Stickstoffkomponenten bestanden aus Melamin, 8 Gew.-% aus Dicyandiamid, 12 Gew.-% aus Harnstoff und < 5 Gew.-% aus Guanidin. Zusätzlichen wurden weitere unidentifizierte N-Verbindungen nachgewiesen.

[0038] Es zeigt sich somit, dass die Wärmebehandlung des mit Cyanamid imprägnierten Holzes zu einer spezifischen Reaktion unter vollständiger chemischer Umsetzung des Cyanamids führt, bei dem die Reaktionsprodukte von Cyanamid fest in die Holzstruktur eingebunden werden. Somit ist der überraschende Effekt der Eigenschaftsverbesserung durch Imprägnierung mit Cyanamid und anschließender Wärmebehandlung chemisch-mechanistisch erklärbar.

Beispiel 6

[0039] Hölzerne Prüfkörper gemäß Beispiel 2 wurden der Witterung ausgesetzt. Nach einer Verweildauer von 12 Monaten wurde die Witterungsbeständigkeit abgeschätzt.

Holzart	Imprägnierung	Wärmebehandlung	Witterungsbeständigkeit
Fichte	ohne	Trocknung bei 60 °C	gering
Fichte	ohne	Wärmebehandlung 200 °C, 3 Stunden	mittel
Fichte	mit 10 %iger Cyanamid-Lösung	Trocknung bei 60 °C	gering
Fichte	mit 10 %iger Cyanamid-Lösung	Wärmebehandlung 200 °C, 3 Stunden	hoch
Birke	ohne	Trocknung bei 60 °C	gering
Birke	ohne	Wärmebehandlung 200 °C, 3 Stunden	mittel
Birke	mit 10 %iger Cyanamid-Lösung	Trocknung bei 60 °C	gering
Birke	mit 10 %iger Cyanamid-Lösung	Wärmebehandlung 200 °C, 3 Stunden	hoch

Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung von Holzteilen zur Verbesserung deren anwendungstechnischer Eigenschaften, **dadurch gekennzeichnet, dass** man

   a) die Holzteile mit einer wässrigen Cyanamid-Lösung ohne zusätzliche Vernetzungsmittel imprägniert, wobei die wässrige Cyanamid-Lösung eine Konzentration von 1 bis 50 Gew.-% aufweist und anschließend
   b) die imprägnierten Holzteile ggf. nach einer Trocknung einer Wärmebehandlung von 130 bis 250 °C unterwirft.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Holzteile aus Fichte, Tanne, Kiefer, Birke, Buche, Ahorn, Pappel, Erle, Linde, Douglasie, Esche und/oder Eiche bestehen.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die wässrige Cyanamid-Lösung eine Konzentration von 5 bis 25 Gew.-% aufweist.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** der pH-Wert der wässrigen Cyanamid-Lösung 3,0 bis 7,0, insbesondere 4,0 bis 5,5, beträgt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** die wässrige Cyanamid-Lösung

weitere übliche Holzschutzmittel, wie Fungizide, Insektizide oder Biozide auf organischer oder anorganischer Basis im Konzentrationsbereich von 0,01 bis 5 Gew.% enthält.

6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** man als Holzschutzmittel Kupferverbindungen, Fluoride, Borate, Silicate, Phenol, 1,2,4-Triazole, insektizide Phosphorsäureester oder Neonicotinoid-Insektizide einsetzt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die wässrige Cyanamid-Lösung weiter Flammschutzmittel; ausgewählt aus der Gruppe Phosphate, Borate oder Sulfonate, sowie Pigmente und/oder Farbstoffe und/oder UV-Absorber enthält.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die wässrige Cyanamid-Lösung weiter 0,02 bis 0,2 Gew.-% oberflächenaktive Stoffe enthält, insbesondere nicht-ionische, kationische oder anionische Tenside.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Stufe a) bei Temperaturen von 0 bis 60 °C, insbesondere 20 bis 40 °C, durchführt.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Imprägnierung im Vakuum bei 0,02 bis 0,98 bar oder im Druckbereich von 1,02 bis 15 bar, ggf. nacheinander und/oder in mehreren Zyklen durchgeführt wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Wärmebehandlung (Stufe b)) im Temperaturbereich von 150 bis 220 °C durchführt.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Wärmebehandlung für eine Zeitdauer von 1 bis 36 Stunden, insbesondere 2 bis 12 Stunden, vorgenommen wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Wärmebehandlung bei einem Druck von 1 bis 10 bar durchführt.

