

**Verhalten von nach neuen thermischen
Modifikationsverfahren behandelter
Fichte und Kiefer unter besonderer
Berücksichtigung der Dauerhaftigkeit
gegenüber holzerstörenden
Mikroorganismen**

DISSERTATION

zur Erlangung des Doktorgrades
im Department Biologie
der Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften
der Universität Hamburg

vorgelegt von
Christian Robert Welzbacher
aus Frankfurt am Main

Hamburg 2007

Genehmigt vom Department Biologie
der Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften
an der Universität Hamburg
auf Antrag von Professor Dr. O. SCHMIDT
Weiterer Gutachter der Dissertation:
Herr Professor Dr. M. M. MIRIC
Tag der Disputation: 07. Dezember 2007

Hamburg, den 23. November 2007



A handwritten signature in black ink, appearing to read 'R. Lieberei'.

Professor Dr. Reinhard Lieberei
Leiter des Departments Biologie



Meinem kleinen Sohn, meiner lieben Sonja und meiner Familie

DANK

Die vorliegende Arbeit entstand in der Abteilung Biologie am Zentrum Holzwirtschaft der Universität Hamburg und dem Institut für Holzbiologie und Holzschutz der Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH), Hamburg.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Andreas O. Rapp für die allzeit freundliche, über das Fachliche hinausgehende Unterstützung, für viele wertvolle Anregungen, die intensive Betreuung sowie für den Blick „über den Tellerrand“. Herrn Prof. Dr. Olaf Schmidt danke ich für die fachliche Anleitung und Begutachtung der Arbeit, Herrn Prof. Dr. Milenko Mirić danke ich für die Übernahme des Ko-Referats.

Mein spezieller Dank gilt meinem Kollegen Christian Brischke für die stete Hilfsbereitschaft, die erfolgreiche Zusammenarbeit und das allzeit freundschaftliche Arbeitsklima, das mir die Zeit im Fachgebiet Holzschutz stets angenehm machte. In diesem Zusammenhang möchte ich mich auch besonders bei Andreas Rapp und der gesamten Arbeitsgruppe Holzschutz / Holzschäden für die Anteilnahme und Unterstützung in familiär schwierigen Zeiten bedanken.

Herrn Dr. Hans Leithoff, Herrn Dr. Michael Sailer und Herrn Dr. Peter Jüngel danke ich für Ihre Hilfsbereitschaft und für anregende Diskussionen. Herrn Dr. Eckhard Melcher danke ich für die kritische Durchsicht der Arbeit.

Für die tatkräftige Hilfe bei der Durchführung der experimentellen Arbeiten und das familiäre Arbeitsklima möchte ich mich besonders bei Frau Kathrin Behrmann, Frau Karin Brandt, Frau Anna Knöpfle und Frau Andrea Niemeyer bedanken.

INHALTSVERZEICHNIS

1	EINLEITUNG	13
1.1	Hintergrund.....	13
1.2	Modifikation des Holzes durch Temperatureinwirkung	15
1.2.1	Veränderung der Hemicellulosen.....	17
1.2.2	Veränderung der Cellulose	18
1.2.3	Veränderung des Lignins	19
1.2.4	Veränderung akzessorischer Bestandteile.....	20
1.2.5	Veränderungen der Zellwandstruktur.....	20
1.2.6	Veränderung der technologische Holzeigenschaften.....	21
1.3	Entwicklung industrieller Prozesse für die thermische Modifikation	23
1.3.1	Plato-Verfahren.....	24
1.3.2	VTT-Verfahren (ThermoWood®)	25
1.3.3	Retifikations-Verfahren	26
1.3.4	Öl-Hitze-Behandlungsverfahren.....	26
1.3.5	Weitere Hitzebehandlungs-Verfahren	27
1.4	Notwendigkeit der Qualitätssicherung von thermisch modifiziertem Holz (TMT).....	28
1.5	Ziele der Arbeit	30
2	MATERIAL UND METHODEN	32
2.1	Holzarten.....	32
2.2	Thermische Modifikation	32
2.2.1	Modifikation im Labormaßstab.....	32
2.2.2	Modifikation im industriellen Maßstab	35
2.3	Thermo-mechanische Verdichtung	36
2.4	Bestimmung von mechanischen Eigenschaften.....	42
2.4.1	Statische Festigkeiten.....	42
2.4.2	Dynamische Festigkeit.....	42
2.4.3	High-energy multiple impact (HEMI)-Test	42
2.4.4	Bestimmung des Abriebwiderstandes und der Härte.....	45
2.4.4.1	Abrieb mittels Shaker-Methode.....	45
2.4.4.2	Abrieb mittels Taber-Abraser-Methode	46

2.4.4.3	Härteprüfung nach Brinell.....	47
2.5	Bestimmung von physikalischen und optischen Eigenschaften	48
2.5.1	Holzausgleichsfeuchte.....	48
2.5.2	Feuchteinduziertes Befallsrisiko	48
2.5.3	Quellungsvergütung	51
2.5.4	CIE L*a*b* - Farbwertbestimmung	52
2.6	Bestimmung von biologischen Eigenschaften	53
2.6.1	Dauerhaftigkeit gegenüber Termiten	53
2.6.1.1	Zwangs-Versuch (No-Choice-Test)	53
2.6.1.2	Wahl-Versuch (Choice-Test)	55
2.6.1.3	Abstoßungs-Versuch (Repellence-Test).....	56
2.6.2	Dauerhaftigkeit gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen in Freilanduntersuchungen.....	57
2.6.2.1	Prüfung im Erdkontakt (Gebrauchsklasse 4)	57
2.6.2.2	Prüfung außerhalb des Erdkontaktes (Gebrauchsklasse 3)	58
2.6.2.3	Abbaubewertung in Anlehnung an DIN EN 252 (1990)	59
2.6.3	Dauerhaftigkeit von thermisch modifiziertem Holz gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen in Laborversuchen.....	60
2.6.3.1	Dauerhaftigkeit gegenüber Basidiomyceten auf Malzagar	60
2.6.3.2	Dauerhaftigkeit gegenüber Moderfäule in unsteriler Erde	62
2.7	Bestimmung der Hemmwirkung von TMT-Extraktstoffen auf das Mycelwachstum von <i>Oligoporus placenta</i>	63
2.7.1	Extraktion von hitzebehandeltem Holz	63
2.7.2	Wuchsversuch.....	64
2.8	Statistische Auswertungen.....	66
3	ERGEBNISSE UND DISKUSSION	68
3.1	Eigenschaften thermisch vergüteter Hölzer.....	68
3.1.1	Mechanische Festigkeitseigenschaften	68
3.1.1.1	Abriebwiderstand und Härte	68
3.1.1.2	Festigkeitsprüfung an fehlerfreien Kleinproben	71
3.1.1.3	Festigkeitsprüfung an Proben in Gebrauchsdimension	73
3.1.2	Feuchteinduziertes Befallsrisiko und Dimensionsstabilisierung.....	74
3.1.3	Resistenzerrhöhung von thermisch modifiziertem Holz gegenüber Termiten in Laborversuchen.....	77

3.1.3.1	Zwangsversuch.....	77
3.1.3.2	Wahlversuch	78
3.1.3.3	Abstoßungsversuch	79
3.1.3.4	Klassifizierung der Dauerhaftigkeit gegenüber Termiten	80
3.1.4	Resistenzerhöhung gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen	83
3.1.4.1	Abbau im Labor.....	83
3.1.4.2	Abbau im Freiland.....	85
3.1.4.3	Klassifizierung der natürlichen Dauerhaftigkeit.....	90
3.1.5	Schutzprinzip thermisch vergüteter Hölzer	94
3.1.5.1	Maximale Quellung und Holzausgleichsfeuchte	95
3.1.5.2	Hemmwirkung der TMT- Extrakte	98
3.1.5.3	Resistenz extrahierter Materialien gegen <i>Oligoporus placenta</i> . 99	
3.1.6	Eigenschaftsprofil von TMT und Optimierungspotential.....	102
3.2	Öl-Hitze-Vergütung von thermo-mechanisch verdichtetem Nadelholz – Optimierung von Festigkeitseigenschaften	103
3.2.1	Verdichtetes und thermisch modifiziertes Nadelholz aus Laborherstellung	105
3.2.1.1	Nicht-optimierte Kombination von Verdichtung und OHT.....	105
3.2.1.2	Harmonisierung der Prozessparameter	109
3.2.2	Verdichtetes und thermisch modifiziertes Material aus industrieller Fertigung	113
3.2.2.1	Adaption der Verdichtungsparameter an prozesstechnische Anforderungen	113
3.2.2.2	Dauerhaftigkeit und Dimensionsstabilisierung	115
3.2.2.3	Optimierungspotential für die industrielle Produktion.....	118
3.3	Einfluss der Vergütungsintensität auf die Eigenschaften von TMT	118
3.3.1	Entwicklung geeigneter Methoden zur Charakterisierung der Vergütungsintensität.....	120
3.3.1.1	Farbwertbestimmung an homogenisierten Proben	120
3.3.1.2	High-energy multiple impact (HEMI) – test	122
3.3.2	Abhängigkeit ausgewählter TMT-Eigenschaften von den Prozessparametern der thermischen Modifikation.....	124
3.3.2.1	Massenabnahme durch Hitzebehandlung.....	124
3.3.2.2	Resistenzerhöhung gegenüber <i>Oligoporus placenta</i>	125
3.3.2.3	“Resistance to impact milling” (RIM)	126
3.3.2.4	Farbwerte.....	127
3.3.2.5	Holzausgleichsfeuchte	128
3.3.2.6	Dimensionsstabilisierung	129

3.3.2.7	Korrelation der Resistenz von TMT gegen <i>Oligoporus placenta</i> mit RIM, dem Farbwert L*, der Holzausgleichsfeuchte und der Dimensionsstabilisierung.....	131
4	FOLGERUNGEN	134
4.1	Eigenschaftsprofil und Verwendung von TMT.....	134
4.2	Wirkmechanismus der thermischen Modifikation	134
4.3	Erhöhung der mechanischen Festigkeit von TMT	135
4.4	Einfluss der Behandlungsintensität auf ausgewählte Holzeigenschaften und Bedeutung für die Qualitätskontrolle.....	136
5	ZUSAMMENFASSUNG	139
6	LITERATUR.....	142
7	PUBLIKATIONEN MIT REVIEW-VERFAHREN	171
7.1	Publikation I: Arten und Eigenschaften von Thermoholz	173
7.1.1	Einleitung.....	175
7.1.2	Material und Methoden.....	176
7.1.3	Ergebnisse	182
7.1.4	Diskussion.....	190
7.1.5	Schlussfolgerungen.....	194
7.1.6	Zusammenfassung.....	195
7.1.7	Literatur	196
7.2	Publikation II: Durability of thermally modified timber from industrial-scale processes in different use classes: Results from laboratory and field tests	199
7.2.1	Introduction.....	201
7.2.2	Material and methods.....	202
7.2.3	Results and discussion.....	206
7.2.4	Conclusion.....	216
7.2.5	References.....	217
7.3	Publikation III: Surface properties of thermally treated wood – wear, abrasion and hardness.....	223
7.3.1	Introduction.....	224
7.3.2	Experimental	226
7.3.3	Results and Discussion	227
7.3.4	References.....	230

7.4	Publikation IV: Increased resistance of thermally modified timber (TMT) against brown rot decay – Study on the mode of protective action.....	233
7.4.1	Introduction	235
7.4.2	Material and Methods	236
7.4.3	Results and Discussion.....	239
7.4.4	Conclusions	246
7.4.5	References	247
7.5	Publikation V: Biologische und mechanische Eigenschaften von verdichteter und thermisch behandelter Fichte (<i>Picea abies</i>).....	251
7.5.1	Einleitung	253
7.5.2	Untersuchungen.....	253
7.5.3	Prüfmethoden	256
7.5.4	Ergebnisse und Diskussion.....	257
7.5.5	Zusammenfassung	262
7.5.6	Literatur.....	263
7.6	Publikation VI: Thermo-mechanical densification combined with thermal modification of Norway spruce (<i>Picea abies</i> Karst) in industrial scale – Dimensional stability and durability aspects.....	267
7.6.1	Introduction	270
7.6.2	Material and Methods	271
7.6.3	Results and Discussion.....	278
7.6.4	Conclusions	288
7.6.5	Acknowledgements.....	289
7.6.6	References	289
7.7	Publikation VII: Quality control of thermally modified timber: Interrelationship between heat treatment intensities and CIE L*a*b* color data on homogenized wood samples.....	295
7.7.1	Introduction	297
7.7.2	Materials and methods.....	298
7.7.3	Results and discussion	299
7.7.4	Conclusions	303
7.7.5	References	303

7.8	Publikation VIII: Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood.....	309
7.8.1	Introduction.....	311
7.8.2	Materials and methods	312
7.8.3	Results	316
7.8.4	Discussion.....	322
7.8.5	Conclusions.....	324
7.8.6	References.....	324
7.9	Publikation IX: Influence of treatment temperature and duration on selected biological, mechanical, physical, and optical properties of thermally modified timber (TMT)	329
7.9.1	Introduction.....	331
7.9.2	Material and Methods.....	332
7.9.3	Results and discussion.....	335
7.9.4	Conclusions.....	347
7.9.5	References.....	347
8	PUBLIKATIONEN OHNE REVIEW-VERFAHREN	352
8.1	Publikation X: High-energy multiple impact (HEMI) –test – Part2: A mechanical test for the detection of fungal decay	353
8.1.1	Introduction.....	355
8.1.2	Material and methods.....	356
8.1.3	Results and discussion.....	359
8.1.4	Conclusions.....	366
8.1.5	Literature	366
8.2	Publikation XI: Termite response to Oil-Heat-Treated Norway spruce, Scots pine, and Eucalyptus wood	369
8.2.1	Background and objectives	370
8.2.2	Materials and methods	372
8.2.3	Testing procedures.....	373
8.2.4	Results and discussion.....	377
8.2.5	Conclusions.....	380
8.2.6	References.....	381
9	ANHANG	383

1 EINLEITUNG

1.1 Hintergrund

Holz ist über Jahrtausende der am häufigsten verbaute und für konstruktive Zwecke verwendete Bau- und Werkstoff. Den großen ökologischen Vorteilen dieses nachhaltigen Werkstoffes (Frühwald 2000, Frühwald *et al.* 2002) stehen allerdings bei bestimmten Anwendungen Nachteile wie geringe Dimensionsstabilität bei Feuchte- und Temperaturwechseln (u.a. Kollmann 1936, Sell 1977) sowie eine zumeist geringe natürliche Dauerhaftigkeit der verfügbaren heimischen Holzarten (u.a. DIN EN 350-2 1994, Augusta 2007) gegenüber. Die Anfälligkeit von Holzarten geringer natürlicher Dauerhaftigkeit für einen biologischen Holzabbau durch holzerstörende Mikroorganismen und Insekten bedingt einen präventiven Schutz des Holzes.

In der ersten Hälfte des letzten Jahrhunderts wurde der Holzschutz vorwiegend mit Hilfe von Bioziden oder chemischen Hemmstoffen erreicht, wobei zunächst nur die hohe Wirksamkeit, ein gutes Einbringvermögen sowie eine geringe Auswaschung der organischen oder anorganischen Wirkstoffe während der Gebrauchsdauer im Vordergrund der Entwicklungen standen. Die in den letzten Jahrzehnten verstärkt aufkommenden Diskussionen hinsichtlich der gesundheitlichen und ökologischen Bedenklichkeit von chemischen Holzschutzmaßnahmen (u.a. Willeitner 1973, Jermer und Edlund 1990, Wöss 1990) führten in Deutschland schließlich zur Reglementierung des Einsatzes arsen- und teeröhlhaltiger Produkte sowie unter anderem zum Verwendungsverbot von Pentachlorphenol (PCP), Gamma-Hexachlorcyclohexan (Lindan) und Quecksilberformulierungen im Holzschutz (ChemVerbotsV 1993). Zusätzlich stellt die Entsorgung chemisch geschützter Altholzsortimente (in Deutschland ca. 2,3 Mio. t/a, Peek 2004), die seit 2005 nicht mehr deponiert werden dürfen, die Anwender und Kommunen vor wachsende Probleme (u.a. Wälchli 1980, Anonymus 2002, Catallo und Shupe 2003), da die Altholzentsorgung durch eine Vielzahl von Vorschriften reglementiert worden ist (z.B. 17. BImSchV, TA Luft 2002, AltholzV 2002) und steigende Kosten mit sich bringt. Somit stellt auch die Lösung der Entsorgungsproblematik von Altholzsortimenten eine Schlüsselrolle

für die gesellschaftliche Akzeptanz von Holz als ökologischem Bau- und Werkstoff der Zukunft dar (Willeitner 1992, Leiß 1995).

Als Folge dieser Entwicklungen wurde seit den 1980er Jahren zunehmend nach ökologisch vertretbaren Alternativen zum chemischen Holzschutz gesucht. Vorbeugender baulicher Holzschutz nach DIN 68 800 Teil 2 (1990) kann nur begrenzt als Alternative zu chemischen Schutzmaßnahmen dienen, da in DIN 68 800 Teil 3 (1990) bei Vorliegen der Gefahr von Bauschäden durch Pilze oder Insekten der Einsatz chemischer Holzschutzmittel oder "dauerhafter" bzw. "sehr dauerhafter" Hölzer für Anwendungen in Gefährdungsklasse 3 bzw. 4 im Außenbereich gefordert wird. Der verstärkte Einsatz heimischer Holzarten mit hoher natürlicher Dauerhaftigkeit für Anwendungen im Bauwesen, die mit ca. 10 Mio. m³/a etwa 75% des deutschen Schnittholzaufkommens ausmachen (Knauf und Frühwald 2004), scheidet jedoch auf Grund der wenigen nutzbaren heimischen Arten (in Mitteleuropa lediglich Robinie, *Robinia pseudoacacia* L.), deren geringer Verfügbarkeit und hohen Preisen aus. Die Verwendung von dauerhaften tropischen Holzarten für den Einsatz im Bauwesen ist aus ökonomischen, ökologischen, und gesellschaftlichen Gründen stark eingeschränkt.

Folglich wurden in den letzten Jahren, vorwiegend in Europa, verstärkt Anstrengungen unternommen, umweltfreundliche Holzschutz-Verfahren zu entwickeln und zu etablieren (u.a. Militz *et al.* 1997, Welzbacher und Rapp 2002, Epmeier *et al.* 2004, Schulte *et al.* 2004, Krause *et al.* 2004, Epmeier und Kliger 2005). Insbesondere die thermische Modifikation von Holz im Temperaturbereich von 180 bis 250°C erlangte in Forschung und Industrie Bedeutung (Giebeler 1986, Dirol und Guyonnet 1993, Viitanen *et al.* 1994, Viitaniemi 1997, Gohar und Guyonnet 1998, Leithoff und Peek 1998, Rapp und Sailer 2000a, 2001, Sailer *et al.* 2000, Welzbacher und Rapp 2002, 2003, Hill 2006a). Weiterhin wurden auch Verfahren zur Holzvergütung, wie die Hydrophobierung (u.a. Voulgaridis und Banks 1983, Williams 1999, Sailer 2001, Anonymus 2003, Rapp *et al.* 2005) und Verfahren zur chemischen Holzmodifikation, wie die Acetylierung (u.a. Rowell 1987, Rowell *et al.* 1989, Militz 1991, Sander *et al.* 2003, Minato *et al.* 2003, Mitsui und Tolvaj 2005, Painter 2006), die Melaminharzimprägnierung (Rapp 1999, Lukowski 1999) oder die

Furfurylierung (u.a. Westin *et al.* 1997, 2004a, Lande *et al.* 2004a, b, Hadi *et al.* 2005) entwickelt.

Von den genannten Verfahren zur Holzmodifizierung sind die Hitzebehandlungsverfahren bislang am weitesten entwickelt und in Form verschiedener Prozesse industriell umgesetzt (Militz und Gelbrich 2001, Welzbacher und Rapp 2003). Die Gesamtproduktionskapazität der Hitzebehandlungsanlagen in Europa beläuft sich auf 60.000 bis 150.000 m³ thermisch modifizierten Holzes pro Jahr (Tjeerdsma 2006, Bächle *et al.* 2006). Den technisch unterschiedlichen Hitzebehandlungsprozessen von Holz ist die Wirkungsweise gemein, das Holz in sauerstoffarmer Atmosphäre hohen Temperaturen (>180 °C) auszusetzen, so dass es zur hitzeinduzierten Modifikation der Zellwandkomponenten kommt (Kollmann und Fengel 1965, Fengel und Wegener 1989), die unter anderem (*cf.* 1.2.6) eine Resistenzerhöhung des Holzes gegen biologischen Abbau bewirkt (u.a. Stamm und Baechler 1960, Wienhaus 1999, Boonstra und Tjeerdsma 2006).

Da die holzschützende Wirkung einer thermischen Modifikation somit nicht auf dem Eintrag von holzfremden Substanzen basiert, kann thermisch modifiziertes Holz als naturbelassen im Sinne der 1. BImSchV (1997) angesehen und entsorgt werden (Leithoff und Peek 1998), entsprechend den wachsenden Produktanforderungen der Verbraucher hinsichtlich umweltverträglicher Produktion, Nutzung und Entsorgung (Anonymus 2003a).

1.2 Modifikation des Holzes durch Temperatureinwirkung

Aus der Temperatureinwirkung auf das Holz resultieren grundlegende Eigenschaftsänderungen. Beim Erhitzen von Holz bis 105 °C wird zunächst nur hygroskopisch gebundenes Wasser entfernt (Kürschner und Melcerová 1965), durch eine Verlängerung der Erwärmungsdauer kann es aber bereits bei Temperaturen unter 105 °C zur thermischen Zersetzung der Holzbestandteile kommen (Sandermann und Augustin 1963b, Kollmann und Fengel 1965). Auf Grund der langsamen Abbaugeschwindigkeit unterhalb 105 °C (Sandermann und Augustin 1963b) können die thermischen Zersetzungsreaktionen in diesem Temperaturbereich für die Betrachtung der Zellwandmodifikation jedoch vernachlässigt werden. Zu chemischen Spaltungen der Zellwandkomponenten

(besonders von Polysaccharid-Ketten) kommt es erst oberhalb Temperaturen von 120°C (Wienhaus 1999). Nach Sandermann und Augustin (1963b) und Wienhaus (1999) beginnt die thermische Zersetzung des Holzes mit dem Abbau von amorphen Hemicellulosen ab einem Temperaturbereich von 180°C und schreitet bis ca. 250°C weiter fort. Der Abbau der Cellulose erfolgt bei Temperaturen ab 240 bis 340°C, die Zersetzung des Lignins setzt ab 300°C ein (Sandermann und Augustin 1963b, Fengel 1966a).

Bis ca. 200°C werden als Folge der Polysaccharid-Kettenspaltung vorwiegend Wasser und organische Spaltprodukte in Form kurzkettiger Kohlenhydrate freigesetzt. Bei fortschreitender Temperaturerhöhung bis ca. 270°C treten größere Mengen gasförmiger Abbauprodukte auf (Sandermann und Augustin 1963a). Neben Kohlenmonoxid und Kohlendioxid werden hauptsächlich Wasser, Essigsäure, Methanol und Furfural abgespalten (Sandermann und Augustin 1963a, Faix *et al.* 1988, Dirol und Guyonnet 1993, Wienhaus 1999). Oberhalb 270°C beginnt die exotherm verlaufende Pyrolyse des Holzes (Sandermann und Augustin 1963a, Wienhaus 1999, Yang *et al.* 2007). Mit steigender Temperatur nimmt die Freisetzung gasförmiger Abbauprodukte bis ca. 450°C weiter zu (Wienhaus 1999) und führt ab 500°C zur völligen Vergasung des Holzes (Fengel und Wegener 1989).

In Stickstoffatmosphäre erfolgt die thermische Zersetzung von Holz erst ab ca. 240°C, also bei leicht höheren Temperaturen als unter Luftzutritt (Sandermann und Augustin 1964). Neben der Verfügbarkeit von Sauerstoff für oxidative Zersetzungsreaktionen hat auch die Feuchtigkeit eine beschleunigende Wirkung auf den Holzabbau (Kollmann und Fengel 1965). Die hydrolytische Zersetzung unter feuchten Reaktionsbedingungen, z.B. in Wasserdampf-atmosphäre, setzt bereits bei geringeren Temperaturen ein (ab ca. 150°C, Garrote *et al.* 1999) als im trockenen Milieu, wie z.B. in inerter Stickstoffatmosphäre (ab ca. 180°C, Sandermann und Augustin 1963b).

Einen Einfluss auf die thermische Zersetzung des Holzes hat ferner die strukturelle Anordnung der Holzbestandteile. So finden sich unterschiedliche Abbaugeschwindigkeiten und -intensitäten zwischen isolierten Holzbestandteilen und den im nativen Holzverband vorliegenden Bestandteilen (Kürschner und Melcerová 1965). Aus der Summe der hitzeinduzierten Änderungen der

isolierten Einzelkomponenten (Hemicellulosen, Cellulose, Lignin) lässt sich nicht auf die Veränderung des nativen Holzes schließen (Sandermann und Augustin 1963b).

1.2.1 Veränderung der Hemicellulosen

Hemicellulosen sind ein Hauptbestandteil des Holzes (Sjöström 1993) und bilden nach der Cellulose die zweithäufigste Gruppe der Kohlenhydrate. Ihr Anteil an der Holzmasse liegt artenabhängig zwischen 20 und 30% (McKendry 2002). Hemicellulosen sind aus verschiedenen glykosidisch verknüpften Monosacchariden zu verzweigten Kettenmolekülen mit einem Polymerisationsgrad (DP) zwischen 70 und 250 aufgebaut (Fengel und Wegener 1989). Die wichtigsten monomeren Grundbausteine sind β -D-Glucopyranose, β -D-Glucopyranuronsäure, β -D-Mannopyranose, β -D-Galactopyranose, β -D-Xylopyranose, β -D-Arabinopyranose und α -L-Arabinofuranose, die über 1–4- oder 1–6-Bindungen glykosidisch verknüpft sind (u.a. Fengel und Wegener 1989, Willför *et al.* 2007). Die Hemicellulosen der Nadelbäume bestehen zu ca. 75% aus Hexosen, mit O-Acetylgalactoglucomannan als wichtigstem Vertreter (u.a. Willför *et al.* 2007) und zu ca. 25% aus Pentosen (hauptsächlich Arabino-4-O-methylglucuronoxylan). Demgegenüber sind die Hemicellulosen der Laubhölzer überwiegend aus Pentosen (ca. 75%) aufgebaut (Willför *et al.* 2005), mit O-Acetyl-4-O-methylglucuronoxylan als wichtigstem Polysaccharid und zu ca. 25% aus Hexosen (z.B. Glucomannan). Hemicellulosen liegen auf Grund ihrer verzweigten Kettenstruktur in amorpher Form vor, woraus u.a. ihre Anfälligkeit für einen temperaturinduzierten Abbau resultiert (Wienhaus 1999).

Unter Hitzeeinwirkung, katalysiert durch die Anwesenheit von Wasser (Wienhaus 1999, Sivonen *et al.* 2002) und sauren Reaktionsbedingungen (Runkel 1951), werden die Hemicellulosen hydrolytisch depolymerisiert. Hierbei werden C-O-Bindungen zwischen den Hemicellulosebausteinen aufgebrochen sowie Acetylgruppen abgespalten, was zur Bildung von Carbonsäuren führt (vorwiegend Essigsäure und Ameisensäure, Sundquist *et al.* 2006), die den hydrolytischen Abbau der Hemicellulosen durch Absenkung des pH-Wertes zusätzlich beschleunigen (Runkel 1951, Kollmann und Fengel 1965, Fengel und Wegener 1989, Garrote *et al.* 1999). Die durch hydrolytische Spaltung

erhaltenen oligomeren und monomeren Bruchstücke der Hemicellulosen werden unter weiterer Wasserabspaltung zu Furfural (aus Pentosen) bzw. Hydroxymethylfurfural (aus Hexosen) umgewandelt (Sandermann und Augustin 1963a, Fengel und Wegener 1989).

Pentosen sind weniger widerstandsfähig gegen einen temperaturinduzierten Abbau als Hexosen (Runkel und Wilke 1951, Runkel und Witt 1953, Kürschner und Melcerová 1965).

1.2.2 Veränderung der Cellulose

Cellulose ist mit 35 bis 50% Anteil an der Holzmasse (u.a. McKendry 2002) das im Holz überwiegende Polysaccharid (Sjöström 1993). Im Gegensatz zu den Hemicellulosen ist die Cellulose kettenförmig aus β -1-4-glykosidisch verknüpften β -D-Glucopyranoseeinheiten aufgebaut (u.a. Fengel und Wegener 1989, Willför *et al.* 2005). Der Polymerisationsgrad im nativen Holz kann $DP = 15.000$ betragen (Schmidt 2006), isolierte Cellulose weist einen Polymerisationsgrad von $DP = 2.000$ bis 4.000 auf (Fengel und Wegener 1989). Im übermolekularen Bau der Cellulose finden sich geordnete kristalline (ca. 70%) und amorphe Bereiche (ca. 30%) (u.a. Håkansson *et al.* 2005).

Die thermische Zersetzung der Cellulose unterliegt vergleichbaren Reaktionsmechanismen wie der temperaturinduzierte Abbau der Hemicellulosen, jedoch setzt der Abbau der Cellulose erst bei höheren Temperaturen ein (Sandermann und Augustin 1963b, Fengel 1967, Wienhaus 1999, Alén *et al.* 2002, Yang *et al.* 2007). Die hydrolytische Spaltung beginnt in den amorphen Bereichen der Cellulose, so dass der Kristallisationsgrad mit zunehmender Temperatur ansteigt (Sivonen *et al.* 2002, Pétrissans *et al.* 2003, Bhuyian und Hirai 2005, Popper *et al.* 2005, Andersson *et al.* 2005), während der Polymerisationsgrad zugleich verringert wird (Fengel 1967). Die steigende Kristallinität des thermisch modifizierten Holzes bewirkt dessen Versprödung und beeinflusst somit die mechanischen und physikalischen Eigenschaften maßgeblich (Kuboijima *et al.* 1998).

1.2.3 Veränderung des Lignins

Lignin, das auch als „Kittsubstanz“ des Holzes bezeichnet wird, ist ein holzartenabhängig unterschiedlich aufgebautes, räumlich vernetztes Makromolekül mit einem Polymerisationsgrad im isolierten Zustand von $DP = 10 - 50$ (u.a. Trendelenburg und Mayer-Wegelin 1955), das als Hauptbestandteil des Holzes (Sjöström 1993) in der verholzten Zellwand zwischen den Hemicellulosen und der Cellulose eingelagert ist (Gübitz *et al.* 1998). Laubhölzer der gemäßigten Zonen besitzen einen Ligninanteil von 20 bis 25%, der Ligningehalt von Nadelhölzern beträgt 27 bis 30% (McKendry 2002). Die Biosynthese des Lignins zu dreidimensionalen Makromolekülen erfolgt durch dehydrierende Polymerisation verschiedener Typen von 4-Hydroxycimt-alkoholen, die vorwiegend über Etherbrücken oder C-C-Doppelbindungen miteinander verknüpft werden. Nadelholzlignin besteht hauptsächlich aus Guajacyl- (88%) und *p*-Cumarylbausteinen (10%), Laubholzlignin aus Guajacyl- (53%) und Syringylbausteinen (43%) (u.a. Sarkanen und Ludwig 1971, Fengel und Wegener 1989).

Lignin weist durch seine divers dreidimensional vernetzte Struktur sowie durch die vorkommenden Polysaccharid-Lignin-Bindungen (Gübitz *et al.* 1998) die höchste Widerstandsfähigkeit der Hauptbestandteile des Holzes gegen eine thermisch Zersetzung auf (Sandermann und Augustin 1963b, Kollmann und Fengel 1965, Wienhaus 1999, Alén *et al.* 2002).

Der thermische Abbau des Lignins erfolgt durch Spaltung der Polysaccharid-Lignin-Komplexe (Burtscher *et al.* 1987) und durch Depolymerisation der Lignin-Makromoleküle, wobei die Syringylmonomere am wenigsten temperaturstabil sind (Košíková *et al.* 1999). Bei Temperaturen über 200 °C verringert sich der Gehalt der Methoxygruppen (OCH_3) (Sandermann und Augustin 1963a), wodurch Vernetzungsreaktionen des Lignins in Gegenwart von Carbonsäuren, die als Spaltprodukte der Hydrolyse von Hemicellulosen zur Verfügung stehen, begünstigt werden (Kürschner und Melcerová 1965). Oberhalb 250 °C kommt es zu verstärkter Radikalbildung (Wienhaus 1999), welche die Rekombination der Lignin-Makromoleküle durch Polykondensationsreaktionen fördert, aus der die Vernetzung der Hauptbestandteile des Holzes zu Lignin-Kohlenhydrat-Komplexen folgt (Košíková *et al.* 1999, Sivonen *et al.* 2002). Kondensations-

reaktionen am Lignin können ebenfalls mit Abbauprodukten aus der Hemicellulosezersetzung (vorwiegend mit Furfural aus der Hydrolyse von Pentosen) oder mit Holzinhaltsstoffen (hauptsächlich mit Stilbenen, z.B. Pinosylvin) erfolgen, so dass unlösliche Kondensationsprodukte entstehen (Fengel und Wegener 1989).

1.2.4 Veränderung akzessorischer Bestandteile

Akzessorische Bestandteile umfassen neben Kohlenhydraten (vorwiegend Stärke, Pektin, Cyclite und Gummen), organische Substanzen (Wachse, Fette, Terpene, Steroide, Öle, Phenole, Gerbstoffe, Chinone, Alkaloide, Aminosäuren, Peptide und Proteine) sowie anorganische, mineralische Begleitstoffe (u.a. Fengel und Wegener 1989, Sjöström 1993).

Stärke besteht aus Amylose (20%) und Amylopektin (80%), die beide aus glykosidisch verknüpfter α -D-Glucose zusammengesetzt sind und ebenso wie die Pektine (saure Kohlenhydrate, vor allem aus Polygalakturonsäuren) amorphe Strukturen ausbilden. Durch die α -glykosidischen Bindungen und die amorphen Strukturen weisen diese Stoffe eine geringe Temperaturstabilität auf, und werden bereits zu Beginn einer thermischen Behandlung hydrolytisch abgebaut (Sandermann und Augustin 1963b).

Unter den extrahierbaren organischen Substanzen, die bis zu 5% der Holzsubstanz ausmachen können, findet sich eine Vielzahl unterschiedlich aufgebauter Stoffe (Trendelenburg und Mayer-Wegelin 1955, Fengel und Wegener 1989), die durch eine geringe Temperaturstabilität gekennzeichnet sind, und bereits bei niedrigen Hitzebehandlungstemperaturen als flüchtige Bestandteile entweichen (Sandermann und Augustin 1964). So beginnt die Zersetzung von Fetten und Wachsen bereits bei ca. 100°C; Harzsäuren und andere terpenoide Verbindungen sind bei 200°C vollständig abgebaut (Nuopponen *et al.* 2003).

1.2.5 Veränderungen der Zellwandstruktur

Strukturelle Änderungen der Holzzellwand resultieren aus den beschriebenen Modifikationen der Holzbestandteile unter Temperatureinfluss. Durch das Schwinden der Holzzellwände zu Beginn der Hitzebehandlung kann es zu

ersten trocknungsbedingten Strukturveränderungen kommen (Fengel 1966c). Diese bei der Holz Trocknung entstehenden Schwindkräfte, die für die verschiedenen Zellwandschichten unterschiedlich sind (Fengel und Wegener 1989), verstärken sich mit zunehmender Behandlungstemperatur und können zu Mikrorissen und Stauchungen führen (Terziev und Daniel 2002, Hanhijärvi *et al.* 2003).

Neben der Rissbildung wird durch die Temperatureinwirkung eine Veränderung der Mikroporenstruktur des Holzes durch Vergasung seiner Komponenten bewirkt. Hierbei finden sich Unterschiede zwischen Früh- und Spätholz: Im Frühholz kommt es zu einer Abnahme des Porenvolumens, im Spätholz hingegen zu einer Zunahme (Fengel 1966c). In der Summe betrachtet, resultiert daraus jedoch eine Zunahme der Porenanzahl (Laganá *et al.* 2006) bzw. des Porenvolumens durch die Hitzeeinwirkung (Vernois 2001, Omidvar *et al.* 2001, Klose und Schinkel 2002). Diese Zunahme des Porenvolumens geht einher mit der Veränderung der Porengrößenverteilung durch die Hitzebehandlung: Der Anteil der Poren mit einem Durchmesser $< 1\mu\text{m}$ sinkt, der Anteil der Poren mit einem Durchmesser $> 1\mu\text{m}$ steigt (Junghans *et al.* 2005). Auch Laganá *et al.* (2006) ermittelten eine temperaturinduzierte Verschiebung der Porengrößenverteilung nach Hitzebehandlung von Fichtenholz, wobei in deren Untersuchung eine Erhöhung des Porenanteils ab einem Durchmesser von $> 4\text{nm}$ beobachtet wurde.

Der strukturelle Gewebeaufbau der Holzzellwand auf mikroskopischer Ebene wird durch die Hitzeeinwirkung nicht signifikant verändert (Krzysińska *et al.* 2006, Sehlstedt-Persson *et al.* 2006), was sich auch in eigenen, unveröffentlichten Untersuchungen von hitzebehandeltem Holz [„thermally modified timber“ (TMT)] durch Transmissions-Elektronen-Mikroskopie bestätigte.

1.2.6 Veränderung der technologische Holzeigenschaften

Die durch thermische Modifikation des Holzes bewirkten Veränderungen der technologischen Materialkennwerte sollen an dieser Stelle lediglich in Form eines allgemein gehaltenen, kurzen Überblicks dargestellt werden. Eine detaillierte Diskussion der Eigenschaften hitzebehandelten Holzes und deren

Abhängigkeit von Hitzebehandlungsparametern erfolgt an entsprechender Stelle im Ergebnis- und Diskussionsteil.

Durch die thermische Modifikation der Holzzellwand wird eine Dimensionsstabilisierung sowie eine Resistenzerhöhung gegen biologischen Holzabbau durch Basidiomyceten und andere holzerstörende Mikroorganismen erreicht (u.a. Hillis 1984, Giebeler 1986, Welzbacher und Rapp 2002, 2007). Behrenz und Technau (1956) sowie Giebeler (1986) berichteten zudem von einer Resistenzerhöhung des thermisch modifizierten Materials gegen Befall durch Hausbocklarven nach Hitzebehandlungen über 160°C. Die Dauerhaftigkeitserhöhung des Holzes durch Hitzebehandlungen ist jedoch mit Festigkeitsverlusten im statischen und besonders im dynamischen Bereich (im Vergleich zu unbehandeltem Holz) verbunden (u.a. Seborg *et al.* 1953, Jämsä und Viitaniemi 1998, Vernois 2001, Welzbacher und Rapp 2003).

Weiterhin kommt es durch die Temperatureinwirkung zu einer Farbveränderung des Holzes (u.a. Schneider 1966, Stingl *et al.* 2006, Sundqvist *et al.* 2006), hervorgerufen durch chromophore Gruppen, die aus phenolischen Verbindungen durch hitzeinduzierte Veränderungen gebildet werden und auch aus Spaltprodukten der thermischen Zersetzung der Hemicellulosen und des Lignins entstehen (McGinnes und Rosen 1984). Diese chromophoren Gruppen, die hitzebehandeltem Holz seine braune bis dunkelbraune Farbe verleihen (u.a. Jämsä und Viitaniemi 2001, Vernois 2001, Rapp und Sailer 2001), sind jedoch nicht UV-stabil und werden bei natürlicher Bewitterung durch UV-Strahlung abgebaut, so dass thermisch modifiziertes Holz im gleichen Maße wie unbehandeltes Holz vergraut (u.a. Sailer *et al.* 2000, Welzbacher *et al.* 2004, Junghans und Niemz 2005). Daneben weist hitzebehandeltes Holz einen typischen "Räuchergeruch" auf, der jedoch nach einiger Zeit verfliegt (u.a. Rapp und Sailer 2001, Vernois 2001).

Die thermische Modifizierung des Holzes führt neben einer Volumenreduktion auch zu einer Massenabnahme, die vergleichsweise stärker ausgebildet ist als die Volumenreduktion, wodurch u.a. die Dichte des Holzes (Kubojima *et al.* 1998, Santos 2000) und somit auch die Wärmeleitfähigkeit von TMT abnehmen (Jämsä und Viitaniemi 2001).

Die Verleimbarkeit von TMT mit industriell eingesetzten Klebstoffsystemen (z.B. auf Basis von Polyurethan oder Resorcin-Phenolharzen) ist prinzipiell möglich (Mayes und Oksanen 2002, Rapp *et al.* 2003), wobei die eingesetzten Klebstoffe hinsichtlich der veränderten Eigenschaften von TMT, z.B. verringerte Scher- und Querkzugfestigkeit und erhöhte Hydrophobizität der TMT-Oberfläche, die zu verringerter Klebstoffpenetration führen kann, angepasst werden müssen (Vernois 2001). Gleiches gilt auch für Oberflächenbeschichtungen mittels Lasuren und Lacken (Rapp *et al.* 2003, 2004).

Die Veränderungen der technologischen Eigenschaften des Holzes durch Hitzebehandlung stehen in einem engen Zusammenhang mit der gewählten Behandlungstemperatur und –dauer (Rapp *et al.* 2003, Nuopponen *et al.* 2003, Wang und Cooper 2005) und weiteren Faktoren, wie z.B. dem verfügbaren Sauerstoff und der Holzfeuchte (Stamm 1956, Patzelt *et al.* 2003). Untersuchungen des Einflusses der Prozessparameter einer Hitzebehandlung auf die Eigenschaftsveränderung des Holzes beschränkten sich bislang auf einzelne Kombinationen von Behandlungstemperatur und –dauer (Santos 2000, Awoyemi und Westermarck 2005), oder aber auf die getrennte Betrachtung der biologischen, physikalischen oder mechanischen Festigkeitseigenschaften (Popper *et al.* 2005, Esteves *et al.* 2007, Joščák *et al.* 2007).

1.3 Entwicklung industrieller Prozesse für die thermische Modifikation

Der erste industrielle Prozess zur Hitzebehandlung von Holz wurde in den 1940er Jahren entwickelt (Stamm *et al.* 1946) und hatte vorrangig die Dimensionsstabilisierung von Holzbauteilen zum Ziel. Für die Herstellung des nach diesem Prozess dimensionsstabilisierten "Staybwood" wurde Holz in einer Metallschmelze hitzebehandelt. Die industrielle Umsetzung war jedoch stark begrenzt, da die Versprödung des Materials durch die Hitzeeinwirkung die Anwendungen stark einschränkte (Seborg *et al.* 1953). In Deutschland wurden erste Versuche zur industriellen Hitzebehandlung von Holz von Burmester (1970, 1973, 1975) durchgeführt, woraus das Feuchte-Wärme-Druck-Verfahren (FWD) zur Erhöhung der Formbeständigkeit von Holzbauteilen entwickelt und patentiert wurde (Burmester 1974). Trotz erhöhter Dauerhaftigkeit und Dimen-

sionsstabilität durch die FWD-Behandlung (Giebeler 1986) erreichte auch dieses Verfahren die Praxisreife nicht, da neben den reduzierten Festigkeitseigenschaften die im Vergleich zur konkurrierenden Schutzmitteltränkung höheren Prozesskosten eine industrielle Umsetzung verhinderten. Erst nachdem Fragestellungen hinsichtlich der Umweltverträglichkeit von Holzschutzmitteln und der Tropenholznutzung marktrelevant wurden, wurde die Entwicklung von Hitzebehandlungsverfahren in den 1980er Jahren wieder aufgenommen. Verschiedene Verfahren zur thermischen Modifikation von Vollholz haben seither Marktreife erlangt, wobei prinzipiell vier Prozesse nach dem für die Wärmeübertragung und dem Sauerstoffausschluss eingesetzten Medium unterschieden werden (Welzbacher und Rapp 2003).

1.3.1 Plato-Verfahren

In den Niederlanden wurde in den 1980er Jahren das Plato-Verfahren ("Providing Lasting Advanced Timber Option") von Mitarbeitern der "Royal Dutch Shell" entwickelt (Ruyter 1989, Ruyter und Hortulanus 1995, Krauhausen 2001). Das unter hohem Druck (bis 1,2 MPa) arbeitende Plato-Verfahren basiert auf vier Prozessstufen (Boonstra *et al.* 1998, Militz und Tjeerdsma 2000, Plato 2002, FelixClercx 2003):

1. Hydrothermolyse in einem Wasserbad unter erhöhtem Druck bei Temperaturen von 165 bis 185 °C für 4 bis 5 h,
2. Trocknungsphase des Holzes in einer konventionellen Trockenkammer über 3 bis 5 Tage (Zielholzfeuchte 8%),
3. Aushärtungsphase des zwischengetrockneten Materials im Temperaturbereich von 150 bis 190 °C für 14 bis 16 h,
4. Klimatisierungs- bzw. Veredelungsstufe für 2 bis 3 Tage.

Mittels Plato-Prozess werden sowohl saftfrische als auch kammergetrocknete Laub- und Nadelhölzer thermisch modifiziert (Militz und Tjeerdsma 2001). Seit dem Jahr 2000 ist eine industrielle Produktionsanlage in Arnheim/ Niederlande in Betrieb (Kegel 2004), deren Kapazität 35.000 bis 50.000 m³/a beträgt (Militz und Tjeerdsma 2001, Plato 2002) bei einer Auslastung im Jahr 2006 von ca. 12.000 m³/a (Hill 2006).

1.3.2 VTT-Verfahren (ThermoWood®)

Am "Valtion Teknillinen Tutkimuskeskus" (VTT), dem Technischen Forschungszentrum von Finnland in Espoo wurde zu Beginn der 1990er Jahre in Zusammenarbeit mit finnischen Holzverarbeitungsunternehmen (Enso Timber Ltd., UPM-Kymmene Timber und Valmet UTEC Ltd.) ein einstufiges Verfahren zur thermischen Modifikation von Vollholz (ThermoWood®-Verfahren) entwickelt (Viitaniemi *et al.* 1994, 1995, Jämsä und Viitaniemi 2001). Mit der Errichtung einer Pilotanlage in Mänttä Anfang der 1990er Jahre erfolgte die industrielle Umsetzung (Syrjänen 2001). Der Prozess, der in einer Hochtemperaturkammer in Wasserdampfatosphäre erfolgt, kann in drei aufeinanderfolgende Phasen unterteilt werden (Jämsä und Viitaniemi 1997, Syrjänen und Kangas 2000, Syrjänen 2001):

1. Erwärmung für bis zu 48 h bis zum Erreichen der Vergütungstemperatur (150 bis 250 °C),
2. Behandlungsphase für bis zu 4 h bei Vergütungstemperatur,
3. Abkühlen und Konditionieren für bis zu 24 h.

Im ThermoWood®-Prozess lassen sich sowohl technisch getrocknete als auch saftfrische Holzsortimente behandeln. Bei Einsatz von saftfrischem Holz für die thermische Modifikation wird der Aufwärmphase eine Heißdampf-Schnell-trocknungsstufe vorgeschaltet (Syrjänen 2001, Jämsä und Viitaniemi 2001). In der Regel werden Nadelhölzer behandelt (*Pinus sylvestris* L. und *Picea abies* Karst.). Daneben werden aber auch Laubhölzer (hauptsächlich *Betula pendula* Roth., *Betula pubescens* Ehrh., *Populus tremula* L.) verwendet (Syrjänen und Kangas 2000, Ikipuu 2000, Stellac® Wood 2000, 2002, Finnforest 2003).

Die industrielle Produktion des ThermoWood® wird in Finnland durch die im Jahr 2000 gegründete "Finnish ThermoWood Association" (FTWA), einem Zusammenschluss von zwölf Thermowood-Produzenten und drei Hitzebehandlungs-Anlagenbauern organisiert und koordiniert (Mayes 2004). Die Mitglieder der FTWA arbeiten bei der Standardisierung, Qualitätskontrolle und der Forschung zusammen, mit dem Ziel, die aktive Verbreitung von ThermoWood®-Produkten zu fördern.

Der Absatz von ThermoWood® befindet sich beständig im Wachstum und belief sich im Jahr 2004 auf ca. 31.000 m³/a, nachdem im Jahr 2001 eine Produktionsmenge von ca. 19.000 m³/a erreicht wurde (Mayes 2004, Hill 2006). Demgegenüber beläuft sich die verfügbare Produktionskapazität der FTWA auf ca. 150.000 m³/a, wovon ca. 100.000 m³/a auf drei große Hersteller konzentriert sind (Hill 2006).

1.3.3 Retifikations-Verfahren

Ein in Stickstoffatmosphäre arbeitender Hitzebehandlungsprozess wurde in den 1980er Jahren in Frankreich an der "École des Mines de St. Etienne" entwickelt (Dirol und Guyonnet 1993), und zu Beginn der 1990er Jahre von verschiedenen Herstellern unter dem Namen "Retifikations-" oder "Torrefikations-Prozess" im Pilotanlagen-Maßstab umgesetzt (CTBA 1998, Mathieu und Chanrion 1999, Vernois 2001). Die einstufige thermische Modifikation erfolgt in einer Behandlungskammer mit einem Restsauerstoffgehalt < 2% bei Temperaturen von 200 bis 260°C für bis zu 3 h. Einsetzbar sind technisch getrocknete Laub- und Nadelhölzer, bevorzugt *Pinus pinaster* Ait. und *Populus tremula* (Vernois 2001). Die industrielle Umsetzung in Frankreich erfolgte 1997 durch die "New Option Wood SA" (NOW) in Saintes, die auch unter dem Namen "Retitech" thermisch modifiziertes Holz als "retifiziertes Holz" anbietet (Vernois 2001, Hill 2006). Die verfügbare Produktionskapazität beträgt ca. 3.500 m³/a (Vernois 2001) wobei sich der jährliche Absatz auf ca. 1.200 m³ beläuft (Hill 2006).

1.3.4 Öl-Hitze-Behandlungsverfahren

In Deutschland wurde Ende der 1990er Jahre ein Hitzebehandlungsprozess an der Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH) in Zusammenarbeit mit der Firma Menz-Holz in Reulbach entwickelt, der darauf basiert, Holz in einem Bad aus pflanzlichen Ölen zu erhitzen (Sailer *et al.* 1999, 2000). Die Öl-Hitze-Behandlung [„Oil-heat treatment“ (OHT)] erfolgt vorwiegend drucklos im Temperaturbereich von 180 bis 260°C für Behandlungsdauern von bis zu 4 h, wobei durch die Aufwärm- und Abkühlphasen eine Prozessdauer von ca. 18 h resultiert (Rapp und Sailer 2000b). Durch den Einsatz von Öl als Wärmeübertragungsmedium wird ein vollständiger Luftabschluss bewirkt, der oxidative

Abbaureaktionen am Holz reduziert (Sailer *et al.* 2000). Im Jahr 2000 begann die industrielle Produktion durch die Firma Menz-Holz, wobei technisch getrocknete Nadel- (vorwiegend *Pinus sylvestris* und *Picea abies*) sowie Laubhölzer (größtenteils *Fraxinus excelsior* L.) Verwendung finden. Die bisher einzige Produktionsanlage für Öl-Hitze-Behandlungen besitzt eine Kapazität von ca. 2.900 m³/a (Rapp und Sailer 2001), wobei die Auslastung in einer Größenordnung von etwa 500 bis 1.000 m³/a liegt.