Claims

1. Method for treating wooden parts for improving their performance properties, **characterized in that**

   a) the wooden parts are impregnated with an aqueous cyanamide solution without additional cross-linking agents, wherein the aqueous cyanamide solution has a concentration of 1 to 50 % by weight and subsequently
   b) the impregnated wooden parts, where appropriate after drying, are subjected to a heat treatment of 130 to 250°C.

2. Method according to claim 1, **characterized in that** the wooden parts consist of spruce, fir, pine, birch, beech, maple, poplar, alder, lime, Douglas fir, ash and/or oak.

3. Method according to claim 1 or 2, **characterized in that** the aqueous cyanamide solution has a concentration of 5 to 25 % by weight.

4. Method according to one of the claims 1 to 3, **characterized in that** the pH of the aqueous cyanamide solution is 3.0 to 7.0, in particular 4.0 to 5.5.

5. Method according to one of the claims 1 to 4, **characterized in that** the aqueous cyanamide solution contains additional common wood preservatives such as organically- or inorganically-based fungicides, insecticides or biocides in a concentration range of 0.01 to 5 % by weight.

6. Method according to claim 5, **characterized in that** copper compounds, fluorides, borates, silicates, phenol, 1,2,4-triazoles, insecticidal phosphoric acid esters or neonicotinoid insecticides are used as wood preservatives.

7. Method according to one of the claims 1 to 6, **characterized in that** the aqueous cyanamide solution additionally

contains flame retardants selected from the group comprising phosphates, borates or sulphonates as well as pigments and/or dyes and/or UV absorbers.

8. Method according to one of the claims 1 to 7, **characterized in that** the aqueous cyanamide solution additionally contains 0.02 to 0.2 % by weight surface-active substances, in particular non-ionic, cationic or anionic surfactants.

9. Method according to one of the claims 1 to 8, **characterized in that** step a) is carried out at temperatures of 0 to 60°C, in particular 20 to 40°C.

10. Method according to one of the claims 1 to 9, **characterized in that** the impregnation is carried out in a vacuum at 0.02 to 0.98 bar or in a pressure range of 1.02 to 15 bar, optionally successively and/or in several cycles.

11. Method according to one of the claims 1 to 10, **characterized in that** the heat treatment (step b)) is carried out in a temperature range of 150 to 220°C.

12. Method according to one of the claims 1 to 11, **characterized in that** the heat treatment is carried out for a time period of 1 to 36 hours, in particular for 2 to 12 hours.

13. Method according to one of the claims 1 to 12, **characterized in that** the heat treatment is carried out at a pressure of 1 to 10 bar.

Revendications

1. Procédé de traitement de pièces de bois, pour améliorer leurs propriétés techniques d'utilisation, **caractérisé en ce que**

   a) l'on imprègne les pièces de bois avec une solution aqueuse de cyanamide sans agent de réticulation additionnel, la solution aqueuse de cyanamide présentant une concentration de 1 à 50% en poids et ensuite
   b) l'on soumet les pièces de bois imprégnées éventuellement après un séchage, à un traitement thermique de 130 à 250° C.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** les pièces de bois sont en épicéa, sapin, pin, bouleau, hêtre, érable, peuplier, aulne, tilleul, sapin de Douglas, frêne et/ou chêne.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** la solution aqueuse de cyanamide présente une concentration de 5 à 25 % en poids.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** le pH de la solution aqueuse de cyanamide est de 3,0 à 7,0, en particulier, de 4,0 à 5,5.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** la solution aqueuse de cyanamide contient d'autres agents de préservation du bois classiques tels que des fongicides, insecticides ou biocides à base organique ou inorganique dans une plage de concentrations de 0,01 à 5 % en poids.

6. Procédé selon la revendication 5, **caractérisé en ce que** l'on utilise comme agent de préservation du bois, des composés de cuivre, des fluorures, des borates, des silicates, du phénol, du 1,2,4-triazol, des esters d'acide phosphorique insecticide ou des insecticides néonicotinoïdes.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** la solution aqueuse de cyanamide contient d'autres agents retardateurs de flamme choisis dans le groupe comprenant les phosphates, borates ou sulfonates, ainsi que des pigments et/ou colorants et/ou absorbants UV.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** la solution aqueuse de cyanamide contient en outre 0,02 à 0,2 % en poids de substances tensioactives, en particulier, des tensioactifs non ioniques, cationiques ou anioniques.

9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** l'on réalise l'étape a) à des températures de

0 à 60° C, en particulier, de 20 à 40° C.

10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que** l'imprégnation est réalisée sous vide de 0,02 à 0,98 bar ou dans une plage de pressions de 1,02 à 15 bar, éventuellement, consécutivement et/ou en plusieurs cycles.

11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, **caractérisé en ce que** l'on réalise le traitement thermique (étape b)) dans une plage de températures de 150 à 220° C.