1.3.5 Weitere Hitzebehandlungs-Verfahren

Neben den vier etablierten Verfahren zur Hitzebehandlung, existiert eine Vielzahl weiterer Techniken zur thermischen Modifikation, die zumeist an eines der beschriebenen Verfahren (Plato, VTT, NOW, OHT) angelehnt sind. Da das Wachstum im Bereich der Thermoholzproduktion ungebremst ist, und fast monatlich neue Produzenten auf dem europäischen Markt erscheinen (*cf.* Homann und Tjeerdsma 2005, Jones 2006), ist die folgende Aufführung von Thermoholz-Verfahren und deren Produzenten nicht vollständig.

In Österreich produziert die von der Mitteramkogler GmbH gegründete Gaflenzer Firma Thermoholz Austria GmbH thermisch modifiziertes Laubholz nach einem dem finnischen VTT-Prozess angelehnten Verfahren in Heißdampf-atmosphäre (Anonymus 2003a, 2003b). Die Produktion wurde im September 2002 aufgenommen (Anonymus 2002b) und kann entsprechend dem ThermoWood[®]-Verfahren in drei Phasen unterteilt werden (Huber 2006): 1. Aufheizen/Trocknung bei 100 bis 135°C, 2. Thermische Modifikation bei 170 bis 230°C für 2 bis 24 h, 3. Auskühlen und Konditionieren. Als weiterer österreichischer Hersteller produziert die Firma Mafi Holzverarbeitungs-GmbH in Schneegattern ein Thermoholz-Produkt, das unter dem Handelsnamen "Mafi-Vulcano" angeboten wird und ebenfalls in einem Heißdampfverfahren entsprechend dem VTT-Prozess hergestellt wird.

In Heißdampf-atmosphäre wird auch thermisch modifiziertes Holz nach dem "Le Bois Perdue-Prozess" des französischen Herstellers BCI/MBS in Saint-Claire-Du-Rhone hergestellt (Mathieu und Chanrion 1999). Technisch getrocknete oder saftfrische Hölzer werden hierbei in einem einstufigen Prozess bei Temperaturen bis zu 250°C vergütet (Vernois 2001).

In Deutschland werden zur Zeit drei eigenständige Hitzebehandlungsverfahren in Heißdampfatmosphäre ausgeführt: Das Sägewerk Hagensieker in Bad Essen produziert thermisch modifiziertes Holz unter dem Handelsnamen "Hestia-Holz[®]", die Firma OWI GmbH in Lohr am Main behandelt vorwiegend Buchenfurniere zur Herstellung von "OWI-Thermoformholz[®]". Der momentan größte deutsche Hersteller von thermisch modifiziertem Holz mit einer Kapazität von 6.000 m³/a ist die Firma Thermoholz Spreewald GmbH in Lübbenau, die das in Russland entwickelte BICOS-Verfahren zur Modifikation von Laub- und Nadelholz anwendet. Das BICOS-Verfahren gleicht einer Hochtemperaturtrocknung im Wasserdampf unter "geringem Druck" (Details nicht offengelegt) bei Behandlungstemperaturen zwischen 170 und 210 °C und einer Prozessdauer von ca. 48 bis 56 Stunden (Schanze 2007).

In der Schweiz stellt die Firma Balz Holz AG in Langenau seit dem Jahr 2003 thermisch modifiziertes Holz in dem von Burmester (1973) und Giebeler (1982) entwickelten Verfahren her (Niemz 2004, Bächle *et al.* 2006). Hierbei werden in einer Produktionsanlage mit einer Kapazität von 3.000 m³/a vorwiegend Nadelhölzer (*Abies alba* Mill. und *Picea abies*), zunehmend aber auch Laubhölzer unter hohem Druck in Stickstoffatmosphäre bei Temperaturen zwischen 160 und 270 °C behandelt.

Eine Abwandlung der Öl-Hitze-Behandlung sind der "Thermex Prozess" des schwedischen Herstellers Bitus AB in Nybro sowie das "IWT-Verfahren" des dänischen Herstellers IWT Iwotech A/S in Brande (Westin 2004). Beide Verfahren kombinieren in der Regel eine thermische Modifikation in einem heißen Pflanzenölbad bei Temperaturen von 160 bis 210 °C mit einer konventionellen chemischen Schutzmittelimprägnierung (Royal-Verfahren). Die Produktionskapazität beläuft sich derzeit auf ca. 4.000 m³/a.

1.4 Notwendigkeit der Qualitätssicherung von thermisch modifiziertem Holz (TMT)

Aus der Vielzahl am Markt vertretener Prozesse zur Hitzebehandlung von Holz erklärt sich die Eigenschaftsdiversität der im Handel verfügbaren TMT-Sortimente. Nicht nur die von den jeweiligen Herstellern verwendeten Prozessdiagramme mit voneinander abweichenden Behandlungstemperaturen und

-dauern beeinflussen die Endprodukteigenschaften des thermisch modifizierten Materials, sondern es wirken sich auch die für die thermische Vergütung eingesetzten Verfahren bei gleicher Temperatur und Dauer durch unterschiedliche Reaktionsbedingungen hinsichtlich der Prozessfeuchte, des Prozessdruckes und des verfügbaren Sauerstoffes auf die Vergütungsintensität aus: Burmester (1973), Wienhaus (1999), Lenth und Kamke (2001) und Obataya *et al.* (2002) berichteten von erhöhter Behandlungsintensität durch Temperatureinwirkung im feuchten Milieu, was auf die Erweichung ("softening") der Hemicellulosen und des Lignins und die dadurch verringerte Temperaturstabilität zurückgeführt werden kann (Kärenlampi *et al.* 2003). Durch erhöhten Prozessdruck wird die Intensität einer Hitzebehandlung ebenfalls gesteigert (Burmester 1973, Boonstra und Tjeerdsma 2006), da durch den erhöhten Druck ein besserer Luft-Wärme-Übergang bewirkt wird (Giebeler 1983). Der während der Behandlung vorhandene Sauerstoffgehalt kann zu variierenden Behandlungsintensitäten bei ansonsten gleicher Temperatur und Dauer führen: Die Anwesenheit von Sauerstoff begünstigt oxidative Abbauprozesse und erhöht somit die Behandlungsintensität (Buro 1954, Topf 1971). Weiterhin ergeben Laub- oder Nadelhölzer bei ansonsten gleichen Behandlungsbedingungen unterschiedliche Vergütungsintensitäten (Kamdem *et al.* 1999, Mitsui *et al.* 2004), da Laubhölzer auf Grund ihres hohen Pentosen-Gehaltes eine geringere Temperaturstabilität aufweisen als Nadelhölzer. Zusätzlich beeinflusst die anatomische Beschaffenheit des zu modifizierenden Materials (Rissigkeit, Astigkeit, Faserverlauf etc.) die Endprodukteigenschaften (Syrjänen 2001, Huber 2006, Bächle *et al.* 2006), da strukturelle Fehler des Holzes durch die Temperatureinwirkung verstärkt werden (Welzbacher *et al.* 2004). Dies führt zu frühzeitigem Versagen von Bauteilen aus hitzebehandeltem Holz bei mechanischer Belastung (Bengtsson *et al.* 2002).

An Hand der großen Zahl von Faktoren, die die Hitzebehandlungsintensität und damit die technologischen Eigenschaften von thermisch modifiziertem Holz beeinflussen, wird deutlich, dass keine pauschale Eigenschaftscharakterisierung für "das TMT" im Allgemeinen möglich ist. Die daraus resultierende Unsicherheit der Endverbraucher hinsichtlich der reproduzierbaren, nachvollziehbaren Materialqualität und der damit verbundenen Verwendbarkeit von TMT wird

durch Werbeaussagen verschiedener Hersteller noch vergrößert: 15 Jahre Garantie auf die Einsatzfähigkeit und Fäulefreiheit von nach dem Plato[®]-Verfahren vergüteten Holz bei Einsatz im direkten Erd- und Wasserkontakt wird seitens des niederländischen Herstellers "Plato Wood Products BV" in Arnheim gewährt (Kegel 2004). Auch FelixClercx (2003) garantiert die Resistenzklasse 1 (sehr dauerhaft) in Verbindung mit einer mindestens 15-jährigen Fäulefreiheit des Felix-Plato[®] Materials, das auch als "Generationsholz" bezeichnet wird. Seitens des finnischen ThermoWood[®]-Produzenten "Stellac Wood Mikkeli OY" wird ebenfalls bei Anwendung im Erdkontakt eine 10-jährige Garantie für ThermoWood[®] der Behandlungsklasse "D2" auf erkennbare Schädigungen durch in der EN 113 (1996) aufgeführte holzerstörende Pilze gewährt (Stellac 2002). Im Gegensatz hierzu wird ein Einsatz von ThermoWood[®]-Produkten im direkten Erdkontakt von anderen Herstellern ausgeschlossen (Ikipuu 2000, Finnforest 2003), was sich mit Anwendungsempfehlungen für TMT-Produkte anderer Verfahren (z.B. OHT, NOW) deckt (Sailer *et al.* 2000, Kamdem *et al.* 2002).

Die Folge dieser kontroversen Aussagen kann eine dauerhafte Rufschädigung thermisch modifizierten Holzes sein, wenn dieses unsachgemäß, den verkaufsfördernden Werbeaussagen folgend eingesetzt wird, und es zum Versagen des TMT-Produktes kommt. Im Interesse der stetig wachsenden Holz-Modifikations-Industrie ist eine nachvollziehbare Qualitätssicherung für die nachhaltige Sicherung und Steigerung der Marktanteile von TMT somit wichtig.

1.5 Ziele der Arbeit

Schwerpunkt dieser Arbeit war es, zum ersten mal ein grundlegendes Eigenschaftsbild von thermisch modifiziertem Holz aus verschiedenen industriellen Produktionsprozessen in vergleichenden, kombinierten Prüfungen mit zugeordneten Prüfkörpern zu erstellen, das die folgenden Charakteristika umfasst:

- mechanische Festigkeits- (**Publikation I, 7.1**) und Oberflächeneigenschaften (**Publikation IX, 7.3**),
- Sorptionsverhalten (**Publikation I, 7.1**),

-
- Dauerhaftigkeit gegenüber Termiten (**Publikation XI, 8.2**),
 - Dauerhaftigkeit gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen im Labor und Freiland (**Publikation II, 7.2**).

Darüber hinaus sollten die Ursachen für die Resistenzerhöhung des Holzes durch die Temperatureinwirkung untersucht werden (**Publikation V, 7.4**).

Ausgehend von den gewonnenen Befunden hinsichtlich der Materialeigenschaften von TMT und bezüglich des Schutzprinzipes einer Hitzebehandlung wurden zwei weiterführende Ziele für die notwendig erscheinende Produktoptimierung formuliert, für die technologische Ansätze entwickelt werden sollten:

- a) Verringerung des Festigkeitsverlustes während einer Hitzebehandlung,
- b) Verbesserung und dauerhafte Sicherstellung primär geforderter Zieleigenschaften, wie Dauerhaftigkeit und Dimensionsstabilität.

Ein möglicher Weg zur Erhöhung der mechanischen Festigkeiten von TMT liegt im Einsatz von vor der Hitzebehandlung thermomechanisch verdichtetem Material, dessen Festigkeitswerte technisch erhöht wurden, so dass der Festigkeitsverlust durch die Temperatureinwirkung ausgeglichen wird (**Publikation V, 7.5 und VI, 7.6**).

Weiterhin ergibt sich die Möglichkeit der Verbesserung und Sicherstellung der Endproduktqualität von TMT durch Optimierung des Hitzebehandlungsprozesses an sich: Hierzu sollte nach der Entwicklung von geeigneten Qualitätsprüfmethoden (**Publikation VIII, 7.7: L*a*b* Farbwertbestimmung; Publikation VIII, 7.8, Publikation X, 8.1: High-energy multiple impact Test**) der Einfluss der Hitzebehandlungsintensität auf die Eigenschaften von TMT ermittelt werden (**Publikation IV, 7.9**).

Die detaillierte Kenntnis des Zusammenhanges zwischen den Behandlungsparametern und der Intensität einer Hitzebehandlung sowie deren Auswirkung auf die Produkteigenschaften stellt einen wesentlichen Beitrag für die industrielle Qualitätssicherung dar.

2 MATERIAL UND METHODEN

2.1 Holzarten

Die in Untersuchungen verwendeten Holzarten nennt Tab. 1.

Tab. 1. Verwendete Holzarten und Zuordnung zur entsprechenden Publikation (Nr.).

Holzart	Botanischer Name	Nr.
Buche	<i>Fagus sylvatica</i> L.	III, VII, X
Eiche	<i>Quercus petraea</i> Liebl.	I, II, III, V
Esche	<i>Fraxinus excelsior</i> L.	X
Eukalyptus	<i>Eucalyptus globulus</i> Labill.	XI
Robinie	<i>Robinia pseudoacacia</i> L.	VIII
Douglasie	<i>Pseudotsuga menziesii</i> Franco	I, II, V
Fichte	<i>Picea abies</i> Karst.	I, II, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, XI
Kiefer	<i>Pinus sylvestris</i> L.	I, II, III, IV, V, VI, VII, IX, X, XI
Lärche	<i>Larix decidua</i> Mill.	I
Seestrand-Kiefer	<i>Pinus pinaster</i> Ait. (syn. <i>P. maritima</i> Mill.)	I, II, XI
Tanne	<i>Abies alba</i> Mill.	I, III, VIII

Die Verwendung der aus den verschiedenen Holzarten hergestellten Prüfkörper, deren Format, Jahrringorientierung, Sortierkriterien sowie Behandlungen sind in den zugehörigen Publikationen genannt.

2.2 Thermische Modifikation

2.2.1 Modifikation im Labormaßstab

Die thermische Modifikation im Labormaßstab erfolgte als Öl-Hitze-Behandlung (Publikation I, 7.1, V, 7.5, VI, 7.6 und XI, 8.2) oder als Luft-Hitze-Behandlung in einem Umluft-Trockenschrank (Typ UT 6420, Heraeus Instruments GmbH, Hanau; Publikation III, 7.3, IV, 7.4, VII, 7.7, VIII, 7.8, IX, 7.9 und X, 8.1).

Für die Öl-Hitze-Behandlung (OHT) wurden die Prüfkörper darrtrocken in ein heißes Rapsölbad gegeben. Die Innentemperatur der Prüfkörper sowie die Öltemperatur wurde über Thermoelemente („Thermocouple“ Typ K, No. 102695, Conrad Electronic, Hirschau) eines an einem Notebook angeschlossenen Digitalmultimeters (Typ 3850 D, Conrad Electronic, Hirschau) aufgenommen und für die manuelle Prozesssteuerung verwendet. Die Zeit der Vergütung wurde über die Holzinnentemperatur bestimmt (Abb. 1).

Temperatur im Holzinneren [°C]

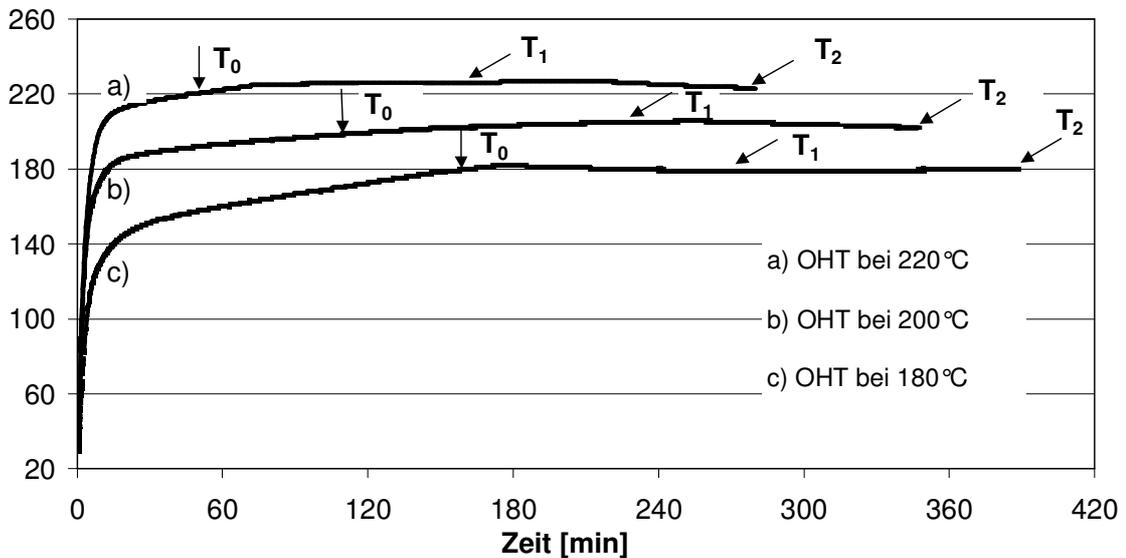


Abb. 1. Holztemperaturverlauf während einer Öl-Hitze-Behandlung (OHT) im Labor bei 180, 200 und 220 °C für 2 h ($T_0 - T_1$) und 4 h ($T_0 - T_2$).

Durch die prozessbedingte Öl-Aufnahme der OHT-Prüfkörper während des Behandlungsprozesses war eine exakte Bestimmung der Massenabnahme durch die Hitzebehandlung nicht möglich. Deshalb wurden zusätzlich Hitzebehandlungen im Umluft-Trockenschrank durchgeführt. Hierzu wurden Proben darrtrocken in Aluminiumfolie eingewickelt, um den Luft-Sauerstoffzutritt und damit verbundene oxidative Prozesse zu minimieren. Die Prozesssteuerung erfolgte wie bei einer OHT manuell über die im Holzinneren gemessene Temperatur. Aus der Darrmasse vor (m_0) und nach (m_{HT}) der Hitzebehandlung errechnete sich die Massenabnahme durch die Hitzebehandlung [„decrease in mass“, (dm)], die ein Maß der Hitzebehandlungsintensität darstellt (Gleichung 1):

Gleichung 1. Berechnung der Massenabnahme (dm) als Maß der Behandlungsintensität

$$dm = \frac{(m_0 - m_{HT})}{m_0} \cdot 100 [\%]$$

Die nachfolgende Tab. 2 gibt einen Überblick über die in den verschiedenen Hitzebehandlungen im Labormaßstab eingesetzten Holzarten, Probenformate, Prozesstypen, Behandlungstemperaturen und -dauern.

2 MATERIAL UND METHODEN

Tab. 2. Holzart, Vergütungsprozess, Format (axial x radial x tangential), Hitzebehandlungstemperatur und –dauer sowie Zuordnung zur entsprechenden Publikation (Nr.) der hitzebehandelten Prüfkörper; OHT = Öl-Hitze-Behandlung, HT = hitzebehandelt im Umluft-Trockenschrank.

Holzart	Prozess	Format [mm]	Temperatur [°C]	Dauer [h]	Nr.
Fichte	OHT	600x100x50	180 200 220	4	I
Fichte	OHT	500x140x20	220	4	V
Fichte	OHT	100x25x25	180 200 220	2; 4	VI
Fichte Kiefer Eukalyptus	OHT	30x10x10	220	4	XI
Buche Tanne	HT	120x120x16	200 220	2; 4; 6	III
Eiche Kiefer	HT	35x10x10	200 220		
Fichte Kiefer	HT	5x20x20	200 220	3	IV
Fichte Kiefer	HT	20x20x20	220	0,25; 0,5; 0,75; 1; 1,25; 1,75; 2,25; 3,25	VII
Buche	HT			0,5; 1; 2; 2,5; 3,5; 5; 8; 11	
Tanne	HT	10x20x20	160 180 200 220 240	4 4 2; 4 4 2; 4; 6	VIII
Fichte	HT	10x5x20	180 200 210 220 240	4; 8; 12; 16; 24; 34; 48,5; 72 1; 2; 3,5; 6; 10; 15; 16,75; 24; 75 0,75; 1,5; 2,5; 4; 6; 9; 13,5; 15,5 0,5; 1; 2; 2,5; 3,5; 5; 8; 9 0,25; 0,5; 1; 1,5; 1,75; 2,25; 3; 4	IX
Fichte	HT	10x20x20	250	1; 0,75; 1,5; 2,25; 3; 3,75; 4,5; 5,25; 5,9; 6,6; 7,3; 8; 8,25	X

Die Verwendung der einzelnen Proben in unterschiedlichen Untersuchungen, Parallelenanzahl, Jahrringorientierung sowie Sortierkriterien sind in den entsprechenden Publikationen genannt.

2.2.2 Modifikation im industriellen Maßstab

Neben den im Labormaßstab hergestellten Prüfkörpern wurden auch OHT-Proben aus von Firma-Menz Holz in Reulbach im industriellen Maßstab vergüteten Sortimenten gefertigt und für verschiedene Untersuchungen eingesetzt (Publikationen VI, 7.6 und VIII, 7.8). Die industrielle Herstellung Öl-Hitze-behandelten Holzes erfolgte nach dem in Abb. 2 beispielhaft gezeigten Prozessdiagramm.

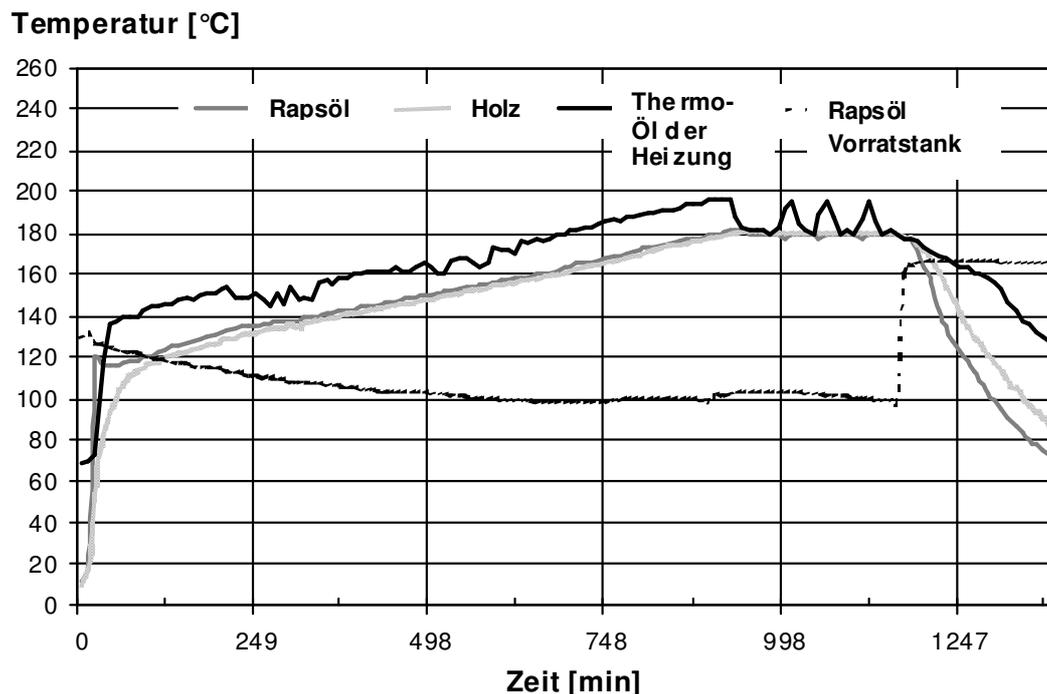


Abb. 2. Prozessdiagramm einer industriellen Öl-Hitze-Behandlung (OHT) von Fichtenholz (2000x25x215 mm; axial x radial x tangential) bei 180°C für 4 h; Thermo-Öl der Heizung = für die Beheizung der Heizelemente in einem geschlossenen Kreislauf geführtes synthetisches Öl mit einem Siedepunkt > 300°C.

Tab. 3 zeigt die Behandlungsparameter der industriell vergüteten Sortimente.

Tab. 3. Holzart, Format (axial x radial x tangential), Öl-Hitze-Behandlungstemperatur und -dauer sowie Zuordnung zur entsprechenden Publikation (Nr.) der industriell vergüteten Prüfkörper.

Holzart	Format [mm]	Temperatur [°C]	Dauer [h]	Nr.
Fichte	2000x215x22	200 220	2; 4	VI
Fichte Tanne	1000x140x40	180 220	4	VIII

Für vergleichende Untersuchungen der biologischen und physikalischen Eigenschaften (Publikation I, 7.1 und II, 7.2) wurde neben definiert industriell Öl-Hitze-vergüteten Materialien auch hitzebehandeltes Vollholz aus dem deutschen Holzhandel bezogen. Für diese in Tab. 4 aufgeführten Materialien lagen keine Details hinsichtlich der jeweiligen Behandlungsparameter vor.

Tab. 4. Holzart, Hitzebehandlungsprozess, Hersteller sowie Zuordnung der Materialien zur entsprechenden Publikation (Nr.).

Holzart	Prozess	Hersteller	Nr.
Fichte	Plato	PLATO Hout B.V. NL, Wildekamp 1 B; NL-6704 AT Wageningen	I, II
Kiefer	ThermoWood®	Kestopuu/ Ikipuu OY, SF-82 200 Hammaslahti	I, II
Seestrand-Kiefer	Retifikation/ NOW	N.O.W., Sernam 116, Rue de Sassau, F-75921 Paris CE	I, II
Kiefer	OHT	Menz-Holz, Waldmühlenweg 11, D-36115 Ehrenberg-Reulbach	I, II

Die Verwendung der industriell vergüteten als auch aus dem Holzhandel bezogenen Materialien in unterschiedlichen Untersuchungen, die eingesetzten Formate, Parallelenanzahlen, Jahrringorientierungen sowie Sortierkriterien sind in den zugehörigen Publikationen aufgeführt.

2.3 Thermo-mechanische Verdichtung

Unbehandelte Fichte mit einer durchschnittlichen Rohdichte von 520 kg/m³ bei einer Holzfeuchte von 12% wurde für den thermo-mechanischen Verdichtungsprozess eingesetzt.

Für die Optimierung von Prozessparametern der thermo-mechanischen Verdichtung (Publikation VI, 7.6) hinsichtlich einer verbesserten Dimensionsstabilität des komprimierten Materials wurde ein variabel regelbarer Laborprozess zur Verdichtung eingesetzt. Die Verdichtung erfolgte an unbehandelten Fichtenholzproben der Dimension 100x100x46 mm (axial x tangential x radial) in vorwiegend radialer Richtung in einer Laborheißpresse der Technischen Universität Dresden. Die Pressbleche von 400 mm x 400 mm waren stufenlos bis 240°C beheizbar. Das Verfahren zur Pressholzherstellung in einer Laborpresse (Abb. 3) ist aus drei Prozessschritten zusammengesetzt:

- 1) Aufheizen der Holzproben bis zu einer Temperatur von 110 – 130°C in der Probenmitte,
- 2) Kontinuierliche Erhöhung der Presskraft auf 400 kN (= 2,5 MPa resultierender Pressdruck) und gleichzeitige Erwärmung auf die Zieltemperatur (140°C in dem in Abb. 3 gezeigten Beispiel), Pressgeschwindigkeit ca. 1 mm^{-min*}; sobald die Zieldistanz erreicht war (24 mm), wurde der Pressdruck reduziert und die Phase der Verdichtung ($t_0 - t_i$) begann.
- 3) Nach einer definierten Verdichtungsdauer wurde die Presse aktiv rückgekühlt und der Pressdruck reduziert. Die Pressenöffnung erfolgte bei Temperaturen unter 75°C, da das Pressgut bei Temperaturen oberhalb 80°C noch plastisch verformbar ist.

*) Eine schnellere Verdichtung beeinträchtigt die Pressholzqualität durch Rissbildung und erhöht den Energieaufwand.

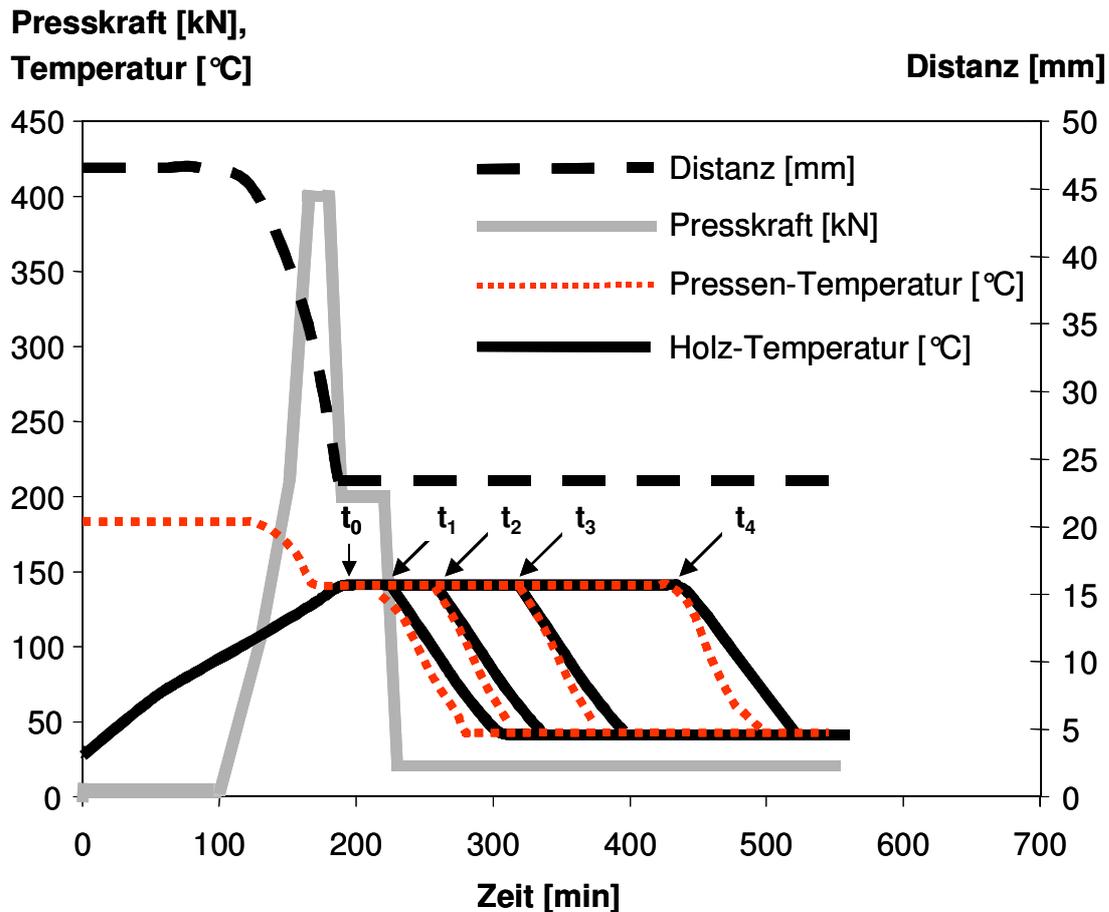


Abb. 3. Schema eines weggesteuerten Labor-Prozesses zur thermo-mechanischen Verdichtung von Vollholz von 46 mm Dicke auf 24 mm Dicke bei 140°C und verschiedenen Verdichtungsdauern: 30 min ($t_0 - t_1$), 60 min ($t_0 - t_2$), 120 min ($t_0 - t_3$), 240 min ($t_0 - t_4$).

Mittels dieses Laborprozesses wurde Fichtenholz bei 140, 160, 180 und 200°C für jeweils 30, 60, 120 und 240 min thermo-mechanisch verdichtet (Publikation VI, 7.6).

Zusätzlich zu dem im Labor hergestellten komprimierten Material wurde für die Untersuchung großformatiger Proben (Publikation V, 7.5 und VI, 7.6) ein kommerzieller Verdichtungsprozess der Firma Dehonit in Kirchhündem, Deutschland, und Dehonit FALKE in Sokolov, Tschechische Republik, ausgeführt. Der Prozessablauf einer industriellen Verdichtung von Vollholz ist mit der Verdichtung im Labormaßstab (Abb. 3) vergleichbar, wie aus Abb. 4 zu ersehen ist.

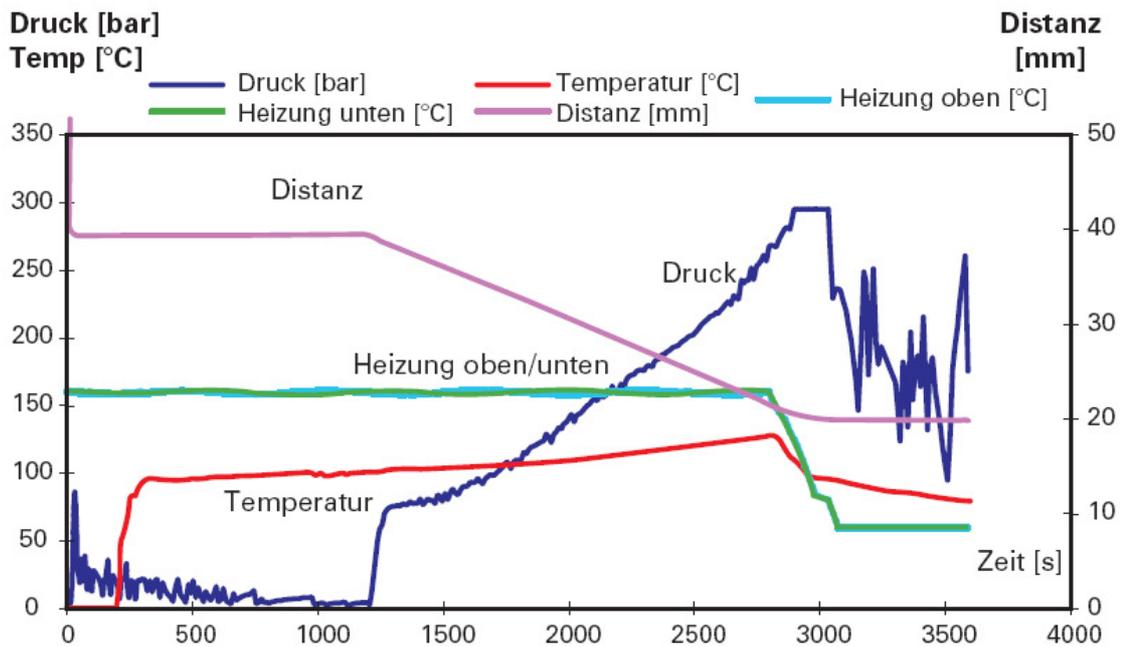


Abb. 4. Weggesteuertes Pressdiagramm mit vorgeheizten Proben zur industriellen Verdichtung von 40 mm auf 20 mm.

Ebenso wie im Labormaßstab gezeigt, lassen sich 3 Prozessschritte unterteilen:

- 1) Aufheizen der Holzproben bis zu einer Temperatur von 130°C in Probenmitte.
- 2) Kontinuierliche Erhöhung des Pressdruckes auf 25 MPa (= 250 bar) und gleichzeitige Erwärmung auf 130°C. Die Verdichtung erfolgte nach Erreichen des Plastifizierungspunktes von Lignin mit 30 MPa (= 300 bar).
- 3) Nach der Rückkühlung unter 75°C wurde der Pressdruck reduziert. Die Abkühlgeschwindigkeit erhöhte sich auf Grund der erhöhten Temperaturleitfähigkeit (höhere Dichte) deutlich über 2 mm Holzdicke pro Minute.

Im industriellen Maßstab wurden Fichtenvollholzbretter der Dimension 1000x150x40 mm (ax. x tang. x rad.; Publikation V, 7.5) durch die Firma Dehonit bei 130°C für 30 min in einer beheizbaren Mehretagenpresse (Pressblechfläche 2000 mm x 1500 mm) verdichtet. Weiterhin wurden Proben der Dimension 2000x215x46 mm (ax. x tang. x rad.; Publikation VI, 7.6) in einer

beheizbaren Mehretagenpresse (Pressblechfläche: 2000 mm x 1350 mm) der Firma Dehonit FALKE bei 160 °C für 30 min komprimiert (Abb. 5).

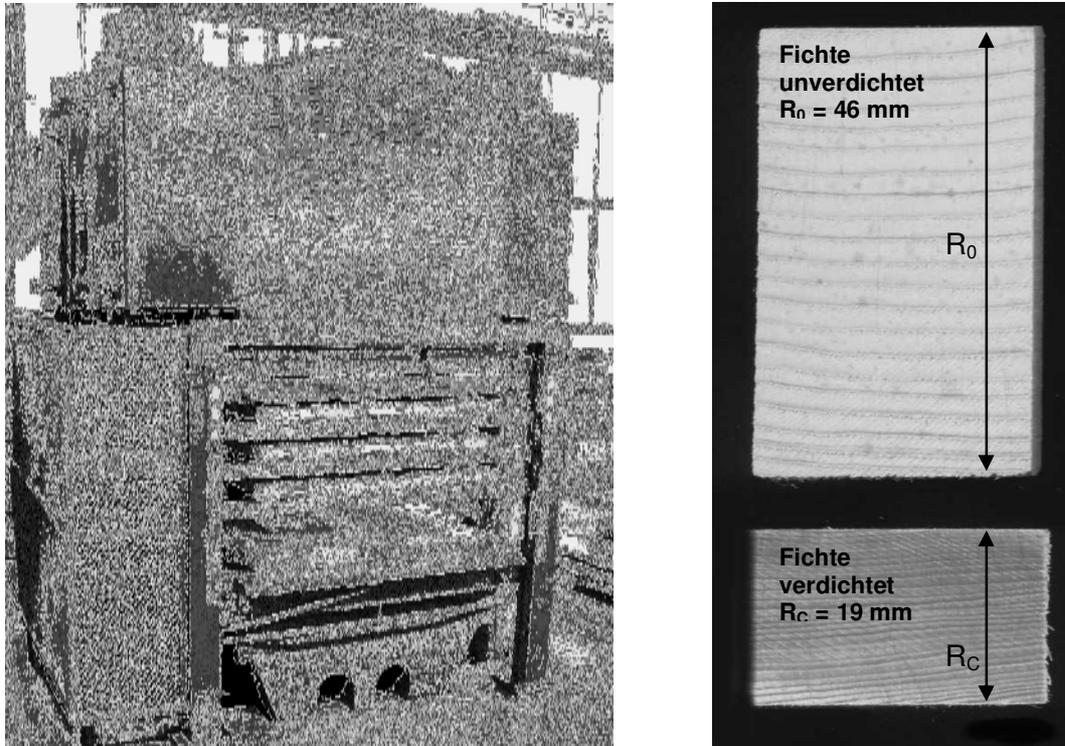


Abb. 5. Links: Beheizbare Mehretagenpresse der Firma Dehonit FALKE in Sokolov/Tschechische Republik mit eingelegten Fichtenbohlen [2000x215x46 mm (ax. x tang. x rad.)] vor der Verdichtung; rechts: Querschnitt unverdichteter Fichtenprüfkörper und thermomechanisch verdichteter Prüfkörper.

Als Kenngröße zur Charakterisierung des verdichteten Materials wurde der Verdichtungsgrad (C), bzw. „Compression-set“, bestimmt, wobei R_0 die Stärke des Materials vor der Verdichtung ist und R_C die Stärke nach der Komprimierung:

Gleichung 2. Berechnung des Verdichtungsgrades

$$C = \frac{R_0 - R_C}{R_0} \cdot 100 [\%]$$

Weiterhin wurde der „Spring-Back“, der das Rückspringen bzw. Wiederausdehnen der komprimierten Holzproben nach der Verdichtung beschreibt, bestimmt. Dieser Spring-Back ist in zwei Phasen unterteilt:

- der Press-Spring-Back, der das Wiederausdehnen direkt nach Pressenöffnung, ohne den Einfluss von Feuchte, Flüssigkeit oder anderen Medien beschreibt (Gleichung 3),
- der Vessel-Spring-Back („vessel“, engl. für Behandlungsgefäß), der das Wiederausdehnen bei weiterer Behandlung, z.B. durch eine Hitzebehandlung im heißen Ölbad charakterisiert (Gleichung 4).

Für die Berechnung des Press-Spring-Back wurde die durch die Distanzleisten während der Verdichtung definierte Stärke der verdichteten Proben in der geschlossenen Presse ($R_{C\text{ belastet}}$) zugrunde gelegt sowie die Stärke der Proben direkt nach Pressenöffnung im entspannten Zustand ($R_{C\text{ entlastet}}$) auf 0,01 mm genau ermittelt:

Gleichung 3. Berechnung des Press-Spring-Back

$$S_P = \frac{R_{C\text{ entlastet}} - R_{C\text{ belastet}}}{R_{C\text{ belastet}}} \cdot 100 [\%]$$

Für den Vessel-Spring-Back wurde weiterhin die Stärke der verdichteten Fichtenbretter nach erfolgter Öl-Hitzebehandlung ($R_{C\text{ OHT}}$) auf 0,01 mm genau bestimmt:

Gleichung 4. Berechnung des Vessel-Spring-Back

$$S_V = \frac{R_{C\text{ OHT}} - R_{C\text{ entlastet}}}{R_{C\text{ entlastet}}} \cdot 100 [\%]$$

Sowohl der Press- als auch der Vessel-Spring-Back sind Komponenten des „Compression-set Recovery“ (C_{Recovery} , Gleichung 5), der das Wiederaufquellen des Pressgutes nach Feuchtebeanspruchung oder Flüssigkeitskontakt beschreibt, wobei $R_{C\text{ feucht}}$ die Stärke des Materials nach der Feuchtebeanspruchung ist:

Gleichung 5. Berechnung des Compression-set Recovery

$$C_{\text{Recovery}} = \frac{R_{C \text{ feucht}} - R_{C \text{ entlastet}}}{R_0 - R_{C \text{ entlastet}}} \cdot 100 [\%]$$

2.4 Bestimmung von mechanischen Eigenschaften

2.4.1 Statische Festigkeiten

Die Biegefestigkeit und der Biege-Elastizitätsmodul wurden in Anlehnung an DIN 52186 (1978) durch Dreipunktbiegung fehlerfreier Kleinproben der Dimension 200x10x10 mm (ax. x tang. x rad.; Publikation I, 7.1 und V, 7.5) auf einer computergesteuerten Universalwerkstoffprüfmaschine (Firma Karl Frank GmbH, Weinheim) im statischen Prüffeld der Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH).

2.4.2 Dynamische Festigkeit

Die Bruchschlagarbeit wurde zur Charakterisierung der dynamischen Festigkeit ermittelt. In Anlehnung an DIN 52 189 (1981) wurde die Bruchschlagarbeit an fehlerfreien Kleinproben der Dimension 200x10x10 mm (ax. x tang. x rad.) mit einem Pendelschlagwerk bestimmt (Publikation I, 7.1 und V, 7.5).

2.4.3 High-energy multiple impact (HEMI)-Test

Zur Charakterisierung der Vergütungsintensität einer Hitzebehandlung wurde der High-energy multiple impact (HEMI)-Test, eine dynamisch beanspruchende, mechanische Prüfmethode entwickelt. Herleitung, Details zu den einzelnen Berechnungsgrößen und Entwicklungsschritten sowie zu Optimierungsversuchen sind der Publikation VIII, 7.8 beschrieben. Zum prinzipiellen Ablauf der Methode:

Mittels HEMI-Test werden Holzproben der Dimension 10x20x20 mm (ax. x tang. x rad.) vielfach durch unterschiedliche Kugelschläge beansprucht, wodurch multiple Brüche an den Hölzern hervorgerufen werden. Je fünf Prüfkörper (= 20 cm³ Gesamtprüfkörpervolumen) wurden durch sieben Stahlkugeln unterschiedlicher Durchmesser zerschlagen (1 x 35 mm, 3 x 12 mm und 3 x 6 mm), die in einem Edelstahlbecher (140 mm innerer Durchmesser, 48 mm Höhe;

Abb. 6) einer Schwingscheibenmühle (Typ HSM 100; Herzog Maschinenfabrik, Osnabrück) beschleunigt wurden.

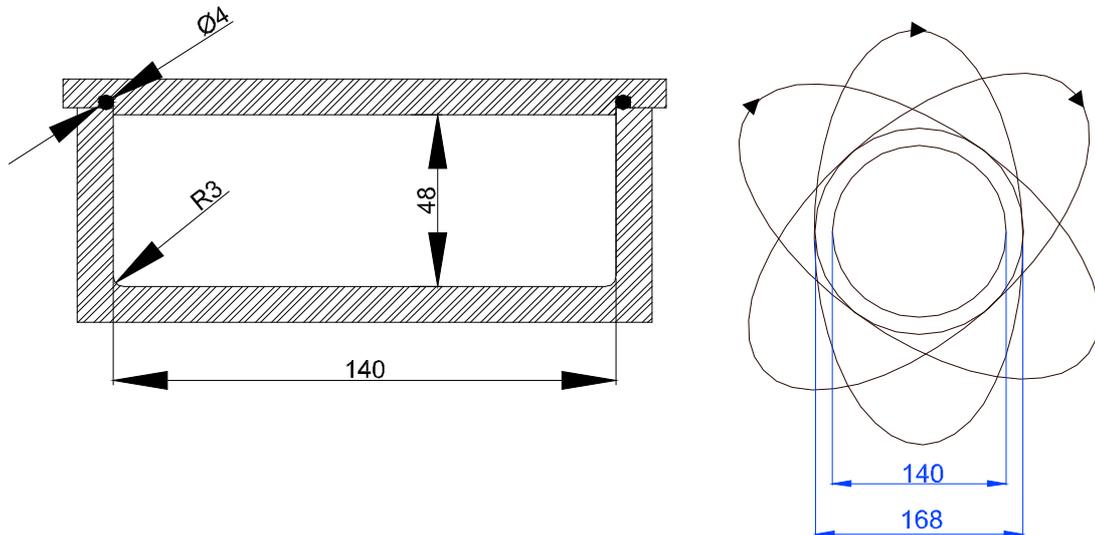


Abb. 6. Schnittzeichnung eines Edelstahlschlagbechers zur Durchführung des HEMI-Tests in einer Schwingscheibenmühle (links) und Aufsicht mit Richtungspfeilen zur Verdeutlichung der typisch rotierenden Bewegung des Schlagbechers (rechts); R3 = Innenradius (3 mm) des Edelstahlschlagbechers, Ø4 = Durchmesser (4 mm) des Gummidichtringes des Deckelverschlusses.

Der Becher wurde 60 s mit einer Rotationsfrequenz von $23,3 \text{ s}^{-1}$ und einem Hub von 12 mm beschleunigt, um durch die Stahlkugeln multiple dynamische Beanspruchungen auf die Holzproben zu bewirken. Die Bruchfragmente von insgesamt zehn Proben (= 40 cm^3 Gesamtvolumen) wurden mit Schlitzsieben verschiedener Schlitzweite auf einem kreisförmig rotierenden Horizontalschüttler mit einem Hub von 25 mm und einer Rotationsfrequenz von 250 min^{-1} für 10 min fraktioniert. Folgende Fraktionen wurden unterschieden und gewogen:

- Fraktion 1 (F1) >5 mm Grobfraktion,
- Fraktion 2 (F2) 3–5 mm,
- Fraktion 3 (F3) 2–3 mm,
- Fraktion 4 (F4) 1–2 mm,
- Fraktion 5 (F5) <1 mm Feinfraktion.

Den Edelstahlschlagbecher mit Fragmenten hitzebehandelter Prüfkörper und zum Zerschlagen verwendete Kugeln nach der HEMI-Prüfung zeigt Abb. 7.



Abb. 7. HEMI-Prüfung: Edelstahlschlagbecher samt Fragmenten und Stahlkugeln.

Aus den durch Siebung erhaltenen Fraktionen wurde die „Resistance to impact milling“ (RIM) als Kenngröße zur Charakterisierung der Vergütungsintensität erzeugt. Die RIM kann die Werte 0 bis 100% annehmen, wobei der Berechnung (Gleichung 6) die Größen Integritätsgrad I und Feinanteil FA zugrunde liegen:

Gleichung 6. Berechnung der „Resistance to impact milling“ (RIM)

$$RIM = (I - 3 \cdot FA + 300) / 4 \quad [\%]$$

Nach Gleichung 7 ist der Integritätsgrad I das Verhältnis der Masse der 10 größten Reststücke ($m_{10 \text{ größte Reststücke}}$) nach Zerschlagung zur Gesamtmasse aller Siebfraktionen m_{Gesamt} , wobei gilt:

Gleichung 7. Berechnung des Integritätsgrades

$$I = \frac{m_{10 \text{ größte Reststücke}}}{m_{\text{Gesamt}}} \cdot 100 \quad [\%]$$

Der Feinanteil FA ist das Verhältnis der Masse der Feinfraktion (F5, <1 mm) zur Gesamtmasse aller Siebfraktionen m_{Gesamt} in %. Die Prüfgröße RIM korreliert eng mit der Vergütungsintensität einer Hitzebehandlung, die als Massenabnahme durch die Hitzebehandlung ausgedrückt werden kann. Mit steigender Vergütungsintensität sinkt die RIM.

Abweichend zur ursprünglichen Definition der HEMI-Methode in Publikation IX, 7.8 wurden in weiteren Untersuchungen (Publikation IX, 7.9) Holzproben der Dimension 10x5x20 mm (ax. x rad. x tang.) verwendet. Für das Zerschlagen wurden 20 Proben (= 20 cm³ Gesamtvolumen) eingesetzt. Das neue, kleinere Format erforderte eine Optimierung der bestehenden Methode hinsichtlich des Einsatzes einer geeigneten Kugelmischung, um die verschiedenen Materialien bzw. Hitzebehandlungsintensitäten signifikant zu unterscheiden. Durch die Verwendung verschieden großer Stahlkugeln ließ sich die dynamische Schlagenergie auf die Besonderheiten des zu prüfenden Materials anpassen. Die kleineren Stahlkugeln (3 x 12 mm und 3 x 6 mm Durchmesser) sind im Gegensatz zur großen Stahlkugel nicht für das Zerschlagen der Prüfkörper verantwortlich, sondern dienen dazu, die Bruchstücke aus den für die große Kugel unzugänglichen Randbereichen des Schlagbechers zu befördern. Für Untersuchungen mit Nadelholzproben des Formates 10x5x20 mm wurde folgende Kugelmischung eingesetzt: 1 x 40 mm, 3 x 12 mm und 3 x 6 mm.

2.4.4 Bestimmung des Abriebwiderstandes und der Härte

2.4.4.1 Abrieb mittels Shaker-Methode

Der Abriebwiderstand wurde mit der „Shaker-Methode“ nach Brischke (2003) an Prüfkörpern der Dimension 35x10x10 mm (ax. x rad. x tang.) ermittelt (Publikation III, 7.3). Jeweils fünf Proben wurden zusammen mit 400 g Edelstahlkugeln (Durchmesser 6 mm) in einer Polyethylen-Flasche (Volumen 500 ml) in einem Überkopfschüttler (Fa. Gewinn-Hofmann GmbH, Berlin) eingespannt und durch Rotation von 28 min⁻¹ für 72 h auf Abrieb beansprucht (Abb. 8).

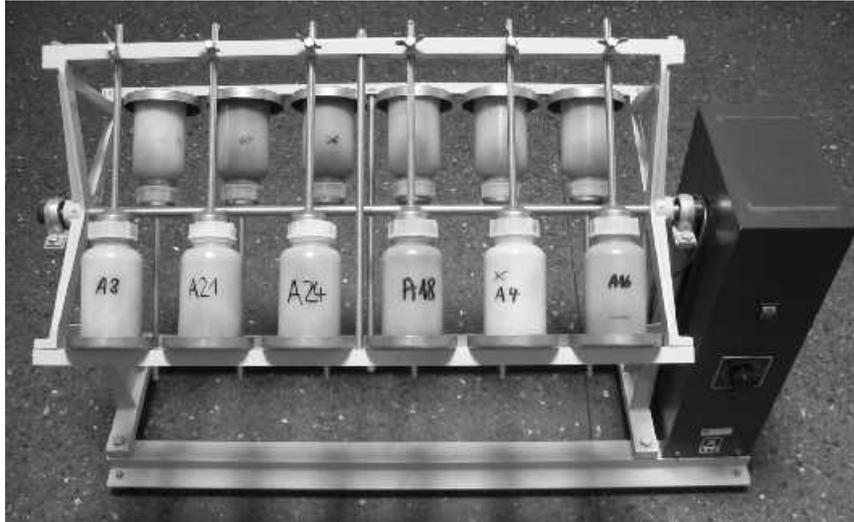


Abb. 8. Versuchsaufbau für die „Shaker-Methode“: Überkopfschüttler mit eingespannten Polyethylen-Flaschen.

Gemessen wurden sowohl der Masse- als auch der Dimensionsverlust der Proben durch die abrasive Beanspruchung.

2.4.4.2 Abrieb mittels Taber-Abraser-Methode

Der Taber-Abraser ist eine Prüfmaschine, mit der nach DIN EN 438-2 (1991) das Verhalten dekorativer Oberflächen von Hochdruck-Schichtpressstoffplatten bei Abriebbeanspruchung bestimmt wird. Während der Prüfung wird die Oberfläche solange schleifend beansprucht, bis die Oberschicht (in der Regel die melaminharzgetränkte Papierdecklage) durch Abrasion abgetragen ist. Da bei Vollholz nicht zwischen verschiedenen Schichten unterschieden wird, wurde die Prüfung in Anlehnung an DIN EN 438-2 (1991) mit folgenden Modifikationen durchgeführt: Bei 20°C Umgebungstemperatur und 65% relativer Luftfeuchte (im folgenden als „Normklima“ bezeichnet) konditionierte Proben der Dimension 7x100x100 mm (rad. x tang. x ax.) mit einem Jahrringwinkel von 45° wurden in ein Prüfgerät (Taber Abraser Model 174, New York) eingesetzt (Abb. 9). Die zwei Reibräder mit einer Masse von jeweils 750 g wurden mit Schleifpapier der Körnung S 42 beklebt und auf den in einen Halter eingespannten Prüfkörper gesetzt. Der Halter rotierte mit etwa 60 min⁻¹. Als Messgrößen dienten Masse- und Dickeyverlust nach 1000 Umdrehungen.



Abb. 9. Versuchsaufbau für die Taber-Abraser-Methode mit eingelegter unbehandelter Kontrolle.

2.4.4.3 Härteprüfung nach Brinell

Die Brinellhärte (H_B) wurde statisch in Anlehnung an DIN EN 1534 (2000) an Probehölzern der Dimension 7x100x100 mm (rad. x tang. x ax.) mit 45° orientierten Jahrringen geprüft. Dazu wurde eine polierte Stahlkugel des Durchmessers 10 mm innerhalb von 25 ± 5 s unter definierter, konstanter Krafteinwirkung in die Probe eingedrückt. Dieser Eindruck-Durchmesser wurde gemittelt aus längerem und kürzerem Kalottendurchmesser für die Berechnung der Brinellhärte herangezogen, und lag zwischen 3 und 6 mm. Die Berechnung erfolgte nach Gleichung 8, wobei F die Kraft in N, D der Durchmesser der Stahlkugel in mm und d der Durchmesser der Kugelkalotte in mm ist:

Gleichung 8. Berechnung der Brinellhärte

$$H_B = \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D \cdot (D \sqrt{D^2 - d^2})} \quad [N / mm^2]$$

An jedem getesteten Prüfkörper wurden fünf Eindruckwiderstände gemessen.

2.5 Bestimmung von physikalischen und optischen Eigenschaften

2.5.1 Holzausgleichsfeuchte

Die Holzausgleichsfeuchte [„Equilibrium moisture content“ (EMC)] von verschieden thermisch modifiziertem Material wurde im Klima 20°C/75% rLF bestimmt. Hierzu wurden Proben der Dimension 10x5x20 mm (ax. x rad. x tang.; Publikation IX, 7.9) bzw. 5x20x20 mm (ax. x rad. x tang.; Publikation IV, 7.4) über gesättigter NaCl-Lösung bei 20°C Umgebungstemperatur in Exsikkatoren bis zum Erreichen der Massenkonstanz gelagert. Die Exsikkatoren waren mit Axialventilatoren zwischen der Salzlösung und den Holzproben ausgestattet, so dass durch die konstante Luftströmung von 1,3 m/s eine gleichmäßige Luftfeuchte im Exsikkator gewährleistet und zudem ein Schimmelwachstum verhindert wurde. Die Holzausgleichsfeuchte wurde gravimetrisch nach DIN 52 183 (1977) berechnet.

2.5.2 Feuchteinduziertes Befallsrisiko

Der MRI („Moisture induced Risk Index“) als Maß für das feuchteinduzierte Befallsrisiko wurde für 18 Monate lang freibewittertes sowie unbewittertes Material des Plato-, ThermoWood®- und Öl-Hitze-Prozesses in Anlehnung an Rapp *et al.* (2000) bestimmt (Publikation I, 7.1). Für die Bestimmung des MRI wurde die Steigung einer den Holzfeuchteverlauf während der Absorptions- und der Desorptionsphase beschreibenden Kurve jeweils im Punkt 25% Holzfeuchte durch lineare Regression ermittelt.

Absorption

Die auf 12% Holzfeuchte konditionierten Holzproben der Dimension 500x50x25 mm (ax. x tang. x rad.) wurden in einer Edelstahlwanne in Leitungswasser untergetaucht bei 20°C für sieben Tage gelagert. Jeweils separate Wannen wurden für Öl-Hitze-vergütete, Luft-Hitze-vergütete (Plato, ThermoWood®, NOW) und unbehandelte Prüfkörper verwendet. Während der Wasserlagerung wurden verschiedene Intervalle für eine gravimetrische Bestimmung der Wasseraufnahme und daraus folgende Ermittlung der Holzfeuchte gewählt.

Um die Steigung im Punkt 25% Holzfeuchte mittels linearer Regression zu berechnen, wurden vier Messpunkte herangezogen, die zwischen 20 und 30% Holzfeuchte lagen. Als Vorgabe wurde die erste Messung nach 0,5 h Wasserlagerung durchgeführt, weiterhin wurde mindestens einmal täglich die Masse der Proben bestimmt. Erreichten die Proben auch nach sieben Tagen Absorption eine mittlere Holzfeuchte von 25% nicht, so ergab sich die Steigung der Absorptionskurve aus der Holzfeuchteänderung und den Zeitpunkten der letzten beiden Messpunkte. Nach 168 h Wasserlagerung wurden die Hölzer in Windkanälen im Normklima für die Desorptionsphase exponiert.

Desorption

Für die Desorption wurden vier aus je 25 Windkanälen (innerer Durchmesser 71 mm) bestehende Versuchseinheiten entwickelt und im Normklima verwendet (Abb. 10).



Abb. 10. Aufbau der Versuchseinheiten aus jeweils 25 kalibrierten Windkanälen.

Durch einseitig an den Windkanälen aufgesetzte kalibrierte Axial-Ventilatoren wurde ein saugender Luftstrom mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 1,3 m/s in jedem einzelnen Windkanalsegment erzielt. Analog zur Berechnung der Absorptionskurve wurde die Desorption gravimetrisch nach gewählten Intervallen im Punkt 25% Holzfeuchte ermittelt.

Hierzu wurden vier Messpunkte gewählt, die zwischen 30 und 20% Holzfeuchte lagen. Als Vorgabe wurde die erste Messung nach 0,5 h durchgeführt, weiterhin

erfolgte mindestens einmal täglich die Bestimmung der Masse der Proben. Wenn die Holzfeuchte der Probehölzer zu Beginn der Desorptionsphase unter 25% Holzfeuchte lag, wurde die Holzfeuchteänderung der ersten beiden Messpunkte zur Bestimmung der Desorptionsgeschwindigkeit herangezogen.

Berechnung des MRI

Die Abbildung 11. zeigt schematisch den Holzfeuchteverlauf mit den für die Berechnung notwendigen Steigungen.

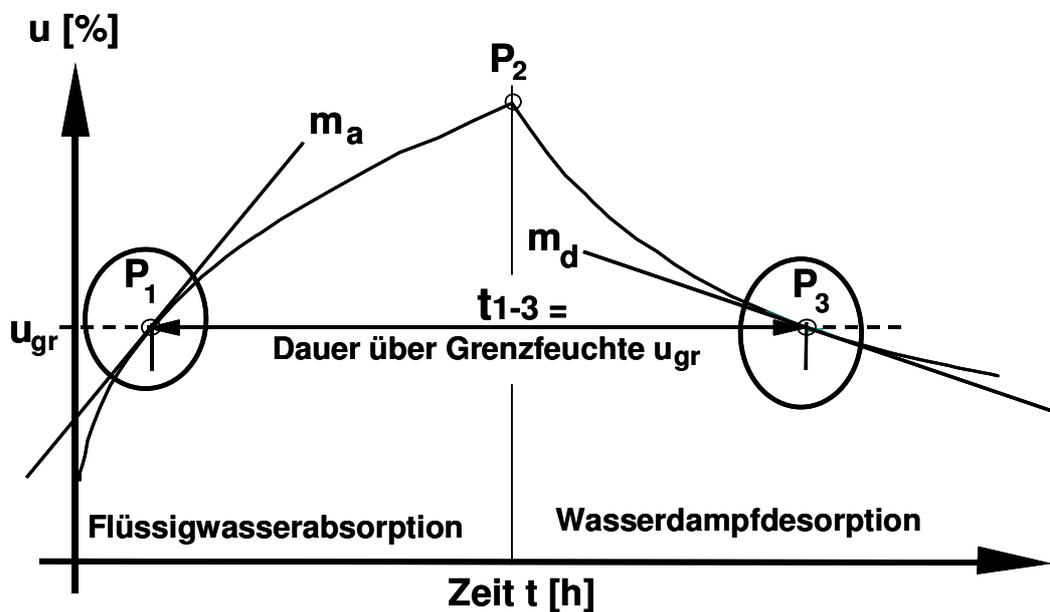


Abb. 11. Winkelverhältnisse des Holzfeuchteverlaufes während Flüssigwasserabsorption und Wasserdampfdesorption als Grundlage für die Berechnung des "Moisture induced Risk Index" (MRI); t_1-t_3 = Dauer über Grenzholzfeuchte; P_1 , P_3 = Punkt des Durchschreitens der Grenzholzfeuchte u_{gr} ; P_2 = Scheitelpunkt zwischen Absorption und Desorption; m_a , m_d = Steigung des Holzfeuchteverlaufes im Punkt P_1 und P_3

Zur Berechnung des MRI wurde Gleichung 9 (Rapp *et al.* 2000) verwendet, wobei m_a die Steigung der Absorptionskurve beim Überschreiten von $u = 25\%$ und m_d die Steigung der Desorptionskurve beim Unterschreiten von $u = 25\%$ darstellt:

Gleichung 9. Berechnung des MRI

$$MRI = \frac{\ln(1 + m_a)}{-m_d}$$

Je kleiner der MRI der hitzebehandelten Prüfkörper ist, um so geringer ist die Gefährdung der Probe durch feuchteinduzierten, biologischen Abbau, d.h. je höher ist die holzschützende Wirkung.

2.5.3 Quellungsvergütung

Zur Bestimmung der Dimensionsstabilisierung wurden Quellungsversuche in Anlehnung an DIN 52 184 (1984) an Prüfkörpern verschiedener Dimension durchgeführt. Folgende Probeformate (ax. x tang. x rad.) kamen zum Einsatz:

- a) 5x20x20 mm (Publikation V, 7.4),
- b) 10x20x20 mm (Publikation I, 7.1, V, 7.5 und VI, 7.6),
- c) 10x5x20 mm (Publikation IX, 7.9),
- d) 500x50x25 mm (Publikation VI, 7.6),
- e) 500x50x20 mm (Publikation VI, 7.6).

Für die Bestimmung der maximalen Quellung wurden die darrtrockenen Prüfkörper a) bis c) einer Wasser-Vakuum-Druck-Tränkung (Vakuumphase: 15 min bei 2 kPa, Druckphase: 15 min bei 800 kPa) unterzogen und nachfolgend untergetaucht im Wasser bei 60°C für 24 h gelagert. Die Bestimmung der maximalen Quellung der Hölzer d) und e), die zuvor 30 Monate in horizontaler Einzellagenanordnung natürlich bewittert wurden (cf. Publikation VI, 7.6, Figure 7.6-3), erfolgte nach 12 Stunden druckloser Lagerung untergetaucht im Wasser bei 20°C.

Die maximale Quellung α in tangentialer und radialer Richtung wurde nach folgender Gleichung 10 bestimmt, wobei S_{dtr} die darrtrockene Länge der Prüfkörper und S_{feucht} die wassergequollene Länge nach Tränkung und Wasserlagerung ist:

Gleichung 10. Berechnung der maximalen Quellung

$$\alpha = \frac{S_{feucht} - S_{dtr}}{S_{dtr}} \cdot 100 [\%]$$

Aus den Werten der radialen und tangentialen maximalen Quellung der unbehandelten Kontrollen und der modifizierten Materialien wurde die mittlere maximale Quellung α_{mittel} ermittelt, die zur Bestimmung der „Anti-Swelling-Efficiency“ (ASE) gemäß Gleichung 11 verwendet wurde:

Gleichung 11. Berechnung der Anti-Swelling-Efficiency (ASE)

$$ASE = \frac{(\alpha_{mittel\ unbehandelt} - \alpha_{mittel\ modifiziert})}{\alpha_{mittel\ unbehandelt}} \cdot 100 [\%]$$

Die ASE ist somit ein Maß der durch die thermische Modifikation hervorgerufenen Quellungsvergütung.

2.5.4 CIE L*a*b* - Farbwertbestimmung

Als eine Methode zur Charakterisierung der Vergütungsintensität einer Hitzebehandlung wurde die CIE L*a*b*-Farbwertbestimmung [Commission Internationale d'Enluminure (CIE), 1976] an verschieden stark hitzebehandeltem Material angewendet und optimiert (Publikation VII, 7.7). Die Farbveränderung durch thermische Modifikation wurde mittels Minolta Chromameter CR-200 im CIE L*a*b* Farbraum bestimmt. Der CIE L*a*b*-Farbraum kennzeichnet eine Farbe durch Beschreibung der Hell-Dunkel-Komponente L*, der Blau-Gelb-Komponente b* und der Grün-Rot-Komponente a* (Abb. 12). In diesem dreidimensionalen Farbraum sind folgende Achsen definiert:

- L* = Helligkeit (0 = Schwarz, 100 = Weiß),
- a* = Rot - Grün (-128 = Grün, +127 = Rot),
- b* = Gelb - Blau (-128 = Blau, +127 = Gelb).

Da das menschliche Auge nicht in der Lage ist, alle durch diese Farbwerte bestimmten Farben zu erkennen, ist der Farbraum nicht gleichmäßig rechteckig, sondern parabelförmig angeordnet, um die menschliche Farbwahrnehmung zu berücksichtigen.

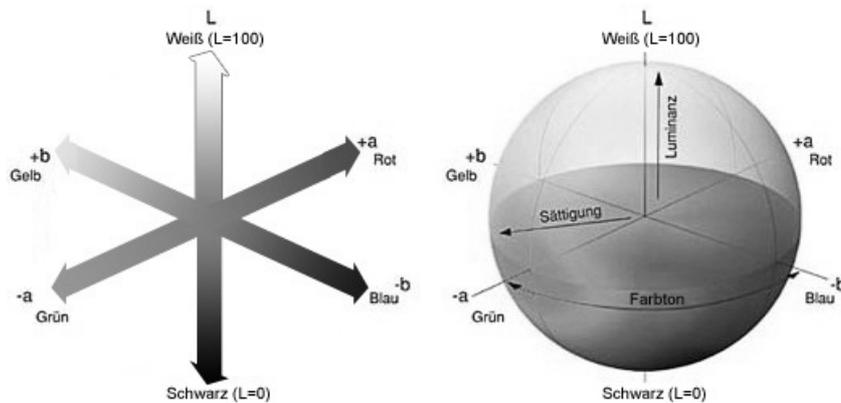


Abb. 12. Schematische Darstellung des CIE-L*a*b*-Farbsystems. Das CIE-L*a*b*-Farbsystem basiert auf den so genannten psychologischen Grundfarben Rot, Grün, Blau und Gelb, aus denen sich das psychometrische Farbdigramm konstruieren lässt.

Um die Variation der natürlichen Farbe von Holzoberflächen so gering wie möglich zu halten, wurden die Prüfkörper vor der Farbmessung durch Mahlen in einer Schwingscheibenmühle (Typ HSM 100; Herzog Maschinenfabrik, Osnabrück) homogenisiert. Die Messung der Farbwerte erfolgte an drei Messpunkten auf dem Mahlgut jeder Probe. Für die Bestimmung der Vergütungsqualität wurden Korrelationen zwischen den Farbwerten und der Massenabnahme durch thermische Modifikation mit Hilfe von definiert vergüteten Holzproben erstellt (Publikation VII, 7.7 und IX, 7.9). Der kumulierte Farbwert L^*+b^* korrelierte am engsten mit der durch Hitzebehandlung hervorgerufenen Massenabnahme (dm) und wurde deshalb zur Charakterisierung der Vergütungsintensität an homogenisierten Prüfkörpern verwendet (cf. Publikation VII, 7.7, Figure 7.7-1).

2.6 Bestimmung von biologischen Eigenschaften

2.6.1 Dauerhaftigkeit gegenüber Termiten

2.6.1.1 Zwangs-Versuch (No-Choice-Test)

Die Dauerhaftigkeit des hitzebehandelten Holzes sowie eine mögliche toxische Wirkung des thermisch vergüteten Materials auf Termiten wurde nach einer von Nunes (1997) beschriebenen Methode in Anlehnung an EN 117 (1989) untersucht (Publikation XI, 8.2):

Abweichend zur EN 117 (1989) wurden für die Dauerhaftigkeitsprüfung Termitenkolonien von 150 flügellosen Arbeitern der Europäischen erdbe-

wohnenden Termiten *Reticulitermes grassei* (Clément) eingesetzt, die von befallenen Stämmen und Stümpfen eines Seestrand-Kiefernwaldes mit aktivem Befall 12,8 km östlich von Lissabon/Portugal (GPS-Koordinaten: N = 38.73865°, W = 9.28601°) gesammelt wurden. Je eine Arbeiterkolonie wurde gemeinsam mit befeuchtetem Sandsubstrat (Fontainebleau Sand und Wasser, Verhältnis 4:1 V/V) in ein zylindrisches Glas-Gefäß (200 ml) eingebaut (Abb. 13).

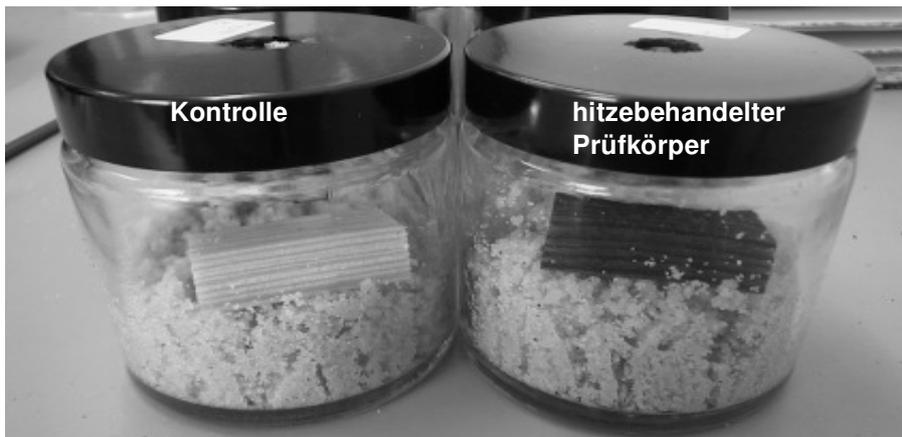


Abb. 13. Versuchsaufbau für die Dauerhaftigkeitsbestimmung mit *Reticulitermes grassei*.

Je Parameter wurden sechs Parallelen im direkten Termitenkontakt geprüft. Die Inkubationsdauer der Hölzer betrug vier Wochen bei $25 \pm 2^\circ\text{C}$ und $80 \pm 5\%$ rLF. Unbehandeltes Seestrand-Kiefern-Splintholz diente als Kontrolle und Virulenzprobe.

Nach dem Prüfkörperausbau wurde der mittlere Masseverlust durch Termitenbefall gravimetrisch bestimmt und die prozentuale Überlebensrate bzw. die Todesrate der Termiten aus dem Verhältnis der am Testende lebenden Termiten bezogen auf die Ursprungsanzahl (150 Arbeiter) berechnet. Die Hölzer wurden zudem hinsichtlich des Termitenbefalls optisch nach einer fünfstufigen Skala bewertet:

- 0 = kein Befall,
- 1 = versuchter Befall/ Probefraß,
- 2 = leichter Befall,
- 3 = oberflächlicher und leichter innerer Befall,
- 4 = starker innerer Befall.

Die natürliche Dauerhaftigkeit der zu prüfenden Holzart gegen Termitenangriff wurde in Übereinstimmung mit der in DIN EN 350-1 (1994) gegebenen Dauerhaftigkeitsklassifizierung bestimmt, die auf mittleren Befallsbewertungen nach der fünfstufigen Bewertungs-Skala beruht (Tab. 5).

Tab. 5. Klassifikation der natürlichen Dauerhaftigkeit von Holz gegen Termitenangriff auf Basis von DIN EN 118 (1990).

Dauerhaftigkeitsklasse	Beschreibung	Durchschnittliche Bewertung
D	dauerhaft	0 – 1
M	mäßig dauerhaft	2
S	anfällig	3 – 4

2.6.1.2 Wahl-Versuch (Choice-Test)

Für weitere Untersuchungen der Dauerhaftigkeitseigenschaften der hitzebehandelten Materialien wurde ein Wahl-Versuch durchgeführt. Hierfür wurden zwei Plastikbecher (500 ml) mit einem Glasröhrchen von 60 mm Länge und 20 mm Durchmesser verbunden. Als Substrat diente der im Abschnitt 2.6.1.1 beschriebene Sand (Abb. 14).

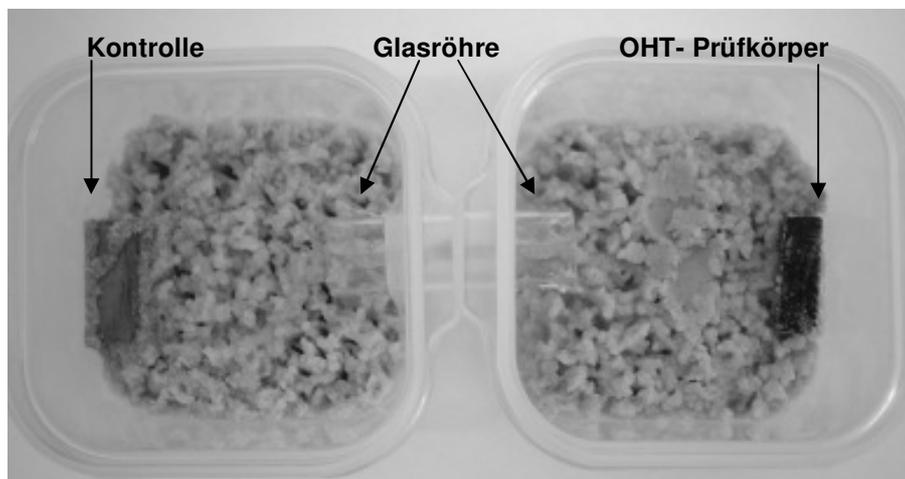


Abb. 14. Aufbau des Wahl-Versuches mit *Reticulitermes grassei*.

Analog zu den Zwangs-Versuchen wurden Kolonien von 150 Arbeitern für den Wahl-Test verwendet und jeweils 75 Arbeiter in einem der beiden über das Glasröhrchen verbundenen Plastiksystembecher eingesetzt. Je verbundenem Becher-Paar wurde eine hitzebehandelte Holzprobe und eine Kontrolle geprüft.

Sechs Parallelen je Parameter wurden im direkten Termitenkontakt untersucht. Die Inkubationsdauer der Proben betrug vier Wochen bei $25 \pm 2^\circ\text{C}$ und $80 \pm 5\%$ rLF. Unbehandeltes Seestrand-Kiefernspiltholz diente als Kontrolle und Virulenzprobe. Der mittlere Masseverlust, die Überlebensrate und der Befallsgrad wurden bestimmt.

2.6.1.3 Abstoßungs-Versuch (Repellence-Test)

Für die Untersuchung eines Abstoßungseffekts wurden je eine Kontrolle und eine hitzebehandelte Holzprobe mit einem Gummiband verbunden und in die zylindrischen Testgefäße, wie in 2.6.1.1 beschrieben, mit je 150 Arbeitern und Sandsubstrat gegeben (Abb. 15). Ebenso blieben im Vergleich zum Zwangsversuch die Parallelenanzahl und die Exposition der Prüfkörper und Gefäße gleich.

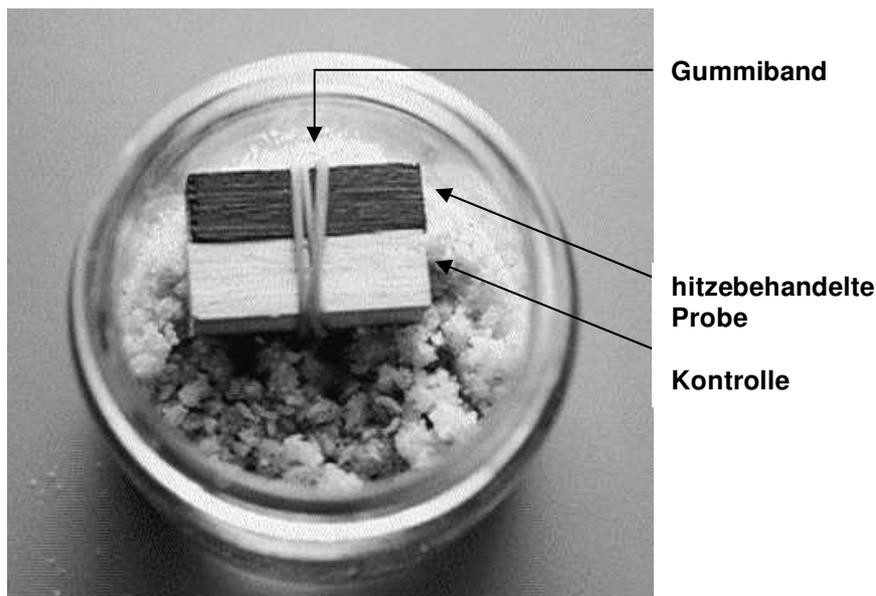


Abb. 15. Aufbau der Prüfung des Abstoßungseffektes mit *Reticulitermes grassei*.

Der mittlere Masseverlust, die Überlebensrate und der Befallsgrad wurden bestimmt.

2.6.2 Dauerhaftigkeit gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen in Freilanduntersuchungen

2.6.2.1 Prüfung im Erdkontakt (Gebrauchsklasse 4)

Holzbauteile mit ständigem Erd- oder Süßwasserkontakt sind nach EN 335-1 (2006) in die Gebrauchsklasse 4 (GK 4) einzustufen. Für eine Freilandprüfung der natürlichen Dauerhaftigkeit von Holz sieht DIN EN 350-1 (1994) das Verfahren der DIN EN 252 (1990) vor. Holzproben der Dimension 500x50x25 mm (ax. x tang. x rad.) wurden im Freilandversuchsfeld der BFH mit einem Abstand von 30 cm zueinander bis zur Hälfte eingegraben. Zwanzig Prüfkörper je industriell hergestelltem und aus dem Holzhandel bezogenem Material (Tab. 4) wurden für die vergleichende Untersuchung der Dauerhaftigkeit im Testfeld eingebaut (Abb. 16).



Abb. 16. Erdkontaktversuchsfeld, Oktober 2004.

Im Januar 2001 wurden die Hölzer für die Freilandversuche in GK 4 auf dem Testfeld der BFH exponiert. Die erste Bewertung erfolgte nach 8 Monaten im September 2001, weitere Bewertungen jeweils jährlich im Juni. Hierbei wurde für jede Probe der Angriff durch Pilze gemäß DIN EN 252 (1990) bewertet (*cf.* 2.6.2.3). Weiterhin wurden alle befallenen Hölzer im Testfeld hinsichtlich des Vorhandenseins von Braun-, Weiß- und Moderfäule visuell untersucht. Die Prüfkörper mit einer Abbaubewertung von 4 (Ausfall, *cf.* 2.6.2.3, Tab. 6) wurden

lichtmikroskopisch bezüglich des Fäuletyps in Anlehnung an DIN CEN/TS 15083-2 (2005) untersucht.

2.6.2.2 Prüfung außerhalb des Erdkontaktes (Gebrauchsklasse 3)

In Gebrauchsklasse 3 (GK 3) sind nach EN 335-1 (2006) frei bewitterte Außenbauteile ohne ständigen Erd- oder Wasserkontakt einzuordnen. Mit der Anordnung der Holzproben (500x50x25 mm; ax. x tang. x rad.) in einer horizontalen Doppellage in Anlehnung an Rapp und Augusta (2004) wurde die Situation einer Wasserfalle nachgestellt. Die Proben wurden in zwei horizontalen, um eine halbe Prüfkörperbreite versetzten Lagen angeordnet (Abb. 17). Auf diese Weise sammelte sich Niederschlagswasser zwischen den Lagen und verdunstet dort nur langsam.

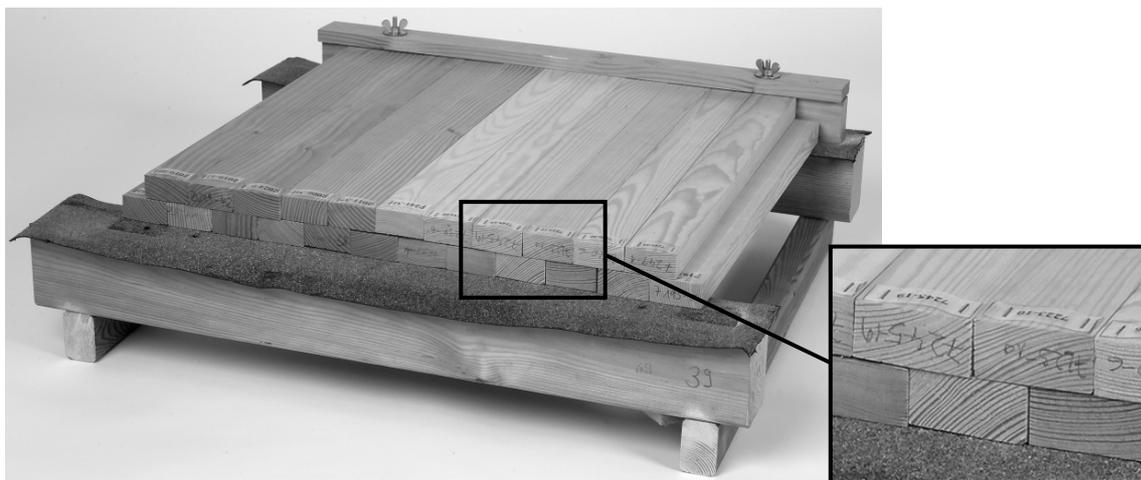


Abb. 17. Aufbau der Test-Sets mit horizontal in Doppellage, um eine Prüfkörperhälfte versetzt angeordneten Prüfkörpern zur Schaffung einer Wasserfalle.

Es wurden acht Test-Sets auf dem Gelände der BFH exponiert, die aus zwölf Prüfkörpern in der Unterlage (zehn Hölzer zuzüglich zwei Platzhalterproben) und elf Proben in der Oberlage (zehn Hölzer zuzüglich einer Platzhalterprobe) aufgebaut waren. Vier der acht Test-Sets waren unter einem mit wasserdurchlässigem Kunststoffgewebe bespannten Sperrholzrahmen platziert, um eine künstliche Beschattung zu erzeugen (cf. Anhang Abb. 47). Je Material wurden $n = 20$ Probehölzer getestet (jeweils $n = 10$ Prüfkörper beschattet und $n = 10$ unbeschattet).

Im Januar 2001 wurden die Proben exponiert. Die erste Bewertung erfolgte nach 8 Monaten im September, weitere jeweils jährlich im Juni. Hierbei wurde für jede Probe der Angriff durch Pilze in Anlehnung an DIN EN 252 (1990) bewertet (cf. 2.6.2.3). Weiterhin wurden alle befallenen Hölzer aus Doppel-lagenversuchen visuell hinsichtlich des Vorhandenseins von Braun-, Weiß- und Moderfäule untersucht. Die Proben mit einer Abbaubewertung von 4 (Ausfall, cf. 2.6.2.3, Tab. 6) wurden lichtmikroskopisch hinsichtlich des Fäuletyps in Anlehnung an DIN CEN/TS 15083-2 (2005) untersucht.

2.6.2.3 Abbaubewertung in Anlehnung an DIN EN 252 (1990)

Für die Beurteilung eines möglichen Pilzangriffs an den Prüfkörpern im Freiland in GK 3 und GK 4 wurde eine Bewertung in Anlehnung an DIN EN 252 (1990) vorgenommen. Zur Bestimmung des Befallsgrades wurde ein „Pick-Test“ mit einer spitzen Messerklinge durchgeführt. Als Kriterien für die Einstufung in eine fünfstufige Skala (Tab. 6) dienten die Eindringtiefe des Messers und die Ausdehnung des Befalls.

Tab. 6. Bewertungskriterien für Prüfkörper in Freilandprüfungen in Anlehnung an DIN EN 252 (1990).

Ziffer	Einstufung	Bewertungskriterium
0	kein Angriff	Keinerlei Veränderungen, mit Ausnahme von Verfärbungen ohne eine Erweichung des Holzes
1	leichter Angriff	Wahrnehmbare Veränderungen, die aber in Umfang und Lage oder Verteilung begrenzt sind. Veränderungen, die äußerlich durch einen Abbau erkennbar sind; Weichwerden des Holzes bis zu einer augenscheinlichen Tiefe von ca. 1 mm
2	mittlerer Angriff	Deutliche Veränderungen mäßigen Umfangs mit folgenden Erscheinungsbildern: Veränderungen in Form von Weichwerden des Holzes bis zu einer augenscheinlichen Tiefe von 2 bis 3 mm und einer Ausdehnung von mehr als 1 cm ² je Prüfkörper
3	starker Angriff	Starke Veränderungen: erheblicher Abbau des Holzes bis zu einer Tiefe von 3 bis 5 mm und einer Ausdehnung von mehr als 20 cm ² oder Weichwerden des Holzes bis zu einer größeren Tiefe (10 bis 15 mm) auf einem begrenzten Bereich mit einer Ausdehnung von mehr als 1 cm ²
4	Ausfall	Durchbrechen des Holzstabes bei manueller Schlagprüfung im Testfeld

Anhand der Bewertungsziffern aus Tab. 6 wurde über die folgenden Berechnungen (Gleichung 12 bis Gleichung 14) die natürliche Dauerhaftigkeit der verschiedenen Holzarten ermittelt:

Gleichung 12. Berechnung der Abbaugeschwindigkeit

$$\text{Abbaugeschwindigkeit} = \frac{\text{Abbaubewertung}}{\text{Expositionszeit}}$$

Gleichung 13. Berechnung des Dauerhaftigkeitsfaktors

$$\text{Dauerhaftigkeitsfaktor } f = \frac{\text{Abbaugeschwindigkeit}_{\text{Referenzholz}}}{\text{Abbaugeschwindigkeit}_{\text{Prüfholz}}}$$

Gleichung 14. Berechnung des Dauerhaftigkeitswertes

$$\text{Dauerhaftigkeitswert } x = \frac{\text{Standzeit}_{\text{Prüfholz}}}{\text{Standzeit}_{\text{Referenzholz}}}$$

Der Dauerhaftigkeitswert x wird laut Norm zur Bestimmung der natürlichen Dauerhaftigkeit herangezogen (Tab. 7). Da die mittlere Standzeit der Proben bis zum Bewertungszeitpunkt nach 5,5 Jahren noch nicht erreicht wurde, erfolgte die Bestimmung der Dauerhaftigkeit durch Verwendung des Dauerhaftigkeitsfaktors f anhand derselben Klassifikation wie für den Dauerhaftigkeitswert x .

Tab. 7. Klassifikation der natürlichen Dauerhaftigkeit auf Basis von DIN EN 252 (1990).

Dauerhaftigkeitsklasse	Beschreibung	Klassifikation auf Basis von DIN EN 252
1	sehr dauerhaft	$x > 5$
2	dauhaft	$3 < x \leq 5$
3	mäßig dauerhaft	$2 < x \leq 3$
4	wenig dauerhaft	$1,2 < x \leq 2$
5	nicht dauerhaft	$x \leq 1,2$

2.6.3 Dauerhaftigkeit von thermisch modifiziertem Holz gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen in Laborversuchen

2.6.3.1 Dauerhaftigkeit gegenüber Basidiomyceten auf Malzagar

Die Prüfungen zur Bestimmung der Resistenz gegenüber Basidiomyceten auf 2%igen Malzagar wurden in Anlehnung an EN 113 (1996) durchgeführt. Die Tabelle 8 zeigt die in den verschiedenen Untersuchungen eingesetzten Prüfkörperformate, Kulturgefäße, Inkubationsdauern und Prüfpilze.

Tab. 8. Holzart, Vergütungsprozess und Maßstab der Vergütung der hitzebehandelten Prüfkörper in Abbauversuchen in Anlehnung an EN 113 (1996), Prüfkörperformat (ax. x rad. x tang.), verwendetes Kulturgefäß, Inkubationsdauer, Prüfpilz und Nummer der zugehörigen Publikation (Nr.); OHT = Öl-Hitze-Prozess, Plato = Plato-Prozess, NOW = Retificationsprozess, TW = ThermoWood®-Prozess; HT = hitzebehandelt im Trockenschrank.

Holzart	Prozess	Maßstab	Format [mm]	Kulturgefäß	Dauer [d]	Prüfpilz	Nr.
Fichte Strandsee-Kiefer Kiefer Kiefer	Plato NOW OHT TW	Industrie	40x10x10	Petrischale, Ø 90 mm	84	<i>Oligoporus placenta</i> , <i>Coniophora puteana</i> , <i>Trametes versicolor</i>	I
Fichte Strandsee-Kiefer Kiefer Kiefer	Plato NOW OHT TW	Industrie	40x10x10	Petrischale, Ø 120 mm	84	<i>O. placenta</i> , <i>C. puteana</i> , <i>T. versicolor</i>	II
Fichte	HT	Labor	5x20x20	Petrischale, Ø 90 mm	56	<i>O. placenta</i> ,	IV
Fichte	OHT	Labor	40x10x10	Petrischale, Ø 96 mm	84	<i>O. placenta</i> , <i>C. puteana</i> , <i>T. versicolor</i>	V
Fichte	OHT	Industrie	50x25x15	Kolleschale	84	<i>O. placenta</i> , <i>T. versicolor</i>	VI
Fichte	HT	Labor	10x5x20	Petrischale, Ø 120 mm	84	<i>O. placenta</i> ,	IX

Zusätzlich zu den modifizierten Materialien wurden Kiefern-Splintholz als Kontrolle eingesetzt, KiefernSplintholz oder ungedämpftes Buchenholz als Virulenzprobe verwendet sowie natürlich dauerhafte Hölzer und Holzschutzmittel getränkte KiefernSplint-Prüfkörper als Referenzen geprüft. Verwendung, Parallelenanzahl sowie Qualitätsmerkmale sind an entsprechender Stelle der jeweiligen Publikation vermerkt. Folgende Pilzstämmen wurden für die Untersuchungen eingesetzt:

- *Oligoporus placenta* (Fr.) Gilbertson et Ryv. FPRL 280,
- *Coniophora puteana* (Schum.: Fr.) P. Karsten Ebw. 15,
- *Trametes versicolor* (L.: Fr.) Pilát CTB 863A.

Für die Bestimmung des durch den Pilz verursachten Masseverlustes wurde die Anfangstrockenmasse m_0 der Prüfkörper nach 16 h Darren im Trockenschrank bei $103 \pm 2^\circ\text{C}$ gemessen. Daraufhin wurden die Proben in die von den Pilzen bewachsenen Kulturgefäße (Tab. 8) eingebracht. Die Feuchtmasse m_1 der

Prüfkörper ohne anhaftendes Pilzmycel wurde nach entsprechender Inkubationsdauer (Tab. 8) und erfolgtem Ausbau gravimetrisch bestimmt. Die Proben wurden anschließend gedarrt und erneut gewogen, um die endgültige Trockenmasse m_2 zu ermitteln. Der Masseverlust durch Pilzangriff der hitzevergüteten Materialien bezogen auf unbehandelte Kiefer-Splint-Kontrollen wurde als relative Dauerhaftigkeit für eine Einschätzung der Dauerhaftigkeitsklassen verwendet (x-Wert, DIN EN 350-1; 1994), wie es für die Klassifizierung von natürlich dauerhaften Holzarten durchgeführt wird (Tab. 9).

Tab. 9. Klassifikation der Dauerhaftigkeit nach DIN EN 350-1 (1994) auf Basis von EN 113 (1996).

Dauerhaftigkeitsklasse	Beschreibung	Grenzen des x-Wert, DIN EN 350-1 (1994)
1	sehr dauerhaft	$x \leq 0,15$
2	dauerhaft	$0,15 < x \leq 0,30$
3	mäßig dauerhaft	$0,30 < x \leq 0,60$
4	wenig dauerhaft	$0,60 < x \leq 0,90$
5	nicht dauerhaft	$0,90 < x$

2.6.3.2 Dauerhaftigkeit gegenüber Moderfäule in unsteriler Erde

Die Prüfung gegen Moderfäule wurde an Holzproben der Dimension 100x10x5 mm (ax. x rad. x tang.) aus industriell hitzebehandeltem Material (Publikation II, 7.2; cf. Tab. 4) und aus im Labormaßstab thermisch modifiziertem Holz (Publikation V, 7.5) in Anlehnung an EN 807 (1997) durchgeführt. Zum Einsatz kamen zwei verschiedene Bodenarten (Kompost- und Testfeldboden). Der Testfeldboden entstammte natürlichem, oberflächennahen Erds substrat des BFH-Testfeldes (cf. 2.6.2.1). Der Kompostboden wurde aus Laub, Gras, Holzschnitt von Nadel- und Laubhölzern und Sand aus dem BFH-Gelände hergestellt. Die Inkubationsdauer betrug 32 Wochen. Der Masseverlust durch Moderfäule wurde gravimetrisch bestimmt und für eine Einschätzung der Dauerhaftigkeitsklassen als relative Dauerhaftigkeit bezogen auf unbehandelte Kiefer-Splint-Kontrollen verwendet, analog der im Kapitel 2.6.3.1 vorgestellten Verfahrensweise.

2.7 Bestimmung der Hemmwirkung von TMT-Extraktstoffen auf das Mycelwachstum von *Oligoporus placenta*

2.7.1 Extraktion von hitzebehandeltem Holz

Unbehandelte und im Umluft-Trockenschrank (Heraeus Instruments GmbH, UT 6420) vergütete Fichtenproben (*cf.* 2.2.1) wurden sukzessiv mit Lösemitteln ansteigender Polarität extrahiert (Publikation V, 7.4): Petrolether, Aceton/Wasser im Verhältnis 9:1, und Methanol/ Wasser im Verhältnis 4:1. Für die Extraktionen wurde jeweils eine darrtrockene Probe [5x20x20 mm (ax. x tang. x rad.)] und 20 ± 2 ml des jeweiligen Lösemittels in einen verschließbaren Kunststoffzylinder (Greiner Typ 391-3460, 30 mm Durchmesser/ 115 mm Höhe, Abb. 18) gefüllt und in einem Ultraschallbad (Bandelin Sonorex Super RK102H, Abb. 18) für 45 min bei 20 °C extrahiert.

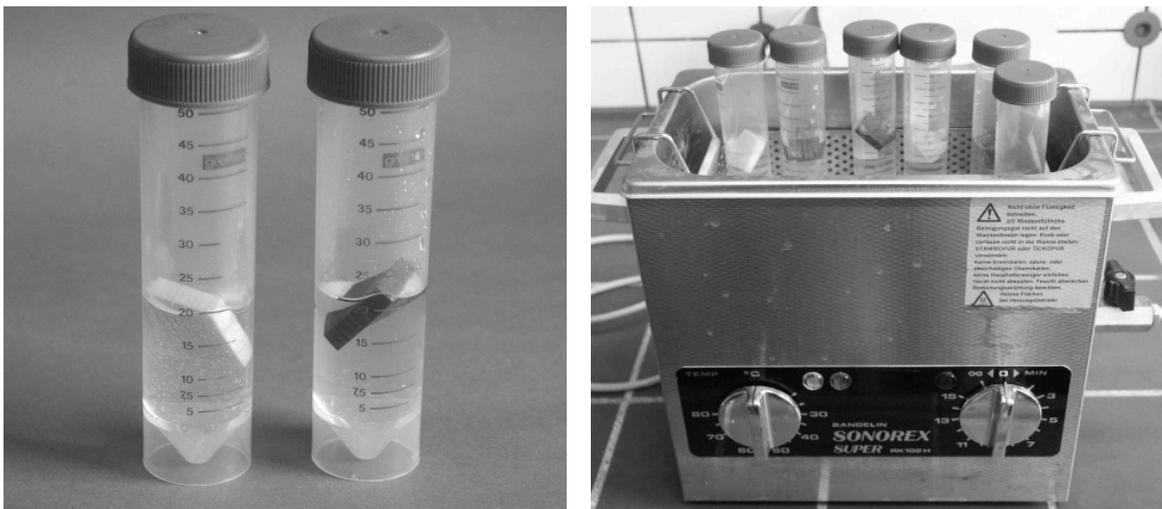


Abb. 18. Links: Extraktionsgefäße mit 20 ± 2 ml Lösemittel und Prüfkörpern; rechts: Ultraschallbad.

Anschließend wurden die Holzproben mit den Extraktionsgefäßen in einem Überkopfschüttler (Fa. Gewinn-Hofmann GmbH, Berlin) gespannt und durch Rotation von 28 min^{-1} für 15 h bei 20 °C extrahiert. Nach der Extraktion im Schüttler wurden die Lösemittel mit darin gelösten Extraktstoffen von den Prüfkörpern getrennt und bei -20°C für die weitere Verwendung in Wuchsversuchen lichtgeschützt gelagert. Der prozentuale Masseverlust durch Extraktion wurde für jede Probe gravimetrisch aus dem Verhältnis der Darrmasse vor und nach der Extraktion auf 0,001 g genau bestimmt.

Zusätzlich zur sukzessiven Extraktion wurden jeweils 16 Hölzer je Parameter in 800 ml einer 2%igen Kalilauge (KOH) für 4 h bei 100°C gekocht und anschließend für 18 h bei 20°C in der für die Kochung verwendeten Kalilauge untergetaucht gelagert. Für die Verwendung in biologischen Prüfungen wurde der pH-Wert der Proben entweder „neutral“ eingestellt (pH 5 bis pH 7) oder blieb unverändert (pH 13,8). Die Neutralisation erfolgte zum einen durch Auswaschung bzw. Verdünnung mit deionisiertem Wasser über 7 Tage mit täglichem Wasserwechsel oder zum anderen durch Tränkung mit 8%iger Oxalsäure (C₂H₂O₄). Die Kontrolle des pH-Wertes erfolgte mittels pH-Meter (Typ. 827 pH lab UK, Deutsche METROHM GmbH & Co. KG, Filderstadt). Der pH-Wert der Alkali-Extraktlösungen für die Prüfung der Hemmwirkung auf das Mycelwachstum von *O. placenta* blieb entweder unverändert oder wurde durch Zugabe 8%iger Oxalsäure auf pH 6 bis pH 7 eingestellt.

2.7.2 Wuchsversuch

Die Extrakte der verschiedenen hitzevergüteten Hölzer wurden hinsichtlich einer möglichen Hemmwirkung auf das Mycelwachstum von *O. placenta* untersucht (Publikation V, 7.4). Hierzu wurden die Extraktlösungen von jeweils acht Proben eines Parameters in einen 750 ml-Glaskolben gefüllt und mit 160 ml des entsprechenden Lösemittels aufgefüllt. Die gelösten Extraktstoffe wurden auf Filterpapierstreifen von 40 mm x 10 mm (Abschnitte von Filterpapier Type 595, Schleicher & Schüll, Dassel) und einer mittleren Darrmasse von 0,046 g mit einer Eppendorf-Pipette pipettiert.

Basierend auf der ursprünglich im Holz vorliegenden Extraktstoffmenge, die aus dem Masseverlust durch Extraktion ermittelt wurde, wurde ein einfaches (c = 1), doppeltes (c = 2) und dreifaches (c = 3) Massenverhältnis der Extraktstoffe auf die Filterpapiere gegeben. Hierzu wurde das Verhältnis der gelösten Extrakte zur Darrmasse der Prüfkörper mit dem Verhältnis der aufzubringenden gelösten Extrakte zur Darrmasse der Filterpapierblättchen gleichgesetzt und somit die aufzubringende Menge gelösten Extraktes ermittelt. Je Arbeitsschritt wurden 60 µl mit einer Eppendorf-Pipette auf die Filterpapierblättchen pipettiert, was der in Vorversuchen ermittelten maximalen Aufbringmenge entsprach. Zwischen den einzelnen Arbeitsschritten dunstete das Lösemittel ab.

Neben der Prüfung der Einzelextrakte aus den drei Extraktionsstufen der sukzessiven Extraktion wurden zur Untersuchung möglicher synergistischer Effekte die Extraktstoffe in Kombination miteinander im Wuchsversuch getestet. Unbehandelte Filterpapiere dienten als Kontrolle. Die reinen Lösemittel (Petrolether, Aceton, Methanol, deionisiertes Wasser, Kalilauge und Oxalsäure) wurden einzeln und in Kombination auf ihre wachstumshemmende Wirkung untersucht, jeweils einfach ($c = 1$) und doppelt konzentriert ($c = 2$).

Die Filterpapiere wurden mittig in Petrischalen ($\varnothing 90$ mm) auf Malzagar (2%) bei 22°C und 70% rLF exponiert und Impfstücke von *O. placenta* im Abstand von 40 mm an der Peripherie der Schale platziert. Sobald die unbehandelten Filterpapiere vollständig vom Mycel bewachsen waren, wurde das Mycelwachstum auf den mit Extraktstoffen getränkten Filterpapieren bewertet (Abb. 19).

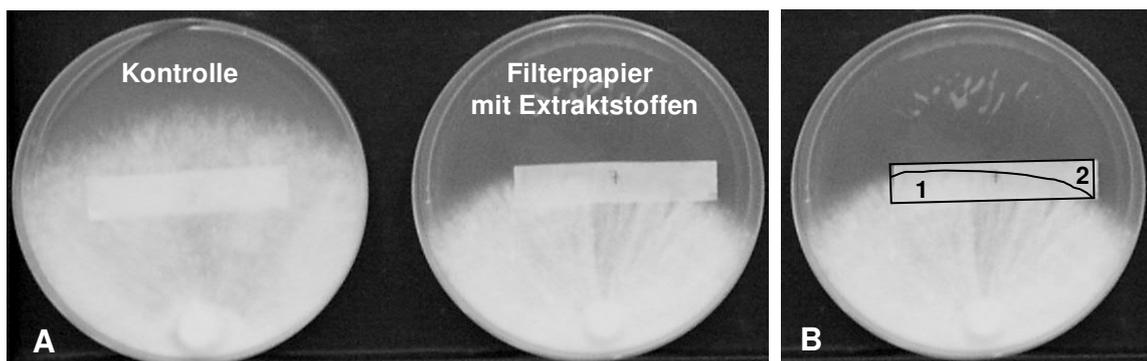


Abb. 19. Wuchsversuche: A: Aufbau der Prüfung; B: Schema der Auswertung des Bewuchses der Filterpapiere mit Extrakten: 1 = tatsächlich bewachsener Filterpapierbereich, 2 = mycelfreie Fläche, 1 + 2 = potentiell zum Bewuchs zur Verfügung stehende Fläche.