12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, **caractérisé en ce que** le traitement thermique est effectué pendant une durée de 1 à 36 heures, en particulier de 2 à 12 heures.

13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, **caractérisé en ce que** l'on réalise le traitement thermique à une pression de 1 à 10 bar.

Abbildung 1

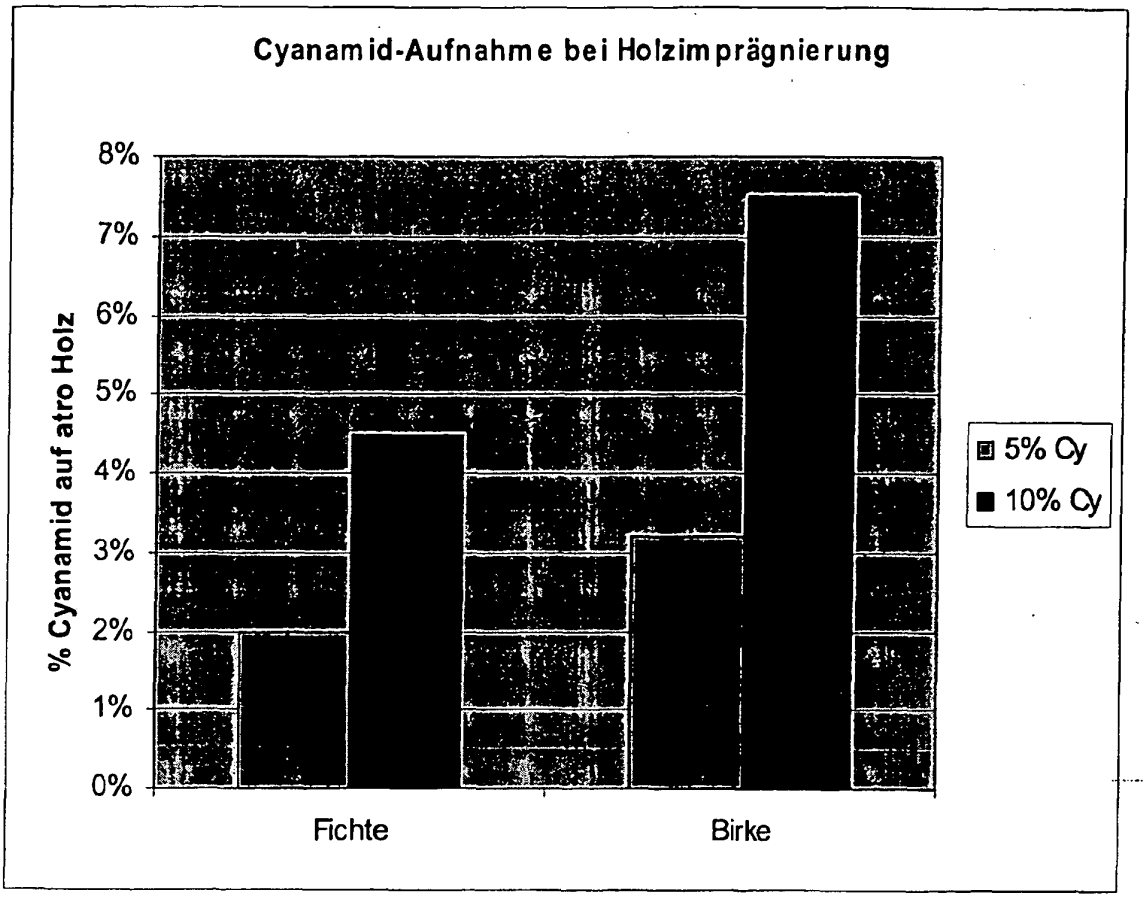

Cyanamid-Aufnahme bei Holzimprägnierung
% Cyanamid auf atro Holz
8%
7%
6%
5%
4%
3%
2%
1%
0%
Fichte
Birke
5% Cy
10% Cy

Abbildung 2

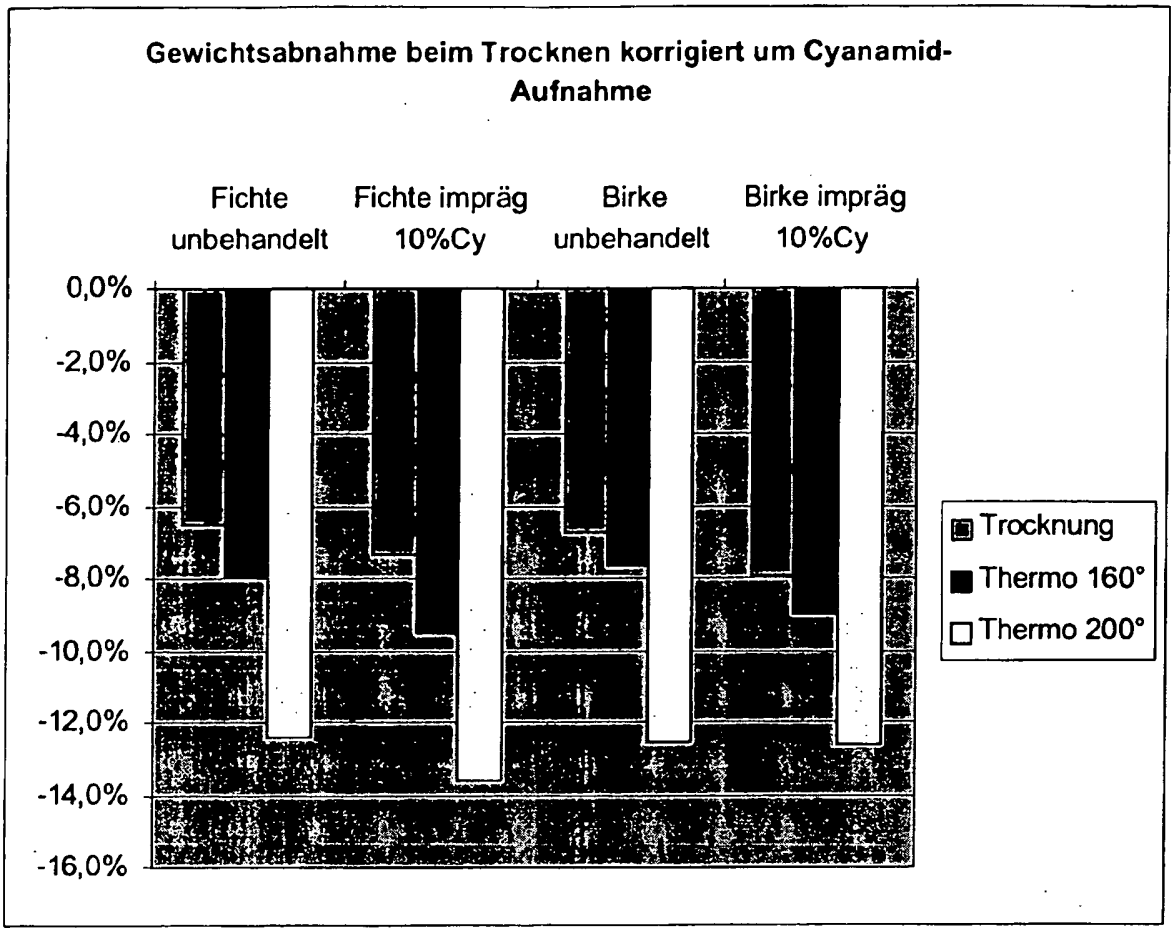

Gewichtsabnahme beim Trocknen korrigiert um Cyanamid-Aufnahme
Fichte unbehandelt
Fichte impräg 10%Cy
Birke unbehandelt
Birke impräg 10%Cy
0,0%
-2,0%
-4,0%
-6,0%
-8,0%
-10,0%
-12,0%
-14,0%
-16,0%
Trocknung
Thermo 160°
Thermo 200°