Die tatsächliche durch das Mycel bewachsene Filterpapierfläche wurde mit EDV-gestützter Bildanalyse bestimmt, um die relative Hemmwirkung durch die Extrakte nach folgender Gleichung 15 zu bestimmen:

Gleichung 15: Berechnung der relativen Hemmwirkung der Extrakte

$$\text{Hemmwirkung}_{\text{relativ}} = \left(1 - \frac{\text{tatsächlich bewachsene Fläche}}{\text{potentiell bewachsbar Fläche}}\right) * 100 [\%]$$

Vier Parallelen je Konzentration ($c = 1; 2; 3$) und Lösemittel wurden untersucht.

2.8 Statistische Auswertungen

Alle statistischen Auswertungen dieser Arbeit wurden unter Verwendung der folgenden Berechnungsgrößen (Gleichung 16 bis Gleichung 20) und mathematischen Beziehungen nach Papula (1994) durchgeführt.

Für eine Stichprobe vom Umfang n aus einer Grundgesamtheit gilt:

Gleichung 16. Berechnung des Mittelwertes

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

Gleichung 17. Berechnung der Standardabweichung

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Gleichung 18. Berechnung der Varianz

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$$

Weiterhin wurde das Konfidenzintervall zur Eingrenzung und Abschätzung des Erwartungswertes μ berechnet. Hierzu wurde die mathematische Größe $\pm t_{\alpha;m}$ herangezogen, die abhängig von der t-Verteilung von $m = n - 1$ Freiheitsgraden und der Irrtumswahrscheinlichkeit α ist.

Gleichung 19. Berechnung des Konfidenzintervall

$$\bar{x} - t_{\alpha;m} \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{x} + t_{\alpha;m} \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Das aus der Wahl von $\alpha = 0,05$ resultierende 95%-Konfidenzintervall besagt, dass mit einer Sicherheit von 95% der Erwartungswert μ innerhalb dieses Bereiches liegt.

Unterschiedliche Mittelwerte \bar{x}_1 und \bar{x}_2 zweier unabhängiger Stichproben des Umfangs n_1 und n_2 aus näherungsweise normalverteilten Grundgesamtheiten wurden mittels t-Test nach Student verglichen. Die berechnete Prüfgröße \hat{t}

wurde hierbei zum Bestimmen der Signifikanz verwendet. Sobald sie den kritischen Wert der Student-Verteilung für $m = n - 1$ für die gewählte Irrtumswahrscheinlichkeit von $\alpha = 0,05$ überschritt, wurde die Nullhypothese abgelehnt. Dabei wurde die Mittelwertsdifferenz für $\alpha \leq 0,001$ als höchst signifikant, für $\alpha \leq 0,01$ als hochsignifikant und für $\alpha \leq 0,05$ als signifikant bewertet.

Gleichung 20. Berechnung der Prüfgröße \hat{t} nach Student

$$\hat{t} = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}}$$

3 ERGEBNISSE UND DISKUSSION

3.1 Eigenschaften thermisch vergüteter Hölzer

Zunächst werden die Ergebnisse der untersuchten Eigenschaften der thermisch vergüteten Hölzer beschrieben.

3.1.1 Mechanische Festigkeitseigenschaften

3.1.1.1 Abriebwiderstand und Härte

Die mittels Taber-Abraser-Methode bewirkte Abrasion an thermisch modifiziertem Holz [„thermally modified timber“ (TMT)] korrelierte zufriedenstellend mit der Intensität der thermischen Modifikation (Abb. 20).

Abrasion [%]

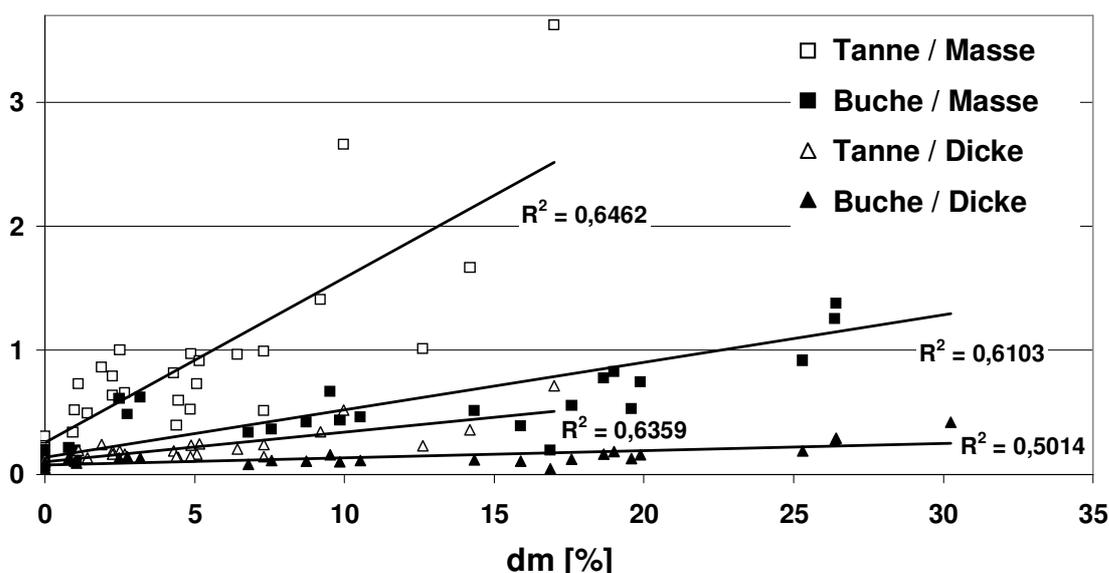


Abb. 20. Korrelation der Abrasion nach Taber-Abraser Prüfung mit der Intensität der Hitzebehandlung, ausgedrückt als Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm), für Tanne und Buche; Abrasion jeweils auf Massen- und Dickenverlust bezogen.

Mit steigender Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) stieg auch die durch reibende und schneidende Beanspruchung (cf. Publikation III, 7.3, Figure 7.3-3) verursachte Abrasion, wenngleich die Reibung mittels Taber-Abraser als wenig kritisch für thermisch modifiziertes Material anzusehen ist, da unabhängig von Holzart und Behandlungsintensität eine maximale dimensionsbezogene

Abrasion von 0,8% erhalten wurde. Massebezogen wurden geringfügig höhere Abrasionswerte bis maximal 3,6% für thermisch modifizierte Tanne erzielt. Signifikant höhere, ebenfalls mit der Intensität der thermischen Modifikation korrelierende massenbezogene Mittelwerte der Abrasion von 7% bzw. 14% wurden unter Anwendung der Shaker-Methode bei Prüfung von Kiefer bzw. Tanne erreicht (Abb. 21), welches Ergebnisse von Brischke und Rapp (2004) bestätigt, die hohe Abrasionswerte (bis zu 9%) und somit eine stark reduzierte Abriebfestigkeit Öl-Hitze-behandelter Fichte und Tanne bei steigender Behandlungsintensität fanden.

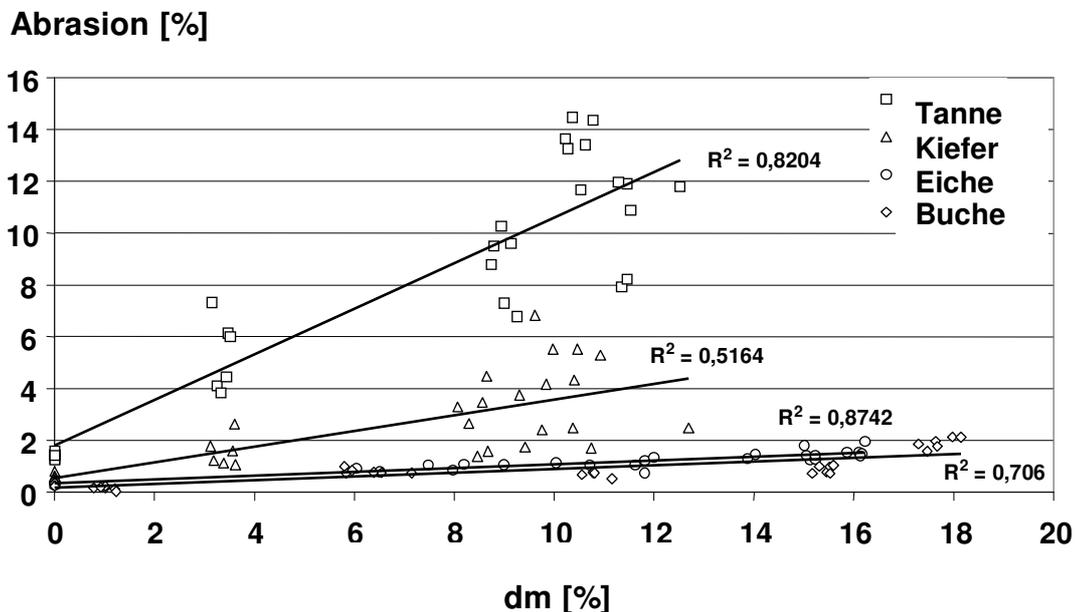


Abb. 21. Korrelation der Abrasion bezogen auf die Masse nach Prüfung mittels Shaker-Methode mit der Intensität der Hitzebehandlung, ausgedrückt als Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm), für Tannen-, Kiefern-, Eichen- und Buchenprüfkörper.

Die geprüften Laubhölzer waren deutlich weniger anfällig gegenüber Abrasion mittels der Shaker-Methode. Eine maximale Abrasion von 1% wurde für Buche und Eiche bei der höchsten Hitzebehandlungsintensität (dm = 16 – 18%) gemessen. Die Reduktion der Abriebfestigkeit thermisch modifizierten Holzes (Seborg *et al.* 1953, Syrjänen und Kangas 2000, Brischke und Rapp 2004) resultiert aus der durch die Temperatureinwirkung erhöhten Sprödigkeit und Neigung zur Splitterbildung bei mechanischer Beanspruchung (u.a. Sailer *et al.* 2000b, Militz 2002, Wagenführ *et al.* 2005, Phuong *et al.* 2007a). Im Hinblick

auf eine Anwendung von TMT im Fußbodenbereich stellt der Abriebwiderstand somit eine kritische Materialeigenschaft dar. Unter Berücksichtigung der Abriebergebnisse aus Laborprüfungen und von Ergebnissen aus Praxisuntersuchungen (Koch 2005), erscheint ein Einsatz von thermisch modifiziertem Laubholz im Fußbodenbereich aber möglich.

Ebenso wie die ermittelten Abriebfestigkeiten nach der Taber-Abraser- und der Shaker-Methode korrelierte die Brinellhärte zufriedenstellend mit der Hitzebehandlungsintensität von Buchen- und Tannenproben (Abb. 22): Mit steigender dm verringerte sich die Brinellhärte. Im Vergleich mit der Minderung des Abriebwiderstandes nach der Shaker-Methode erschien die Verringerung der Härte nach Brinell jedoch weitaus weniger kritisch für TMT.

Brinellhärte [N/mm²]

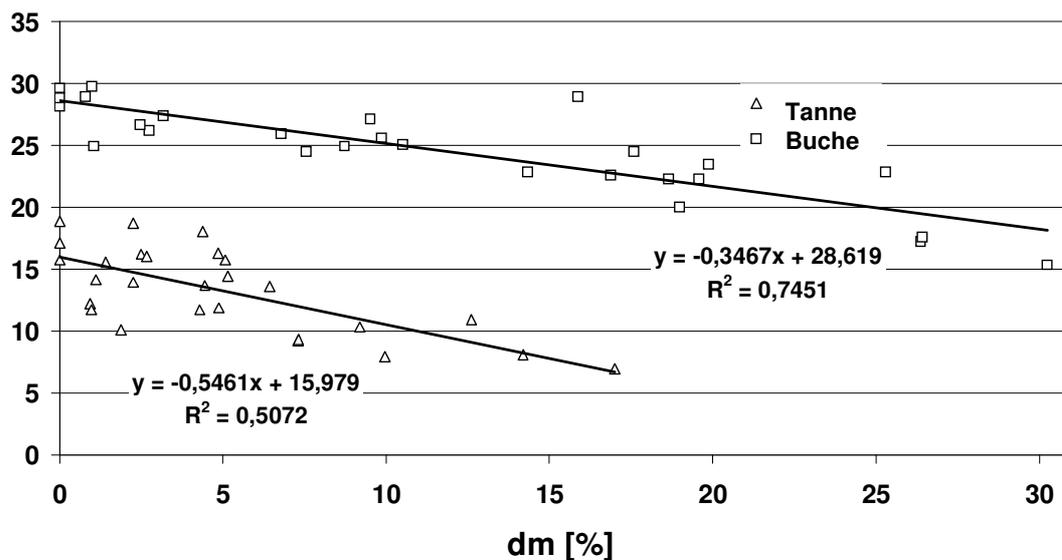


Abb. 22. Korrelation der Brinellhärte mit der Intensität der Hitzebehandlung, ausgedrückt als Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm), für Tannen- und Buchenprüfkörper.

Die in dieser Untersuchung ermittelte Abhängigkeit von reduzierter Härte bei steigender Vergütungsintensität wird durch Ergebnisse anderer Autoren bestätigt (Seborg *et al.* 1953), wobei die Härte bei niedrigen Behandlungsintensitäten zunächst leicht zunahm, bevor bei höheren Behandlungsintensitäten eine deutliche Abnahme erfolgte (Syrjänen und Kangas 2000, Rapp *et al.* 2004). Jämsä und Viitaniemi (2001) und Mayes und Oksanen (2002)

berichteten hingegen, dass die thermische Modifikation die Brinellhärte nicht beeinflusst.

Da industriell ausgeführte Hitzebehandlungen für praktische Anwendungen in der Regel eine durchschnittliche dm von ca. 6 – 10% aufweisen (Jämsä und Viitaniemi 2001, Mayes und Oksanen 2002, Welzbacher *et al.* 2007) und die Reduktion der Brinellhärte in diesem Bereich nur gering war (Abb. 22), erscheint die statisch bestimmte Brinellhärte als wenig kritische Kenngröße zur Charakterisierung von TMT.

3.1.1.2 Festigkeitsprüfung an fehlerfreien Kleinproben

Biege-Elastizitätsmodul und Biegefestigkeit

Plato-Proben wie auch das Material des „New Option Wood-“ (NOW) und ThermoWood®-Prozesses wiesen eine Reduzierung des Biege-E-Moduls von 15% im Vergleich zu den Kontrollen auf (Tab. 10). Signifikant höhere Werte zeigten die Öl-Hitze-behandelten OHT-Prüfkörper. Sie hatten einen um 8% erhöhten Mittelwert des Biege-E-Moduls verglichen mit unbehandelter Kiefer. Der vergleichsweise geringe Einfluss der thermischen Modifikation auf den Biege-E-Modul wurde auch durch Untersuchungen von Bekhta und Niemz (2003) und Paul *et al.* (2006) bestätigt, weshalb die Biegesteifigkeit als wenig kritische Festigkeitseigenschaft von TMT angesehen wurde. Im Gegensatz zu dem bis maximal 15% verringerten Biege-E-Modul der TMT-Hölzer wurde eine signifikant stärkere Verringerung der statischen Biegefestigkeit durch die thermische Modifikation beobachtet: Um durchschnittlich 12% verminderte Biegefestigkeitswerte wurden für OHT-Proben ermittelt, 21% für Premium-Material, 29% für Material des Plato-Prozesses und 38% für NOW-Prüfkörper (Tab. 10).

Bruchschlagarbeit

Die Ergebnisse der Bruchschlagarbeit zeigten den starken Einfluss der thermischen Modifikation auf die dynamische Festigkeit des Holzes. Im Vergleich zu Kontrollen war der Mittelwert der Bruchschlagarbeit von OHT-Proben um 42% reduziert. Material des Plato-Prozesses und des ThermoWood®-Verfahrens wies um ca. 50% verringerte Mittelwerte auf. Der

Mittelwert der Bruchschlagarbeit der NOW-Proben war um 64% vermindert (Tab. 10).

Tab. 10. Mittelwerte der mechanischen Festigkeiten aus Prüfungen an fehlerfreien Kleinproben und prozentuale Verhältnisse der Festigkeiten von hitzebehandeltem Material gegenüber unbehandelten Kontrollen (Plato bezogen auf Fichte; Premium, NOW und OHT bezogen auf Kiefer).

Material	Fichte			Kiefer			OHT		
	Rohdichte [g/cm ³]	Biege-E-Modul [N/mm ²]	Biegefestigkeit [%]	Rohdichte [g/cm ³]	Biegefestigkeit [N/mm ²]	Biegefestigkeit [%]	Rohdichte [g/cm ³]	Bruchschlagarbeit [kJ/m ²]	Bruchschlagarbeit [%]
Kiefer	0,59	11.834	100	0,59	116,1	100	0,59	24,1	100
Fichte	0,53	13.966	100	0,54	108,0	100	0,54	31,8	100
Plato	0,40	11.847	85	0,40	76,4	71	0,40	15,6	49
Premium	0,44	10.106	85	0,45	91,2	79	0,45	11,5	48
NOW	0,54	10.213	86	0,54	72,5	62	0,54	8,7	36
OHT	0,63	12.745	108	0,63	101,6	88	0,63	14,0	58

Insgesamt wiesen die verschiedenen thermisch modifizierten Hölzer aus industrieller Fertigung Einbußen der statischen Biegefestigkeit zwischen 12 und 38% auf, der Biege-E-Modul wurde um ca. 15% verringert, mit Ausnahme der OHT-Prüfkörper, deren Biegesteifigkeit um 8% erhöht war. Es ist anzumerken, dass die höhere Dichte der OHT-Prüfkörper (0,63 g/cm³) im Vergleich zu den übrigen TMT-Materialien (0,40 – 0,54 g/cm³) teilweise auf eine prozessbedingte Ölaufnahme während der Hitzevergütung im Ölbad zurückzuführen ist (Sailer *et al.* 2000a). Ferner ist auch davon auszugehen, dass eine Teilpyrolyse in einer Behandlungsatmosphäre mit einem gewissen Restsauerstoffgehalt höhere Substanzverluste als eine Behandlung unter Luftabschluss, wie bei der Öl-Hitze-Behandlung, mit sich bringt (Buro 1954, Sandermann und Augustin 1963a, Sailer *et al.* 2000a).

Die dynamischen Festigkeiten der TMT-Materialien waren stärker reduziert als die statischen Festigkeitseigenschaften: Die Bruchschlagarbeit war im Bereich von 42 bis 64% im Vergleich zu unbehandelten Referenzen vermindert. Verschiedene Autoren berichteten bereits über erhöhte Sprödigkeit und verringerte Festigkeiten von thermisch modifiziertem Material (Seborg *et al.* 1953, Schneider 1971, Burmester 1973, Schneider 1973, Giebeler 1983, GyuHyeok *et al.* 1998, Jämsä und Viitaniemi 1998, Sailer *et al.* 2000a, Vernois 2000, Pfriem und Wagenführ 2007, Phuong *et al.* 2007a).

Viitaniemi (1997), Gohar und Guyonnet (1998), Boonstra und Doelman (1999), Jämsä und Viitaniemi (2000) nannten Festigkeitseinbußen von 5 bis 25% bzw. von 0 bis 15%. Im Gegensatz hierzu berichteten Giebeler (1983), Syrjänen und Kangas (2000), Rapp und Sailer (2000a), Militz und Tjeerdsma (2000) und Poblete *et al.* (2005) sogar von 30 bis 50% Festigkeitsverlust.

Im Allgemeinen wurden die im Vergleich zu den statischen Festigkeiten stärker verringerten dynamischen Festigkeitseigenschaften als kritisch für die Verwendung von TMT angesehen (Runkel und Wilke 1951, Giebeler 1983, Kubojima *et al.* 2000, Sailer *et al.* 2000b, Saito *et al.* 2004, Rapp *et al.* 2006), was Ergebnisse der Festigkeitsprüfungen belegen (Tab. 10).

3.1.1.3 Festigkeitsprüfung an Proben in Gebrauchsdimension

Prüfung von ThermoWood®-Balken

Deutlich stärker als bei fehlerfreien Kleinproben waren die statischen Festigkeitseigenschaften von ThermoWood®-Balken durch die Hitzebehandlung beeinflusst: Die Biegefestigkeit von hitzebehandelten Kiefernbalcken war bezogen auf Kontrollen um 47% vermindert, die hitzebehandelte Fichte zeigte einen um 50% verringerten Mittelwert (*cf.* Publikation I, Tabelle 7.1-3). Der Biege-Elastizitätsmodul war mit einer Minderung von ca. 3,5% für hitzebehandelte Kiefer und Fichte gegenüber Kontrollen nur wenig verändert. Die Untersuchungen an Proben in Gebrauchsdimension verdeutlichten auch den großen Einfluss von Ästen auf die Biegefestigkeit von hitzebehandeltem Material (Bengtsson *et al.* 2002). Die Streuung der Einzelwerte wurde größer, das fünfte Perzentil von hitzebehandelter Kiefer war mit 8 N/mm² im Vergleich zu zugehörigen unbehandelten Kontrollen um ca. 55% herabgesetzt, das der hitzebehandelten Fichte mit 11,1 N/mm² um ca. 66% geringer (*cf.* Publikation I, Tabelle 7.1-3).

Prüfung von Öl-Hitze-vergüteten Brettern

Die Ergebnisse des Vier-Punkt-Biegeversuchs an OHT-Brettern zeigten im Vergleich mit Kontrollen signifikant stärker reduzierte Biegefestigkeitswerte als in Prüfungen an fehlerfreien Kleinproben ermittelt. Eine signifikante Veränderung des Biege-E-Moduls wurde aber auch durch den Vier-Punkt-

Biegeversuch an Öl-Hitze-vergüteten Fichten- und Tannenbrettern in Gebrauchsdimension nicht sichtbar. Die mittlere Biegefestigkeit von OHT-vergüteten Tannenbrettern war um ca. 31% gegenüber den Kontrollen verringert, die der OHT-Fichtenbretter um ca. 39% im Mittel gemindert (*cf.* Publikation I, Tabelle 7.1-4). Neben der Reduktion der Festigkeitsmittelwerte wurde durch die OHT auch eine deutliche Erhöhung der Streuung der Einzelwerte verursacht. Diese war für das OHT-Material um den Faktor 1,5- bis 2,5 höher als für Kontrollen.

Somit wurde der die Festigkeit verringernde Einfluss von Ästen und Faserabweichungen (*As et al.* 2006), der zugleich die Streuung der Einzelwerte erhöht, durch die Hitzebehandlung noch weiter verstärkt. Die thermische Modifikation erscheint deswegen ungeeignet für die Vergütung von Sortimenten geringer Qualität, da die strukturellen Mängel des Ausgangsmaterials verstärkt werden.

3.1.2 Feuchteinduziertes Befallsrisiko und Dimensionsstabilisierung

Der Holzfeuchteverlauf der verschiedenen Prüfkörper während sieben Tagen Wasserlagerung und sieben Tagen Desorption in kalibrierten Windkanälen (*cf.* Anhang, Abb. 48 und Abb. 49) wurde gravimetrisch für die Ermittlung der zur MRI-Berechnung notwendigen Kenngrößen (*cf.* 2.5.2, Gleichung 9) bestimmt. Durch den ermittelten MRI wird das Risiko eines feuchteinduzierten biologischen Holzabbaus eines Materials bei Exposition in Gebrauchsklasse 3 beschrieben, wobei ein hoher Wert des „Moisture induced Risk Index“ (MRI) eine hohe Gefährdung charakterisiert, welches in mehreren Studien belegt wurde (*Rapp et al.* 2000, *Bollmus* 2004, *Welzbacher und Rapp* 2004). Die aus der Absorptions- und Desorptionsgeschwindigkeit berechneten MRI-Werte der TMT-Hölzer waren im Vergleich mit Kontrollen signifikant geringer, nur Premium zeigte gegenüber Eichenprüfkörpern, die unter den Kontrollen den höchsten MRI aufwiesen, einen erhöhten MRI (Tab. 11).

Tab. 11. Zeit für Anstieg der Holzfeuchte auf 20% (t_{AB20}), max. Holzfeuchte (u_{168h}) während Absorption sowie Zeit für Abfall der Holzfeuchte auf 20% (t_{DE20}), Holzfeuchteänderung um 5% ($t_{5\Delta uDE}$) während Desorption und ermittelte Steigungen wie auch errechnete MRI-Werte; bew. = über 18 Monate natürlich bewitterte Prüfkörper, unbew. = unbewitterte Prüfkörper.

Material		t_{AB20} [h]	u_{168h} [%]	t_{DE20} [h]	$t_{5\Delta uDE}$ [h]	Steigung [%/h]		MRI	Verhältnis MRI _{TMT} : MRI _{Kontrolle}		
						Abs.	Des.		Eiche	Kiefer	Fichte
Plato	bew.	54,1	26,2	2,5	2,5	0,046	2,560	0,018	1: 7,5	1:116,6	1:43,5
	unbew.	-	19,9	-	4,1	0,053	2,280	0,023	1: 5,9	1: 91,3	1:34,1
Premium	bew.	6,0	39,2	25,2	3,5	0,184	0,630	0,268	1,9: 1	1: 7,8	1: 2,9
	unbew.	18,1	37,5	25,1	3,0	0,176	0,795	0,204	1,5: 1	1: 10,3	1: 3,8
OHT	bew.	-	16,4	-	14,5	0,028	1,330	0,021	1: 6,4	1: 99,9	1:37,3
	unbew.	-	17,5	-	22,4	0,030	1,320	0,022	1: 6,1	1: 95,4	1:35,6
Eiche	unbew.	27,0	35,1	20,0	2,5	0,139	0,965	0,135	-	-	-
Kiefer	unbew.	0,2	63,9	45,5	2,0	3,745	0,742	2,099	-	-	-
Fichte	unbew.	1,2	57,8	35,0	1,5	0,905	0,822	0,784	-	-	-

Gegenüber Eichenkontrollen zeigten OHT und das Plato-Material ca. 6-fach geringere MRI-Werte. Im Vergleich mit Kiefernkontrollen waren die MRI-Werte um das ca. 100-fache niedriger, bezogen auf Fichtenkontrollen um das ca. 34- bis 43-fache geringer. Die Premium-Proben des ThermoWood[®]-Prozesses wiesen im Gegensatz zu den übrigen TMT-Hölzern um das 10-fache höhere MRI-Werte auf und zeigten somit in Laborprüfungen das höchste theoretisch ermittelte Risiko des feuchteinduzierten biologischen Abbaus in natürlicher Freibewitterung in Gebrauchsklasse 3 (GK 3) (*cf. Rapp et al. 2000*). Verglichen mit Eichenkontrollen war der MRI dieser Proben ca. 1,5- bis 2-fach höher, bezogen auf Kiefer und Fichte, jedoch um ca. 8- bzw. 3-mal niedriger.

Der Vergleich des MRI von bewitterten und unbewitterten TMT-Hölzern zeigte bislang keine signifikanten Unterschiede. Die holzschützende Wirkung der thermisch modifizierten Materialien war somit im Vergleich zu Kontrollen durch die 18-monatige Bewitterung im Gebrauch nicht gemindert. Diese Einschätzung wurde durch Zwischenergebnisse aus Freilandprüfungen im Erdkontakt in Gebrauchsklasse 4 (GK 4) (*cf. Publikation I, 7.1 und II, 7.2*) und außerhalb des Erdkontaktes in GK 3 (*cf. Publikation II, 7.2*) sowie durch die Untersuchungen bezüglich des Feuchteverhaltens von verbautem thermisch modifiziertem Holz über 19 Monate (*cf. Publikation I, 7.1; Hofer et al. 2007*) bestätigt.

Im Gegensatz zu den unbehandelten Kontrollen trat auf Grund der geringen Dimensionsänderungen bei Feuchtewechseln keine Rissbildung an TMT-Material nach einem Zyklus von Ab- und Desorption auf. Die geringe Neigung zur Rissbildung von TMT wurde ebenfalls von Pöhlmann (2001) nach 19-monatiger Bewitterung von OHT- Fichte und von Hofer *et al.* (2007) nach 5-jähriger Bewitterung von ThermoWood® (Kiefer, Thermo-D®, Fa. Stellac Oy in Mikkeli, Finnland) in Fassadenanwendung bestätigt. Auch Junghans und Niemz (2005) beobachteten eine geringe Rissbildung an TMT in natürlich bewitterter Anwendung auf Grund der erhöhten Dimensionsstabilisierung. Die Dimensionsstabilisierung ist durch die Verringerung der Sorptionsisotherme von TMT um bis zu 50% zu erklären (u.a. Jämsä und Viitaniemi 1998, Saito *et al.* 2004, Wang und Cooper 2005, Poblete *et al.* 2005, Welzbacher *et al.* 2007, Phuong *et al.* 2007b), die zu einer Reduzierung der Dickenquellung des thermisch modifizierten Materials führt (u.a. Giebeler 1983, Jämsä und Viitaniemi 2001, Del Menezzi und Tomaselli 2006). Es kommt hinzu, dass auch der Feuchtetransport im Holz durch die Hitzeeinwirkung deutlich verlangsamt ist, was zur Dimensionsstabilisierung bei Feuchtewechseln beiträgt (Pfriem *et al.* 2007). Metsä-Kortelainen *et al.* (2006) berichteten zudem von durch die thermische Modifikation verringerter Flüssigwasseraufnahme, welche unter anderem aus der von Pétrissans *et al.* 2003, Hakkou *et al.* 2005, Follich *et al.* 2006, Laganá *et al.* (2006) und Petrič *et al.* (2007b) beschriebenen Hydrophobierung der Holzoberfläche resultiert.

Die aus verringerter bzw. verzögerter Wasseraufnahme resultierende Quellungs- und Schwindungsvergütung wurde von Bekhta und Niemz (2003) mit ca. 30 bis 33%, von Sailer *et al.* (2000a) mit 40%, von Leithoff und Peek (1998) und Boonstra und Blomberg (2007) mit 50% sowie von Dirol und Guyonnet (1993), Jämsä und Viitaniemi (1998) und Goroyias und Hale (2005) mit 75 bis zu 96% angegeben. Splitterbildungen und Verwerfungen an dem in Ab- und Desorptionsversuchen untersuchtem Material, unabhängig von der vorherigen Bewitterung, wurden im Gegensatz zu den Beobachtungen von Boonstra und Doelman (1999) nicht festgestellt.

Unter Berücksichtigung der signifikant verringerten MRI-Werte in Laborprüfungen sowie auf Basis der erhöhten Dimensionsstabilität des TMT-

Materials im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen wurde die Eignung von TMT für Anwendungen in der Gebrauchsklasse 3 theoretisch belegt.

3.1.3 Resistenzerhöhung von thermisch modifiziertem Holz gegenüber Termiten in Laborversuchen

3.1.3.1 Zwangsversuch

Die Tabelle 12 zeigt die Zusammenfassung der Ergebnisse der Dauerhaftigkeitsprüfung gegen holzzerstörende Termiten im Zwangsversuch.

Tab. 12. Zwangsversuch mit *Reticulitermes grassei*. Mittelwerte und Standardabweichungen des Masseverlustes, der Überlebensrate, des Befallsgrades und der Ausbaufuchte (n = 6; Seestrand-Kiefer = Kontrolle; NT = nicht behandelt; OHT = Öl-Hitze-vergütet).

		Fichte	Kiefer Splint	Eukalyptus	Seestrand-Kiefer
Masseverlust [%]	NT	7,4 ± 3,5	9,4 ± 4,5	4,2 ± 1,2	11,7 ± 5,3
	OHT	11,2 ± 6,8	2,9 ± 3,3	6,5 ± 2,4	-
Überlebensrate [%]	NT	92,1 ± 6,4	91,0 ± 7,0	90,0 ± 6,5	90,3 ± 5,95
	OHT	88,4 ± 8,4	84,9 ± 5,9	85,7 ± 5,9	-
Befallsgrad	NT	4	4	3,8 ± 0,4	4
	OHT	4	3,2 ± 0,4	4	-
Ausbaufuchte [%]	NT	113 ± 30	68 ± 7	137 ± 14	125 ± 10
	OHT	53 ± 15	20 ± 3	24 ± 4	-

Die Überlebensrate der Termiten zeigte keine signifikanten Unterschiede für die geprüften Materialien. Sie lag in der Regel über 85% im Mittel. Eine signifikante Verringerung des mittleren Masseverlust nach Termitenangriff durch die OHT wurde nur bei Kiefer-OHT gefunden, der Masseverlust von Fichte-OHT und Eukalyptus-OHT lag sogar höher als der von zugehörigen, unbehandelten Fichten- und Eukalyptusprüfkörpern. Da die Überlebensrate der Termiten bei Prüfung von Kiefer-OHT nicht von derjenigen der unbehandelten Kiefer abwich, resultierte die Verringerung des Masseverlustes somit auf einer Behinderung des Abbaus und nicht auf toxischer Wirkung. Die Betrachtung der Befallsgrade bestätigte diese Einschätzung: Kiefer-OHT zeigte im Vergleich zu unbehandelter Kiefer einen signifikant niedrigeren mittleren Befallsgrad von 3,2, der aber dennoch einen deutlichen Befall der Prüfkörper kennzeichnete. Die

Ausbaufeuchte der OHT-Prüfkörper war in jedem Fall signifikant niedriger als die Ausbaufeuchte der zugehörigen unbehandelten Prüfkörper.

3.1.3.2 Wahlversuch

Die Ergebnisse aus den Wahlversuchen bezüglich Masseverlust und Ausbaufeuchte sind in Tab. 13 zusammengefasst. Sowohl die Ausbaufeuchte als auch der mittlere Masseverlust nach Termitenangriff waren für OHT-Proben im Vergleich zu zugehörigen unbehandelten Kontrollen signifikant niedriger.

Tab. 13. Wahlversuch mit *Reticulitermes grassei*. Mittelwerte und Standardabweichungen des Masseverlustes und der Ausbaufolgefeuchte (n = 6; Seestrand-Kiefer = Kontrolle; NT = nicht behandelt; OHT = Öl-Hitze-vergütet).

		Fichte	Kiefer Splint	Eukalyptus	Seestrand-Kiefer
Masseverlust [%]	NT	19,1 ± 6,1	7,6 ± 3,0	5,4 ± 1,4	9,8 ± 2,0 / 9,5 ± 1,6
	OHT	0,9 ± 0,6	0,7 ± 1,5	1,2 ± 0,7	-
Ausbaufeuchte [%]	NT	162 ± 37	145 ± 7	86 ± 5	152 ± 10 / 139 ± 10
	OHT	72 ± 31	23 ± 3	24 ± 4	-

Die Abbildung 23 zeigt Details der Überlebensraten, Befallsgrade und Aufenthaltsorte der Termiten nach 28 Tagen Prüfdauer. Für keine geprüfte Materialkombination [je Prüfgefäßseite (cf. 2.6.1.2, Abb. 14) ein OHT-Prüfkörper bzw. eine unbehandelte Kontrolle] ergab sich ein signifikantes Verteilungsmuster bezüglich des Aufenthaltsortes der Termiten, da sich die Insekten am Testende in beiden Gefäßseiten aufhielten (Abb. 23). Gleichwohl bestand bei Prüfungen mit Kiefern- und Eukalyptusproben die Tendenz, dass sich die Termiten bevorzugt in der Gefäßseite mit dem unbehandelten Prüfkörper aufhielten.

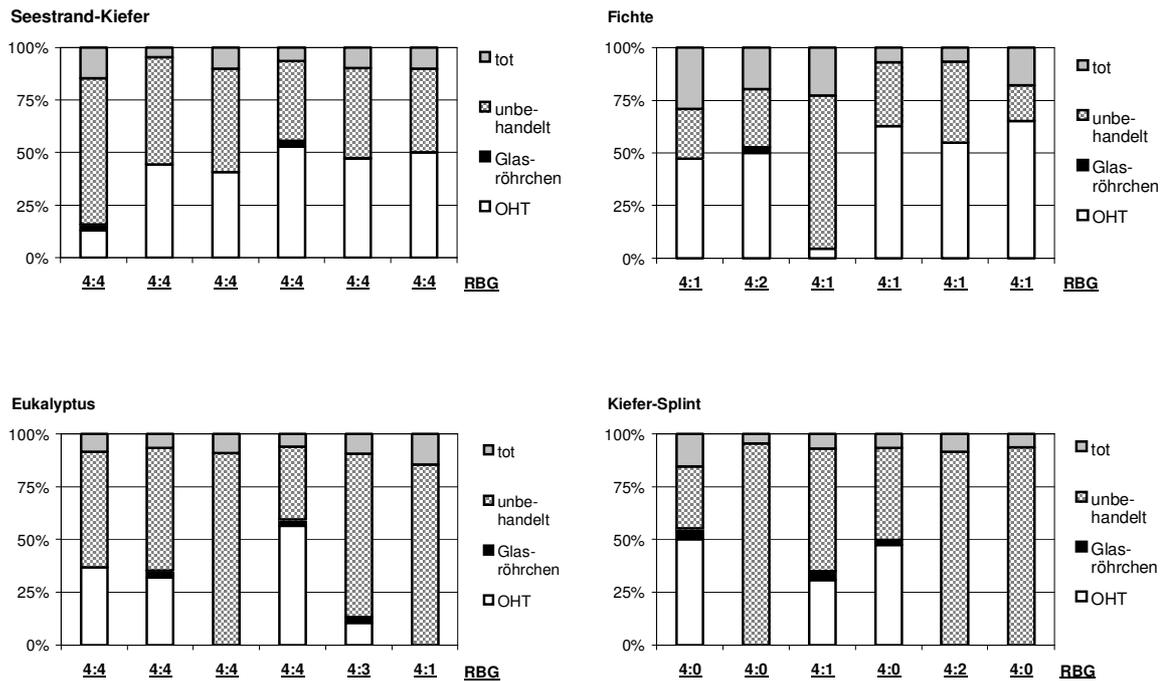


Abb. 23. Wahlversuch mit *Reticulitermes grassei*. Mittelwerte der Überlebensrate, des Befallsgrades [der relative Befallsgrad (RBG) = Befallsgrad unbehandelter Prüfkörper : Befallsgrad OHT-Prüfkörper ist unterhalb der Säulen der Überlebensrate aufgetragen] und Position (OHT = Gefäßseite mit OHT-Prüfkörper, Röhrchen = im Verbindungsröhrchen, unbehandelt = Gefäßseite mit unbehandeltem Prüfkörper) der Termiten am Testende nach 28 Tagen.

Obwohl sich die Termiten in beiden Gefäßseiten aufhielten, war der mittlere Masseverlust der OHT-Hölzer im Vergleich zu den zugehörigen Kontrollen signifikant verringert (Tab. 13). Dies wurde auch durch die Auswertung des mittleren Befallsgrades bestätigt (Abb. 23), der für Fichte-OHT und Kiefer-OHT ebenfalls signifikant niedriger war.

Die im Vergleich zu den Seestrand-Kiefernkontrollen signifikant verringerte Ausbaufeuchte der OHT-Proben (Tab. 13) hatte wie im Wahlversuch keine befallsvermeidende Wirkung.

3.1.3.3 Abstoßungsversuch

Die Tabelle 14 fasst die Ergebnisse aus den Abstoßungsversuchen bezüglich Masseverlust, Überlebensrate, Befallsgrad und Ausbaufeuchte zusammen. Die Überlebensrate der Termiten war für alle geprüften Materialien hoch (> 86% im Mittel) und wurde nicht durch die Anwesenheit von OHT-Proben beeinflusst,

welches wiederum darauf hinweist, dass das OHT-Material während der Prüfdauer keine toxische und keine abstoßende Wirkung auf die Termiten ausübte.

Tab. 14. Abstoßungstest mit *Reticulitermes grassei*. Mittelwerte und Standardabweichung des Masseverlustes, der Überlebensrate, des Befallsgrades und der Ausbaufeuchte (n = 6; Seestrand-Kiefer = Kontrolle; OHT = Öl-Hitze-vergütet).

Prüfkörperpaar	Masseverlust [%]	Überlebensrate [%]	Befallsgrad	Ausbaufeuchte [%]
Seestrand-Kiefer	7,6 ± 2,8	86,6 ± 8,7	4	119 ± 18
OHT Fichte	0,9 ± 0,3		3,0 ± 1,6	46 ± 5
Seestrand-Kiefer	6,8 ± 1,9	90,9 ± 5,0	4	109 ± 42
OHT Kiefer	0,2 ± 0,2		0,8 ± 1,0	21 ± 4
Seestrand-Kiefer	8,0 ± 2,5	87,6 ± 4,3	4	116 ± 23
OHT Eukalyptus	2,5 ± 2,2		3,8 ± 0,4	28 ± 7
Seestrand-Kiefer	7,6 ± 3,9	89,8 ± 6,3	4	95 ± 21
Kontrolle	4,1 ± 2,2		4	82 ± 32

Der Masseverlust und die Ausbaufeuchte der OHT-Hölzer waren signifikant geringer als an Kontrollen, der Befallsgrad war im Vergleich zu den Kontrollen jedoch nur an Kiefer-OHT signifikant verringert. Das Vorhandensein eines generellen Abstoßungseffektes des Öl-Hitze-behandelten Holzes ließ sich nicht bestätigen, da mit Ausnahme der Paarungen mit Kiefer-OHT, alle Materialien deutlichen Befall zeigten.

3.1.3.4 Klassifizierung der Dauerhaftigkeit gegenüber Termiten

Basierend auf den durchschnittlichen Befallsbewertungen nach Prüfung im Wahl-, Zwangs- und Abstoßungsversuchen wurden Dauerhaftigkeitsklassen (DKL) für die verschiedenen Materialien entsprechend den Vorgaben der DIN EN 118 (1990) gebildet (cf. 2.6.1.1, Tab. 5), die in Tab. 15 aufgeführt sind.

Tab. 15. Dauerhaftigkeitsklassen (DKL) auf Basis der zugehörigen mittleren Befallsbewertung (in Klammern) der Materialien in Abhängigkeit des Aufbaus der Laborprüfungen (n = 6; Seestrand-Kiefer = Kontrolle; NT = unbehandelt; OHT = Öl-Hitze-vergütet).

Material	Behandlung	Dauerhaftigkeitsklasse (DKL) nach Prüfung im		
		Zwangsversuch	Wahlversuch	Abstoßungsversuch
Fichte	NT	S (4,0)	S (4,0)	-
	OHT	S (4,0)	M (1,2)	S (3,0)
Kiefer Splint	NT	S (4,0)	S (4,0)	-
	OHT	S (3,2)	D (0,5)	D (0,8)
Eukalyptus	NT	S (3,8)	S (4,0)	-
	OHT	S (4,0)	S (3,3)	S (3,8)
Seestrand-Kiefer	NT	S (4,0)	S (4,0)	S (4,0)

Durch die OHT wurde im Zwangsversuch keine signifikante Erhöhung der Dauerhaftigkeit gegen Termitenangriff erreicht, alle geprüften Materialien wurden von Termiten angegriffen und abgebaut. Lediglich Kiefer-OHT wurde in Wahl- und Abstoßungsversuchen als "dauerhaft" (DKL D) sowie Fichte-OHT im Wahlversuch als "mäßig dauerhaft" (DKL M) eingestuft. Alle anderen Materialien wurden der Dauerhaftigkeitsklasse S, "anfällig", zugeordnet.

Im Gegensatz hierzu berichteten Smith *et al.* (2003) von einer signifikanten Resistenzerhöhung Öl-Hitze-behandelter Kiefer (*Pinus sylvestris*) gegen Termitenangriff durch *Coptotermes formosanus* (Shiraki). Allerdings war die Überlebensrate von *C. formosanus* nach 28 Tagen Prüfdauer bei Smith *et al.* (2003) mit 32% bei Prüfung von Kiefer-OHT und mit 62 bis 76% bei Prüfung der Kontrollen deutlich geringer als in den Prüfungen mit *Reticulitermes grassei* (Kiefer-OHT 89% und Kontrollen 90 bis 92% Überlebensrate), welches auf eine geringere Vitalität bzw. Toleranz dieser in Laborprüfungen eingesetzten *C. formosanus* Kolonie hindeutet.

Demgegenüber berichteten verschiedene Autoren von hohen Masseverlusten an thermisch modifiziertem Holz nach Termitenangriff durch *C. formosanus*, was die grundsätzliche Eignung dieser Termiten-Art für die Prüfung von thermisch modifiziertem Material bestätigt (Matsuoka *et al.* 2002, Kano *et al.* 2004, Doi *et al.* 2004, Kartal 2006). Matsuoka *et al.* (2004) und Kartal (2006) beobachteten sogar eine Erhöhung des Masseverlustes durch *C. formosanus* an Japanischer Sichelanne (*Cryptomeria japonica* D. Don), die zuvor bei bis zu 150°C in flüssigem Paraffin bzw. bei 180°C für 2 und 4 h im Heißluftofen hitzebehandelt worden war. Eine Erhöhung des von Termiten verursachten Masseverlustes durch die thermische Modifikation beobachteten auch Shi *et al.* (2007) nach Prüfung von Kiefernholz (*Pinus sylvestris*, vergütet bei 210°C für 15 min) gegen *Reticulitermes flavipes* und führten dies auf den Abbau von den Termitenbefall hemmenden Inhaltsstoffen des nativen Kiefernholzes durch die Hitzeeinwirkung zurück. Ebenfalls erhöhte Masseverluste nach Termitenangriff, hervorgerufen durch die Hitzeeinwirkung, fanden Doi *et al.* (2004), die für sechs nach dem niederländischen Plato-Verfahren hitzebehandelte Holzarten (Abachi, Erle, Birke, Fichte, Douglasie und Pappel) einen im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen verstärkten Angriff durch die Termitenarten *Reticulitermes speratus*

(Kolbe) und *C. formosanus* ermittelten. Sie erklärten dies unter anderem durch die Veränderung der Annehmbarkeit des hitzebehandelten Materials infolge hitzeinduzierter Bildung niedermolekularer Stimulanzen und Lockmittel, die das Fraßverhalten der Termiten beeinflussen.

Diese Theorie wird durch die Ergebnisse einer Vielzahl weiterer Arbeiten gestützt (Doi *et al.* 1995, 1997, 1998, 1999), die die Wirkung einer Dampfbehandlung (150 bis 170°C) an Japanischer Lärche [*Larix leptolepis* (Sieb. et Zucc.) Gord.] auf das Fraßverhalten verschiedener Termitenarten (*R. speratus* und *C. formosanus*) untersuchten. Bereits Temperatureinwirkungen von 120 bis 130°C, wie sie in Hochtemperatur-Kammern zur Holztrocknung angewandt werden, führten in Untersuchungen von Doi *et al.* (2001, 2005) zu einem verstärkten Termitenangriff, was analog den temperaturinduzierten Abbauprozessen bei höheren Temperaturen (150 bis 170°C, Doi *et al.* 1997) auf ein verändertes Fraßverhalten der Termiten durch die Bildung von Lockstoffen durch den Energieeintrag in das Holz zurückzuführen ist. Bemerkenswert ist, dass eine trockene Hitzebehandlung in Gasatmosphäre, bei gleicher Temperatur wie eine vergleichbare Dampfbehandlung, zu keiner signifikanten Erhöhung des Masseverlustes durch Termitenangriff führte (Doi *et al.* 1997, 1999, 2005).

An Stelle einer thermischen Modifikation setzten Katsumata *et al.* (2007) hochenergetische Gammastrahlung zur Energieübertragung für die Modifikation der Zellwand ein, um die Wirkung auf das Fraßverhalten der Termiten zu untersuchen. Analog dem verstärkt auftretenden Termitenfraß nach Anwendung von Hitze als Energieübertragungsmedium (u.a. Ohmura *et al.* 1999) wurde auch in dieser Untersuchung verstärkter Termitenfraß nach Gammabestrahlung beobachtet, der unter anderem aus der Bildung leicht zugänglicher, niedermolekularer Kohlenhydratbruchstücke resultierte (Despot *et al.* 2007), die als Lockstoffe fungieren können.

Die Ergebnisse der vorgenannten Autoren, in Verbindung mit der in Zwangs- und Wahlversuchen mit *R. grassei* ermittelten, im Vergleich mit Kontrollen nur wenig veränderten Dauerhaftigkeit der OHT-Materialien (Tab. 15) führten dazu, thermisch modifiziertes Material, unabhängig vom Herstellungsprozess, als nicht geeignet für Anwendungen mit Termitenkontakt einzustufen.

3.1.4 Resistenzhöhung gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen

3.1.4.1 Abbau im Labor

Prüfung gegen holzerstörende Basidiomyceten

Alle in dieser Prüfung eingesetzten industriell hitzebehandelten Materialien wiesen einen wesentlich geringeren mittleren Masseverlust durch pilzlichen Abbau auf als Kiefer-Splint-Kontrollen und unbehandelte Referenzprüfkörper mit erhöhter natürlicher Dauerhaftigkeit (Tab. 16).

Tab. 16. Mittlerer Masseverlust (%) nach biologischer Prüfung nach EN 113 (1996); 0,7 CKB: 0,7%ige CKB-Lösung = 6 kg/m³ CKB-Aufnahme; 2,8 CKB: 2,8%ige CKB-Lösung = 17 kg/m³ CKB-Aufnahme.

Material	<i>Oligoporus placenta</i>	<i>Trametes versicolor</i>	<i>Coniophora puteana</i>
Plato	10,0	6,8	3,7
Premium	16,0	9,0	1,9
NOW*	13,3	7,8	12,2
OHT**	7,4	5,6	3,4
0,7 CKB	16,7	0,5	18,1
2,8 CKB	0,4	0,6	0,4
Douglasie	14,0	2,6	27,4
Eiche	0,8	14,3	3,9
Kiefer	31,0	5,1	47,5
Kiefer Splint	26,2	35,7	60,3

* NOW = New Option Wood

**OHT = Öl-Hitze behandeltes Holz

Ein verringerter Masseverlust an TMT durch pilzlichen Abbau wurde von verschiedenen Autoren genannt, die daraus folgerten, dass die thermische Modifikation die Struktur des Holzes sowie die chemische Zusammensetzung verändert (Vernois 2000, Rapp und Sailer 2001, Mayes und Oksanen 2002, Militz 2002, Brischke und Rapp 2004, Welzbacher *et al.* 2006). Von den eingesetzten Prüfpilzen verursachte *Oligoporus placenta* den höchsten Masseverlust an den verschiedenen TMT-Materialien in einem Bereich von 7,4 bis 16%. Leithoff und Peek (1998) sowie Kamdem *et al.* (1999) berichteten ebenfalls von hohen Masseverlusten an TMT, verursacht durch *O. placenta*, weshalb dieser Prüfpilz als kritisch für TMT angesehen werden muss. Die

Masseverluste an den verschiedenen TMT-Materialien durch *Trametes versicolor* (5,6 – 9,0%) waren daher auch geringer als die durch *O. placenta* verursachten und wiesen zudem keine signifikanten Unterschiede zwischen den verschiedenen TMT-Materialien auf. Im Gegensatz hierzu wurde in Prüfungen mit *Coniophora puteana* ein signifikant höherer Masseverlust an NOW (12,2%) im Vergleich mit Premium (1,9%), OHT (3,4%) und Plato (3,7%) gefunden.