Abbildung 3

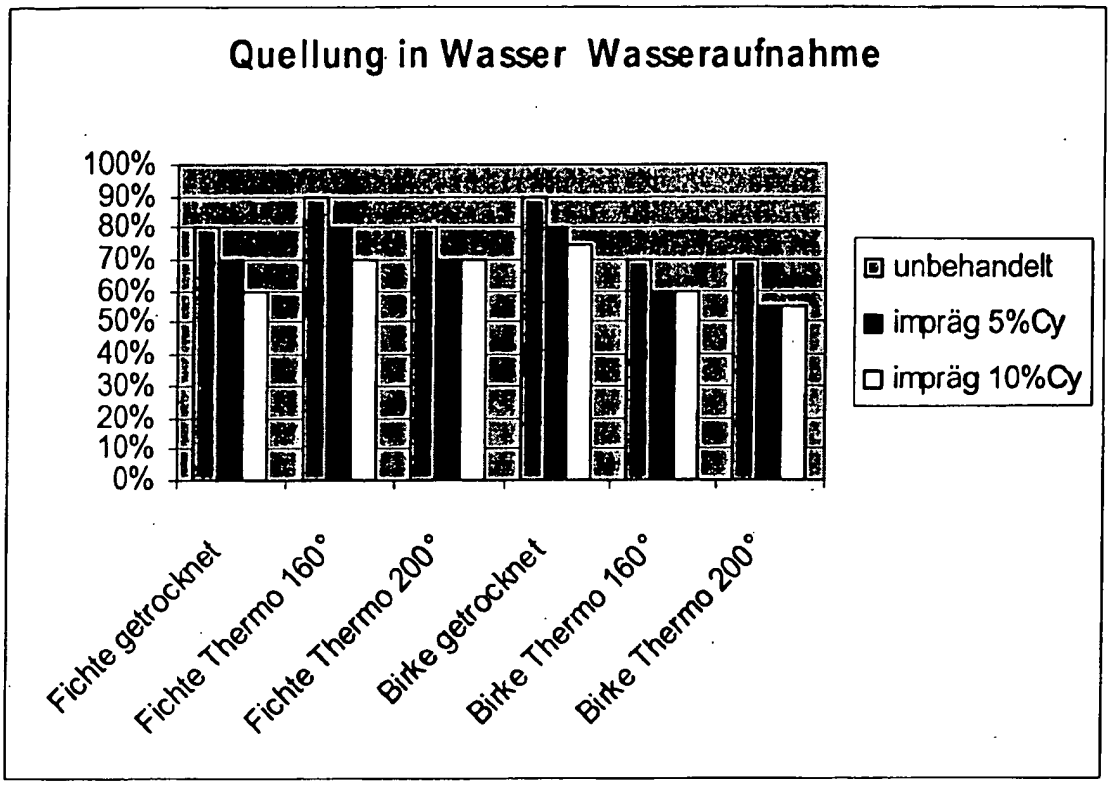
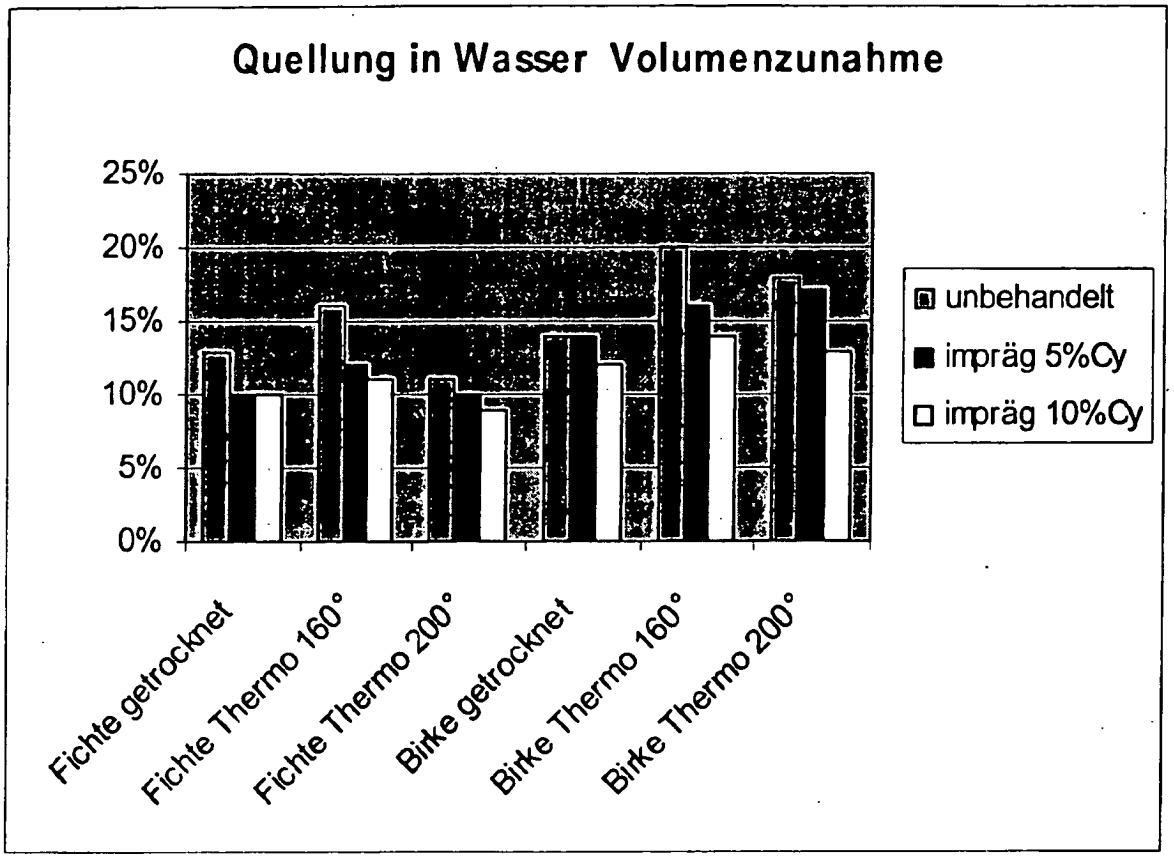

Quellung in Wasser Wasseraufnahme
100%
90%
80%
70%
60%
50%
40%
30%
20%
10%
0%
unbehandelt
impräg 5%Cy
impräg 10%Cy
Fichte getrocknet
Fichte Thermo 160°
Fichte Thermo 200°
Birke getrocknet
Birke Thermo 160°
Birke Thermo 200°

Abbildung 4


Quellung in Wasser Volumenzunahme
25%
20%
15%
10%
5%
0%
unbehandelt
impräg 5%Cy
impräg 10%Cy
Fichte getrocknet
Fichte Thermo 160°
Fichte Thermo 200°
Birke getrocknet
Birke Thermo 160°
Birke Thermo 200°

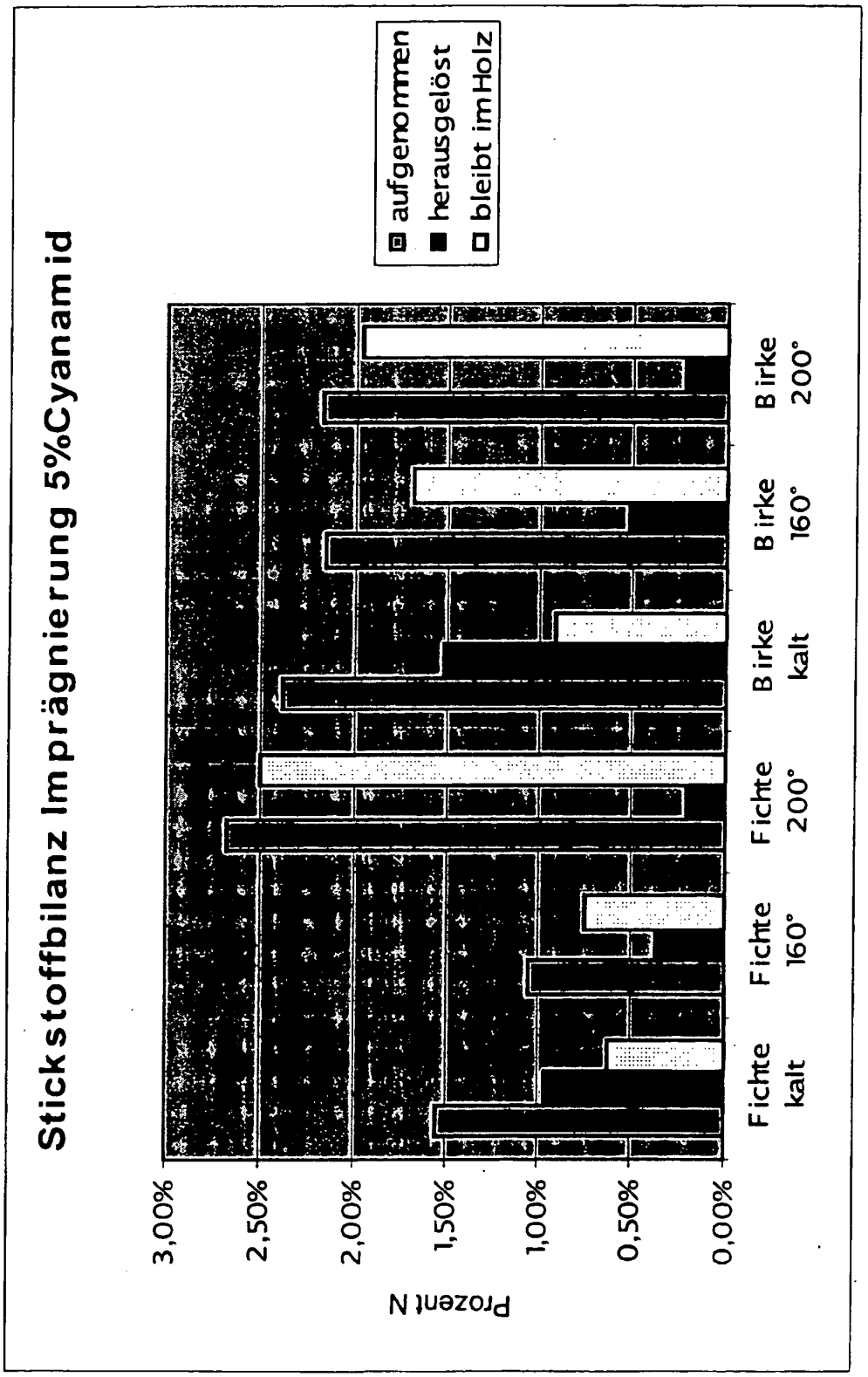

Stickstoffbilanz Imprägnierung 5%Cyanamid
aufgenommen
herausgelöst
bleibt im Holz
Prozent N
3,00%
2,50%
2,00%
1,50%
1,00%
0,50%
0,00%
Fichte kalt
Fichte 160°
Fichte 200°
Birke kalt
Birke 160°
Birke 200°