Prüfung in unsteriler Erde

Die Ergebnisse der Labor-Prüfung in unsteriler Erde gegen Moderfäule belegten die signifikant erhöhte relative Dauerhaftigkeit der verschiedenen thermisch modifizierten Materialien im Vergleich zu Kiefern Splint-Kontrollen sowie gegenüber Eichen- und Douglasienkernholz-Referenzproben. Sämtliche TMT-Materialien zeigten unabhängig von dem eingesetzten Bodensubstrat nur einen leichten Abbau nach 32 Wochen (Tab. 17). Zudem offenbarten sich keine signifikanten Unterschiede im mittleren Masseverlust der verschiedenen TMT-Hölzer.

Tab. 17. Mittlerer Masseverlust (%) nach 32 Wochen Exposition in zwei unterschiedlichen Bodensubstraten in Anlehnung an EN 807 (1997); 0,7 CKB: 0,7%ige CKB-Lösung = 6 kg/m³ CKB-Aufnahme; 2,8 CKB: 2,8%ige CKB-Lösung = 17 kg/m³ CKB-Aufnahme.

Material	Kompost	Testfeld
Plato	9,6	4,4
Premium	9,5	5,8
NOW*	5,7	4,2
OHT**	6,5	4,2
0,7 CKB	3,5	2,6
2,8 CKB	1,0	0,6
Douglasie	14,2	12,0
Eiche	38,7	39,2
Kiefer	21,9	21,7
Kiefer Splint	35,6	23,4

*NOW = New Option Wood

**OHT = Öl-Hitze behandeltes Holz

Die TMT-Materialien wiesen einen Masseverlust von 4,2 bis 5,8% in Prüfungen mit Testfeldboden-Substrat auf. Hingegen wurden geringfügig höhere Masseverluste mit 5,7 bis 9,6% bei Verwendung des Kompostbodens erreicht. Die in dieser Untersuchung ermittelte hohe Abbauaktivität von Kompostböden wird

unter anderem durch Ergebnisse von Mieß (1997), Edlund (1998) und Westin *et al.* (2004) bestätigt. Westin *et al.* (2004) fanden den höchsten Masseverlust von $5,4 \pm 1,4\%$ an thermisch modifizierter Kiefer (ThermoWood[®]-Verfahren, Klasse D) nach 52 Wochen in Kompostboden, gefolgt von einem Masseverlust von $2,7 \pm 0,5\%$ unter Verwendung von Erds substrat aus einem Nadelholz-Waldboden und $1,9 \pm 0,2\%$ Masseverlust im Testfeldboden. Im Gegensatz zu diesen hohen Masseverlusten an thermisch modifiziertem Material durch Prüfungen mit Kompostboden, erzielten Tjeerdsma *et al.* (2000) an Platanen behandelte Fichte lediglich einen Masseverlust von 3% nach 52 Wochen in einem standardisierten „John Innes No. 2“ Erds substrat mit Kompostbeimischung. Der Einfluss verschiedener Bodentypen auf die Abbauproduktion wurde bereits in zahlreichen Laborversuchen untersucht: Gersonde und Kerner (1984), Gray (1986), Mieß (1997) und Edlund (1998) untersuchten verschiedene Böden in terrestrischen Mikrokosmen (TMC) und ermittelten signifikante Unterschiede hinsichtlich Abbauproduktion, Masseverlust und vorherrschendem Fäuletyp zwischen den untersuchten Böden. Folglich ist die Aussagekraft der Ergebnisse aus Prüfungen mit unsteriler Erde im Labor für die direkte Abschätzung der Leistungsfähigkeit des Materials in realer Verwendung eingeschränkt. Dennoch stellt diese Laborprüfung einen wichtigen Baustein für Voruntersuchungen neu entwickelter Materialien dar, um die Parameterkombinationen vor notwendigen Freilandtests zu optimieren.

3.1.4.2 Abbau im Freiland

Doppellagenversuch in Gebrauchsklasse 3

Die Abbaubewertung in Gebrauchsklasse 3 belegte die erhöhte Resistenz der verschiedenen thermisch modifizierten Materialien gegenüber biologischem Abbau im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen und natürlich dauerhaften Referenzprüfkörpern (Abb. 24).

Mittlere Abbaubewertung

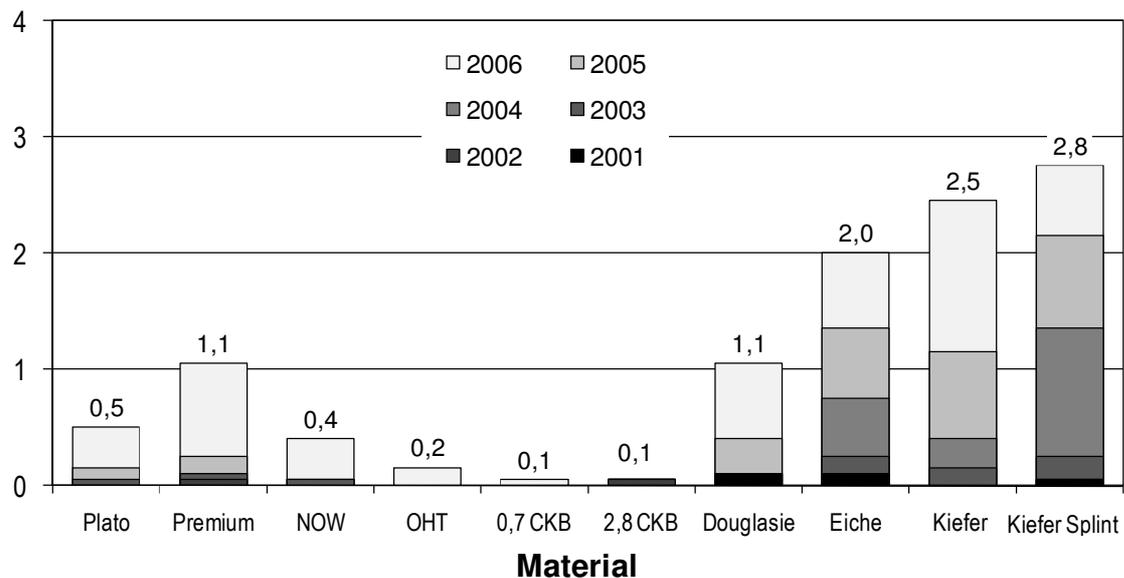


Abb. 24. Mittlere Abbaubewertung nach 5,5 Jahren Bewitterung in Doppellage ohne Erdkontakt. NOW = New Option Wood; OHT = Öl-Hitze-behandeltes Holz; 0,7 CKB: 0,7%ige CKB-Lösung = 6 kg/m³ CKB-Aufnahme; 2,8 CKB: 2,8%ige CKB-Lösung = 17 kg/m³ CKB-Aufnahme.

Der signifikant stärkste Abbau wurde an Kiefer-Splint (2,8) sowie Kiefer mit Kernanteil (2,5) ermittelt, gefolgt von Eichenkernholz (2,0) und Douglasienkernholz (1,1). Die mit CKB-Lösung verschiedener Konzentration [0,7% (6 kg/m³ CKB-Aufnahme) oder 2,8% (17 kg/m³ CKB-Aufnahme)] imprägnierten Kiefer-Splint-Proben wiesen unabhängig von der Schutzmittelaufnahme eine mittlere Abbaubewertung von 0,1 auf. Unter allen thermisch modifizierten Materialien zeigten die Premium-Proben den stärksten Abbau mit einer mittleren Abbaubewertung von 1,1, wohingegen die übrigen TMT-Materialien untereinander keine signifikant abweichende mittlere Bewertung aufwiesen (Plato: 0,5; NOW: 0,4; OHT: 0,2). Die Abbaubewertungen der TMT-Materialien bestätigen die auf Basis von MRI-Laborversuchen (*cf.* 3.1.2, Tab. 11) getroffene Vorhersage des hohen feuchteinduzierten Befallsrisikos der Premium-Proben im Vergleich zu den übrigen TMT-Proben.

An allen untersuchten Materialien wurde Fäule nach 5,5 Jahren Exposition in Doppellage gefunden. Der im Doppellagenversuch vorherrschende Fäuletyp wurde optisch während der Abbaubewertung im Feld und lichtmikroskopisch im Labor bestimmt (Abb. 25).

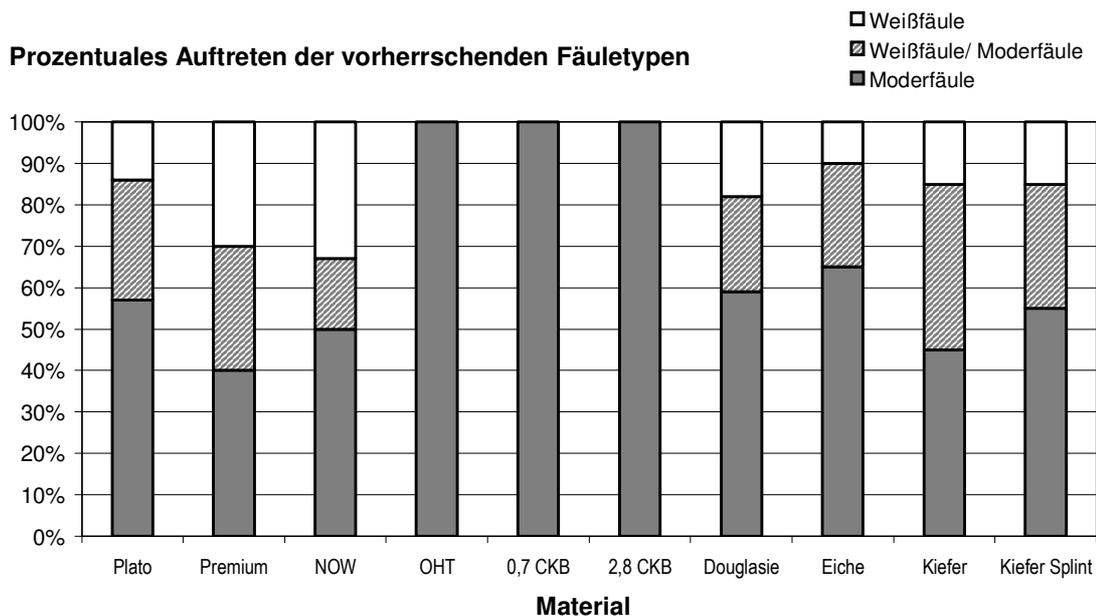


Abb. 25. Prozentuales Auftreten der vorherrschenden Fäuletypen (an befallenen Hölzern) nach 5,5 Jahren Exposition im Freiland außerhalb des Erdkontaktes in Doppellage. NOW = New Option Wood; OHT = Öl-Hitze-behandeltes Holz; 0,7 CKB: 0,7%ige CKB-Lösung = 6 kg/m³ CKB-Aufnahme; 2,8 CKB: 2,8%ige CKB-Lösung = 17 kg/m³ CKB-Aufnahme.

Im Doppellagenversuch war Moderfäule der vorherrschende Fäuletyp, gefolgt von Weißfäule. Braunfäule wurde nicht gefunden. Das starke Auftreten von Moderfäule in Doppellagenanordnung, besonders auch an Eichenkernholz, wurde ebenfalls von Augusta und Rapp (2005) festgestellt. Jedoch wurde dort eine vergleichsweise starke Braunfäule an Douglasienkernholz, Kiefernkernholz und Kiefernspiltholz beobachtet. Zudem wurden von Augusta und Rapp (2005) nach 5 Jahren Exposition in Doppellagenanordnung keine Anzeichen von Fäulnis an CKB-imprägnierten Kiefernproben oder an thermisch modifizierter Fichte gefunden. Der im Vergleich zu Ergebnissen von Augusta und Rapp (2005) stärkere Abbau kann als Folge der reduzierten Fläche der Doppellagen-Testsets (Saladis und Rapp 2004) bzw. über die künstliche Beschattung einiger Doppellagen-Testsets mittels lichtundurchlässigem Kunststoff-Gewebe in der vorliegenden Untersuchung erklärt werden (*cf.* Anhang Abb. 50 und Abb. 51). Brischke und Rapp (2005, 2007) berichteten ebenfalls von verstärktem Abbau an Holzproben in künstlich beschatteter Doppellagenanordnung im Vergleich zu unbeschatteter Anordnung und wiesen darauf hin, dass durch den Einsatz der Schattenboxen Temperatur- und Feuchteschwankungen egalisiert wurden und somit ein die Fäulnis begünstigendes Mikroklima geschaffen wurde.

Prüfung der Dauerhaftigkeit im Erdkontakt

Die Abbaubewertung nach 5,5 Jahren Prüfung im Erdkontakt führte zu mittleren Bewertungen von 2,3 für OHT, 2,9 für NOW, 3,1 für Plato und 3,5 für Premium, welches im Vergleich zu Kontrollen (Kiefer Splint: 4,0) und Referenzhölzern mit erhöhter natürlicher Dauerhaftigkeit (Douglasie: 3,3; Eichenkernholz: 3,6; Kiefer mit Kernanteil: 3,8) einen geringeren Abbau bedeutet. CKB-behandelte Kiefer wies abhängig von der Tränklösungskonzentration die geringste mittlere Abbaubewertung auf: 0,3 (2,8% CKB) und 2,3 (0,7% CKB) (Abb. 26).

Mittlere Abbaubewertung

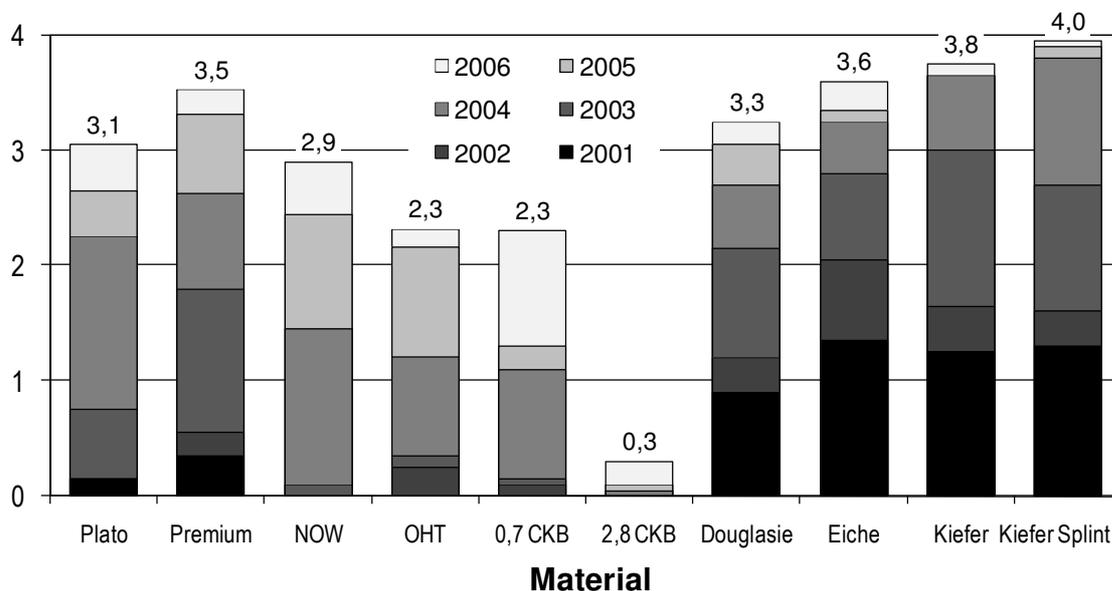


Abb. 26. Mittlere Abbaubewertung nach 5,5 Jahren Exposition im Erdkontakt. NOW = New Option Wood; OHT = Öl-Hitze-behandeltes Holz; 0,7 CKB: 0,7%ige CKB-Lösung = 6 kg/m³ CKB-Aufnahme; 2,8 CKB: 2,8%ige CKB-Lösung = 17 kg/m³ CKB-Aufnahme.

Alle untersuchten Materialien zeigten Fäulnis nach 5,5 Jahren im Erdkontakt. Der vorherrschende Fäuletyp der befallenen Proben ist in Abb. 27 dargestellt.

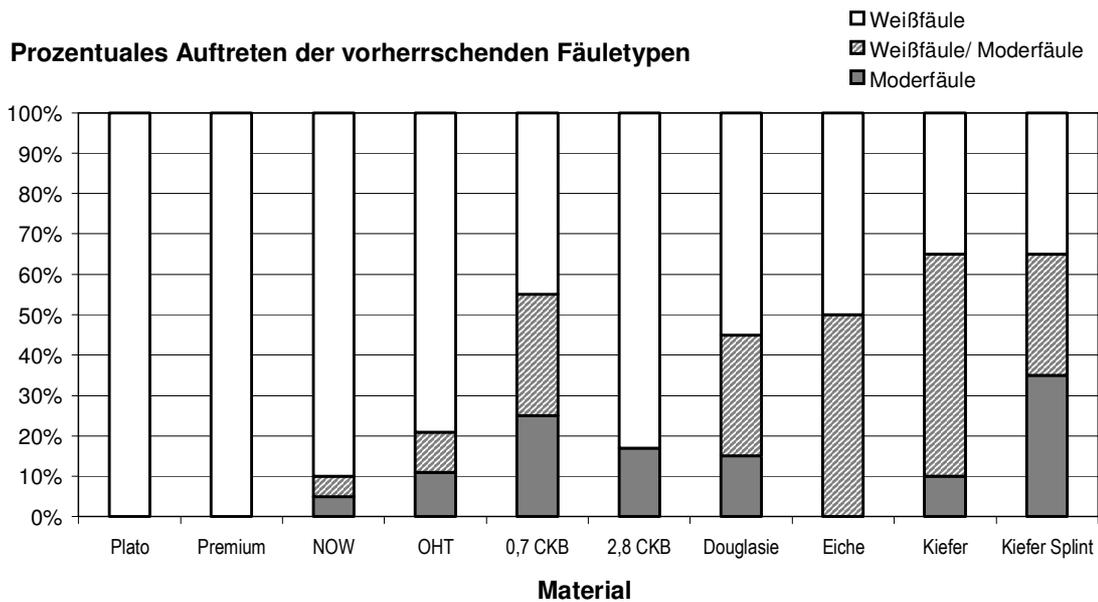


Abb. 27. Prozentuales Auftreten der vorherrschenden Fäuletypen (an befallenen Hölzern) nach 5,5 Jahren Exposition im Erdkontakt. NOW = New Option Wood; OHT = Öl-Hitze-behandeltes Holz; 0,7 CKB: 0,7%ige CKB-Lösung = 6 kg/m³ CKB-Aufnahme; 2,8 CKB: 2,8%ige CKB-Lösung = 17 kg/m³ CKB-Aufnahme.

Im Gegensatz zu Untersuchungen in Doppellagenanordnung in Gebrauchsklasse 3 (cf. Abb. 25) war Weißfäule der vorherrschende Fäuletyp an TMT bei Prüfungen im Erdkontakt-Testfeld der BFH, in dessen Boden Pilze, die eine starke Weiß- und Moderfäule hervorrufen, vorherrschten (Augusta 2007). Entgegen der starken Weißfäule an TMT wiesen Douglasienkernholz und Eichenkernholz stärkeren Abbau durch Moderfäule oder aber Kombinationen von Moder- und Weißfäule auf. Diese unterschiedliche Fäuleverteilung wird durch Ergebnisse von Brischke *et al.* (2007) gestützt, die berichteten, dass Weißfäule der vorherrschende Fäuletyp an thermisch modifizierter Fichte im Erdkontakt an fünf verschiedenen natürlichen Versuchsstandorten war, wohingegen Kiefernkernholz, Kiefernspiltholz, Douglasien- und Eichenkernholz vorwiegend von Moderfäule und Weißfäule abgebaut wurden. Hale *et al.* (2005) entdeckten ebenfalls eine Schwäche von TMT gegenüber Weißfäule, während ein Abbau der TMT-Materialien durch Moderfäule stark begrenzt und nur gering ausgeprägt war. Ähnliche Resultate wurden von Westin *et al.* (2004) nach Dauerhaftigkeitsprüfungen im Erdkontakt in drei verschiedenen schwedischen Freilandtestfeldern berichtet, wobei die drei dortigen Testfelder jeweils verschiedene dominante Fäuletypen repräsentierten (Simlångsdalen:

Braunfäule; Ultuna: Moderfäule und Bakterien; Ingvaldsbenning: Weißfäule). Zusammenfassend fanden Westin *et al.* (2004), dass TMT-Hölzer starken Abbau in dominanten Braun- und Weißfäule-Testfeldern mit einem Abbau-Index von 75% und 85% nach 6 Jahren aufzeigten, hingegen war die Fäulnis an TMT-Proben im Testfeld Ultuna mit dominanter Moderfäule und Bakterienabbau mit einem Abbau-Index von 20% nach 8 Jahren weniger stark ausgeprägt. Insgesamt zeigen die Ergebnisse aus allen Freilandprüfungen, dass thermisch modifiziertes Holz im Freiland im Gegensatz zu Laborversuchen (*cf.* Tab. 16) anfällig für Weißfäule ist.

3.1.4.3 Klassifizierung der natürlichen Dauerhaftigkeit

Die Dauerhaftigkeit in Laborprüfungen wurde entsprechend den Vorgaben der DIN EN 350-1 (1994) auf Basis der Abbauversuche nach EN 113 (1996) und EN 807 (1997) klassifiziert (*cf.* 2.6.3.1, Tab. 9). Die Dauerhaftigkeitsklassen (DKL) aus Prüfungen im Freiland wurden hingegen auf Basis des Dauerhaftigkeitsfaktors f ermittelt (*cf.* Publikation II, 7.2, Figure 7.2-6 und Figure 7.2-7).

Die berechneten Dauerhaftigkeitsklassen nach Prüfung gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen im Freiland und Labor wurden den in DIN EN 350-2 (1994) angegebenen Dauerhaftigkeitsklassen gegenüber gestellt (Tab. 18). Abhängig von der Testsituation (Erdkontakt oder außerhalb der Erde) und der Prüfkörperexposition (Freiland oder Labor) unterschieden sich die ermittelten Dauerhaftigkeitsklassen signifikant.

Tab. 18. Vergleich der vorläufig ermittelten Klassen der natürlichen Dauerhaftigkeit auf Basis des Dauerhaftigkeitsfaktors f aus Zwischenauswertungen nach 5,5 Jahren Freilandprüfung nach DIN EN 252 (1990) und in Doppellagenanordnung mit den ermittelten Dauerhaftigkeitsklassen aus Laborprüfungen nach EN 113 (1996) und EN 807 (1997) sowie in der DIN EN 350-2 (1994) angegebenen Dauerhaftigkeitsklassen.

Material	nach EN 113 mit			nach EN 807		Freilandversuche		DIN EN 350-2
	<i>Oligoporus placenta</i>	<i>Trametes versicolor</i>	<i>Coniophora puteana</i>	Kompost	Test-Feld	GK 3	GK 4	
Plato	3	2	1	2	2	1	4	-
Premium	4	2	1	2	2	3	5	-
NOW*	3	2	2	2	2	1	4	-
OHT**	2	2	1	2	2	1	4	-
0,7 CKB	4	1	2	1	1	1	4	-
2,8 CKB	1	1	1	1	1	1	1	-
Douglasie	3	1	3	3	3	3	4	3-4
Eiche	1	3	1	5	5	4	5	2
Kiefer	5	1	4	4	5	5	5	3-5
Kiefer Splint	5	5	5	5	5	5	5	5

*NOW = New Option Wood

**OHT = Öl-Hitze behandeltes Holz

Die geringste Dauerhaftigkeitsklassifizierung der verschiedenen thermisch modifizierten Materialien in Laborprüfungen mit Basidiomyceten-Monokulturen wurde mit *O. placenta* erhalten: Premium wurde als "wenig dauerhaft" (DKL 4) eingestuft, Plato und NOW wurden als "mäßig dauerhaft" (DKL 3) klassifiziert, OHT als "dauerhaft" (DKL 2). Im Vergleich zu Kiefer mit Kernanteilen und Kiefer-Splint (beide "nicht dauerhaft", DKL 5) wurde durch die thermische Modifizierung eine signifikante Erhöhung der Dauerhaftigkeit erreicht. Die Kernhölzer von Douglasie und Eiche (Eiche gegenüber *T. versicolor*) wurden als "mäßig dauerhaft" (DKL 3) eingestuft, vergleichbar den thermisch modifizierten Materialien. Eine Aufnahme des Chrom-Kupfer-Bor-Schutzmittelsalzes von 17 kg/m^3 durch Imprägnierung mit 2,8%iger CKB-Lösung führte zu der Klassifizierung "sehr dauerhaft" (DKL 1), hingegen wurden Proben mit der geringeren CKB-Aufnahme von 6 kg/m^3 nach Tränkung mit 0,7%iger Lösung als "wenig dauerhaft" (DKL 4) eingestuft.

Der Einfluss von verschiedenen unsterilen Bodentypen auf die resultierende Dauerhaftigkeitsklasse war vernachlässigbar. Sämtliche untersuchten thermisch modifizierten Materialien wurden als "dauerhaft" (DKL 2) klassifiziert, wohingegen die Kontrollen und natürlich dauerhaften Referenzhölzer geringere Dauerhaftigkeitsklassen aufwiesen: Douglasienkernholz war "mäßig dauerhaft"

(DKL 3), während Eichenkernholz und Kiefernholz mit Kernanteilen die Klassifizierung "nicht dauerhaft" (DKL 5) erreichte. CKB-haltiges Kiefernspintholz war unabhängig von der erzielten Schutzmittelsalzaufnahme (6 oder 17 kg/m³) "sehr dauerhaft" (DKL 1).

Bei Exposition in Doppellagenanordnung erhielten thermisch modifizierte Materialien mit Ausnahme des Premium-Materials ("mäßig dauerhaft", DKL 3), die Klassifizierung "sehr dauerhaft" (DKL 1). Die mit CKB imprägnierten Kiefernspintproben erwiesen sich unabhängig von der Aufnahmemenge als "sehr dauerhaft" (DKL 1). Unbehandelte Referenzen und Kontrollen waren "mäßig dauerhaft" (Douglasie, DKL 3), "wenig dauerhaft" (Eiche, DKL 4) oder "nicht dauerhaft" (Kiefer mit Kernanteil und Kiefer Splint, DKL 5).

Die geringe Aussagekraft von Laborversuchen im Hinblick auf eine verlässliche Vorhersage der Leistungsfähigkeit der Materialien in realen Einbausituationen in GK 3 wird besonders durch die vergleichende Betrachtung der nach Laborprüfungen mit *O. placenta* erhaltenen Dauerhaftigkeitsklassifizierungen offensichtlich: Sämtliche thermisch modifizierten Sortimente, wie auch die mit geringer CKB-Konzentration imprägnierten Kiefer-Splinthölzer zeigten auch nach 5,5 Jahren Exposition in GK 3 in Doppellage einen geringen Abbau, was auf Basis der Klassifikation der Dauerhaftigkeit nach Abbauversuchen mit *O. placenta* (Tab. 18) nicht erwartet werden konnte. Diese Divergenz der Ergebnisse aus Labor- und Freilandversuchen wurde bereits mehrfach nachgewiesen (Scheffer und Morell 1993, Rapp 2003, Grinda 2003, Rapp *et al.* 2005, Junga und Militz 2005). Die Ursache hierfür könnte zum einen in der Testsituation im Labor selbst liegen, in der Prüfkörper künstlich befeuchtet und unter Ausschluss der natürlichen Biodiversität holzzerstörenden Monokulturen ausgesetzt werden, zum anderen aber auch im Schutzmechanismus des thermisch modifizierten Materials, der wahrscheinlich auf einer reduzierten Feuchteaufnahme basiert, was durch standardisierte Laborprüfungen mit dauerhaft künstlicher Befeuchtung nicht berücksichtigt wird. Daraus kann gefolgert werden, dass Norm-Prüfverfahren, die zur Bestimmung der Grenze der Wirksamkeit eines Biozids entwickelt wurden (z.B. EN 113, EN 807), bei Prüfung modifizierter Materialien an die materialinhärenten Besonderheiten (z.B. reduzierte Feuchteaufnahme) angepasst werden sollten, um das in realen

Einbausituationen beobachtete Verhalten des Materials wiederzugeben (Van Acker 2003, Brischke *et al.* 2006). Folglich wären Freilandversuche für eine verlässliche Voraussage des Verhaltens von TMT in Gebrauchsklasse 3 notwendig.

Unterschiede in der Dauerhaftigkeitsklassifizierung wurden aber nicht nur im Vergleich Labor – Freiland offensichtlich, sondern auch zwischen verschiedenen Gebrauchsklassen in Freilandprüfungen. Im Gegensatz zu den Versuchen in Doppellagenanordnung in GK 3 führten die Erdkontaktversuche in GK 4 zu einer deutlich geringeren Dauerhaftigkeitseinstufung (Tab. 18). Premium-Prüfkörper waren “nicht dauerhaft” (DKL 5) im Erdkontakt, während alle anderen industriell thermisch modifizierten Materialien (OHT, Plato, NOW) als “wenig dauerhaft” (DKL 4) eingestuft wurden. Douglasienkernholz wurde ebenfalls als “wenig dauerhaft” (DKL 4) klassifiziert, wohingegen die übrigen Kontrollen und unbehandelten Referenzen (inklusive Eichenkernholz) als “nicht dauerhaft” (DKL 5) eingestuft wurden. Nur die Kiefernspintprüfkörper mit einer hohen CKB-Schutzmittelsalzaufnahme (17 kg/m^3) erreichten nach 5,5 Jahren im Erdkontakt die Dauerhaftigkeitsklasse 1 (“sehr dauerhaft“). Eine niedrige Aufnahme des CKB-Schutzmittelsalzes (6 kg/m^3), die unterhalb der im Holzschutzmittelverzeichnis (2007) für Einsatz in GK 4 geforderten Einbringungsmenge von 8 kg/m^3 CKB lag, führte zu der Dauerhaftigkeitsklassifizierung “wenig dauerhaft” (DKL 4).

Die Dauerhaftigkeitsklassifizierung der verschiedenen TMT-Materialien in Freiland-Erdkontaktprüfungen als “wenig dauerhaft” bis “nicht dauerhaft” (DKL 4 – 5) weicht von der nach Prüfungen in unsteriler Erde im Labor und nach Prüfung gegen *O. placenta* (DKL 2 – 4) sowie in Freilandprüfungen außerhalb des Erdkontaktes in GK 3 erhaltenen Dauerhaftigkeitsklassifizierung (DKL 1 - 3) ab. Dies belegt, dass Standard-Laborprüfungen alleine für eine verlässliche Gebrauchsdauervorhersage von TMT in realen Einbausituationen nicht geeignet sind: Die in Laborversuchen ermittelten Dauerhaftigkeitsklassen von TMT waren geringer als die in Freilandprüfungen außerhalb des Erdkontaktes, aber höher als die in Freiland-Erdkontaktprüfungen erhaltenen Dauerhaftigkeitsklassen.

3.1.5 Schutzprinzip thermisch vergüteter Hölzer

Die holzschützende Wirkung einer thermischen Modifikation wurde durch eigene Arbeiten belegt (cf. 3.1.2, 3.1.4) und bereits von vielen Autoren beschrieben (u.a. Buro 1954, 1955, Giebeler 1983, Kamdem *et al.* 2002, Boonstra und Tjeerdsma 2006, Del Menezzi und Tomaselli 2006). Die Resistenzerhöhung von TMT wird durch die Zellwandmodifikation auf Grund der Hitzeeinwirkung bewirkt (Kollmann und Fengel 1965, Leithoff und Peek 1998), die allen industriellen Prozessen zur Hitzebehandlung gemein ist (Welzbacher und Rapp 2007).

Die für die Resistenzerhöhung ursächlichen Mechanismen werden bislang kontrovers diskutiert, und können in vier Hypothesen zusammengefasst werden:

1. Bildung toxischer Produkte während der thermischen Modifikation, die eine biozide Wirksamkeit aufweisen, z.B. teerölartige Produkte (u.a. Kamdem *et al.* 2000, Mazela *et al.* 2003),
2. Reduzierung der Sorptionsisotherme und somit der Holzausgleichsfeuchte von TMT, die den Wuchs und die enzymatische Aktivität holzerstörender Pilze behindert (u.a. Vernois 2001, Boonstra und Tjeerdsma 2006) und mit der Mikroporenverteilung der Zellwand einhergeht (Popper *et al.* 2005, Junghans *et al.* 2005),
3. Veränderung und Umorganisation der Kohlenhydrat- und Ligninstruktur von TMT, die zu einer Nicht-Erkennung des Holzsubstrats durch Enzyme holzabbauender Pilze führt (u.a. Hakkou *et al.* 2005, Paul *et al.* 2006),
4. Abbau und Entfernung der Nahrungsgrundlage (vorwiegend Hemicellulosen) für pilzlichen Abbau durch die Hitzeeinwirkung (u.a. Militz 2002, Weiland und Guyonnet 2003).

In der Vergangenheit wurden häufig nur die Hypothesen 3 und 4 untersucht und als mögliche Ursache für die erhöhte Dauerhaftigkeit von TMT gesehen (Weiland und Guyonnet 2003, Boonstra und Tjeerdsma 2006), so dass in dieser Arbeit die Hypothesen 1 und 2 näher betrachtet wurden.

3.1.5.1 Maximale Quellung und Holzgleichsfeuchte

In Untersuchungen zur Bestimmung der Ursachen der erhöhten Dauerhaftigkeit von TMT eingesetzte Fichtenproben wiesen eine Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) von 2,2% (+/- 0,16%) bzw. 6,7% (+/- 0,32%) durch Behandlung bei 200 °C bzw. 220 °C für jeweils 3 h auf. Der durch sukzessive Extraktion hervorgerufene Masseverlust war mit 1,5 – 2,4% deutlich niedriger, stieg aber mit ansteigender Hitzebehandlungsintensität ebenfalls an (Tab. 19), was sich mit Ergebnissen von Windeisen *et al.* (2007) deckt, die steigende Extraktstoffgehalte bei steigender Hitzebehandlungsintensität unter Verwendung organischer Lösemittel fanden.

Tab. 19. Darrdichte, Gesamtmasseverlust durch Extraktion sowie die einzelnen, durch die verschiedenen Extraktionsstufen hervorgerufenen Masseverluste der verschieden hitzebehandelten Fichten-Prüfkörper. Standardabweichung in Klammern.

	Darrdichte [g/cm ³]		Masseverlust [%] durch Extraktion			
	vor Extraktion	nach Extraktion	gesamt (a + b + c)	a) Petrolether	b) Aceton/Wasser	c) Methanol/Wasser
103 °C/ 16h	0,49 (0,03)	0,50 (0,03)	1,47 (0,53)	0,11 (0,15)	0,62 (0,52)	0,74 (0,20)
200 °C/ 3h	0,49 (0,03)	0,50 (0,03)	2,20 (0,28)	0,10 (0,17)	1,43 (0,28)	0,66 (0,22)
220 °C/ 3h	0,48 (0,02)	0,48 (0,03)	2,40 (0,21)	-0,04 (0,23)	2,03 (0,25)	0,41 (0,09)

Da die maximale tangentielle Quellung der Fichtenproben, unabhängig von der Vorbehandlung (unbehandelt oder thermisch vergütet) und dem eingesetzten Quellmedium (Wasser oder 2%ige KOH-Lösung), keinen signifikanten Unterschied zwischen extrahierten und nicht-extrahierten Prüfkörpern aufwies, wurden die extrahierten (n = 26) und die nicht-extrahierten (n = 26) Prüfkörper derselben Hitzebehandlungsintensität zu einem Probenkontingent von 52 Parallelen zusammengefasst (Abb. 28).

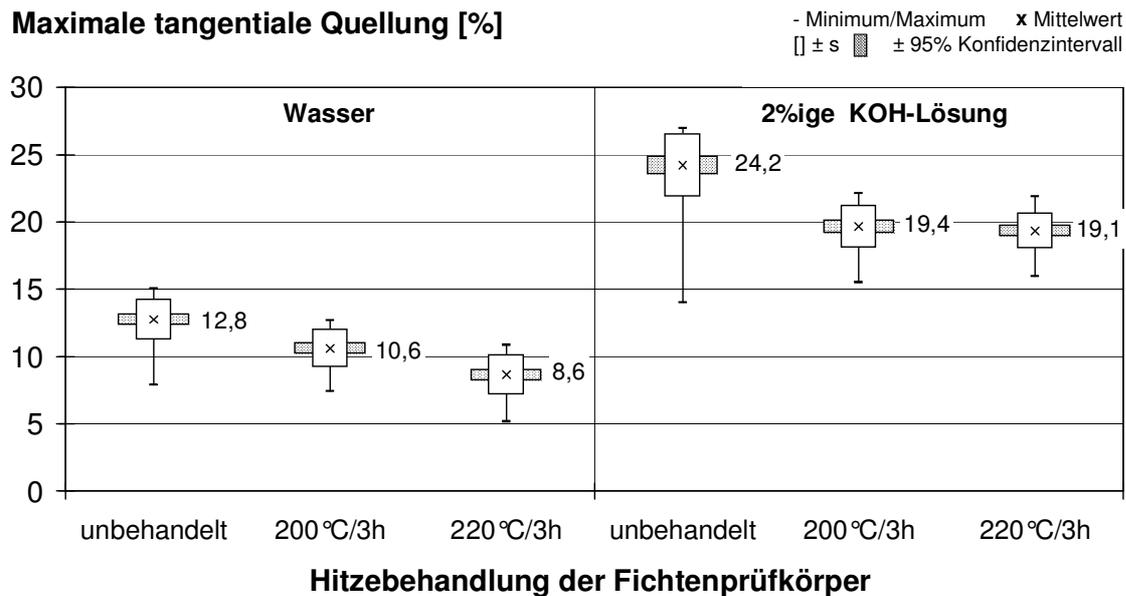


Abb. 28. Maximale tangentielle Quellung von thermisch modifizierten Fichtenprüfkörpern nach 24 h Quellung in flüssigem Wasser sowie in einer 2%igen KOH-Lösung (n = 52).

Die maximale Quellung wurde durch die thermische Modifikation signifikant verringert, was nicht unerwartet war, da eine Abhängigkeit von zunehmender Quellungsvergütung mit ansteigender Hitzebehandlungsintensität besteht (u.a. Stamm *et al.* 1946, Welzbacher *et al.* 2007). Die KOH-Behandlung führte jedoch zu einer völligen Aufhebung der Quellungsvergütung von TMT: Die mittlere maximale Quellung thermisch modifizierter Hölzer betrug nach KOH-Behandlung 19%, die der Kontrollen 24,2%. Dieser Anstieg der Quellung thermisch modifizierter Materials nach Alkali-Behandlung stimmt mit Ergebnissen von Kamdem *et al.* (2002) und Seborg *et al.* (1953) überein, bei denen thermisch modifizierte Fichte in 18%iger NaOH gequollen wurde. Kamdem *et al.* (2002) folgerten aus dem Anstieg der Quellung von TMT nach Laugenbehandlung, dass die durch thermische Modifikation hervorgerufene Dimensionsstabilisierung nicht durch die Ausbildung intermolekularer Ether-Brücken verursacht sein kann, da diese Ether-Bindungen durch eine Alkali-Behandlung nicht hätten aufgebrochen werden können (Seborg *et al.* 1953). Es könnte daher angenommen werden, dass die reduzierte Quellung von TMT durch Abbau hydrophiler Hydroxylgruppen verursacht wird.

Analog der maximalen Quellung wies auch die Holzgleichsfeuchte (EMC) von extrahierten und nicht-extrahierten Proben gleicher Hitzebehandlungs-

intensität keine signifikanten Unterschiede auf, so dass diese Prüfkörpergruppen für die Bestimmung des Einflusses der Hitzebehandlungsintensität wie auch der KOH-Behandlung auf die Sorption zu Gruppen von 52 Proben zusammengefasst wurden. Mit steigender Hitzebehandlungsintensität verringerte sich die Holzgleichsfeuchte (Abb. 29), was im Einklang mit früheren Ergebnissen steht (u.a. Saito *et al.* 2004, Popper *et al.* 2005) und durch eine geringere Anzahl der feuchtezugänglichen Hydroxylgruppen des TMT im Vergleich zu Kontrollen erklärt werden könnte (u.a. Boonstra und Tjeerdsma 2006, Phuong *et al.* 2007b, Windeisen *et al.* 2007).

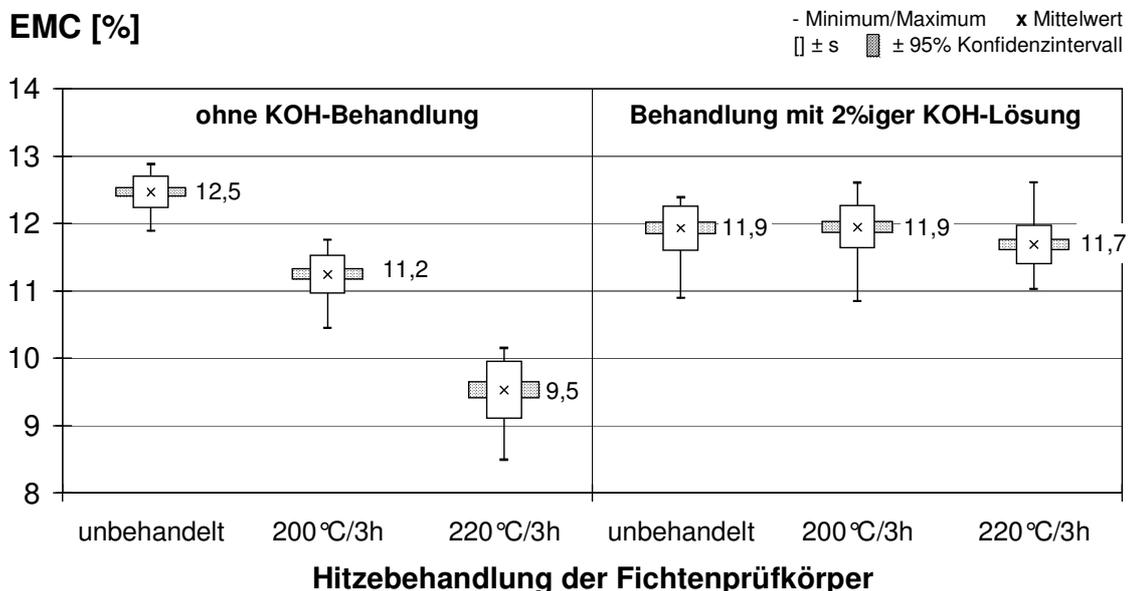


Abb. 29. Ausgleichsfeuchte (EMC) nach 48 Tagen Lagerung im Klima 20°C/75% rLF von verschiedenen thermisch modifizierten Fichtenprüfkörpern mit oder ohne nachfolgende Behandlung mit 2%iger KOH-Lösung (n = 52).

Durch die Behandlung mit 2%iger KOH wurde die verringerte Hygroskopizität von TMT vollständig kompensiert: Mittelwerte der Holzgleichsfeuchte (EMC) in einem Bereich von 11,7 bis 11,9% wurden für alle KOH-behandelten Proben gefunden, unabhängig von der vorherigen thermischen Modifikation oder Extraktion (Abb. 29). Dies führt zu der Annahme, dass die Wiederherstellung des hydrophilen Charakters des TMT nach Alkali-Behandlung nicht allein von den feuchtezugänglichen und quellfähigen Hydroxylgruppen der Hemicellulose abhängt, da vorwiegend die Hemicellulosen durch die thermische Modifikation abgebaut werden (Wienhaus 1999). Hinzu kommt, dass im TMT verbliebene

Hemicellulosen vermutlich durch die KOH-Behandlung oder aber durch die vorherige sukzessive Extraktion entfernt wurden (Fengel 1966b). Daher ist eher wahrscheinlich, dass der durch die KOH-Behandlung wiederhergestellte hydrophile Charakter von TMT auf die Schaffung neuer oder die Wiederherstellung alter Kapillaren, d.h. vor der Hitzebehandlung vorhanden gewesener Kapillaren, und damit auf die Vergrößerung der inneren Oberfläche (Sousa *et al.* 1991, Saito *et al.* 2004) zurückzuführen ist, da die Reaktionsgeschwindigkeit des Holzes mit Gasen oder Flüssigkeiten mit zunehmender Porenoberfläche ebenfalls steigt (Bhatia und Vartak 1996).

3.1.5.2 Hemmwirkung der TMT- Extrakte

Keiner der Extrakte aus sukzessiver Extraktion führte zu einer Wachstumshemmung von *O. placenta*, weder einzeln, noch in Kombination miteinander. Analoge Resultate wurden von Buro (1954) erhalten, so dass hiermit die These widerlegt wird, dass durch die thermische Modifikation Biozide als Nebenprodukte im Holz gebildet werden, die für die Erhöhung der Dauerhaftigkeit von TMT verantwortlich sind. Nur bei Prüfung von KOH-Extrakten, deren pH-Wert nicht reduziert worden war, lag eine wachstumshemmende Wirkung vor (Tab. 20).

Tab. 20. Mittelwerte der relativen Hemmwirkung der Extrakte der hitzebehandelten Fichtenprüfkörper (n = 4) auf das Wachstum von *Oligoporus placenta*.

Extraktionsmittel	Hitzebehandlung	Konzentration	
		c = 1	c = 2
KOH, Extrakte <u>nicht</u> neutralisiert	103 °C	0,4%	83,9%
	200 °C/3h	0,2%	33,3%
	220 °C/3h	0,2%	71,8%
KOH, Extrakte neutralisiert mit Oxalsäure	103 °C	0,0%	0,0%
	200 °C/3h	0,0%	0,0%
	220 °C/3h	0,0%	0,0%
reine KOH (2%)	-	3,8%	-
reine Oxalsäure (8%)	-	0,0%	-

Sobald diese Extrakte (pH = 13,8) mit Oxalsäure neutralisiert wurden (pH = 6,3 nach Neutralisation), war die Hemmwirkung ebenfalls aufgehoben. Somit wurde gezeigt, dass die Hemmung durch OH-Ionen verursacht worden war, da eine

mikrobielle Aktivität außerhalb von pH-Werten von 2 und 12 meist unterbunden wird (Schmidt 2006) und oberhalb eines pH-Wertes von 8,5 eingeschränkt ist (Wallhäußer und Schmidt 1967).

Der optimale pH-Bereich vieler holzerstörender Pilze liegt zwischen 5 und 6, wobei *O. placenta* wie andere Basidiomyceten den pH-Wert des Substrats durch Ausscheidung von Oxalsäure regulieren kann (Schmidt 2006). Folglich war das Wachstum von *O. placenta* in Wuchsversuchen mit KOH-Extrakten durch die Zugabe von Oxalsäure nicht behindert.

3.1.5.3 Resistenz extrahierter Materialien gegen *Oligoporus placenta*

Der Masseverlust durch *O. placenta* verringerte sich signifikant mit steigender Hitzebehandlungsintensität (Tab. 21), was früheren Ergebnissen entspricht (u.a. Viitaniemi 1997, Welzbacher *et al.* 2007). Dagegen wurde übereinstimmend mit Ergebnissen von Buro (1954), Kamdem *et al.* (2002) und Hakkou *et al.* (2005) kein Einfluss der sukzessiven Extraktion auf den durch *O. placenta* verursachten Masseverlust beobachtet.

Tab. 21. Darrdichte und Masseverlust durch *Oligoporus placenta* der verschiedenen thermisch modifizierten und extrahierten Fichtenprüfkörper; extrahiert = sukzessive extrahiert, KOH = mit 2%iger Kalilauge behandelt, ausgewaschen = pH-Wert durch Auswaschung mit deionisiertem Wasser verringert, Oxalsäure = pH-Wert durch 8%iger Oxalsäure verringert. Standardabweichung in Klammern.

Material	Darrdichte [g/cm ³]	Masseverlust durch <i>Oligoporus placenta</i> [%]
Fichte 103°C für 16h		
nicht- extrahiert	0,49 (0,03)	23,9 (4,20)
extrahiert	0,50 (0,03)	25,8 (6,57)
extrahiert, KOH, ausgewaschen	0,51 (0,03)	25,6 (12,41)
KOH	0,48 (0,02)	2,6 (0,57)
KOH, ausgewaschen	0,51 (0,03)	28,1 (9,88)
KOH, Oxalsäure	0,52 (0,02)	23,8 (11,06)
Fichte hitzebehandelt bei 200°C für 3 h		
nicht- extrahiert	0,49 (0,03)	22,4 (5,22)
extrahiert	0,50 (0,03)	21,5 (4,89)
extrahiert, KOH, ausgewaschen	0,50 (0,02)	33,2 (8,45)
KOH	0,48 (0,01)	3,0 (0,48)
KOH, ausgewaschen	0,50 (0,03)	28,7 (8,87)
KOH, Oxalsäure	0,50 (0,02)	23,1 (4,20)
Fichte hitzebehandelt bei 220°C für 3 h		
nicht- extrahiert	0,48 (0,02)	6,3 (2,72)
extrahiert	0,48 (0,03)	6,3 (2,42)
extrahiert, KOH, ausgewaschen	0,50 (0,02)	26,5 (12,02)
KOH	0,47 (0,02)	3,3 (0,33)
KOH, ausgewaschen	0,50 (0,03)	28,7 (8,87)
KOH, Oxalsäure	0,51 (0,03)	20,2 (2,81)
Kiefer-Splint Kontrolle	0,60 (0,04)	29,5 (4,72)

Der starke Einfluss der KOH-Behandlung auf den Masseverlust durch *O. placenta* zeigt sich an TMT: Unter der Voraussetzung, dass der pH-Wert der KOH-behandelten TMT-Hölzer vor dem Einbau in die Versuchsgefäße verringert wurde, wurde die durch die thermische Modifikation hervorgerufene Resistenzerhöhung komplett aufgehoben. Nur die KOH-behandelten Proben mit einem mittleren pH-Wert von 13,8 wiesen einen signifikant geringeren Masseverlust von ca. 3% auf.

Da die Unterschiede hinsichtlich Masseverlust zwischen den verschiedenen extrahierten wie auch zwischen den KOH-behandelten Proben mit unterschiedlicher pH-Absenkung (Oxalsäurezugabe oder Auswaschung mit deionisiertem Wasser) nicht signifikant waren, wurden zwei Gruppen von Prüfkörpern gebildet, um den Einfluss der KOH-Behandlung auf den Masse-

verlust durch *O. placenta* an TMT zu verdeutlichen: Gruppe 1 = Proben ohne KOH-Behandlung (ohne KOH), Gruppe 2 = Proben mit KOH-Behandlung und nachfolgender pH-Wert Absenkung (KOH). Die Abbildung 30 zeigt, dass durch die KOH-Behandlung die Korrelation von steigender Hitzebehandlungsintensität und steigender Resistenzerhöhung von TMT komplett aufgehoben wurde.