Abbildung 5

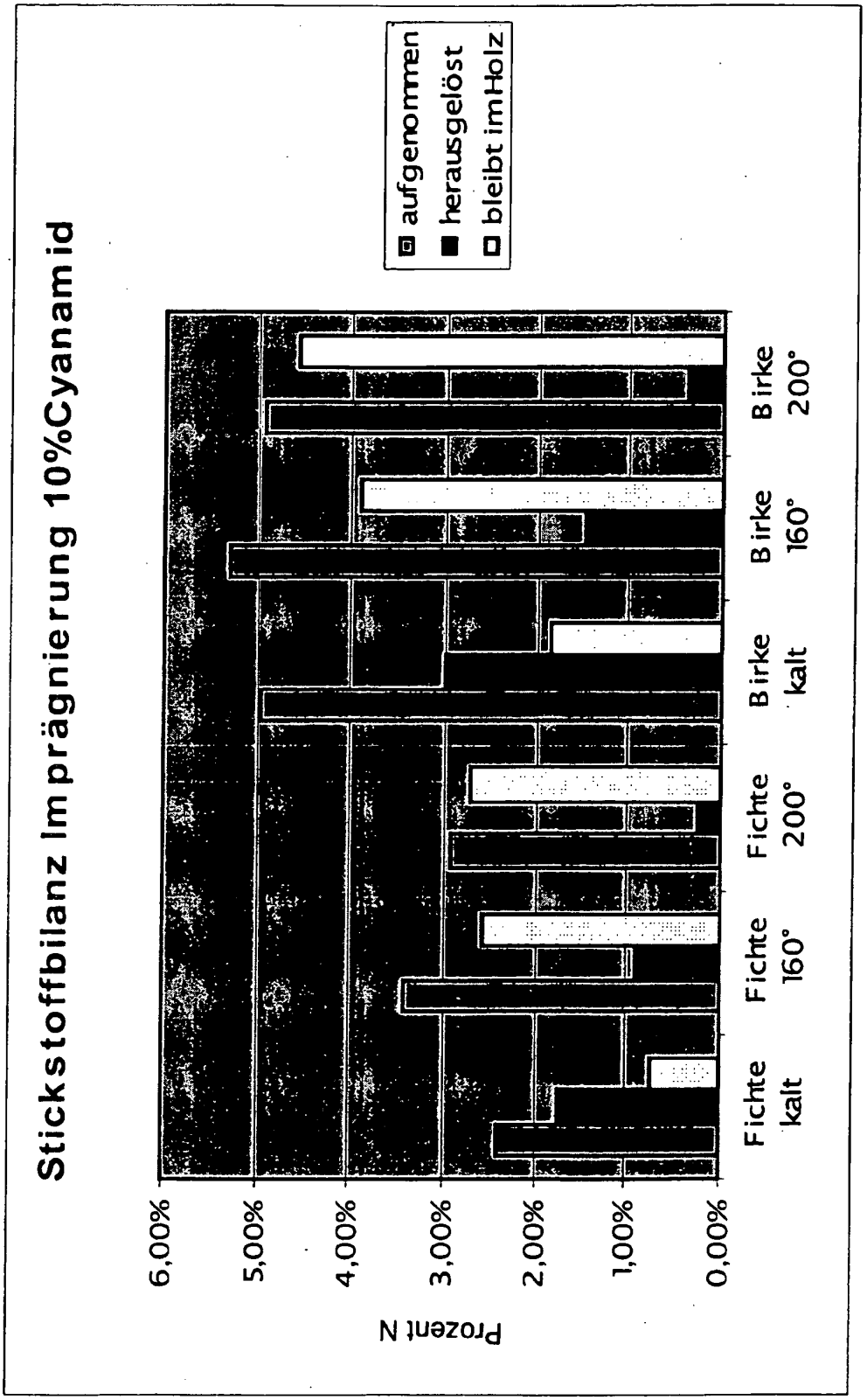

Stickstoffbilanz Imprägnierung 10%Cyanamid
aufgenommen
herausgelöst
bleibt im Holz
Prozent N
6,00%
5,00%
4,00%
3,00%
2,00%
1,00%
0,00%
Fichte kalt
Fichte 160°
Fichte 200°
Birke kalt
Birke 160°
Birke 200°

Abbildung 6

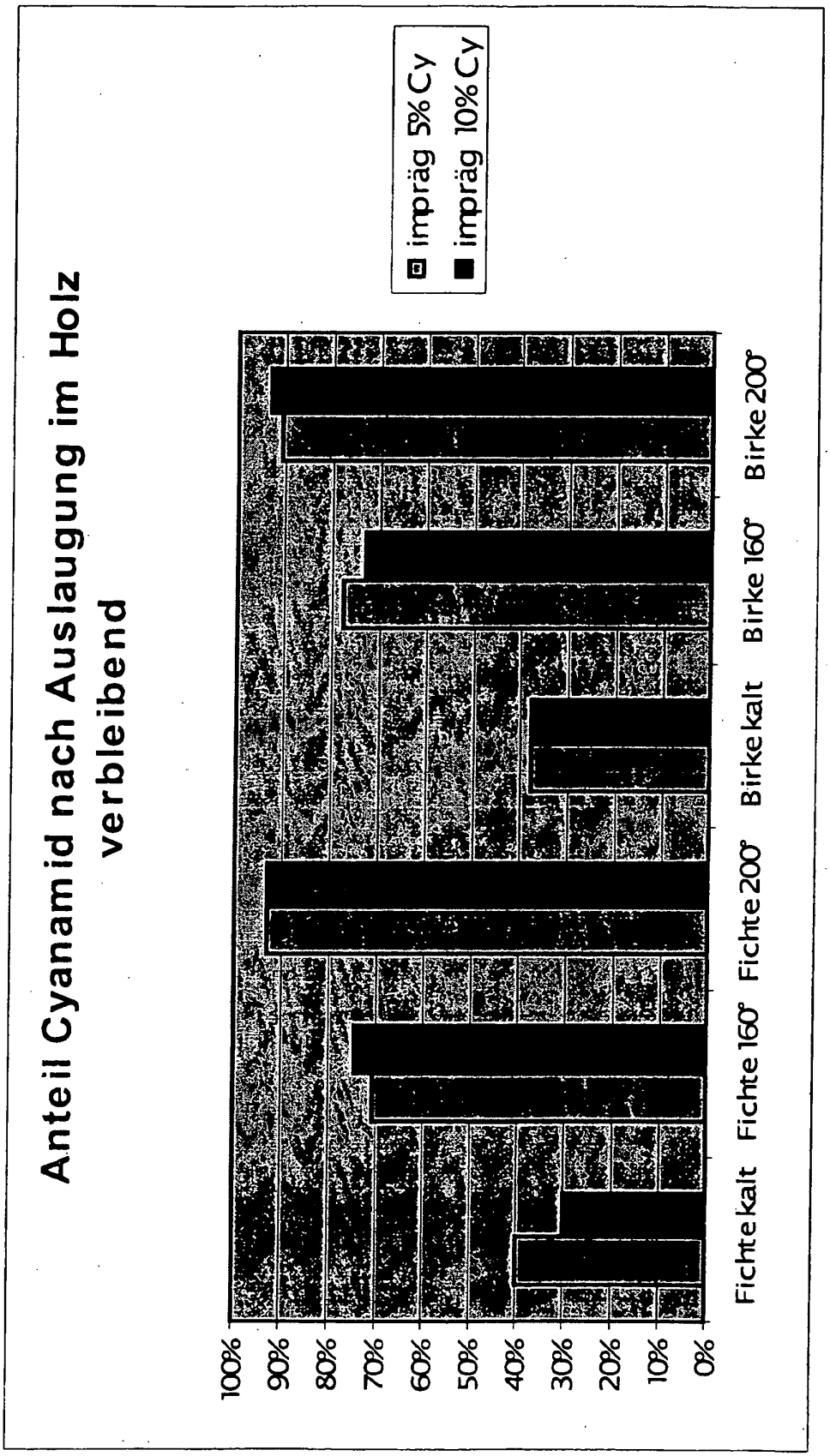

Anteil Cyanamid nach Auslaugung im Holz verbleibend
imprägn 5% Cy
imprägn 10% Cy
100%
90%
80%
70%
60%
50%
40%
30%
20%
10%
0%
Fichte kalt
Fichte 160°
Fichte 200°
Birke kalt
Birke 160°
Birke 200°

Abbildung 7

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 0759137 A1 **[0003]**
- EP 0695408 A1 **[0003]**
- WO 2006117159 A1 **[0004]**
- WO 2004033171 A1 **[0004]**
- US 3051698 A **[0006]**
- US 3380799 A **[0006]**
- DE 1619047 A1 **[0007]**