Masseverlust durch *Oligoporus placenta* [%]

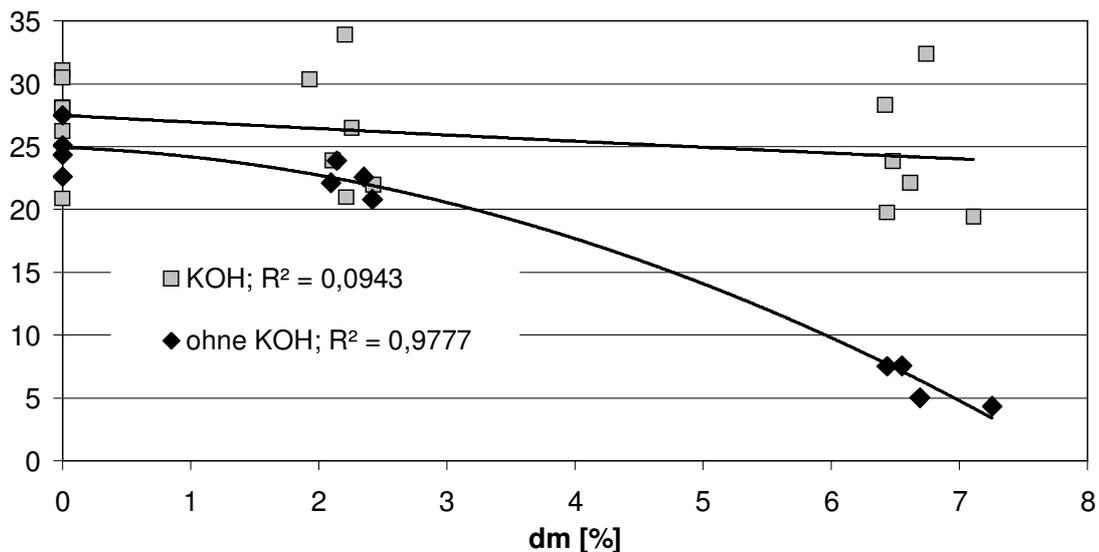


Abb. 30. Korrelation des Masseverlustes durch *Oligoporus placenta* mit der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) von thermisch modifizierten Fichtenprüfkörpern nach Behandlung mit 2%iger KOH-Lösung und anschließender pH-Wert Absenkung (KOH) sowie ohne eine Behandlung mit KOH-Lösung (ohne KOH). Jeder Datenpunkt repräsentiert den Mittelwert von sechs Prüfkörpern.

Diese Resultate weisen darauf hin, dass im Gegensatz zu Befunden von Buro (1954), Kamdem *et al.* (2002) und Hakkou *et al.* (2005), die Verringerung der Feuchteaufnahme in einem größeren als bisher angenommenen Maße zu der Resistenzerhöhung von TMT beiträgt.

Die verringerte Quellung von TMT, als Resultat der verringerten Feuchteaufnahme, stellt somit die wesentliche Ursache zur biologischen Resistenz des Materials dar und weist zugleich auf die „Schwachstelle“ von TMT hin: Jeder Chemikalienkontakt, der eine Rückführung der Quellungsvergütung von TMT bewirkt, bzw. jede Exposition mit dauerhafter Feuchtebelastung, stellt eine potentielle Gefahr für TMT durch Überwindung des Schutzprinzipes dar.

3.1.6 Eigenschaftsprofil von TMT und Optimierungspotential

Aus den Untersuchungen der physikalischen, biologischen und mechanischen Merkmale ergab sich ein allgemeines stoffliches Eigenschaftsprofil von TMT. Zusammenfassend sind folgende Eigenschaftsveränderungen durch die thermische Modifikation hervorzuheben:

- + Die Dauerhaftigkeit von TMT gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen im Labor und im Freiland ohne Erdkontakt (Gebrauchsklasse 3) wurde signifikant erhöht (*cf.* 3.1.2, 3.1.4 und 3.1.5).
- + Die Sorptionsisotherme und die daraus resultierende Holzausgleichsfeuchte von TMT wurde mit steigender Behandlungsintensität um bis zu 50% reduziert (*cf.* 3.1.2 und 3.1.5).
- + Eine Dimensionsstabilisierung des TMT von bis zu 50% wurde durch eine Absenkung der Sorptionsisotherme bis auf die Hälfte erreicht (*cf.* 3.1.2 und 3.1.5).
- ± Die Dauerhaftigkeit gegenüber holzerstörenden Mikroorganismen im Freiland im Erdkontakt (Gebrauchsklasse 4) und gegen holzerstörende Termiten in Laborversuchen wurde wenig verbessert (*cf.* 3.1.3 und 3.1.4).
- ± Der Biege-Elastizitätsmodul von TMT wurde wenig beeinflusst (*cf.* 3.1.2).
- Der Abriebwiderstand und die Oberflächenhärte wurde reduziert (*cf.* 3.1.1).
- Die statische Festigkeit von fehlerfreien Kleinproben wurde um bis zu 25% reduziert (bei industriell gefertigten Großproben bis zu 50%, *cf.* 3.1.2).
- Die dynamische Belastbarkeit war um bis zu 60% verringert (*cf.* 3.1.2).

Die im Vergleich zu Kontrollen verminderten Festigkeitseigenschaften von TMT sind als einschränkendes Qualitätsmerkmal für eine vielseitige Anwendung von TMT zu sehen (Nuopponen *et al.* 2003, Welzbacher *et al.* 2005, Poncsák *et al.* 2006). Folglich wurde TMT bislang bevorzugt in statisch unbelasteter Anwendung eingesetzt, z.B. für Fassaden oder im Garten- und Landschaftsbau

(Wienhaus 1999, Jermannaud *et al.* 2002, Metsä-Kortelainen 2006). Deshalb ist eine Erhöhung der mechanischen Festigkeit von TMT wünschenswert, um weitere Einsatzfelder für diesen Werkstoff mit erhöhter Dauerhaftigkeit zu erschließen, z.B. für tragende Anwendungen im Holzbau, was bislang nicht realisierbar war (u.a. Bengtsson *et al.* 2002, Repellin und Guyonnet 2003, Welzbacher und Rapp 2003, Rapp *et al.* 2004, Brischke und Rapp 2004, Rapp *et al.* 2006, Phuong *et al.* 2007a).

3.2 Öl-Hitze-Vergütung von thermo-mechanisch verdichtetem Nadelholz – Optimierung von Festigkeitseigenschaften

Die Herstellung eines hochfesten und zugleich durch die thermische Modifikation dauerhaften Werkstoffes kann nicht allein durch Absenkung der Hitzebehandlungstemperatur erfolgen, die in einem direkt proportionalen Zusammenhang mit den Festigkeitseinbußen steht (Leithoff und Peek 1998, Sailer *et al.* 2000a, Nuopponen *et al.* 2003, Sivonen *et al.* 2003), da durch die Temperaturverringering gleichzeitig die Zieleigenschaften Dauerhaftigkeit und Dimensionsstabilität verringert werden (Viitaniemi 1997, GyuHyeok *et al.* 1998, Goroyias und Hale 2005, Welzbacher *et al.* 2007). Die Abhängigkeit der Quellungsvergütung, der Resistenz gegen Pilzabbau und der Festigkeit von der Temperatur der thermischen Modifikation ist als Beispiel in Abb. 31 gezeigt (*cf.* Publikation I, 7.1).

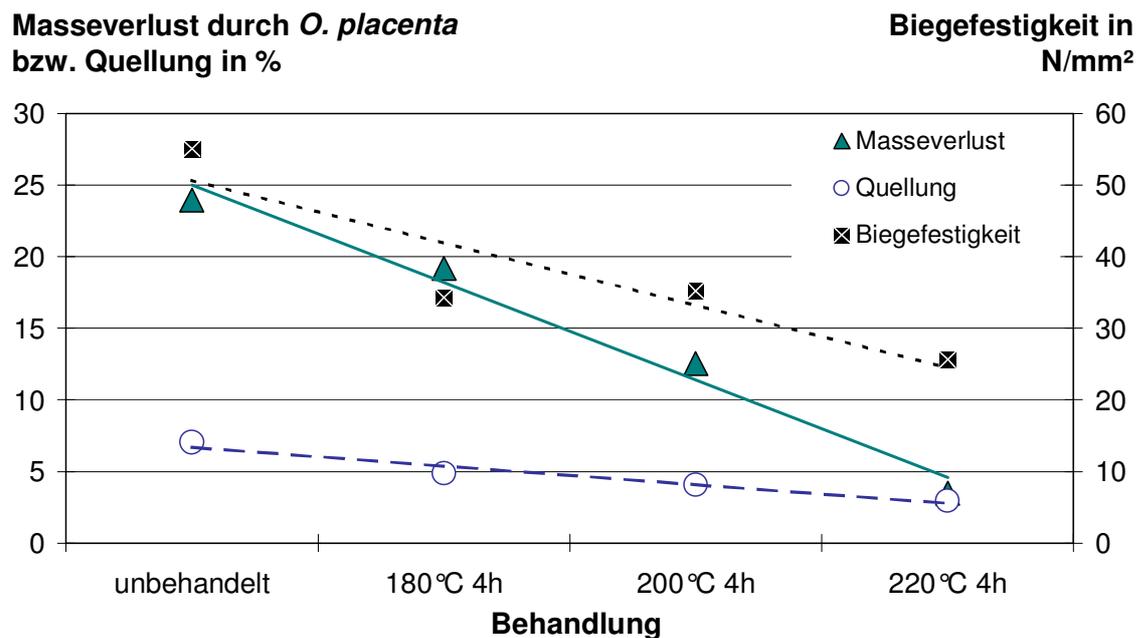


Abb. 31. Masseverlust durch *Oligoporus placenta*, gemittelte Quellung wie auch Biegefestigkeit in Abhängigkeit der Prozesstemperatur einer Öl-Hitze-Behandlung für vier Stunden; aus Welzbacher *et al.* (2004).

Hinsichtlich einer ausreichenden Dauerhaftigkeitserhöhung von TMT für den Einsatz in GK 3 ist folglich eine Vergütungstemperatur über 200°C (Mazela *et al.* 2004, Paul *et al.* 2007, Welzbacher *et al.* 2007) bzw. über 220°C (Syrjänen und Kangas 2000, Jämsä und Viitaniemi 2001) notwendig. Somit schloss sich eine Absenkung der Vergütungstemperatur als Weg zur Erhöhung der resultierenden Endproduktfestigkeit aus.

Deshalb wurde die Möglichkeit einer Kompensation der hitzeinduzierten Festigkeitsreduktion durch den Einsatz von Material mit technisch erhöhter Festigkeit in Form thermo-mechanisch verdichtetem Vollholzes untersucht. Hierzu wurde Fichtenholz nach einem seit dem Anfang des 20. Jahrhunderts etablierten thermo-mechanischen Prozess verdichtet (Kollmann 1936, Seborg *et al.* 1945, Küch 1951), wodurch eine Erhöhung ausgewählter mechanischer und physikalischer Eigenschaften (z.B. Biegefestigkeit, E-Modul, Oberflächenhärte und Querkzugfestigkeit) bewirkt wurde (Kubojima *et al.* 2003, Haller und Wehsener 2004, Yoshihara und Tsunematsu 2007). Derart thermo-mechanisch verdichtetes Fichtenholz wurde in einem Folgeschritt einer Öl-Hitze-Behandlung zugeführt.

3.2.1 Verdichtetes und thermisch modifiziertes Nadelholz aus Laborherstellung

3.2.1.1 Nicht-optimierte Kombination von Verdichtung und OHT

Mechanische Eigenschaften

Die thermo-mechanische Verdichtung von Fichte führte zu einer signifikanten Erhöhung der Biegefestigkeit und -steifigkeit, sowie der Bruchschlagarbeit (Tab. 22). Ursächlich hierfür ist die Proportionalität von ansteigender Festigkeit und steigender Rohdichte (Küch 1951, Morsing 1997, Huguenin und Navi 1995, Navi und Girardet 2000, Heger *et al.* 2004, Blomberg *et al.* 2005, Boonstra und Blomberg 2007).

Tab. 22. Mittelwerte der Darrdichte, der Biegefestigkeit und Biege-Elastizitätsmodul, sowie der Schlagbiegefestigkeit. Als Vergleichswert zur Berechnung der prozentualen Veränderung dient unbehandelte Fichte (= 100%); OHT = Öl-Hitze-Behandlung.

Material	Darrdichte	Biegefestigkeit		Biege-E-Modul		Bruchschlagarbeit	
	[g/cm ³]	[N/mm ²]	[%]	[N/mm ²]	[%]	[kJ/m ²]	[%]
Fichte	0,50	108,0	100	13966	100	31,8	100
Fichte OHT	0,43	84,7	78	12304	88	16,5	52
Fichte verdichtet	1,09	209,3	194	23577	167	38,2	120
Fichte verdichtet OHT	0,86	105,0	97	19815	142	17,7	56

Infolge der OHT bei 220°C für 4 h der verdichteten Fichtenbretter wurde die Biegefestigkeit im Mittel um 50% verringert, erreichte jedoch verglichen mit unverdichteter Fichte noch nahezu gleiche Festigkeitswerte. Gleichzeitig wurde auch der Biege-Elastizitätsmodul von verdichteter Fichte durch die OHT verringert, doch war der Biege-Elastizitätsmodul nach der OHT immer noch um ca. 40% höher als der von Fichtenkontrollen.

Die Wirkung der OHT bei dynamischer Beanspruchung war bedeutend kritischer einzuschätzen: Die Bruchschlagarbeit von verdichtetem Fichtenholz wurde durch die OHT gegenüber unbehandelter Fichte um 44% verringert. Somit wurde durch die nicht-optimierte Kombination von Verdichtung und thermischer Modifikation ein Material erhalten, dessen statische Festigkeiten und der Biege-Elastizitätsmodul im Vergleich zu unbehandelter Fichte unverändert bzw. deutlich erhöht waren.

Resistenz gegen Basidiomyceten in Anlehnung an DIN 113 (1996)

Für eine Betrachtung des Einflusses der thermo-mechanischen Verdichtung sowie der OHT (220°C für 4 h) auf die Resistenz von Fichtenholz gegen pilzlichen Holzabbau wurden die Ergebnisse aus Prüfungen mit *Oligoporus placenta* herangezogen (cf. Publikation V, 7.5, Bild 7.5-3), da dieser Pilz den höchsten Masseverlust der drei hier eingesetzten Prüfpilze verursachte (cf. Publikation V, 7.5).

Die thermo-mechanische Verdichtung wie auch die OHT von Fichtenholz führte verglichen mit Kontrollen zu einer Verringerung des Masseverlustes durch *O. placenta* (Kontrolle: 31%, Fichte verdichtet: 7%). Dieser Effekt des durch mechanische Verdichtung verringerten prozentualen Masseverlustes wurde bereits von Welzbacher *et al.* (2004), Skyba und Schwarze (2005) sowie Schwarze und Spycher (2005) beobachtet: Dort wurden Fichtenholzproben untersucht, die zuvor in zwei Stufen nach dem Labor-Verfahren von Navi und Girardet (2000) komprimiert worden waren und zur Dimensionsstabilisierung heißdampfbehandelt wurden. Eine derartige Nachbehandlung des verdichteten Fichtenholzes mit gesättigtem Wasserdampf (180°C für 30 min) führte jedoch im Vergleich mit den Ergebnissen der durch eine OHT "nachbehandelten" komprimierten Fichtenprüfkörper (1% Masseverlust nach OHT-Nachbehandlung) zu einer deutlich geringeren Resistenzhöhung (13 bis 17% Masseverlust nach Dampfbehandlung). Hieraus wurde die Notwendigkeit einer OHT des verdichteten Materials zur Resistenzhöhung ersichtlich.

Resistenz gegen Moderfäule in Anlehnung an EN 807 (1997)

Mit BFH-Kompost als Bodensubstrat wurde in Prüfungen in Anlehnung an EN 807 (1997) ein signifikant höherer Masseverlust als mit BFH-Testfeldboden erhalten (cf. Publikation V, 7.5), weshalb die Ergebnisse aus Prüfungen mit Kompostboden zur Beurteilung des Abbauverhaltens herangezogen wurden. Der Masseverlust an OHT-Prüfkörpern (Fichte OHT: 5%; Fichte verdichtet OHT: 3%) war im Vergleich zu nicht thermisch modifizierten Prüfkörpern (Fichte: 31%; Fichte verdichtet: 18%) signifikant verringert (cf. Publikation V, 7.5, Bild 7.5-4). Durch die OHT wurde die Resistenz deutlich stärker verbessert als durch die

Verdichtung ohne Hitzebehandlung, die Kombination von Verdichtung und OHT führte zur stärksten Resistenzerhöhung.

Klassifizierung der natürlichen Dauerhaftigkeit

Die Tabelle 23 zeigt die Einstufung der verschiedenen modifizierten Fichtenholzproben bezüglich ihrer Dauerhaftigkeit nach DIN EN 350-1 (1994), basierend auf den Prüfungen nach EN 807 (1997) und EN 113 (1996).

Tab. 23. Darrdichte von unbehandelter, verdichteter und OHT behandelter Fichte sowie Dauerhaftigkeit klassifiziert nach DIN EN 350-1 (1994), basierend auf absoluten (gewichtsbezogen) und prozentualen Werten des Masseverlusts nach EN 113 (1996) und EN 807 (1997).

Material	Darrdichte [g/cm ³]	Klassifikation der Dauerhaftigkeit nach EN 113		Klassifikation der Dauerhaftigkeit nach EN 807	
		absolut	prozentual	absolut	prozentual
Fichte	0,48	5	5	4	5
Fichte OHT	0,43	2	3	1	1
Fichte verdichtet	1,08	3	3	4	3
Fichte verdichtet OHT	0,86	1	1	1	1

Fichte war gegenüber *O. placenta* und gegen Moderfäule "nicht dauerhaft" (DKL 5), durch thermo-mechanische Verdichtung wurde die DKL 3 ("mäßig dauerhaft") erreicht. Die OHT führte zu einer signifikanten Erhöhung der Dauerhaftigkeit: Klasse 2 bis 3 ("dauerhaft" bis "mäßig dauerhaft") wurde nach Prüfungen in Anlehnung an EN 113 (1996) erreicht, DKL 1 ("sehr dauerhaft") nach Prüfung gegenüber Moderfäule in Anlehnung an EN 807 (1997). Durch Kombination beider Prozesse - Verdichtung und OHT - wurde die DKL 1 ("sehr dauerhaft") erzielt, unabhängig von der Art der Prüfung.

Dimensionsstabilisierung durch thermische Modifikation

In Prüfungen zur Dimensionsstabilisierung über acht Beanspruchungszyklen von Wasserlagerung und Trocknung zeigten die verdichteten Fichtenproben eine maximale Quellung in radialer Richtung von 88%, wobei eine Rückerinnerung von ca. 60% festgestellt wurde (Abb. 32).

Breite radial [mm]

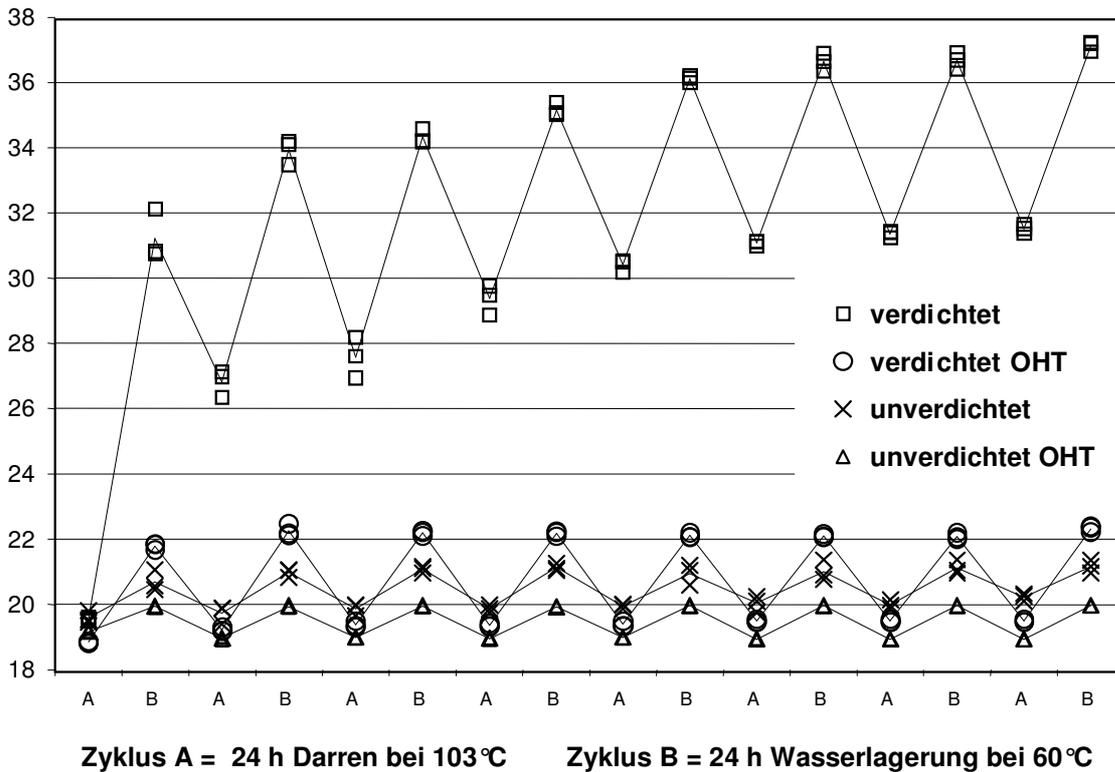


Abb. 32. Radiales Quellen und Schwinden nach 8 Zyklen Trocknung bei 103°C/24 h (A) gefolgt von einer Wasser-Drucktränkung bei 800 kPa/20 min und anschließender Wasserlagerung für 24 h bei 60°C (B).

Die nachgeschaltete OHT an verdichteten Prüfkörpern bewirkte eine signifikante Verringerung der Quellung auf höchstens 19% sowie eine dauerhafte Reduktion der Rückerinnerung unter einen Wert von 3,5%. Vergleichbare Werte wurden von Heger *et al.* (2004) aus Untersuchungen zur Dimensionsstabilisierung hydro-thermisch verdichteten Holzes durch eine Dampfnachbehandlung bei 180°C für 30 min genannt.

Die Resultate dieser ersten Versuche im Labormaßstab zeigten, dass das Produkt aus einfacher, nicht-optimierter Kombination zweier Verfahren, der thermo-mechanischen Verdichtung und der OHT, eine erhöhte Dauerhaftigkeit (DKL 1, "sehr dauerhaft"), eine verbesserte Dimensionsstabilität und im Vergleich zu Fichtenkontrollen unveränderte statische Festigkeiten aufwies.

3.2.1.2 Harmonisierung der Prozessparameter

Für die industrielle Produktion eines Werkstoffes aus der Kombination von thermo-mechanischer Verdichtung und OHT war die Anpassung der jeweiligen Prozessparameter an die geforderten Produkteigenschaften (hohe Festigkeit bei gleichzeitig hoher Dauerhaftigkeit) des herzustellenden Materials für tragende und bewitterte Anwendungen notwendig (*cf.* Publikation VI, 7.6).

Als Weisergröße für die Abstimmung der Prozessparameter wurde die Dimensionsstabilisierung des verdichteten Materials durch die OHT identifiziert, da der durch die Verdichtung erreichte Verdichtungsgrad nicht dauerhaft fixiert ist, und es bei Wasser- oder Feuchteeinwirkung zu einer Rückverformung kommt (u.a. Saito 1973a, Hsu *et al.* 1988, Inoue *et al.* 1993, Iida und Imamura 1993, Blomberg *et al.* 2006, Blomberg und Persson 2007). Eine solche Rückverformung des verdichteten Materials bewirkt zum Einen ein inhomogenes Dichteprofil und damit eine starke Streuung der Festigkeitswerte, und zum Anderen schließt die mit der Rückverformung verbundene Dimensionsveränderung eine Anwendung in Bereichen aus, die Maßhaltigkeit voraussetzen (z.B. Fenster und Türen).

Deshalb wurde Fichtenholz bei Temperaturen von 140, 160, 180, und 200 °C für 30, 60, 120 und 240 min im Labor verdichtet und nachfolgend bei 180, 200 und 220 °C für 120 und 240 min durch eine OHT im Labormaßstab vergütet, um geeignete Parameterkombinationen hinsichtlich Quelleigenschaften und Dauerhaftigkeit für einen Einsatz des Materials in bewitterter, tragender Außenanwendung zu ermitteln.

Verdichtungsgrad und Wiederaufgehen („Spring-Back“)

Der durch thermo-mechanische Kompression bei verschiedenen Temperaturen und Dauern erreichte mittlere Verdichtungsgrad ($C = 39,3$ bis $47,8\%$, *cf.* Publikation VI, 7.6, Table 7.6-1) zeigte eine starke Temperaturabhängigkeit: Mit steigender Verdichtungstemperatur stieg auch der Verdichtungsgrad. Dieser Effekt von verbesserter Komprimierbarkeit bei erhöhter Temperatur wurde auch schon von Tabarsa und Chui (1997) beschrieben und ist die Folge der verstärkten Erweichung der Holzmatrix bei Temperaturen über 180 °C (Fengel und Wegener 1989). Die elastische Rückverformung des verdichteten Materials

nach Pressenöffnung bei Verdichtungstemperaturen unter 180 °C belegte ebenfalls die Notwendigkeit des Einsatzes erhöhter Verdichtungstemperaturen (cf. Publikation VI, 7.6, Table 7.6-1).

Diese Einschätzung wurde durch die Untersuchung des “Press-Spring-Back” bestätigt, der durch Erhöhung der Verdichtungstemperatur signifikant reduziert wurde (Abb. 33), welches im Einklang mit Ergebnissen von Saito (1973b) und Tabarsa und Chui (1997) steht, und aus der Bildung adhäsiver Eigenbindungen des Holzes bei erhöhter Temperatur resultiert (Seborg *et al.* 1945).

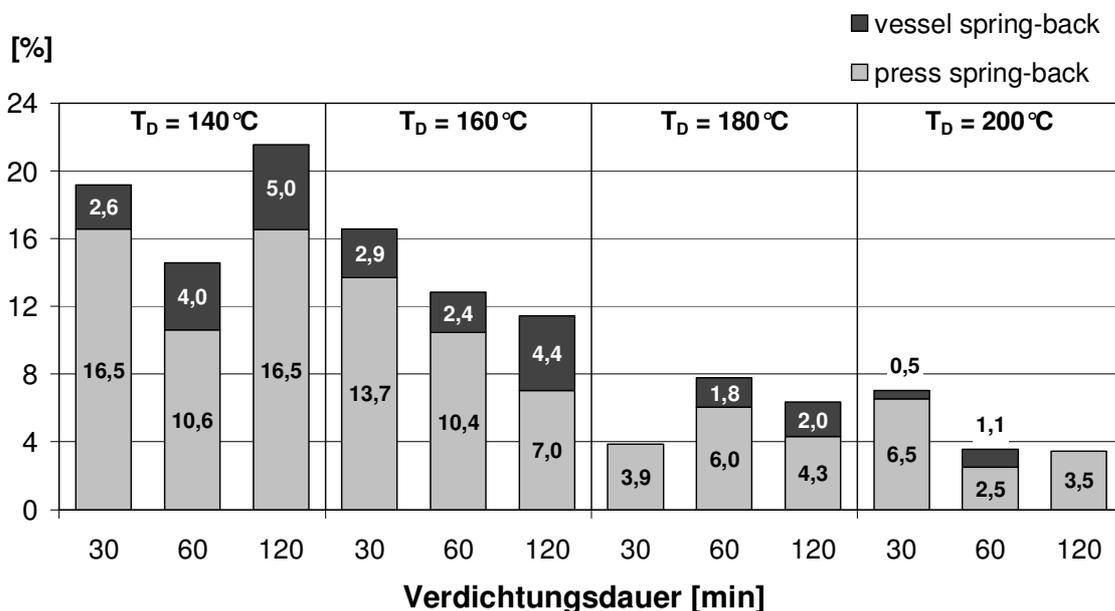


Abb. 33. Rückverformung [%] von verdichteten Fichtenproben nach Entnahme aus der Presse (press spring-back) und nach Entnahme aus dem Öl-Hitze-Reaktionsbehälter (vessel spring-back), wobei die Verdichtung unter ansteigenden Temperaturen (T_D) und verschiedenen Dauern erfolgte und die nachgeschaltete Öl-Hitze-Behandlung bei 220 °C für 2 h ausgeführt wurde.

Der Einfluss der Verdichtungsdauer auf den Spring-Back war weniger deutlich ausgeprägt und wurde daher in der Folge nicht als für die Harmonisierung der Prozesse relevanter Parameter betrachtet. Hinsichtlich des Gesamt-Spring-Backs (“Press-“ und “Vessel-Spring-Back”) ergab sich die Notwendigkeit einer Verdichtungstemperatur über 160 °C, um die irreversible Rückverformung minimal zu halten und somit ein entsprechend homogenes Dichte- und Festigkeitsprofil des Werkstoffes zu erhalten.

Maximale Quellung und Rückerinnerung

Eine signifikante Verringerung der Quellung nach Wasserlagerung der verdichteten Prüfkörper wurde nur durch eine OHT in einem zweiten Prozessschritt erreicht (Tab. 24). Steigende OHT-Temperaturen führten ebenso wie die Verlängerung der Vergütungsdauer zu einer Reduktion der Quellung.

Tab. 24. Mittlere maximale Quellung [%] von Fichtenprüfkörpern (n = 12), abhängig von der Temperatur und Dauer der Verdichtung im Labormaßstab sowie der Behandlungstemperatur und –dauer der Labor-Öl-Hitze-Vergütung (OHT). Standardabweichungen in Klammern.

Maximale radiale Quellung [%] abhängig von der Verdichtung und OHT									
Verdichtung		OHT							
Temp.	Dauer	20 °C		180 °C		200 °C		220 °C	
[°C]	[h]	0 h	2 h	4 h	2 h	4 h	2 h	4 h	
20	-	4 (0)	3 (0)	3 (1)	3 (0)	3 (1)	2 (1)	1 (0)	
140	0,5	66 (10)	52 (5)	45 (6)	37 (3)	29 (4)	21 (3)	21 (3)	
	1	84 (6)	58 (5)	53 (6)	40 (3)	33 (2)	24 (3)	21 (3)	
	2	55 (4)	47 (5)	38 (3)	35 (7)	32 (3)	22 (3)	23 (2)	
	4	56 (6)	-	-	-	-	-	-	
160	0,5	65 (5)	52 (9)	50 (1)	41 (5)	32 (2)	26 (3)	20 (2)	
	1	66 (4)	56 (4)	49 (2)	41 (7)	31 (2)	25 (3)	22 (1)	
	2	64 (1)	56 (6)	53 (4)	38 (3)	36 (6)	24 (3)	21 (5)	
	4	66 (7)	-	-	-	-	-	-	
180	0,5	73 (4)	60 (6)	52 (4)	35 (4)	31 (5)	19 (3)	22 (3)	
	1	64 (2)	59 (3)	51 (9)	39 (6)	35 (4)	23 (4)	22 (2)	
	2	60 (8)	57 (3)	49 (4)	36 (4)	32 (2)	22 (2)	24 (4)	
	4	61 (5)	-	-	-	-	-	-	
200	0,5	60 (5)	50 (3)	45 (2)	32 (1)	34 (6)	20 (4)	21 (4)	
	1	53 (3)	50 (3)	51 (3)	39 (2)	39 (3)	29 (1)	17 (2)	
	2	51 (6)	48 (6)	43 (7)	36 (6)	35 (5)	26 (2)	21 (5)	
	4	34 (8)	-	-	-	-	-	-	

Vergleichbare Quellungsreduktionen wurden von Inoue *et al.* 1993 und Dwianto *et al.* 1996 durch eine Nachbehandlung komprimierten Holzes bei Temperaturen über 180 °C erreicht. Nach Navi und Girardet (2000) und Higashihara *et al.* (2004) wird diese Dimensionsstabilisierung vorwiegend durch die verstärkte Ausbildung von Quervernetzungen der Holzmatrix hervorgerufen sowie durch Relaxation von Kompressionsspannungen durch partielle Hydrolyse von Hemicellulosen und dem Abbau von Lignin bei hohen Temperaturen (Kawai *et al.* 1992, Norimoto *et al.* 1993, Higashihara *et al.* 2004). Eine Dimensionsstabilisierung durch Verlängerung der Verdich-

tungsdauer, wie von Hong (1984) beschrieben, wurde nur bei Verdichtungs-temperaturen über 160 °C gefunden.

Das Wiederaufquellen des Pressgutes nach Feuchtebeanspruchung, der "Compression-set recovery", wurde nur durch Anwendung einer OHT bei mindestens 200 °C auf unter 5% reduziert (Tab. 25), was vergleichbar mit Ergebnissen von Tang *et al.* (2004) ist, die eine dauerhafte Reduktion des Wiederaufquellens von komprimierter Chinesischer Spießtanne [*Cunninghamia lanceolata* (Lamb.) Hook.] unter 5% durch eine Lufthitzebehandlung bei mindestens 200 °C für mehr als 5 h erzielten.

Tab. 25. Mittlere Rückerinnerung [%] von Fichtenprüfkörpern (n = 12), abhängig von der Temperatur und Dauer der Verdichtung im Labormaßstab sowie der Labor-Öl-Hitzebehandlungstemperatur und –dauer (OHT). Standardabweichungen in Klammern.

Verdichtung		OHT							
Temp.	Dauer	20 °C		180 °C		200 °C		220 °C	
[°C]	[h]	0 h	2 h	4 h	2 h	4 h	2 h	4 h	
20	-	-1 (0)	0 (1)	-1 (1)	-1 (0)	0 (0)	0 (1)	0 (1)	
140	0,5	47 (5)	30 (3)	24 (4)	15 (3)	8 (3)	4 (1)	3 (1)	
	1	67 (4)	39 (5)	32 (4)	19 (2)	12 (2)	5 (1)	3 (1)	
	2	37 (4)	22 (3)	14 (3)	10 (2)	8 (2)	3 (1)	2 (1)	
	4	46 (9)	-	-	-	-	-	-	
160	0,5	43 (4)	27 (5)	24 (4)	15 (3)	9 (2)	5 (1)	3 (0)	
	1	46 (9)	33 (5)	26 (3)	12 (2)	10 (2)	5 (1)	3 (1)	
	2	46 (5)	35 (3)	31 (3)	17 (2)	12 (2)	5 (2)	4 (1)	
	4	46 (6)	-	-	-	-	-	-	
180	0,5	53 (3)	41 (4)	30 (4)	17 (4)	12 (3)	4 (2)	4 (1)	
	1	44 (4)	35 (3)	28 (4)	13 (4)	10 (2)	3 (1)	2 (1)	
	2	37 (6)	32 (2)	25 (3)	13 (2)	10 (1)	4 (1)	4 (1)	
	4	39 (5)	-	-	-	-	-	-	
200	0,5	34 (5)	21 (3)	9 (34)	10 (2)	7 (2)	1 (1)	2 (1)	
	1	27 (4)	21 (3)	22 (3)	12 (3)	10 (2)	4 (1)	2 (1)	
	2	26 (4)	23 (5)	18 (4)	12 (4)	10 (1)	4 (1)	3 (2)	
	4	15 (6)	-	-	-	-	-	-	

Eine bloße Verlängerung der Presszeit bei maximaler Verdichtungstemperatur (200 °C) verringerte das Wiederaufquellen auf einen minimalen Wert von 15%, was für praktische Anwendungen inakzeptabel ist. Somit erwies sich in Übereinstimmung mit Resultaten von Boonstra und Blomberg (2007) die Kopplung von Verdichtung und thermischer Modifikation in einem Prozessschritt durch Verlängerung der Verdichtungsdauer bei erhöhter Temperatur als ungeeignet für eine ausreichende Dimensionsstabilisierung. Diese Ergebnisse (*cf.* 3.2.1.1)

verdeutlichten erneut die Notwendigkeit einer Dimensionsstabilisierung der verdichteten Fichtenprüfkörper durch eine nachgeschaltete Hochtemperatur-Nachbehandlung.

Prozessparameter für die industrielle Produktion

Basierend auf den im Labor ermittelten Werten des "Spring-Back", der Quelleigenschaften und der Rückerinnerung des verdichteten Materials wurde eine Verdichtungstemperatur von mindestens 180 °C als notwendig zur Sicherstellung der geforderten Dimensionsstabilisierung für die industrielle Produktion abgeleitet. Für die Verdichtung wurden eine Temperatur von 200 °C und eine Dauer von 30 min gewählt. Da sich der Einfluss der OHT auf die resultierende Dimensionsstabilität des kombiniert hergestellten Materials als übergeordnet erwies (Tab. 24 und Tab. 25), wurden für weitere Prozessoptimierungen zwei OHT-Temperaturen bei 200 und 220 °C für jeweils 4 h für die industrielle Produktion gewählt, die sich in Laborversuchen als geeignet hinsichtlich Dimensionsstabilisierung (Tab. 25 und Abb. 32) und Dauerhaftigkeitserhöhung (Tab. 23 und Abb. 31) erwiesen hatten.

3.2.2 Verdichtetes und thermisch modifiziertes Material aus industrieller Fertigung

3.2.2.1 Adaption der Verdichtungsparameter an prozesstechnische Anforderungen

Die industriell ausgeführte thermo-mechanische Verdichtung von Fichtenbrettern (2000x215x46 mm; ax. x tang. x rad.) bei 200 °C für 30 min zeigte prozesstechnische Schwierigkeiten, da es auf Grund hoher Verdichtungstemperaturen zu Dampfexplosionen der in der beheizten Presse belasteten Fichtenbretter kam (Abb. 34).

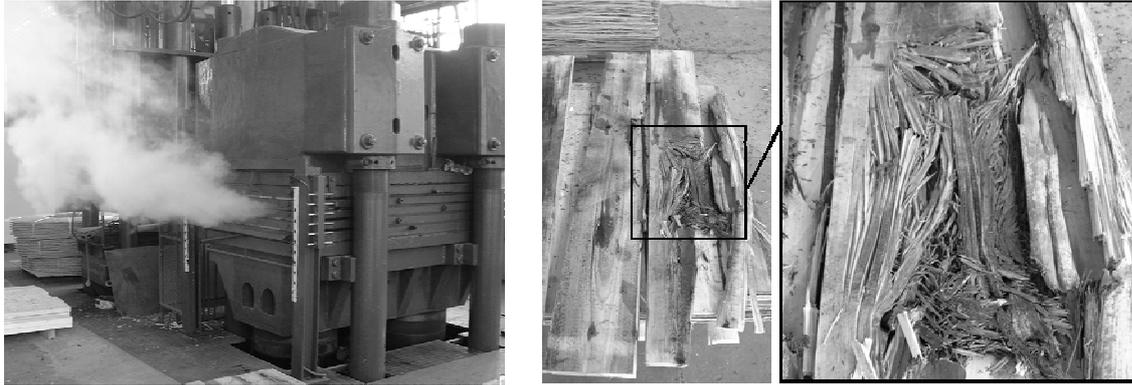


Abb. 34. Industrielle Verdichtung von Fichtenbrettern in einer beheizbaren Mehretagenpresse in Sokolov/Tschechische Republik. Linkes Bild: Dampfausstoß aus der Presse nach Explosion der Fichtenbretter; Rechtes Bild: Detailsicht der ausgefaserten Struktur von Fichtenbrettern nach Explosion.

Diese Dampfexplosionen wurden durch den bei 200°C im Inneren der Fichtenbretter (Holzfeuchte ca. 8%) entstehenden Wasserdampfdruck von 1,55 MPa (Scheffler *et al.* 1981) ausgelöst. Verstärkend wirkte auch die Reduktion des dem Wasserdampf zur Verfügung stehenden Porenraums der Zellwand und des Lumens durch die Kompression des Holzes.

Das Auftreten von Dampfexplosionen wurde bereits von Navi und Girardet (2000) genannt, die eine maximale Holzfeuchte von 13% für die Vollholzverdichtung bei 140°C empfohlen, um das Explosionsrisiko zu minimieren. Auch Zhang und Cai (2006) beobachteten starke strukturelle Zellwandschädigungen an Korksilbertanne [*Abies lasiocarpa* (Hook.) Nutt.] nach Dampfexplosion bei Temperaturen >160°C und einem durch die Temperatur resultierendem Dampfdruck von 0,62 MPa und darüber. Deshalb wurde für die weiteren industriellen Verdichtungen im Rahmen dieser Arbeit eine maximale Verdichtungstemperatur von 160°C gewählt, um gesundheitliche Schäden vom Bedienpersonal abzuwenden und um strukturelle Schädigungen der Werkstoffe zu verhindern.

Die industrielle Verdichtung der Fichtenbretter (C = 50%) bei einer Temperatur von 160°C für 30 min erwies sich schließlich als unproblematisch.

3.2.2.2 Dauerhaftigkeit und Dimensionsstabilisierung

Dauerhaftigkeit

Die industrielle OHT bei 200 und 220°C für 4 h führte zur signifikanten Reduzierung des Masseverlustes durch *O. placenta* und *T. versicolor* (Tab. 26).

Tab. 26. Mittlere Darrdichte, Masseverlust und zugehörige Klasse der natürlichen Dauerhaftigkeit (DKL) von industriell verdichteten und kommerziell Öl-Hitze-behandelten (OHT1: 200°C/4 h; OHT2: 220°C/4 h) Fichteprüfkörpern (n = 12). Standardabweichungen in Klammern.

Material	Darrdichte [g/cm ³]	<i>Trametes versicolor</i>			<i>Oligoporus placenta</i>		
		Masseverlust [g]	x-Wert	DKL	Masseverlust [g]	x-Wert	DKL
Unverdichtet	0,43 (0,06)	0,87 (0,20)	0,69	4	1,86 (0,42)	0,79	4
Unverdichtet, OHT1	0,43 (0,04)	0,13 (0,10)	0,10	1	1,01 (0,25)	0,43	3
Unverdichtet, OHT2	0,36 (0,04)	0,05 (0,01)	0,04	1	0,25 (0,17)	0,11	1
Verdichtet	0,88 (0,13)	1,80 (0,42)	1,41	5	2,57 (0,84)	1,09	5
Verdichtet, OHT 1	0,74 (0,05)	0,17 (0,08)	0,14	1	1,11 (0,39)	0,47	3
Verdichtet, OHT2	0,66 (0,07)	0,10 (0,02)	0,08	1	0,50 (0,19)	0,21	2
Kiefer-Splint Kontrolle	0,43 (0,06)	1,27 (0,21)	1,00	5	2,35 (0,30)	1,00	5

Im Gegensatz hierzu führte die industrielle Verdichtung der Fichtenbretter nicht zu einer Minderung des mittleren Masseverlustes durch Pilzangriff, es kam vielmehr durch die Verdichtung ohne anschließende OHT zu einer Erhöhung des Masseverlustes bis zu einem Faktor von 2,1.

Diese Ergebnisse erscheinen zunächst widersprüchlich zu Ergebnissen von Schwarze und Spycher (2005), die einen durch die thermo-mechanische Verdichtung von Fichte reduzierten Masseverlust fanden. Der scheinbare Widerspruch löst sich auf, wenn die von Schwarze und Spycher (2005) ermittelten prozentualen Masseverluste auf eine absolute Gramm-Basis umgerechnet werden, was dann wie bei Welzbacher *et al.* (2004, 2005) dazu führt, dass ebenfalls steigende Masseverluste nach der Verdichtung erhalten würden. Dieses Beispiel verdeutlicht, dass bei vergleichender Resistenzprüfung von Materialien mit deutlichen Dichteunterschieden (0,88 g/cm³ gegen 0,36 g/cm³, Tab. 26) der absolute Masseverlust zur Berechnung von Dauerhaftigkeitsklassen herangezogen werden sollte. Die von Nilsson und Daniel (1992) vorgeschlagene Betrachtung des absoluten Masseverlustes bezogen auf das Prüfkörpervolumen (g/cm³) als Maß für die Anfälligkeit gegen Pilzbefall ist bei komprimiertem Holz hingegen nicht anwendbar, da es durch

den Feuchteintrag während der Pilzprüfung zum Wiederaufquellen der komprimierten Proben ohne OHT kam. Basierend auf dem absoluten Masseverlust wurde in Untersuchungen gegenüber *T. versicolor* die Dauerhaftigkeitsklasse (DKL) 1 "sehr dauerhaft" von allen Materialien mit OHT erreicht, unabhängig von vorheriger Verdichtung und Intensität der OHT. Bei Prüfung der verdichteten Fichte mit *O. placenta* war hingegen eine OHT bei 220°C für 4 h notwendig, um eine Klassifizierung als "dauerhaft" (DKL 2) zu erhalten.

Dennoch fiel die Dauerhaftigkeitserhöhung der verdichteten Materialien nach industrieller OHT geringer aus, als auf Basis der Ergebnisse mit einer Labor-OHT erwartet (Welzbacher *et al.* 2006), denn nach Labor-OHT bei 220°C für 4 h erreichte das verdichtete Fichtenholz die DKL 1 "sehr dauerhaft" in Prüfungen gegen *O. placenta* wie auch gegen Moderfäule (*cf.* Tab. 23).

Dimensionsstabilisierung in Laboruntersuchungen

Die maximale Quellung und das Rückerinnerungsvermögen industriell verdichteter Prüfkörper wurde durch die OHT (im industriellen Maßstab) signifikant verringert (Abb. 35).

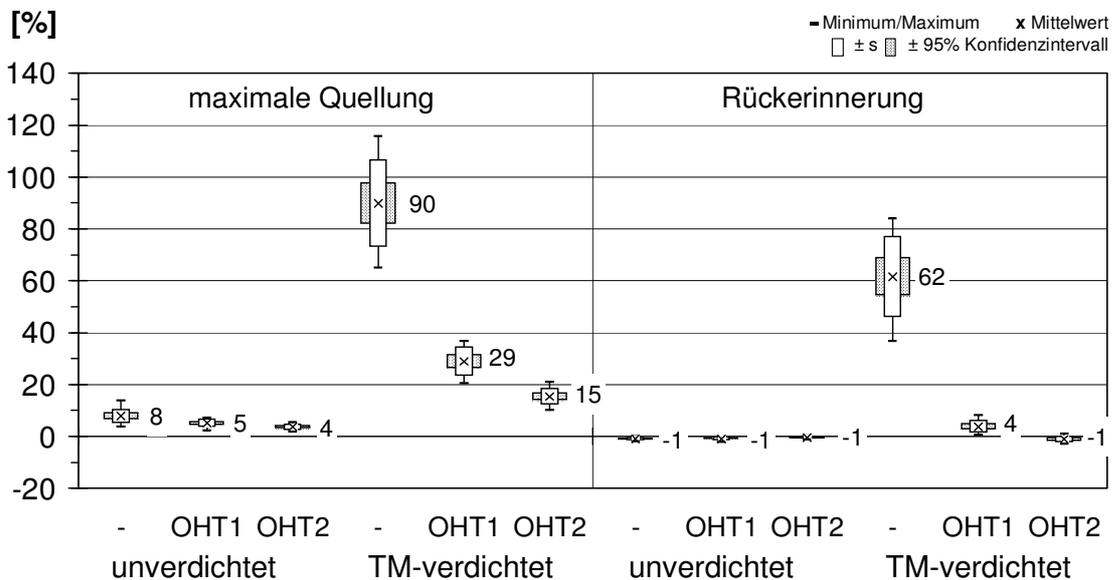


Abb. 35. Maximale Quellung und Rückerinnerung von unverdichteter und industriell thermo-mechanisch verdichteter Fichte (Verdichtung bei 160°C/ 30 min), im industriellen Maßstab Öl-Hitze-vergütet bei 200°C (OHT1) und 220°C (OHT2) für 4 h; "-" kennzeichnet Fichtenprüfkörper ohne OHT.

Durch die OHT bei 220 °C für 4 h wurde die maximale Quellung auf 15% reduziert und der "Compression-set recovery" komplett eliminiert, was in Übereinstimmung mit Tang *et al.* (2004) steht, die nach Hitze-Nachbehandlung für 4 h bei 220 °C in Gasatmosphäre ebenfalls eine komplette Aufhebung des Rückerinnerungsvermögens beobachteten. Boonstra und Blomberg (2007) berichteten hingegen, dass eine ausreichende Dimensionsstabilisierung durch Anwendung einer Hitzebehandlung mittels Plato-Prozess bei maximal 180 °C für 6 h nicht erreicht werden kann und führten dies auf die das Wiederaufgehen der verdichteten Prüfkörper begünstigenden Prozessbedingungen des Plato-Verfahrens in wässriger Umgebung zurück.

Im Gegensatz zu einer "trockenen" bzw. "nassen" Nachbehandlung kann bei der Heißdampfbehandlung eine vollständige Unterbindung des Rückerinnerungsvermögens bereits bei niedrigeren Temperaturen oder aber kürzeren Prozessdauern bei hohen Temperaturen erfolgen, z.B. bei 200 °C für 60 s (Inoue *et al.* 1993) bzw. bei 180 °C für 20 h (Dwianto *et al.* 1996). Die Wirkweise dieser Dampfbehandlungen beruht auf einer katalysierten Hydrolyse der parakristallinen Regionen der Celluloseketten (Ito *et al.* 1998) sowie dem hydrolytischen Spannungsabbau an Hemicellulosen und der damit verbundenen permanenten Fixierung des Verdichtungsgrades (Heger *et al.* 2004). Der Nachteil einer solchen Dampfbehandlung besteht jedoch darin, dass die Dauerhaftigkeit nicht nachhaltig erhöht wird, was aber die Voraussetzung für die bewitterte Außenanwendung ist (Welzbacher *et al.* 2004).

Auf Grundlage der Ergebnisse zur Dimensionsstabilisierung (*cf.* Abb. 35) und der Dauerhaftigkeitserhöhung von Fichtenholz durch die Kombination von Verdichtung und OHT (*cf.* Tab. 26) wurde die Parameterkombination aus Verdichtung bei 160 °C für 30 min mit nachfolgender OHT bei 220 °C für 4 h als geeignet für bewitterte Anwendungen erachtet und eingesetzt.

Dimensionsstabilität nach 30 Monaten Freibewitterung

Nach 30 Monaten Bewitterung in Gebrauchsklasse 3 zeigten die verdichteten Prüfkörper mit OHT eine signifikante Verringerung der maximalen Quellung und eine vollständige Aufhebung des Rückerinnerungsvermögens (Tab. 27).

Tab. 27. Mittlere Darrdichte, Holzfeuchte u , maximale Quellung in Verdichtungsrichtung (radial) und mittlere Rückerinnerung (C_{Recovery}) von Fichtenprüfkörpern ($n = 20$) nach 30monatiger natürlicher Bewitterung in horizontaler Exposition. Standardabweichung in Klammern.

Material	Darrdichte [g/cm^3]	u [%]	Quellung [%]	C_{Recovery} [%]
Unverdichtet	0,41 (0,05)	45,6 (9,4)	3,8 (1,1)	0,0 (1,0)
Unverdichtet, OHT	0,36 (0,04)	35,5 (11,2)	2,7 (0,6)	0,0 (0,4)
Verdichtet	0,89 (0,08)	40,9 (5,5)	100,6 (7,9)	61,6 (8,4)
Verdichtet, OHT	0,59 (0,09)	27,2 (5,9)	10,3 (3,1)	0,1 (0,8)

Die in Freilandbewitterung ermittelte maximale Quellung von verdichteter Fichte mit OHT (10,3%) war sogar geringer als die durch Vakuum-Druck-Tränkung im Labor bewirkte maximale Quellung von ca. 15% (cf. Abb. 35).

3.2.2.3 Optimierungspotential für die industrielle Produktion

Aus der in Freilandprüfung nachgewiesenen Dimensionsstabilisierung in Verbindung mit der erhöhten Dauerhaftigkeit (DKL 2 "dauerhaft", cf. Tab. 26) wurde die generelle Eignung des verdichteten und industriell OHT-vergüteten Materials für bewitterte Außenanwendungen in GK 3 abgeleitet. Unter Berücksichtigung der hohen Streuung der Einzelwerte (cf. Publikation VI, 7.6) und der im Vergleich zur Laborherstellung geringeren Dauerhaftigkeitserhöhung (cf. Publikation V, 7.5) des industriell hergestellten Materials bestand jedoch noch weiteres Optimierungspotential hinsichtlich der Prozesssteuerung der OHT. Auch wies die mechanische Eigenschaftsprüfung des Kombinationswerkstoffes aus industrieller Produktion geringere statische und dynamische Festigkeiten auf (Wehsener *et al.* 2007), was im besonderen Maße auf die industrielle OHT zurückzuführen war. Hier schien eine Adaption der Prozesssteuerung der OHT an die veränderten Eigenschaften des verdichteten Fichtenholzes, z.B. die durch die erhöhte Dichte beschleunigte Wärmeübertragung und damit verkürzte Aufheiz- und Prozesszeit, notwendig.

3.3 Einfluss der Vergütungsintensität auf die Eigenschaften von TMT

Die Ergebnisse des im Labor hergestellten Kombinationsmaterials zeigten verglichen mit industriell vergütetem Kombinationsmaterial eine stärkere Resistenzerhöhung gegen biologischen Holzabbau bei gleichzeitig geringerer

Streuung der Einzelwerte (*cf.* Publikation V, 7.5 und VI, 7.6). Diese Divergenz der Eigenschaften von TMT gleicher Vergütungsintensität aus Labor- und industrieller Produktion wurde bereits von Welzbacher und Rapp (2002, 2007) beschrieben, die empfahlen, die Steuerung der industriellen Hitzebehandlungsprozesse zu optimieren und gleichzeitig ein geeignetes Qualitätssicherungssystem zu etablieren.

Für die Optimierung von Prozessparametern einer Hitzebehandlung bzw. zur industriellen Qualitätssicherung von TMT wurden bereits verschiedene Methoden entwickelt, die darauf basieren, die Behandlungsintensität mit einer Prüfgröße zu korrelieren: Viitaniemi und Jämsä (2001) nutzten den mittels NMR-Messung bestimmten Gehalt an freien Radikalen zur Korrelation mit dem Grad einer Hitzebehandlung, Schwanninger *et al.* (2004) verwendeten die Daten der FT-NIR-Spektroskopie für die Qualitätskontrolle von TMT und Wahl *et al.* (2004) ermittelten die Form des Streubildes eines Laserstrahls auf einer TMT-Oberfläche zur Korrelation mit der Intensität der Vergütung. All diese Verfahren sind jedoch zeit- und kostenintensiv und dadurch wenig geeignet für vielfache, im Produktionsprozess integrierbare Kurzzeitmessungen zur Bestimmung der Vergütungsintensität von TMT (Brischke *et al.* 2007). Auch standardisierte mechanische Prüfmethode erscheinen wegen der geringen Trennschärfe der Ergebnisse, die durch die hohe Streuung der Werte (*cf.* 3.1.1.2 und 3.1.1.3) auf Grund des anatomischen Holzaufbaus (u.a. Kollmann 1936, Ghelmeziu 1938, Fessel 1951) bewirkt wird, ebenfalls als nicht geeignet. Zudem erfordert die starke Streuung der Ergebnisse eine hohe Anzahl an Parallelen und zugeordnete Kontrollproben (Rapp *et al.* 2006). Folglich wurden nach wie vor Methoden benötigt, die hinsichtlich Materialeinsatz, Prüfaufwand und benötigter Prüfdauer günstig realisierbar sind, und die die Intensität einer Hitzebehandlung signifikant charakterisieren.

Die Intensität einer Hitzebehandlung korreliert eng mit der Massenabnahme durch die Hitzeeinwirkung (Viitaniemi 1997, Tjeerdsma *et al.* 2002, Rapp *et al.* 2003), die vorwiegend durch Abbau der Hemicellulosen bestimmt wird (u.a. Wienhaus 1999). Aus diesem Grund wurde für die Entwicklung von Methoden zur Charakterisierung der Vergütungsintensität die Massenabnahme (dm) anstatt der Kombination aus Behandlungstemperatur und –dauer verwendet.

3.3.1 Entwicklung geeigneter Methoden zur Charakterisierung der Vergütungsintensität

3.3.1.1 Farbwertbestimmung an homogenisierten Proben

An dieser Stelle sollen nur die für das Verständnis der weiteren Untersuchungen notwendigen Zusammenhänge zwischen den Farbwerten (L^* , a^* , b^*) und der Intensität [Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm)] am Beispiel thermisch modifizierter Fichtenprüfkörper dargestellt werden, die übrigen Details zur Entwicklung der Methode, Zwischenergebnisse und Optimierungsschritte sind in Publikation VII, 7.7 beschrieben.

Die Bestimmung der Farbwerte zeigte eine strenge, wenngleich nicht-lineare Korrelation zwischen der Helligkeit (L^*) homogenisierter Proben und dm , ohne Variation zwischen den fünf verschiedenen Herkünften ("origin" 1 bis 5) des Fichtenmaterials (Abb. 36a).

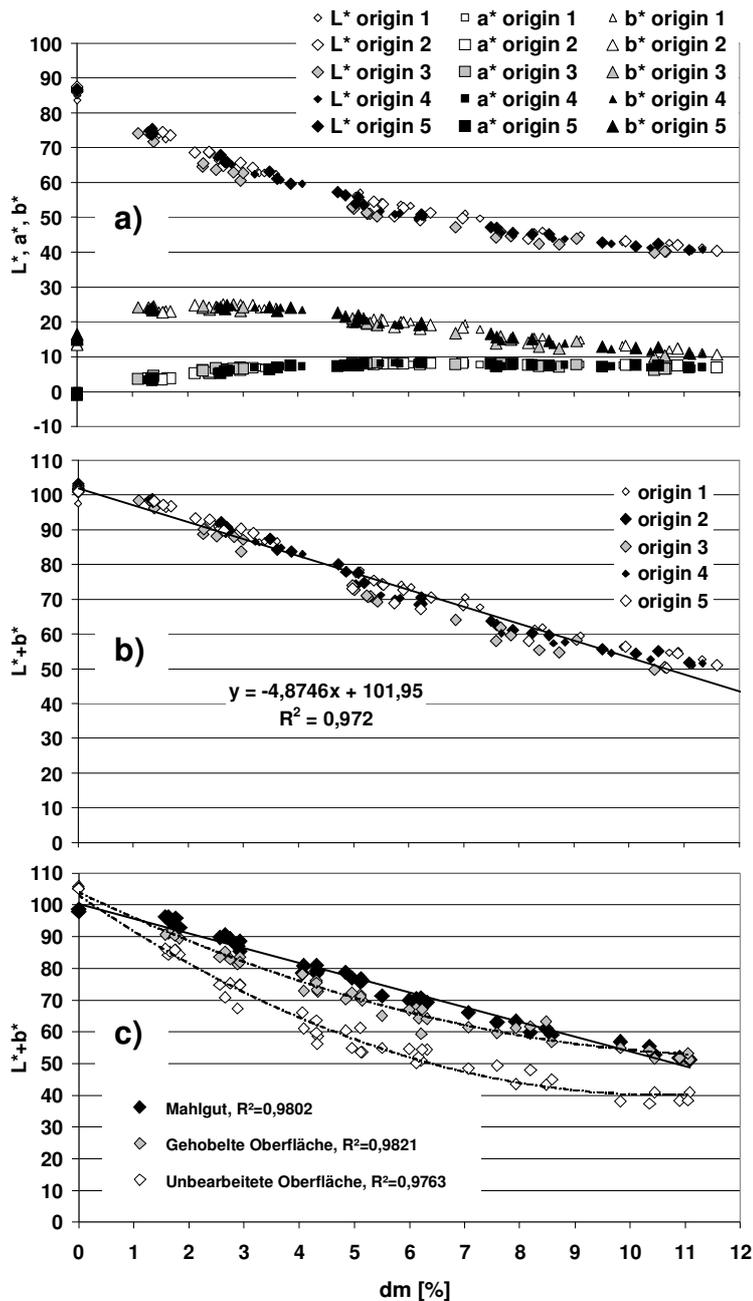


Abb. 36. Korrelation der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) und den Farbwerten L*, a*, und b* von homogenisierten Fichtenproben fünf verschiedener Herkünfte, "origin" 1 bis 5, (a), und Korrelation der dm mit dem kumulierten Farbwert L*+b* (b), sowie Korrelation der dm mit dem kumulierten Farbwert L*+b* an homogenisiertem Mahlgut, gehobelten und unbearbeiteten Oberflächen (c).

L* verringerte sich um bis zu 53% mit ansteigender Hitzebehandlungsintensität, die Farbwerte a* und b* waren indes weniger stark von der Hitzebehandlung beeinflusst. Auch Bourgois *et al.* (1991), Mitsui *et al.* (2001, 2005), Sundqvist (2002, 2004), Bekhta und Niemz (2003), Patzelt *et al.* (2003), St-Onge *et al.* (2005), Johansson und Morén (2006) und Phuong *et al.* (2007a) berichteten

von der sehr sensiblen Veränderung der Helligkeit L^* durch Hitzeeinwirkung, weshalb die in der vorliegenden Studie ermittelte starke Abhängigkeit von L^* mit der Hitzebehandlungsintensität nicht unerwartet war.

Da eine lineare Abhängigkeit für eine sichere Charakterisierung der Vergütungsintensität erstrebenswert war, wurde der kumulierte Farbwert L^*+b^* gebildet, der eine sehr straffe lineare Abhängigkeit mit dm im Bereich von 0 bis ca. 10% aufwies (Abb. 36b). Diese Korrelation war für Messungen an gehobelten und unbearbeiteten Oberflächen zwar auch gegeben, aber weniger linear ausgebildet und stärker streuend (Abb. 36c), was in früheren Arbeiten von Patzelt *et al.* (2003), Sundqvist (2004) und Johansson und Morén (2006) als Nachteil einer Farbwertbestimmung zur Intensitätscharakterisierung gesehen wurde. Deshalb wurden für weitere Untersuchungen die Farbwertmessungen ausschließlich an homogenisierten Proben ausgeführt, die nicht von der Heterogenität der Holzoberfläche und der oberflächlichen Farbveränderung des TMT durch UV-Belastung (Tolvaj und Faix 1995, Ayadi *et al.* 2003, Sundqvist 2004, Dekka *et al.* 2007, Petrič *et al.* 2007a) beeinflusst wurden.

3.3.1.2 High-energy multiple impact (HEMI) – test

Details zu den einzelnen Optimierungsschritten der Methodenentwicklung hinsichtlich Prüfdauer, Auswahl der Kugelmischungen, Berechnung der RIM (“Resistance to impact milling“) und dafür verwendete Zwischenergebnisse finden sich in Publikation VIII, 7.8. Hier sollen nur die zum Verständnis der weiteren Untersuchungen notwendigen Zusammenhänge zwischen der RIM und der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) am Beispiel thermisch modifizierter Tannenprüfkörper dargestellt werden. Die RIM wies eine enge Korrelation mit dm auf, wie aus Abb. 37 hervorgeht.

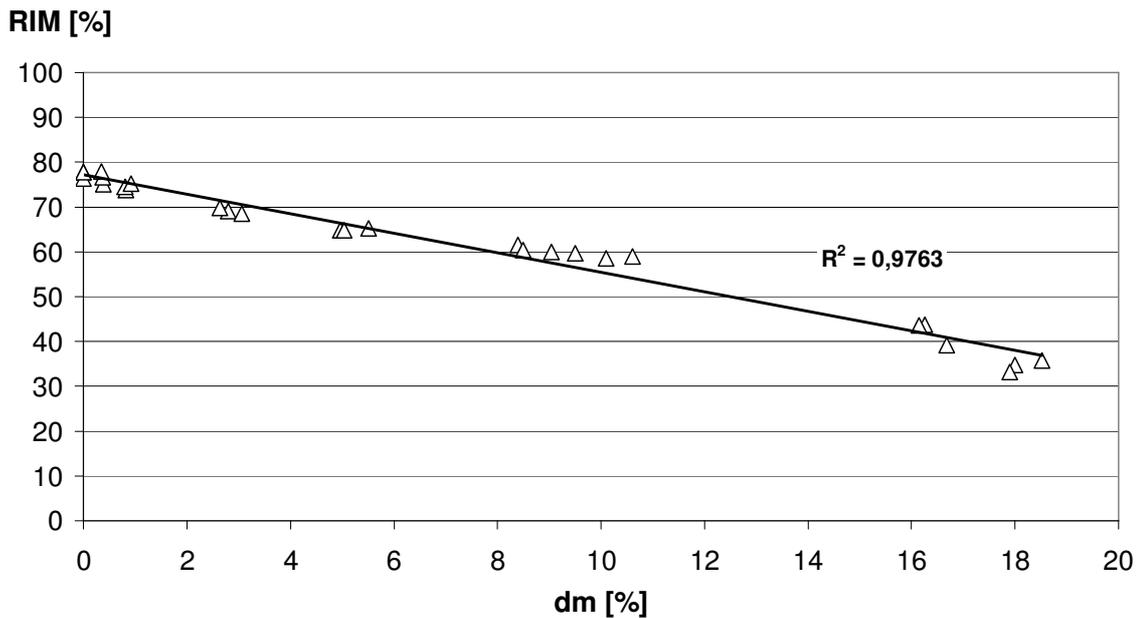


Abb. 37. Korrelation der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) mit der RIM.

Die Abbildung 37 verdeutlicht, dass sich die RIM mit steigender dm verringerte. Die RIM wurde zudem nicht von Rissbildungen durch Bewitterung beeinflusst (Publikation VIII, 7.8) und war gleichzeitig, wie von Welzbacher *et al.* (2006) ermittelt, unabhängig von der Rohdichte und Jahrringorientierung der Prüfkörper. Auch die Homogenität der thermischen Vergütung beeinflusste die RIM nicht signifikant (Abb. 38).

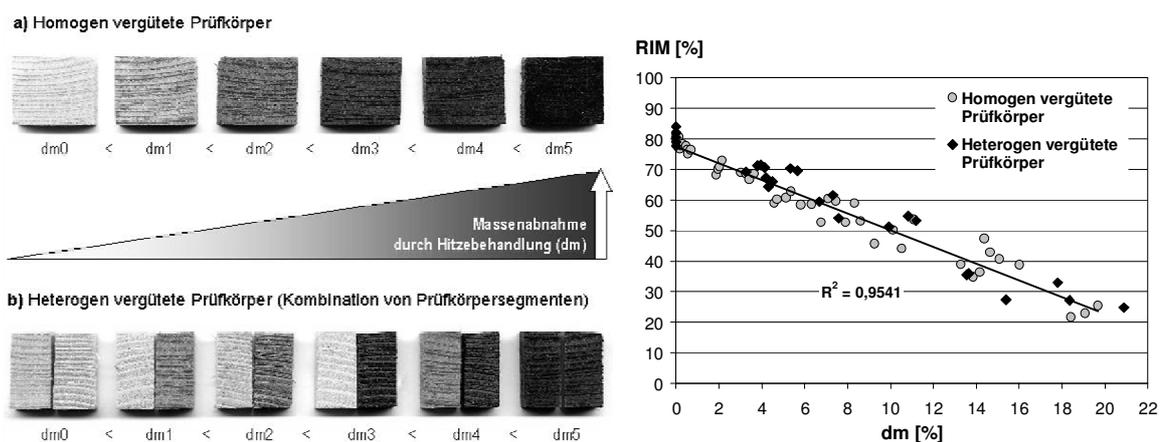


Abb. 38. Links: schematische Darstellung der Kombination verschieden intensiv vergüteter Prüfkörpersegmente; Rechts: Einfluss der Homogenität der Vergütung auf die "Resistance to impact milling" (RIM); aus Welzbacher *et al.* (2006).

Da dm als Maß der Vergütungsintensität eng mit der Quellung, der Resistenz gegenüber pilzlichem Holzabbau und der mechanischen Festigkeit von thermisch modifiziertem Holz korreliert (u.a. Stamm *et al.* 1946, Stamm 1956, Obataya *et al.* 2002, Mazela *et al.* 2003, Rapp *et al.* 2003, Repellin und Guyonnet 2003), erwies sich die RIM als geeignete Prüfgröße zur Charakterisierung der Vergütungsintensität und der damit verbundenen biologischen und mechanischen Eigenschaften von TMT.

3.3.2 Abhängigkeit ausgewählter TMT-Eigenschaften von den Prozessparametern der thermischen Modifikation

3.3.2.1 Massenabnahme durch Hitzebehandlung

Ein Anstieg der Behandlungstemperatur führte zu einer signifikanten Erhöhung der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (Abb. 39), wodurch die Eignung der dm als verlässliche Messgröße zur sicheren Charakterisierung der Behandlungsintensität (u.a. Brischke *et al.* 2006, Del Menezzi und Tomaselli 2006, Metsä-Kortelainen *et al.* 2006) unterstrichen wurde.

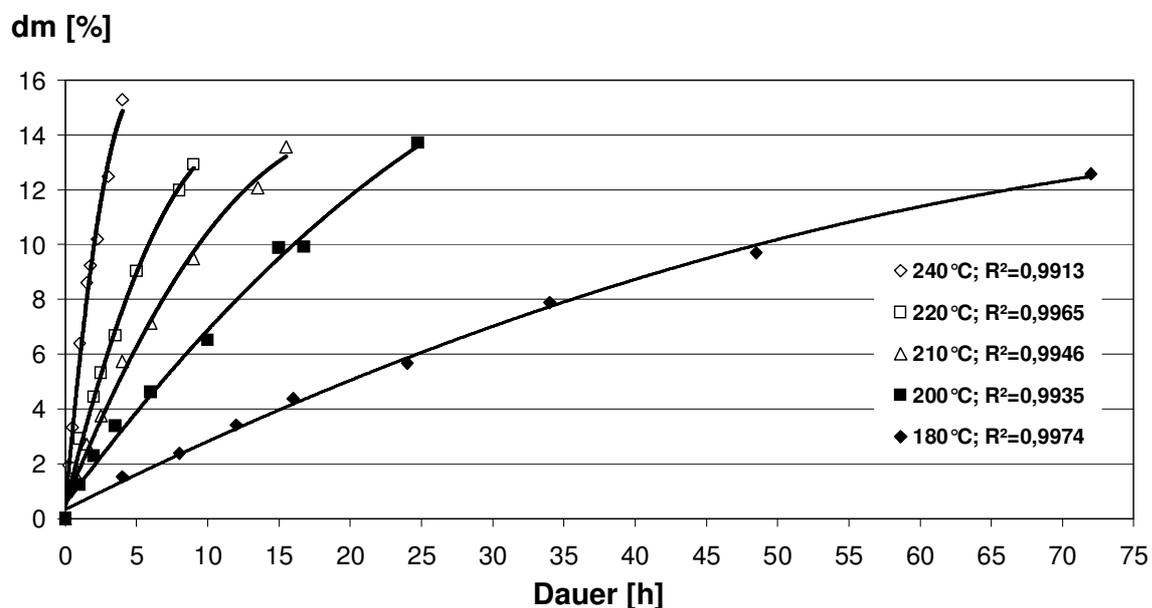


Abb. 39. Korrelation der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) mit der Behandlungszeit der Hitzebehandlung bei verschiedenen Temperaturen; jeder Datenpunkt repräsentiert den Mittelwert von 60 Prüfkörpern.

Der Einfluss der Temperatur auf die Behandlungsintensität war stärker ausgeprägt als der Einfluss der Behandlungsdauer, was bei Betrachtung der für $dm = 12,5\%$ notwendigen Behandlungsdauer bei verschiedenen Temperaturen ersichtlich wurde: 3 h bei 240 °C, 8 h bei 220 °C, 14 h bei 210 °C, 20 h bei 200 °C und 72 h bei 180 °C. Resultate von Burmester (1970), Mazela *et al.* (2004), Boonstra *et al.* (2006), Paul *et al.* (2007) bestätigen diesen übergeordneten Einfluss der Temperatur auf die resultierende Behandlungsintensität, wenngleich deren Ergebnisse nicht zeigen, dass der Einfluss der Zeit bei höherer Temperatur zunimmt, was aus den Kurvensteigungen in Abb. 39 jedoch abzuleiten ist.

3.3.2.2 Resistenzerhöhung gegenüber *Oligoporus placenta*

Die Korrelation von Masseverlust durch *O. placenta* und dm ist in Abb. 40 dargestellt und zeigt, dass sowohl die Verlängerung der Behandlungsdauer bei gleichbleibender Temperatur, als auch die Erhöhung der Behandlungstemperatur bei gleicher resultierender dm zu verringertem Masseverlust durch den Pilz führte.

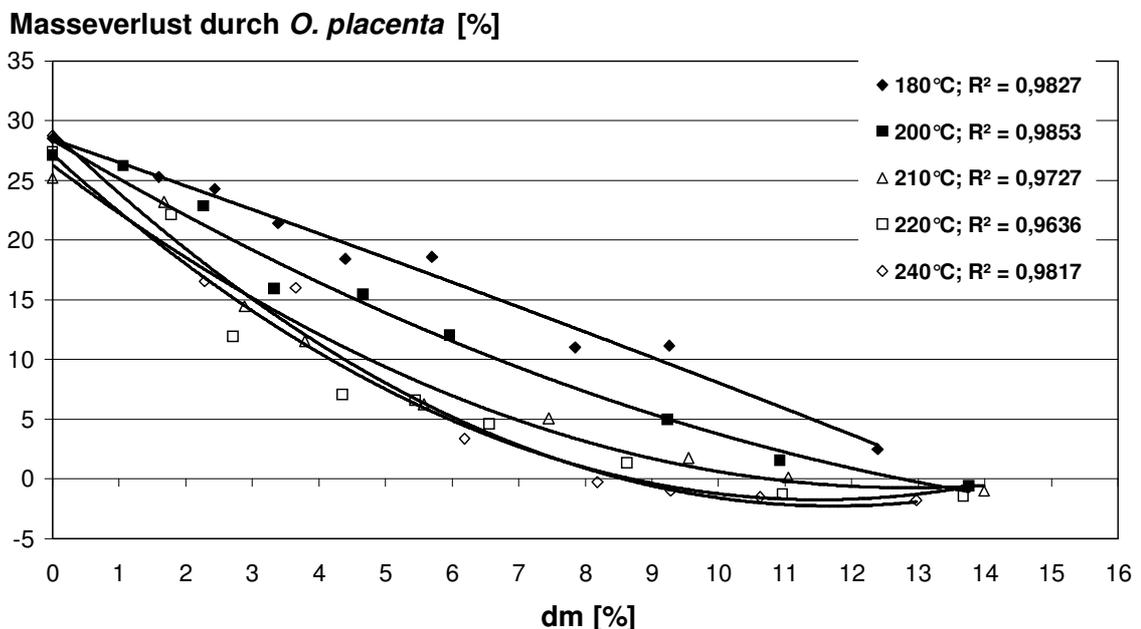


Abb. 40. Korrelation des Masseverlustes durch *Oligoporus placenta* mit der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) für verschiedene Hitzebehandlungstemperaturen; jeder Datenpunkt repräsentiert den Mittelwert von 60 Prüfkörpern.

Der Masseverlust an Proben hoher Behandlungstemperatur war geringer als der Masseverlust an Prüfkörpern gleicher dm durch niedrigere Behandlungstemperaturen. Dies stimmt mit Ergebnissen von Mazela *et al.* (2004) und Paul *et al.* (2007) überein, die feststellten, dass die Pilzresistenz von thermisch modifizierten Hölzern gering ist, wenn die Temperatur der Modifikation unter 200°C lag. Syrjänen und Kangas (2000) und Jämsä und Viitaniemi (2001) empfahlen sogar eine Behandlungstemperatur von mindestens 220°C zur nachhaltigen Erhöhung der Resistenz gegen pilzlichen Abbau, was den signifikanten Einfluss der Behandlungstemperatur auf die Vergütungsintensität unterstreicht.

Basierend auf dem Masseverlust durch *O. placenta* wurden Dauerhaftigkeitsklassen (DKL) nach DIN EN 350-1 (1994) abgeleitet (*cf.* Publikation IX, 7.9, Table 7.9-2). Es zeigte sich, dass die DKL 1 ("sehr dauerhaft") von allen thermisch modifizierten Prüfkörpern erreicht wurde, wenn die Behandlungsdauer ausreichend lang war, um die für eine Dauerhaftigkeitserhöhung auf DKL 1 notwendige Massenabnahme (dm_{DKL1}) zu verursachen. Je höher die Behandlungstemperatur war, desto geringer war die dm_{DKL1} , die für die signifikante Dauerhaftigkeitserhöhung benötigt wurde: 72 h bei 180°C waren notwendig um eine $dm_{180^\circ\text{C DKL1}} = 13\%$ zu bewirken, wohingegen nur 1 h bei 240°C erforderlich war für eine $dm_{240^\circ\text{C DKL1}} = 6\%$.

3.3.2.3 "Resistance to impact milling" (RIM)

Die RIM wies eine enge Korrelation mit dm auf (Abb. 41): Mit steigender dm wurde die RIM signifikant verringert. Dies steht im Einklang mit Ergebnissen von Brischke *et al.* (2006) und Rapp *et al.* (2006).

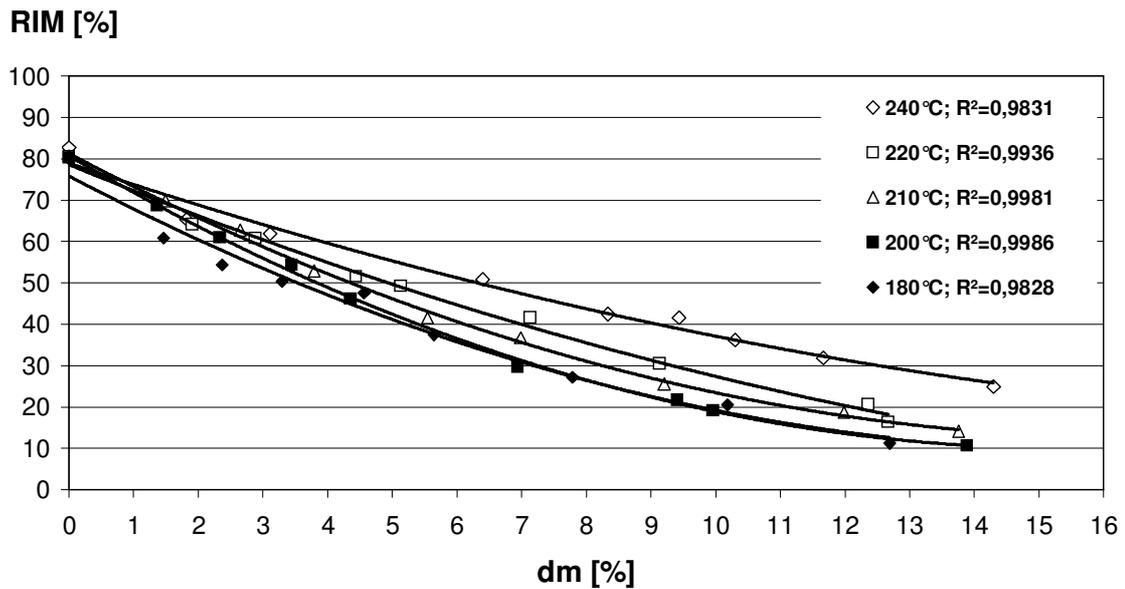


Abb. 41. Korrelation der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) mit der „Resistance to impact milling“ (RIM) für verschiedene Hitzebehandlungstemperaturen; jeder Datenpunkt repräsentiert den Mittelwert von 60 Prüfkörpern.

Andererseits zeigten die Ergebnisse auch die Abhängigkeit der RIM von der Hitzebehandlungstemperatur, die bislang unbekannt war: Die auf der Behandlungstemperatur bei 240°C basierende Korrelationsfunktion von RIM mit dm zeigte verglichen mit den Kurven der niedrigeren Temperaturen die geringste Steigung und damit die geringste Abnahme der RIM mit steigender dm. Unter Berücksichtigung der in Abb. 39 dargestellten Korrelation von dm mit der Behandlungsdauer wurde offensichtlich, dass eine Reduzierung der RIM von unbehandelten Kontrollen (RIM = 80%) durch die Hitzebehandlung auf einen Wert von RIM = 40% durch verschiedene Behandlungsdauern und daraus resultierende Werte der dm bewirkt wurde: 2,0 h bei 240°C (dm = 9%), 3,5 h bei 220°C (dm = 7%), 5,5 h bei 210°C (dm = 6%), 7,5 h bei 200°C (dm = 5%) und 22 h bei 180°C (dm = 5%). Dies verdeutlicht, dass detaillierte Prozessinformationen bezüglich des Temperaturverlaufes der Behandlung verfügbar sein müssen, um die vorliegende dm von TMT in einer der Produktion nachgeschalteten Qualitätskontrolle mittels HEMI-Test sicher bestimmen zu können.

3.3.2.4 Farbwerte

Die Bestimmung der Farbwerte zeigte eine straffe Korrelation der Helligkeit (L*) mit dm, die unabhängig von der eingesetzten Behandlungstemperatur war

(Abb. 42). Dies steht im Einklang mit anderen Autoren (u.a. Mitsui *et al.* 2005, Brischke *et al.* 2007). Der L^* -Wert verringerte sich von 80 auf 38 mit steigender dm , wobei die Farbwerte a^* und b^* einen leichten Anstieg mit einem Maximum bei ca. 5% bzw. 3% dm zeigten, bevor sie mit steigender dm wieder abnahmen.

$L^*, a^*, b^* []$

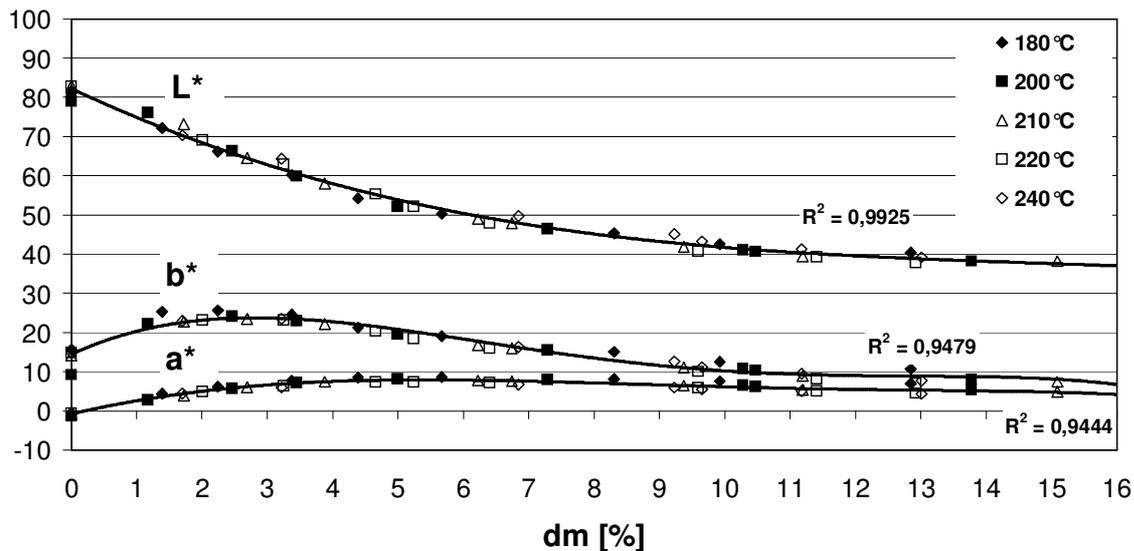


Abb. 42. Beziehung von Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) bei verschiedenen Hitzebehandlungstemperaturen und den Farbwerten L^* , a^* , und b^* der durch Mahlen homogenisierten Proben.

Es ist bemerkenswert, dass die verschiedenen Hitzebehandlungstemperaturen die Ergebnisse der Farbwertbestimmung nicht beeinflussten: Alle Prüfkörper der verschiedenen Temperaturen ließen sich durch eine Korrelation der Farbwerte mit dm darstellen. Diese Unabhängigkeit der Farbwerte von der Behandlungstemperatur in Verbindung mit der in Publikation VII, 7.7, Figure 7.7-1 dargestellten Unabhängigkeit der Farbwerte von Initialwerten der Kontrollen sowie der Herkunft des Ausgangsmaterials (Brischke *et al.* 2007) belegen die hervorragende Eignung der Farbwertbestimmung zur Charakterisierung der Behandlungsintensität von TMT.

3.3.2.5 Holzgleichsfeuchte

Die Holzgleichsfeuchte (EMC) der verschiedenen thermisch modifizierten Fichtenproben bei 20°C/75% rLF zeigte abhängig von der Behandlungstemperatur eine enge Korrelation mit dm : Mit steigender dm verringerte sich die

EMC (Abb. 43). Wie in Kapitel 3.1.2 bereits ausführlich dargelegt resultierte die Verringerung der EMC von TMT aus der geringeren Anzahl der für die Feuchte zugänglichen Hydroxylgruppen im Vergleich zu Kontrollen (u.a. Boonstra und Tjeerdsma 2006, Del Menezzi und Tomaselli 2006, Windeisen *et al.* 2007).

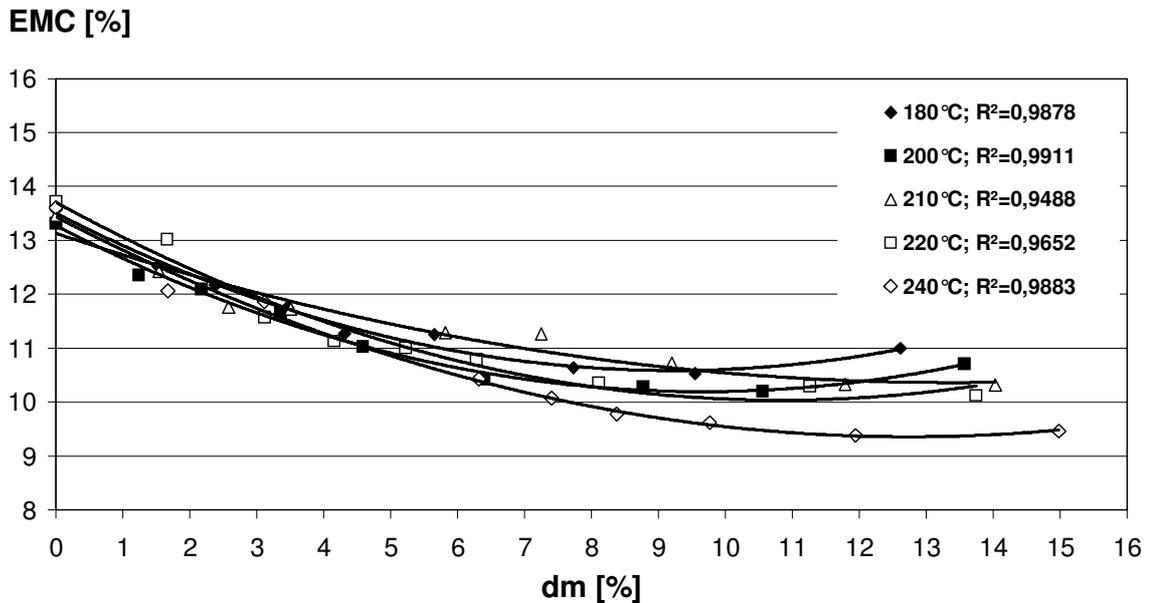


Abb. 43. Korrelation der Gleichgewichtsfeuchte (EMC) bei 20°C und 75% rLF mit der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) für verschiedene Hitzebehandlungstemperaturen; jeder Datenpunkt repräsentiert den Mittelwert von 20 Prüfkörpern.

Allerdings kam es über einen definierten Grenzwert der dm (ca. 9%) hinaus zu keiner weiteren Reduktion der EMC, unabhängig von der jeweiligen Behandlungstemperatur und der Verlängerung der Behandlungsdauer, die zu einer Erhöhung der dm führte. Dieser Grenzwert der dm zeigte somit die Vollendung des Abbaus der feuchtezugänglichen Hydroxylgruppen durch die Hitzeeinwirkung an, woraus ersichtlich wird, dass weitere Erhöhungen der Temperatur oder der Behandlungsdauer zu keiner weiteren Reduktion der EMC führten.

3.3.2.6 Dimensionsstabilisierung

Die "Anti swelling efficiency" (ASE) als Maß der Dimensionsstabilisierung der thermisch modifizierten Hölzer wies eine starke Abhängigkeit von der Hitzebehandlungstemperatur und der resultierenden dm auf: Der Anstieg der dm bewirkt eine Erhöhung der ASE (Abb. 44).

ASE [%]

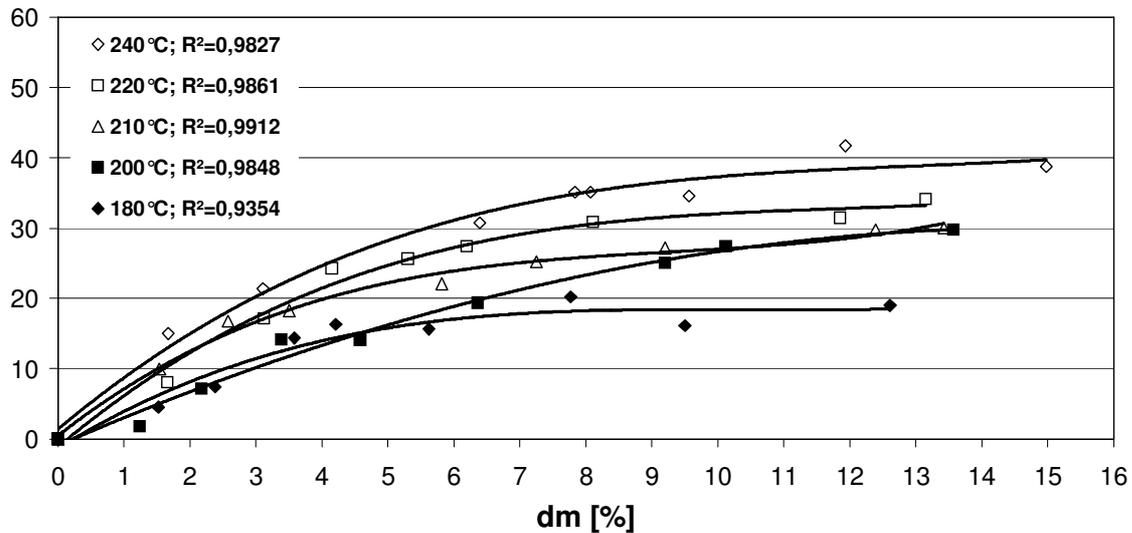


Abb. 44. Korrelation der “Anti swelling efficiency“ (ASE) mit der Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) für verschiedene Hitzebehandlungstemperaturen; jeder Datenpunkt repräsentiert den Mittelwert von 20 Prüfkörpern.

Die höchste ASE mit ca. 40% wurde durch thermische Modifikation bei 240 °C und einer resultierenden dm von mehr als 12% erzielt, wohingegen die ASE von Proben gleicher dm aber geringerer Behandlungstemperatur niedriger war: 34% ASE bei 220 °C, 30% ASE bei 210 und 200 °C sowie 20% ASE bei 180 °C. Allgemein führte eine Erhöhung der Temperatur auch zu einer Erhöhung der ASE, was auch von anderen Autoren auf Basis einzelner untersuchter Kombinationen aus Hitzebehandlungstemperatur und –dauer beschrieben wurde (Syrjänen und Kangas 2000, Rapp und Sailer 2001, Goroyias und Hale 2002, Popper *et al.* 2005). Neben der Temperaturerhöhung bewirkt auch die Verlängerung der Behandlungsdauer bei gleichbleibender Temperatur eine Erhöhung der ASE. Für die Korrelation der ASE mit dm (Abb. 44) wurde ebenfalls ein Grenzwert der dm für jede Behandlungstemperatur bestimmt, dessen Überschreitung durch Verlängerung der Behandlungszeit zu keiner weiteren Erhöhung der ASE führte (ca. dm = 8% bei 180 °C, dm = 12-13% bei 200, 210, 220, und 240 °C).

Bei Betrachtung der ermittelten ASE-Werte durch verschiedene Behandlungstemperaturen aber gleicher dm wurde deutlich, dass die Bestimmung der ASE ohne genaue Kenntnis der Prozesstemperatur ungeeignet ist, um die Vergütungsintensität von TMT zu bestimmen. Dies steht im Widerspruch zu

Repellin und Guyonnet (2005), die berichteten, dass eine lange Behandlungsdauer bei geringer Temperatur (600 min bei 200 °C) den gleichen Effekt auf die Reduzierung des Fasersättigungspunktes (FSP) und damit die gleiche Hitzebehandlungsintensität aufweist wie eine kurze Behandlung bei hoher Temperatur (5 min bei 260 °C). Diese Unstimmigkeit erklärt sich dadurch, dass Repellin und Guyonnet (2005) lediglich einige wenige Kombinationen aus Behandlungstemperatur und –dauer zur Korrelation mit dem FSP verwendeten, die nicht zwangsläufig die gleiche Behandlungsintensität aufwiesen.

3.3.2.7 Korrelation der Resistenz von TMT gegen *Oligoporus placenta* mit RIM, dem Farbwert L*, der Holzausgleichsfeuchte und der Dimensionsstabilisierung

Die Dauerhaftigkeit stellt die Zieleigenschaft von TMT dar, weshalb eine sichere Abschätzung der durch die thermische Modifikation erreichten Dauerhaftigkeitserhöhung für die industrielle Qualitätskontrolle unabdingbar ist. Da biologische Standardprüfungen bis zu 16 Wochen Inkubationsdauer voraussetzen (EN 113 1996), ist die Durchführung solcher Prüfungen nicht für eine im Produktionsprozess integrierte Qualitätskontrolle geeignet.

Es wurden deshalb die für die Charakterisierung der Vergütungsintensität ermittelten Messgrößen RIM, Helligkeit L*, EMC und ASE, die ebenso wie der Masseverlust durch *O. placenta* ($MV_{O.p.}$) eine signifikante Abhängigkeit von dm aufwiesen [$MV_{O.p.} = f(dm)$, $RIM = f(dm)$, $L^* = f(dm)$, $EMC = f(dm)$, $ASE = f(dm)$] zur Einschätzung des $MV_{O.p.}$ herangezogen. Hierfür wurde die Beziehung der einzelnen Messgrößen zu dem ermittelten $MV_{O.p.}$ berechnet und $MV_{O.p.}$ als Funktion der jeweiligen Messgröße dargestellt [$MV_{O.p.} = f(RIM)$, $MV_{O.p.} = f(\text{Helligkeit } L^*)$, $MV_{O.p.} = f(EMC)$, $MV_{O.p.} = f(ASE)$], wie Publikation IX, 7.9, Table 7.9-3 im Detail erläutert.

Der $MV_{O.p.}$ stieg mit zunehmenden RIM-Werten an (Abb. 45a), wobei deutliche Unterschiede der Kurvenverläufe hinsichtlich der Behandlungstemperatur offensichtlich wurden.

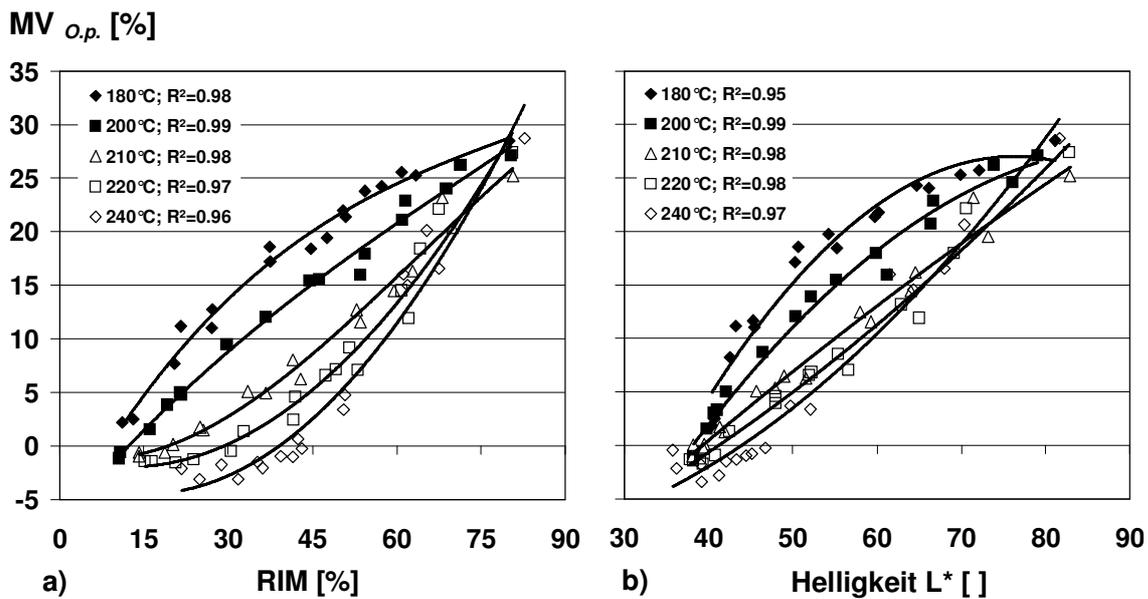


Abb. 45. Korrelation des Masseverlustes durch *Oligoporus placenta* ($MV_{O.p.}$) mit der RIM (a) sowie der Helligkeit L^* (b) für verschiedene Hitzebehandlungstemperaturen.

Die Kurven, die auf Proben mit einer Hitzebehandlungstemperatur bei 180 und 200 °C (Gruppe 1) beruhen, waren annähernd gegenläufig zu den Kurvenverläufen der Korrelationsfunktionen, die auf Hitzebehandlungen über 200 °C (Gruppe 2) basieren. Innerhalb der jeweiligen Gruppen waren die Kurvenverläufe jedoch gleichläufig.

Auch die Helligkeit L^* zeigte eine enge, von der Behandlungstemperatur abhängende Korrelation mit $MV_{O.p.}$: Ein Abfall der Helligkeit L^* korrespondierte mit einer Verringerung des $MV_{O.p.}$ (Abb. 45b), wobei es wiederum zwei Gruppen gegenläufiger Kurven gab (Gruppe 1: 180 und 200 °C; Gruppe 2: 210, 220 und 240 °C).

Eine Minderung der EMC durch thermische Modifikation bedeutete gleichsam eine Verringerung des $MV_{O.p.}$ (Abb. 46a), wobei die Unterschiede zwischen den verschiedenen Behandlungstemperaturen weniger stark ausgeprägt waren als bei der Korrelation von $MV_{O.p.}$ und RIM bzw. $MV_{O.p.}$ und Helligkeit L^* (Abb. 45a, b). Auch die ASE wies eine straffe Korrelation mit $MV_{O.p.}$ auf (Abb. 46b): Eine ASE von mehr als 25% korrespondierte mit einem $MV_{O.p.}$ unter 5% im Falle der bei 200, 210 und 220 °C thermisch modifizierten Prüfkörper, indes war bei der 240 °C-Hitzebehandlung eine ASE von mehr als 32% notwendig, um den $MV_{O.p.}$ in gleichem Maße zu reduzieren.

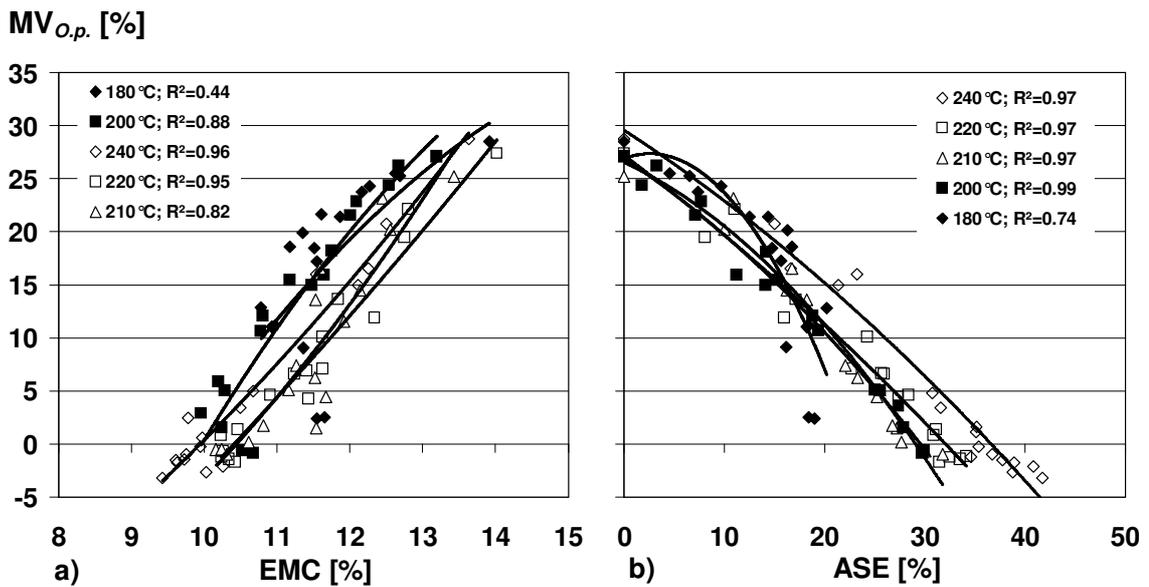


Abb. 46. Korrelation des Masseverlustes durch *Oligoporus placenta* ($MV_{O.p.}$) mit der Ausgleichsfeuchte EMC (a) sowie der "Anti swelling efficiency" ASE (b) für verschiedene Hitzebehandlungstemperaturen.

Bedeutsam erscheinen die große Streuung der Einzelwerte der bei 180 °C thermisch modifizierten Prüfkörper und der von den übrigen Behandlungstemperaturen unterschiedliche, nicht-lineare Verlauf der zugehörigen Korrelationsfunktion. Dadurch wird die Eignung der ASE-Bestimmung zur Charakterisierung der Vergütungsintensität und der damit erreichten Dauerhaftigkeitserhöhung stark eingeschränkt und auf TMT mit Behandlungstemperaturen oberhalb 200 °C begrenzt.

Dennoch konnte für alle Messgrößen (RIM, Helligkeit L^* , EMC und ASE) die grundsätzliche Eignung zur Einschätzung der Resistenz von TMT gegen den Abbau durch *O. placenta* nachgewiesen werden, vorausgesetzt die Behandlungstemperatur war bekannt. Im Fall der ASE- und EMC-Bestimmung ist die Anwendbarkeit der Methode auf TMT mit Behandlungstemperaturen oberhalb 200 °C limitiert. Die Abhängigkeit der Vergütungsintensität von der thermischen Modifikation zugrundeliegenden Behandlungstemperatur wurde im Nachhinein von Phuong *et al.* (2007a) bestätigt, die darauf hinwies, dass für eine sichere Vorhersage der Eigenschaften von TMT (dort Sprödigkeit als mechanische Kenngröße) durch Bestimmung der Messgröße Helligkeit L^* , die entsprechende Behandlungstemperatur bekannt sein muss.

4 FOLGERUNGEN

4.1 Eigenschaftsprofil und Verwendung von TMT

In kombinierten biologischen und mechanischen Untersuchungen wurde erstmalig für verschiedene industriell hergestellte TMT-Materialien gezeigt, dass durch die Hitzebehandlung die Resistenz von TMT gegen holzerstörende Pilze im Labor und im Freiland außerhalb des Erdkontaktes, sowie dessen Dimensionsstabilisierung erhöht wurde, gleichzeitig aber auch eine Minderung der mechanischen Festigkeit von TMT erfolgte, speziell bei dynamischer Belastung. Diese Eigenschaftsveränderungen des Holzes durch die Hitzeeinwirkung stehen in einem Gleichgewicht zueinander, da sie insbesondere auf dem thermischen Abbau der Hemicellulosen beruhen: In dem Maße, wie die biologischen Eigenschaften durch Abbau der Holzbestandteile verbessert werden, wird die mechanische Beanspruchbarkeit von TMT verringert.

Deshalb ist der Einsatz von TMT auf statisch unbelastete Anwendungen beschränkt, und sofern eine lange Nutzungsdauer gefordert ist, ist ein Einsatz im direkten Erdkontakt zu vermeiden. Dies gilt für sämtliche untersuchten TMT-Materialien aus industrieller Produktion, unabhängig vom eingesetzten Herstellungsprozess, womit anderslautende Werbeaussagen einzelner TMT-Produzenten widerlegt wurden.

4.2 Wirkmechanismus der thermischen Modifikation

Die These, dass die thermische Modifikation der Holzbestandteile zur Bildung von "bioziden Spaltprodukten" führt, die die Resistenz von TMT gegen biologischen Abbau erhöhen, wurde widerlegt: Untersuchungen zur Ursache der Resistenzhöhung des Holzes durch thermische Modifikation zeigten, dass das verringerte Feuchteaufnahmevermögen von TMT, zu einem größeren Teil als bislang angenommen, ursächlich für die verringerte biologische Abbaubarkeit von TMT ist. Durch die Temperatureinwirkung kommt es zur Abnahme der sorptiven Wasseraufnahme, die den enzymatischen Abbau durch holzerstörende Pilze behindert. Diese durch die thermische Modifikation hervorgerufene Schutzwirkung beschränkt sich allerdings auf Umgebungsbe-

dingungen, in denen TMT nicht einer dauerhaften Befeuchtung ausgesetzt ist. In diesem Fall wird der Schutzmechanismus überwunden, so dass es zum Abbau von TMT kommt, wenn auch mit geringer zeitlicher Verzögerung im Vergleich zu unbehandeltem Holz.

4.3 Erhöhung der mechanischen Festigkeit von TMT

Die verringerten mechanischen Festigkeiten von TMT im Vergleich zu unbehandeltem Holz stellen die größte Einschränkung des Materials für eine weitreichende Verwendung dar. Versuche zur Verringerung des Festigkeitsverlustes von TMT bei gleichbleibend hoher Dauerhaftigkeit durch Einsatz von Holz mit technisch erhöhter Festigkeit nach thermo-mechanischer Verdichtung waren im Labormaßstab erfolgreich. Der im Labor hergestellte, neue Kombinationswerkstoff wies Festigkeitseigenschaften vergleichbar denen unbehandelten Holzes auf und war zugleich sehr dauerhaft. Die direkte, nicht-angepasste Parameterübertragung vom Labor auf den industriellen Maßstab zeigte jedoch weiteren Optimierungsbedarf: Im industriellen Maßstab verdichtetes und thermisch vergütetes Material wies größere Eigenschaftsschwankungen auf als im Labor hergestelltes Material. Ursächlich hierfür war unter anderem das durch die Verdichtung veränderte thermodynamische Verhalten des Holzes, welches durch die erhöhte Dichte eine erhöhte Wärmeleitfähigkeit aufwies. Auf diese veränderten Holzeigenschaften war die kommerziell ausgeführte Hitzebehandlung mit den empirisch für unbehandeltes Schnittholz ermittelten Prozessdiagrammen nicht ausreichend abgestimmt. Zusätzlich reagierte die industrielle Prozessführung durch die im Vergleich zum Labormaßstab größeren Volumen an Prozessgut und Wärmeübertragungsmedium träger auf Steuersignale. Ebenfalls durch die größeren Materialmengen bedingt waren die Aufwärm- und Abkühlphasen verlängert.

Für die industrielle Produktion eines hochfesten und zugleich dauerhaften Kombinationswerkstoffes ergab sich somit die Notwendigkeit der Adaption der industriellen Prozessführung an die veränderten Materialcharakteristika zur Optimierung der Endprodukteigenschaften. Hierfür erforderliche, umfassende Kenntnisse zum Einfluss der Behandlungsparameter Temperatur und Zeit auf

die Behandlungsintensität und damit auf die Endprodukteigenschaften von TMT waren bislang nur begrenzt verfügbar.

4.4 Einfluss der Behandlungsintensität auf ausgewählte Holzeigenschaften und Bedeutung für die Qualitätskontrolle

Die Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm) stellt eine verlässliche Messgröße für die Hitzebehandlungsintensität dar. Eine Bestimmung der Behandlungsintensität durch gravimetrische Ermittlung der dm ist jedoch nur bei Kenntnis der darrtrockenen Masse eines Prüfkörpers vor und nach der Hitzebehandlung möglich, was in der industriellen Produktion von TMT durch den damit verbundenen Zeitaufwand und Personaleinsatz nicht umsetzbar ist. Die Bestimmung der Behandlungsintensität von TMT ist aber die Voraussetzung der Prozessoptimierung sowie einer unabhängigen Qualitätskontrolle und der damit verbundenen sicheren Einschätzung der verbesserten Zieleigenschaften von TMT.

Da für eine verlässliche Charakterisierung der Vergütungsintensität von TMT bislang keine geeigneten Prüfmethode zur Verfügung standen, die durch einen geringen Stichprobenumfang und eine kurze Prüfdauer bei gleichzeitig hoher statistischer Signifikanz der Ergebnisse in die industrielle Qualitätssicherung integrierbar waren, wurde der HEMI (High-energy multiple impact)-Test und die CIE $L^*a^*b^*$ -Farbwertbestimmung an homogenisierten Prüfkörpern entwickelt und optimiert. Beide Methoden erwiesen sich als geeignet zur Charakterisierung der Vergütungsintensität von TMT und zeigten sich zudem unabhängig von Initialwerten und holzanatomischen Merkmalen wie Dichte oder Jahrringlage, so dass die Anwendbarkeit auch für eine der Produktion nachgeschalteten Qualitätssicherung, z.B. durch den Holzhandel oder TMT-verarbeitende Betriebe, gegeben sein sollte.

Untersuchungen zum Einfluss der Hitzebehandlungstemperatur und –dauer auf die Intensität der Behandlung sowie die damit korrespondierenden technologischen Holzeigenschaften zeigten den dominierenden Einfluss der Behandlungstemperatur: Eine Temperaturerhöhung hatte einen größeren Einfluss auf die dm und die untersuchten Kenngrößen von TMT [“Resistance to

impact milling“ (RIM), Helligkeit L*, Dimensionsstabilisierung (ASE), Holzaustragsfeuchte (EMC), Resistenz gegen *Oligoporus placenta*] als eine Verlängerung der Behandlungsdauer. Für sämtliche bestimmte Kenngrößen wurden strenge Korrelationen mit dm ermittelt, die jedoch stark temperaturabhängig waren. Je höher die Behandlungstemperatur war, umso geringer war die dm, die für eine definierte Eigenschaftsveränderung notwendig war. Die Resistenzhöhung gegenüber biologischen Holzabbau als Zieleigenschaft von TMT konnte verlässlich als Funktion der untersuchten Kenngrößen RIM, Helligkeit L*, ASE und EMC dargestellt werden, wenngleich auch hier eine Temperaturabhängigkeit der Korrelationsfunktionen vorlag.

Somit wurde deutlich, dass die genaue Kenntnis der Behandlungstemperatur Voraussetzung für die sichere Einschätzung der Vergütungsqualität von TMT ist. Besonders für die industrielle Produktion von TMT ergab sich daraus die Notwendigkeit für eine exakte Prozesssteuerung und detaillierte Prozessdokumentation zur Sicherstellung gleichbleibender Produktqualitäten. Dennoch kann selbst durch die reproduzierbare und möglichst genaue Prozesssteuerung die Streuung der Endprodukteigenschaften von TMT nur eingeschränkt, nicht jedoch vermieden werden. Dies liegt zum Einen an materialinhärenten Faktoren, die aus dem heterogenen Charakter der einzelnen zu vergütenden Holzbretter selbst resultieren und auf das Einzelbrett wirken, zum Anderen aber auch an chargenabhängigen Faktoren, d.h. an Einflüssen, die für die einzelnen Hitzebehandlungen unterschiedlich sind und sich somit zusätzlich zu den materialinhärenten Faktoren auf die Gesamtheit aller zu behandelnden Bretter auswirken.

Materialinhärent bewirken die Dichte, das Vorliegen von Reaktionsholz oder verschieden hohe Holzfeuchten eine unterschiedliche Wärmeübertragung und damit heterogene Vergütungsergebnisse. Chargenabhängig beeinflusst vor allem das Verhältnis von Volumen bzw. Masse des Prozessgutes zu der verfügbaren Wärmemenge des Wärmeübertragungsmediums die Vergütungsqualität durch unterschiedlich lange Temperaturwechselzeiten. Aber auch die Zugänglichkeit des zu behandelnden Holzes für das Wärmeübertragungsmedium, z.B. durch unterschiedliche Stapelanordnung, die Temperaturverteilung im Behandlungsraum und die Position und Anzahl der

Messpunkte zur Holzinnentemperaturkontrolle können zu abweichenden Prozessbedingungen führen. Dies verdeutlicht, dass zwei Chargen eines standardisierten Hitzebehandlungsprozesses mit gleicher Zieltemperatur und Behandlungsdauer nicht notwendigerweise die gleiche Vergütungsintensität und damit vergleichbare TMT-Eigenschaften besitzen müssen.

Somit wurde die Notwendigkeit offensichtlich, TMT aus verschiedenen Produktionsprozessen bzw. selbst aus verschiedenen Chargen eines Produktionsprozesses, als jeweils eigenständiges Material mit individuell zu belegenden Eigenschaften anzusehen, anstatt einer Kombination aus Behandlungstemperatur und –dauer pauschal bestimmte Materialeigenschaften zuzuweisen. Letztlich muss es jedoch das Ziel der industriellen TMT-Produktion und Qualitätskontrolle sein, die vom Verbraucher geforderten Zieleigenschaften des hitzebehandelten Materials in definierten Grenzen zu gewährleisten. Hierfür ist eine Standardisierung von TMT in den technologisch vorgegebenen Grenzen notwendig. Denn nur durch eine für den Endverbraucher nachvollziehbare Qualitätskontrolle und die damit verbundene dauerhafte Sicherstellung von vergleichbaren Materialeigenschaften kann die derzeitige Marktstellung von TMT gehalten bzw. nachhaltig ausgebaut werden. Die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten bzw. optimierten neuen Methoden zur Qualitätskontrolle, wie auch die erstmals in umfassenden systematischen Untersuchungen zum Einfluss der Behandlungsparameter auf die Behandlungsintensität ermittelten Zusammenhänge stellen hierfür notwendige Bausteine dar.

5 ZUSAMMENFASSUNG

Ein Schwerpunkt dieser Arbeit war es, ein umfassendes Eigenschaftsbild von im industriellen Maßstab hergestellten thermisch modifiziertem Holz [“thermally modified timber“ (TMT)] zu erstellen. Der Bedarf hierfür ergab sich aus stark variierenden Produkteigenschaften der derzeit in Europa industriell produzierten TMT-Sortimente, die, verstärkt durch gegensätzliche Produktinformationen konkurrierender Hersteller, zur Verunsicherung der Verbraucher führen.

Deshalb wurde zum ersten Mal TMT aus industrieller Produktion der vier etablierten europäischen Prozesse zur Hitzebehandlung (Plato-Verfahren, ThermoWood[®]-Verfahren, Retifikations-Verfahren und Öl-Hitze-Behandlungs-Verfahren) in kombinierten biologischen, mechanischen und physikalischen Prüfungen vergleichend untersucht. Zudem wurde die Resistenz von TMT aus dem Öl-Hitze-Behandlungs-Verfahren gegenüber Termiten untersucht wie auch dessen Oberflächeneigenschaften hinsichtlich Abriebwiderstand und Brinellhärte bestimmt.

Als Ergebnis der vergleichenden Prüfungen zeigte sich, dass unabhängig vom Herstellungsprozess die Dimensionsstabilität von TMT wie auch dessen Resistenz gegenüber biologischen Abbau durch holzerstörende Pilze in Laborversuchen und in Außenanwendung ohne direkten Erdkontakt erhöht ist. Hingegen erfolgte durch die Hitzebehandlung keine Resistenzhöhung des TMT gegen Termitenangriff. Ebenso scheint TMT ungeeignet für Anwendungen im direkten Erdkontakt, wenn lange Standzeiten des Materials gefordert werden. Untersuchungen zur Ursache der Resistenzhöhung von TMT zeigten, dass die reduzierte Feuchteaufnahme verantwortlich für die erhöhte Dauerhaftigkeit ist. Dieser Schutzmechanismus von TMT kann jedoch überwunden werden, u.a. durch dauernde Befeuchtung wie im Erdkontakt.

Die mechanischen Eigenschaften des TMT wurden durch die Hitzeeinwirkung zum Teil stark verändert: Die Biegesteifigkeit, der Abriebwiderstand und die Brinellhärte waren um bis zu 15% vermindert, die statische Festigkeit um bis zu 38% verringert und die dynamische Festigkeit sogar um bis zu 64%. Basierend auf diesen Ergebnissen wurden die mechanischen Festigkeiten, deren

Minderung eng mit der Erhöhung der biologischen Resistenz durch die thermische Modifikation verbunden ist, als anwendungseinschränkende Schlüsseleigenschaften von TMT identifiziert.

Deshalb beinhaltete ein weiterer Schwerpunkt dieser Arbeit die Suche nach technologischen Ansätzen, die eine Erhöhung der mechanischen Festigkeit von TMT bei gleichzeitig unverändert hoher Dauerhaftigkeit ermöglichen. Zu diesem Zweck wurde die Hitzebehandlung von Vollholz, dessen mechanische Festigkeit durch thermo-mechanische Verdichtung technisch erhöht wurde, erfolgreich im Labormaßstab umgesetzt: Der im Labor hergestellte Werkstoff wies verglichen mit unbehandeltem Holz unverminderte Festigkeitswerte auf, war aber zugleich sehr dauerhaft (Dauerhaftigkeitsklasse 1). Die Übertragung der im Labor erzielten Ergebnisse auf den industriellen Maßstab offenbarte jedoch weiteren Optimierungsbedarf, da die industriell hergestellten Sortimente stark streuende Dauerhaftigkeits- und Festigkeitseigenschaften aufzeigten. Als Ursache hierfür wurden die Behandlungsparameter der industriell ausgeführten Hitzebehandlung erkannt, die nicht ausreichend auf die veränderten technologischen Eigenschaften des thermo-mechanisch verdichteten Holzes, z.B. die erhöhte Wärmeleitfähigkeit, abgestimmt waren. Für eine spätere Prozessoptimierung war es somit notwendig, den Einfluss der Behandlungsparameter (Behandlungstemperatur und -dauer) auf die resultierende Hitzebehandlungsintensität systematisch zu untersuchen.

Da bislang jedoch keine geeigneten Prüfmethode zur Verfügung standen, die mit geringem Stichprobenumfang und geringem Prüfaufwand bei kurzer Prüfdauer für die statistisch signifikante Unterscheidung verschiedener Behandlungsintensitäten einsetzbar waren, wurden zwei neue Methoden zur Charakterisierung der Vergütungsintensität von TMT entwickelt: Der "High-energy multiple impact – Test" (HEMI-Test) basiert auf dem Zerschlagen von Prüfkörpern durch von Stahlkugeln hervorgerufene multiple dynamische Einwirkungen. Aus den fraktionierten Prüfkörperbruchstücken wurde die Prüfgröße des HEMI-Test, die "Resistance to impact milling" (RIM), gebildet, die eng mit der Intensität der Hitzebehandlung korrelierte. Als weitere Methode zur Charakterisierung der Behandlungsintensität wurde die Bestimmung der $L^*a^*b^*$ -Farbwerte an homogenisierten Proben optimiert und angewandt. Der kumulierte

Farbwert L^*+b^* wies eine straffe lineare Abhängigkeit mit der Behandlungsintensität auf.

Die Untersuchungen zum Einfluss der Behandlungstemperatur und –dauer auf die Hitzebehandlungsintensität zeigten den übergeordneten Temperatureinfluss: Die Temperaturerhöhung hatte eine größere Auswirkung auf die untersuchten Kenngrößen von TMT [Massenabnahme durch Hitzebehandlung (dm), RIM, Farbwert L^* , Dimensionsstabilisierung (ASE), Holzausgleichsfeuchte (EMC), Resistenz gegen *Oligoporus placenta*] als eine Verlängerung der Behandlungszeit. Die Zieleigenschaft von TMT (Resistenzhöhung gegenüber biologischen Abbau) konnte als temperaturabhängige Funktion der untersuchten Kenngrößen RIM, Helligkeit L^* , ASE und EMC dargestellt werden.

Diese Ergebnisse bilden die Grundlage für notwendige weitere Prozessoptimierungen zur Sicherstellung reproduzierbarer Produkteigenschaften von TMT. Zudem stellt die ermittelte Abhängigkeit der Behandlungsintensität von den Behandlungsparametern in Kombination mit den neu entwickelten Prüfmethoden die Basis für eine im Produktionsablauf integrierbare industrielle Qualitätssicherung sowie die Standardisierung von TMT dar.

6 LITERATUR

1. BImSchV (1997) Erste Verordnung zur Durchführung des Bundes-Immissionsschutzgesetzes - Verordnung über kleine und mittlere Feuerungsanlagen. BGBl. I 1997
 17. BImSchV (1990) Siebzehnte Verordnung zur Durchführung des Bundes-Immissionsschutzgesetzes - Verordnung über die Verbrennung und Mitverbrennung von Abfällen. BGBl. IS 1663
- Alén R, Kotilainen R, Zaman A (2002) Thermomechanical behaviour of Norway spruce (*Picea abies*) at 180-225°C. *Wood Science and Technology* 36: 163–171
- AltholzV (2002) Altholzverordnung – Verordnung über Anforderungen an die Verwertung und Beseitigung von Altholz. BGBl. IS. 3302
- Andersson S, Serimaa R, Väänänen T, Jämsä S, Viitaniemi P (2005) X-ray scattering studies of thermally modified Scots pine (*Pinus sylvestris* L.). *Holzforschung* 59: 422–427
- Anonymus (2002) Abfälle nun mit europäisch einheitlicher Bezeichnung. *Holz-Zentralblatt* 41: 516
- Anonymus (2002b) Thermoholz-Verfahren speziell für Laubholz entwickelt. *Holz-Zentralblatt* 134: 1602
- Anonymus (2003) Holz mit Abperleffekt – Natürlich dauerhaft geschützt durch Hydrophobierung. *Holz-Zentralblatt* 1: 20
- Anonymus (2003a) Beständiges Thermoholz von Mitteramskogler ausgezeichnet. *Holz-Zentralblatt* 75: 1048
- Anonymus (2003b) Mehr als nur Hobelware. *Holz-Zentralblatt* 75: 1053
- As N, Goker Y, Dundar T (2006) Effect of knots on the physical and mechanical properties of Scots pine (*Pinus sylvestris* L.). *Wood Research* 51: 51–58
- Augusta U, Rapp AO (2005) Die natürliche Dauerhaftigkeit wichtiger heimischer Holzarten unter bautypischen Bedingungen. *Beiträge der 24. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 71–80

-
- Augusta U (2007) Untersuchung der natürlichen Dauerhaftigkeit wirtschaftlich wichtiger Holzarten bei verschiedener Beanspruchung im Außenbereich. Dissertation, Universität Hamburg
- Awoyemi L, Westermark U (2005) Effects of borate impregnation on the response of wood strength to heat treatment. *Wood Science and Technology* 39: 484–491
- Ayadi N, Lejeune F, Charrier F, Charrier B, Merlin A (2003) Color stability of heat-treated wood during artificial weathering. *Holz als Roh- und Werkstoff* 61: 221–226
- Bächle F, Oelhafen M, Junghans K, Niemz P (2006) Eigenschaften und Verwendung von Thermoholz. *HolzHaus Tage*, Zürich
- Behrenz W, Technau G (1956) Untersuchungen zur Immunisierung des Holzes durch Heißluftbehandlung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 14: 457–458
- Bekhta P, Niemz P (2003) Effect of high temperature on the change in color, dimensional stability and mechanical properties of spruce wood. *Holzforschung* 57: 539–546
- Bengtsson C, Jermer J, Brem F (2002) Bending strength of heat-treated spruce and pine timber. Document No. IRG/WP 02-40242. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Bhatia SK, Vartak BJ (1996) Reaction of microporous solids: The discrete random pore model. *Carbon* 34: 1383–1391
- Bhuiyan MTR, Hirai N (2005) Study of crystalline behavior of heat-treated wood cellulose during treatments in water. *Journal of Wood Science* 51: 42–47
- Blomberg J, Persson B, Blomberg A (2005) Effects of semi-isostatic densification of wood on the variation in strength properties with density. *Wood Science and Technology* 39: 339–350
- Blomberg J, Persson B, Bexell U (2006) Effects of semi-isostatic densification on anatomy and cell-shape recovery on soaking. *Holzforschung* 60: 322–331
- Blomberg J, Persson B (2007) Swelling pressure of semi-isostatically densified wood under different mechanical restraints. *Wood Science and Technology* 41: 401–415

- Bollmus S (2004) Untersuchungen zum biozidfreien Holzschutz durch Hydrophobierung von Vollholz mit Ölen und Wachsen. Diplomarbeit, Universität Hamburg
- Boonstra MJ, Tjeerdsma B, Groeneveld HAC (1998) Thermal modification of nondurable wood species. 1. The PLATO technology: Thermal modification of wood. Document No. IRG/WP 98-40123. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Boonstra M, Doelman P (1999) PLATO veredeltes Holz – Die Eigenschaften von PLATO veredeltem Holz. Plato Deutschland GmbH (Ed.), Selbstverlag der Plato Deutschland GmbH, Dresden
- Boonstra MJ, Tjeerdsma B (2006) Chemical analysis of heat treated softwoods. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 204–211
- Boonstra MJ, Blomberg J (2007) Semi-isostatic densification of heat-treated radiata pine. *Wood Science and Technology*, Online First DOI 10.1007/s00226-007-0140-y
- Bourgois PJ, Janin G, Guyonnet R (1991) La mesure de couleur. Une methode d`etude et d`optimisation des transformations chimiques du bois thermolyse. *Holzforschung* 45: 377–382
- Brischke C (2003) Untersuchung der Eignung von Tannenholz für die thermische Modifikation. Diplomarbeit, Universität Hamburg
- Brischke C, Rapp AO (2004) Investigation of the suitability of silver fir (*Abies alba* Mill.) for thermal modification. Document No. IRG/WP 04-40275. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Brischke C, Rapp AO (2005) Experimental approach for service life prediction of wooden materials. TT6-198. *Proceedings of the 10th Conference on Durability of Building Materials and Components*, Lyon
- Brischke C, Rapp AO, Bayerbach R (2006) Decay influencing factors: A basis for service life prediction of wood and wood-based products. *Wood Material Science and Engineering* 1(3+4): 91–107
- Brischke C, Rapp AO (2007) Dose-response relationships between wood moisture content, wood temperature, and fungal decay determined for 23 European field test sites. *Wood Science and Technology*, submitted

-
- Brischke C, Welzbacher CR, Brandt K, Rapp AO (2007) Quality control of thermally modified timber: Interrelationship between heat treatment intensities and CIE L*a*b* color data on homogenized wood samples. *Holzforschung* 61: 19–22
- Burmester A (1970) Formbeständigkeit von Holz gegenüber Feuchtigkeit – Grundlagen und Vergütungsverfahren. BAM Berichte Nr. 4, Bundesanstalt für Materialprüfung Berlin
- Burmester A (1973) Einfluss einer Wärme-Druck-Behandlung halbtrockenen Holzes auf seine Formbeständigkeit. *Holz als Roh- und Werkstoff* 31: 237–243
- Burmester A (1974) Verfahren zur Herstellung von formbeständigem Holz und Holzwerkstoffen. Deutsche Patentanmeldung, DE000002263758A
- Burmester A (1975) Zur Dimensionsstabilisierung von Holz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 33: 333–335
- Buro A (1954) Die Wirkungen von Hitzebehandlungen auf die Pilzresistenz von Kiefern- und Buchenholz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 12: 297–304
- Buro A (1955) Untersuchungen über die Veränderung der Pilzresistenz von Hölzern durch Hitzebehandlungen in Metallschmelzen. *Holzforschung* 9: 177–181
- Burtscher E, Bobleter O, Schwald O, Concin R, Binder H (1987) Chromatographic analysis of biomass reaction products produced by hydrothermolysis of Poplar wood. *Journal of Chromatography* 390: 401–412
- Catallo WJ, Shupe TF (2003) Hydrothermal treatment of creosote-impregnated wood. *Wood and Fiber Science* 35: 524–531
- ChemVerbotsV (1993) Chemikalien-Verbotsverordnung BGBl. IS. 867
- CTBA (1998) Up grading of non durable wood species by appropriate pyrolysis thermal treatment. Synthesis report for publication BRE-CT-5006
- Deka M, Humar M, Rep G, Kričej B, Šentjerc M, Petrič M (2007) Effects of UV light irradiation on colour stability of thermally modified, copper ethanolamine treated and non-modified wood: EPR and DRIFT spectroscopic studies. *Wood Science and Technology*, Online First DOI 10.1007/s00226-007-0147-4

- Del Menezzi CHS, Tomaselli I (2006) Contact thermal post-treatment of oriented strandboard to improve dimensional stability: A preliminary study. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 212–217
- Despot R, Hasan M, Brischke C, Welzbacher CR, Rapp AO (2007) Changes in physical, mechanical and chemical properties of wood during sterilisation by gamma radiation. *Holzforschung* 61: 267–271
- DIN EN 118 (1990) Holzschutzmittel; Bestimmung der vorbeugenden Wirkung gegenüber *Reticulitermes santonensis* de Feytaud (Laboratoriumsverfahren). Beuth, Berlin
- DIN EN 252 (1990) Freiland-Prüfverfahren zur Bestimmung der relativen Schutzwirkung eines Holzschutzmittels im Erdkontakt. Beuth, Berlin
- DIN EN 350-1 (1994) Natürliche Dauerhaftigkeit von Vollholz; Teil 1: Grundsätze für die Prüfung und Klassifikation der natürlichen Dauerhaftigkeit von Holz. Beuth, Berlin
- DIN EN 350-2 (1994) Natürliche Dauerhaftigkeit von Vollholz; Teil 2: Leitfaden für die natürliche Dauerhaftigkeit und Tränkbarkeit von ausgewählten Holzarten von besonderer Bedeutung in Europa. Beuth, Berlin
- DIN EN 438-2 (1991) Dekorative Hochdruck Schichtpressstoffplatten (HPL). Platten auf Basis härtharer Harze; Teil 2: Bestimmung der Eigenschaften. Beuth, Berlin
- DIN EN 1534 (2000) Parkett und andere Holzfußböden - Bestimmung des Eindruckwiderstandes (Brinell) - Prüfmethode. Beuth, Berlin
- DIN CEN/TS 15083-2 (2005) Dauerhaftigkeit von Holz und Holzprodukten - Bestimmung der natürlichen Dauerhaftigkeit von Vollholz gegen holzerstörende Pilze, Prüfverfahren - Teil 2: Moderfäulepilze. Beuth, Berlin
- DIN 52 183 (1977) Prüfung von Holz. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes. Beuth, Berlin
- DIN 52 184 (1979) Prüfung von Holz. Bestimmung der Quellung und Schwindung. Beuth, Berlin
- DIN 52 186 (1978) Prüfung von Holz. Biegeversuch. Beuth, Berlin
- DIN 52 189 (1981) Prüfung von Holz. Schlagbiegeversuch, Bestimmung der Bruchschlagarbeit. Beuth, Berlin

-
- DIN 68 800 Teil 2 (1990) Holzschutz im Hochbau; Vorbeugende bauliche Maßnahmen. Beuth, Berlin
- DIN 68 800 Teil 3 (1990) Holzschutz; vorbeugender chemischer Holzschutz. Beuth, Berlin
- Dirol D, Guyonnet R (1993) The improvement of wood durability by retification process. Document No. IRG/WP 93-40015. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Doi S, Kubota M, Takahashi M, Yoshimura T, Adachi A (1995) Termite likes steamed larch wood. Document No. IRG/WP 95-10113. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Doi S, Kurimoto Y, Takahashi M, Yoshimura T (1997) Effects of steaming heat treatment of wood on the stimulation of termite feeding. Document No. IRG/WP 97-10212. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Doi S, Kurimoto Y, Ohmura W, Aoyama M, Ohara S (1998) Attractive factors of steam-treated larch wood to termite feeding. Document No. IRG/WP 98-10256. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Doi S, Kurimoto Y, Ohmura W, Ohara S, Aoyama M, Yoshimura T (1999) Effects of heat treatments of wood on the feeding behaviour of two subterranean termites. *Holzforschung* 53: 225–229
- Doi S, Kurimoto Y, Takiuchi H, Aoyama M (2001) Effects of drying processes on termite feeding behaviour against Japanese larch wood. Document No. IRG/WP 01-10390. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Doi S, Hanata K, Kamonji E, Miyazaki Y (2004) Decay and termite durabilities of heat treated wood. Document No. IRG/WP 04-40272. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Doi S, Aoyama M, Yamauchi S, Kurimoto Y (2005) Changes of decay and termite durabilities of Japanese larch (*Larix leptolepis*) wood due to high-temperature kiln drying processes. *Journal of Wood Science* 52: 526–530
- Dwianto W, Tanaka F, Inoue M, Norimoto M (1996) Crystallinity changes of wood by heat or steam treatment. *Wood Research* 83: 47–49

- Edlund M-L (1998) Durability of untreated wood exposed in terrestrial test fields and microcosms. *Material und Organismen* 32: 235–275
- EN 113 (1996) Wood preservatives - Determination of toxic values of wood preservatives against wood destroying Basidiomycete cultures on agar medium. Beuth, Berlin
- EN 117 (1989) Wood preservatives. Determination of toxic values against *Reticulitermes santonensis* de Feytaud (Laboratory method). Beuth, Berlin
- EN 335-1 (2006) Durability of wood and wood-based products – Definition of use classes – Part 1: General. Beuth, Berlin
- EN 807 (1997) Wood preservatives - Determination of the toxic effectiveness against soft rotting micro-fungi and other soil inhabiting micro-organisms. Beuth, Berlin
- Epmeier H, Westin M, Rapp AO (2004) Differently modified wood: Comparison of some selected wood properties. *Scandinavian Journal of Forest Research* 19: 31–37
- Epmeier H, Kliger R (2005) Experimental study of material properties of modified Scots pine. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63: 430–436
- Esteves B, Marques AV, Domingos I, Pereira H (2007) Influence of steam heating on the properties of pine (*Pinus pinaster*) and eucalypt (*Eucalyptus globulus*) wood. *Wood Science and Technology* 41: 193–207
- Faix O, Jakab E, Till F, Székely T (1988) Study on low mass thermal degradation products of milled wood lignins by thermogravimetry-mass-spectroscopy. *Wood Science and Technology* 22: 323–334
- FelixClercx (2003) FelixPlato by FelixClercx – Holz der nächsten Generation. In: *Handelsonderneming van Felix Clercx B.V. (Ed.), Selbstverlag der Holz und Service Holzhandelsagentur GmbH, Dortmund*
- Fengel D (1966a) Heiß- und Kaltwasserextrakte von thermisch behandeltem Fichtenholz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 24: 9–14
- Fengel D (1966b) Die Hemicellulosen in unbehandeltem und in thermisch behandeltem Fichtenholz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 24: 98–109
- Fengel D (1966c) Thermisch und mechanisch bedingte Strukturänderungen bei Fichtenholz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 24: 529–536

-
- Fengel D (1967) Das Verhalten der Cellulose im Fichtenholz bei thermischer Behandlung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 25: 102–111
- Fengel D, Wegener G (1989) Wood - Chemistry, ultrastructure, reactions. Walter de Gruyter, Berlin
- Fessel F (1951) Probleme beim Holzbiegen. *Holz als Roh- und Werkstoff* 2: 56–62
- Finnforest (2003) Thermowood® - Das wärmebehandelte Holz mit den vielen guten Eigenschaften. In: Finnforest Deutschland GmbH (Ed.), Selbstverlag der Finnforest Deutschland GmbH, Bremen
- Follrich J, Müller U, Gindl W (2006) Effects of thermal modification on the adhesion between spruce wood (*Picea abies* Karst.) and a thermoplastic polymer. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 373–376
- Frühwald A (2000) Holz, der ökologische Baustoff: Verschläft die Holzwirtschaft ein Marketinginstrument der Zukunft? *Beiträge der 17. Dreiländer-Holztagung HOLZ ART 2000*, Zürich
- Frühwald A, Pohlmann CM, Hasch J (2002) CO₂-Speicherung durch Verwendung von Holz und Holzwerkstoffen im Holzbau. *Beiträge der 9. Quedlinburger Holzbautagung*, Fachverband Holzbau und Holzschutz Sachsen-Anhalt, Quedlinburg
- Garotte G, Dominguez H, Parajo JC (1999) Hydrothermal processing of lignocellulosic materials. *Holz als Roh- und Werkstoff* 57: 191–202
- Gersonde M, Kerner W (1984) Soft rot tests with soils of different origin. Document No. IRG/WP 84-2226. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Ghelmeziu N (1938) Untersuchungen über die Schlagfestigkeit von Bauhölzern. *Holz als Roh- und Werkstoff* 15: 585–603
- Giebeler E (1983) Dimensionsstabilisierung von Holz durch eine Feuchte-/Wärme-/Druck- Behandlung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 41: 87–94
- Giebeler E (1986) Feuchte-Wärme-Druck-Vergütung von Holz. *Beiträge der 17. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 13 S.
- Gohar P, Guyonnet R (1998) Development of wood retification process at the industrial stage. Document No. IRG/WP 98-50101. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm

- Goroyias GJ, Hale MD (2002) Heat treatment of wood strands for OSB production: Effect of the mechanical properties, water absorption and dimensional stability. Document No. IRG/WP 02-40238. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Gray SM (1986) Effect of soil type and moisture content on soft rot testing. Document No. IRG/WP/2270. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Grinda M (2003) Schwierigkeiten bei der Bewertung von Prüfergebnissen biologischer Prüfungen. *Beiträge der 23. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 141–156
- Gübitz GM, Stebbing DW, Johansson CI, Saddler JN (1998) Lignin-hemicellulose complexes restrict enzymatic solubilization of mannan and xylan from dissolving pulp. *Applied Microbiology and Biotechnology* 50: 390–395
- GyuHyeok K, Kieon Y, JaeJin K (1998) Effect of heat treatment on the decay resistance and the bending properties of radiata pine sapwood. *Material und Organismen* 32: 101–108
- Hadi YS, Westin M, Rasyid E (2005) Resistance of furfurylated wood to termite attack. *Forest Products Journal* 55: 85–88
- Håkansson H, Ahlgren P, Germgard U (2005) The Degree of Disorder in Hardwood Kraft Pulps Studied by Means of LODP. *Cellulose* 12: 327–335
- Hakkou M, Pétrissans M, Zoulalian A, Gérardin P (2005) Investigation of the reasons for the increase of wood durability after heat treatment based on changes of wettability and chemical composition. In: Militz H, Hill C (Eds.) *Wood Modification: Processes, Properties and Commercialisation. The Second European Conference on Wood Modification (ECWM)*: 38–46
- Hale M, Ghosh SC, Spear MJ (2005) Effects of artificial UV weathering and soft rot decay on heat treated wood. Document No. IRG/WP 05-40302. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Haller P, Wehsener J (2004) Festigkeitsuntersuchungen an Fichtenpressholz (FPH). *Holz als Roh- und Werkstoff* 62: 452–454

-
- Hanhijärvi A, Wahl P, Räsänen J, Silvennoinen R (2003) Observation of development of microcracks on wood surface caused by drying stress. *Holzforschung* 57: 561–565
- Heger F, Groux M, Girardet F, Welzbacher CR, Rapp AO, Navi P (2004) Mechanical and durability performance of THM-densified wood. *Proceedings of COST Action E22 Final Workshop*, Estoril
- Higashihara T, Morooka T, Hirokawa S, Norimoto M (2004) Relationship between changes in chemical components and permanent fixation of compressed wood by steaming or heating. *Mokuzai Gakkaishi* 50: 159–167
- Hill C (2006) Commercial aspects of thermal modification. *Proceedings of the COFORD-seminar on wood modification – opportunities and challenges*, Limerick
- Hill C (2006a) Wood modification. *Proceedings of the COFORD-seminar on wood modification – opportunities and challenges*, Limerick
- Hillis WE (1984) High temperature and chemical effects on wood stability. *Wood Science and Technology* 18: 281–293
- Hofer S, Welzbacher CR, Rapp AO, Brischke C (2007) Erfahrungen mit Thermoholz (TMT) im Fassaden- und Gartenbereich. *Beiträge der 25. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 143–162
- Holzschutzmittelverzeichnis (2007) Verzeichnis der Holzschutzmittel mit allgemeiner bauaufsichtlicher Zulassung, Auflistung der Holzschutzmittel mit RAL-Gütezeichen, Auflistung der Bläueschutzmittel nach VdL-Richtlinie. Erich Schmidt, Berlin
- Homan W, Tjeerdsma BF (2005) Control systems, quality assessment and certification of modified wood for market introduction. In: Militz H, Hill C (Eds.) *The Second European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Göttingen: 382–389
- Hong BW (1984) Dynamic viscoelasticity of hot pressed wood. *Wood Science and Technology (Mogjae gonghak)* 12: 3–11
- Hsu WE, Schwald W, Schwald J, Shields JA (1988) Chemical and physical changes required for producing dimensionally stable wood-based

- composites. Part 1: steam pre-treatment. *Wood Science and Technology* 22: 281–289
- Huber H (2006) Thermisch modifiziertes Schnittholz – Trockener geht's nimmer. *Proceedings of EDG Drying Seminar*, Hamburg
- Huguenin P, Navi P (1995) Bois densifié sans résine synthétique. *IAS* 13: 262–268
- Iida I, Imamura Y (1993) Improvement of liquid penetration of wood by compression under appropriate conditions and recovery process. Document No. IRG/WP 93-40014. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Ikipuu (2000) Wärmebehandeltes Holz. In: Ikipuu OY Finland (Ed.), Selbstverlag der Malinex GmbH, Eschborn
- Inoue M, Norimoto M, Otsuka Y, Yamada T (1991) Surface compression of coniferous lumber (II). Permanent set of the surface compression wood by a low molecular weight phenolic resin and some physical properties of the products. *Mokuzai Gakkaishi* 37: 227–233
- Inoue M, Norimoto M, Tanahashi M, Rowell RM (1993) Steam or heat fixation of compressed wood. *Wood and Fiber Science* 25: 224–235
- Ito Y, Tanahashi M, Shigematsu M, Shinoda Y, Ohta C (1998) Compressive-molding of wood by high-pressure steam-treatment: Part 1. Development of compressively molded squares from thinnings. *Holzforschung* 52: 211–216
- Jämsä S, Viitaniemi P (1998) Heat treatment of wood. Better durability without chemicals. *Nordiske Trebeskyttelsesdager* 47–51
- Jämsä S, Viitaniemi P (2000) Heat treatment of wood in Finland – state of the art. *Proceedings of the seminar on production of heat treated wood in Europe*, Helsinki
- Jämsä S, Viitaniemi P (2001) Heat treatment of wood – Better durability without chemicals. In: Rapp AO (Ed.) *Proceedings of special seminar on heat treatments*, Antibes, France. Office for official publications of the European communities, Luxembourg
- Jermannaud A, Douchez L, Guyonnet R (2002) Wood retification: In France, an industrial process of heat treatment producing lumber with improved

-
- resistance to decay. *Proceedings of the conference on "Enhancing the durability of lumber & engineered wood products" of the Forest Products Society*, Kissimmee
- Jermer J, Edlund M-L (1990) Will political initiatives stop the use of preservative-treated wood in Sweden? Document No. IRG/WP/3578. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Johansson D, Morén T (2006) The potential of colour measurements for strength prediction of thermally treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 104–110
- Jones D (2006) Irish timber potential. *Proceedings of the COFORD-seminar on wood modification – opportunities and challenges*, Limerick
- Joščák T, Mamoňová M, Babiak M, Teischinger A, Müller U (2007) Effects of high temperature drying in nitrogen atmosphere on mechanical and colour properties of Norway spruce. *Holz als Roh- und Werkstoff*. Online First, DOI 10.1007/s00107-006-0162-4
- Junga U, Militz H (2005) Besonderheiten bei der biologischen Prüfung einiger modifizierter Hölzer. *Beiträge der 23. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 139–148
- Junghans K, Niemz P (2005) Thermoholz im Praxiseinsatz- Ergebnisse einer Evaluation von in der Schweiz verbautem Holz. *Holztechnologie* 3: 26–30
- Junghans K, Niemz P, Bächle F (2005) Untersuchungen zum Einfluss der thermischen Vergütung auf die Porosität von Fichtenholz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63: 243–244
- Kamdem DP, Pizzi A, Guyonnet R, Jermannaud A (1999) Durability of heat-treated wood. Document No. IRG/WP 99-40145. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Kamdem DP, Pizzi A, Triboulot MC (2000) Heat-treated timber: potentially toxic byproducts presence and extent of wood cell wall degradation. *Holz als Roh- und Werkstoff* 58: 253–257
- Kamdem DP, Pizzi A, Jermannaud A (2002) Durability of heat-treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff* 60: 1–6

- Kano H, Shibutani S, Hayashi K, Iijima Y, Doi S (2004) Effect of high-temperature drying processes on termite resistance of Sugi (*Cryptomeria japonica*) heartwood. *Mokuzai Gakkaishi* 50: 91–98
- Kärenlampi PP, Tynjälä P, Ström P (2003) Effect of temperature and compression on the mechanical behaviour of steam-treated wood. *Journal of Wood Science* 49: 298–304
- Kartal SN (2006) Combined effect of boron compounds and heat treatments on wood properties: Boron release and decay and termite resistance. *Holzforschung* 60: 455–458
- Katsumata N, Yoshimura T, Tsunoda K, Imamura Y (2007) Resistance of gamma-irradiated sapwood of *Cryptomeria japonica* to biological attacks. *Journal of Wood Science* 53: 320–323
- Kawai S, Wang Q, Sasaki H, Tanahashi M (1992) Production of compressed laminated veneer lumber by steam pressing. *Proceedings of the Pacific Rim Bio-Based Composites Symposium*, Rotorua: 121–128
- Kegel E (2004) Thermally modified wood - the example of Platowood. *Proceedings of COST Action E37 Workshop*, Reinbek
- Klose W, Schinkel A (2002) Measurement and modelling of the development of pore size distribution of wood during pyrolysis. *Fuel Processing Technology* 77-78: 459–466
- Knauf M, Frühwald A (2004) Trendanalyse Zukunft Holz - Delphistudie zur Entwicklung der deutschen Holzindustrie. Abschlussbericht, Zentrum Holzwirtschaft der Universität Hamburg
- Koch S (2005) Untersuchung der Eignung von thermisch modifizierter Buche für den Einsatz im Terrassenbereich. Diplomarbeit, Universität Hamburg
- Kollmann F (1936) Technologie des Holzes und der Holzwerkstoffe. Springer, Berlin
- Kollmann F, Fengel D (1965) Änderung der chemischen Zusammensetzung von Holz durch thermische Behandlung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 23: 461–468
- Košíková B, Hricovíni M, Cosentino C (1999) Interaction of lignin and polysaccharides in beech wood (*Fagus sylvatica*) during drying processes. *Wood Science and Technology* 33: 373–380

-
- Krauhausen J (2001) Produktion von "Plato-Holz" in Arnheim angelaufen. *Holz-Zentralblatt* 127: 576
- Krause A, Hof C, Militz H (2004) Novel wood modification processes for window and cladding products. Document No. IRG/WP 04-40285. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Krzesińska M, Pilawa B, Pusz S, Ng J (2006) Physical characteristics of carbon material derived from pyrolysed vascular plants. *Biomass and Bioenergy* 30: 166–176
- Kubojima Y, Okano T, Otha M (1998) Vibrational properties of Sitka spruce heat-treated in nitrogen gas. *Journal of Wood Science* 46: 63–67
- Kubojima Y, Okano T, Otha M (2000) Bending strength and toughness of heat treated wood. *Japan Wood Research Society* 46: 8–15
- Kubojima Y, Ohtani T, Yoshihara H (2003) Effect of shear deflection on bending properties of compressed wood. *Wood and Fiber Science* 36: 210–215
- Küch W (1951) Über die Vergütung des Holzes durch Verdichtung seines Gefüges. *Holz als Roh- und Werkstoff* 9: 305–317
- Kürschner K, Melcerová A (1965) Über die chemischen Veränderungen des Buchenholzes bei thermischer Behandlung. *Holzforschung* 19: 161–171
- Laganá R, Dizhbite T, Telysheva G (2006) An influence of thermal treatment on surface properties of wood. In: Kurjatko S, Kúdela J, Lagaña R (Eds.) *Wood structure and Properties '06*, Zvolen: 289–291
- Lande S, Eikenes M, Westin M (2004a) Chemistry and ecotoxicology of furfurylated wood. *Scandinavian Journal of Forest Research* 19: 14–21
- Lande S, Westin M, Schneider M (2004b) Properties of Furfurylated Wood. *Scandinavian Journal of Forest Research* 19: 22–30
- Leiß B (1995) Konstruktiver Holzschutz für Fachleute und Planer – eine vorrangige Aufgabe zur Vermeidung weiteren Rufschadens von Holz. *Holz-Zentralblatt* 121: 466–467
- Leithoff H, Peek R-D (1998) Hitzebehandlung - Eine Alternative zum chemischen Holzschutz. *Beiträge der 21. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 97–108

- Lenth CA, Kamke FA (2001) Equilibrium moisture content of wood in high-temperature pressurized environments. *Wood and Fiber Science* 33: 104–118
- Lukowski D (1999) Holzschutz mit Melaminharzen. Dissertation, Universität Hamburg
- Mathieu S, Chanrion P (1999) Bois traité à haute température: Des journées d'information fructueuses. *CTBA INFO* – No 78: 24–29
- Matsuoka Y, Ohmura W, Fujiwara S, Kanagawa Y (2002) Durability of Sugi (*Cryptomeria japonica* D. Don) wood treated in high temperature liquid paraffin. Document No. IRG/WP 02-40221. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Mayes D, Oksanen O (2002) ThermoWood handbook. Finnforest, Stora: ThermoWood, Selbstverlag
- Mazela B, Zakrzewski R, Grześkowiak W, Cofta G, Bartkowiak M (2003) Preliminary research on the biological resistance of thermally modified wood. In: Van Acker J, Hill C (Eds.) *The first European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Ghent: 113–120
- Mayes D (2004) Thermal modified wood - the example of ThermoWood®. *Proceedings of COST Action E37 Workshop*, Reinbek
- Mayes D (2004a) Standardization of thermal modified timber. *Proceedings of COST Action E37 Workshop*, Reinbek
- Mazela B, Zakrzewski R, Grześkowiak W, Cofta G, Bartkowiak M (2004) Resistance of thermally modified wood to basidiomycetes. *Wood Technology* 7, www.ejpau.media.pl/volume7/issue1/wood/art-03.html
- McGinnes Jr. AE, Rosen HN (1984) Macroscopic and microscopic analyses of color changes of wood pressure steam-dried above atmospheric pressure. *Wood and Fiber Science* 16: 48–56
- McKendry P (2002) Energy production from biomass (Part 1): Overview of biomass. *Bioresource Technology* 83: 37–46
- Metsä-Kortelainen S (2006) Thermal modified timber as durable wood for exterior applications – Background and properties. *Proceedings of the conference on "Wood Protection 2006" of the Forest Products Society*, New Orleans

-
- Metsä-Kortelainen S, Antikainen T, Viitaniemi P (2006) The water Absorption of sapwood and heartwood of Scots pine and Norway spruce heat-treated at 170°C, 190°C, 210°C and 230°C. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 192–197
- Mieß S (1997) Einfluss des Wasserhaushaltes auf Abbau und Fäuletypen in terrestrischen Mikrokosmen. Diplomarbeit, Universität Hamburg
- Militz H (1991) The improvement of dimensional stability and durability of wood through treatment with noncatalyzed acetic-acid anhydrid. *Holz als Roh- und Werkstoff* 49: 147–152
- Militz H, Beckers EPJ, Homan WJ (1997) Modification of solid wood. Document No. IRG/WP 97-40098. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Militz H, Tjeerdsma B (2000) Heat treatment of wood by the Plato Process. *Proceedings of the seminar on production of heat treated wood in Europe*, Helsinki
- Militz H, Gelbrich J (2001) Übersichtsbericht – Acetyliertes Holz. Abschlussbericht, Universität Göttingen
- Militz H, Tjeerdsma B (2001) Heat treatment of wood by the “Plato Process”. In: Rapp AO (Ed.) *Proceedings of special seminar on heat treatments*, Antibes, France. Office for official publications of the European communities, Luxembourg
- Militz H (2002) Thermal treatment of wood: European processes and their background. Document No. IRG/WP 02-40241. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Minato K, Takazawa R, Ogura K (2003) Dependence of reaction kinetics and physical and mechanical properties on the reaction systems of acetylation II: physical and mechanical properties. *Journal of Wood Science* 49: 519–524
- Mitsui K, Takada H, Sugiyama M, Hasegawa R (2001) Changes in the properties of light-irradiated wood with heat treatment. Part 1. Effect of treatment conditions on the change in color. *Holzforschung* 55: 601–605

- Mitsui K, Murata A, Tsuchikawa S, Kohara M (2004) Wood photography using light irradiation and heat treatment. *Color Research and Application* 29: 312–316
- Mitsui K, Tolvai L (2005) Color changes in acetylated wood by combined treatment of light and heat. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63: 392–393
- Mitsui K, Tolvaj L, Papp G, Bohus J, Szatmári S, Berkesi O (2005) Changes in the properties of light-irradiated wood with heat treatment – Application of Laser. *Wood Research* 50: 1–9
- Morsing N (1997) Densification of wood. The influence of hygrothermal treatment on compression of beech perpendicular to the grain. Dissertation, Technical University of Denmark
- Navi P, Girardet F (2000) Effects of thermo-hydro-mechanical treatment on the structure and properties of wood. *Holzforschung* 54: 287–293
- Niemz P (2004) Herstellung von Thermoholz in der Schweiz. *Holz-Zentralblatt* 87: 1198
- Nilsson T, Daniel GF (1992) On the use of % weight loss as a measure for expressing results of laboratory decay experiments. Document No. IRG/WP 92-2394. International Research Group on Wood Protection, Stockholm
- Norimoto M, Ota C, Akitsu H, Yamada T (1993) Permanent fixation of bending deformation in wood by heat treatment. *Wood Research* 79: 23–33
- Nunes L (1997) The effect of boron-based wood preservatives on subterranean termites. PhD-Thesis, University of London
- Nuopponen M, Vuorinen T, Jämsä S, Viitaniemi P (2003) The effect of a heat treatment on the behaviour of extractives in softwood studied by FTIR spectroscopic methods. *Wood Science and Technology* 37: 109–115
- Obataya E, Higashihara T, Tomita B (2002) Hygroscopicity of heat treated wood III. Effect of steaming on the hygroscopicity of wood. *Mokuzai Gakkaishi* 48: 348–355
- Ohmura W, Doi S, Ayoyama M, Ohara S (1999) Components of steamed and non-steamed Japanese Larch [*Larix leptolepis* (Sieb. et. Zucc.) Gord.] heartwood affecting the feeding behavior of the subterranean termite,

-
- Coptotermes formosanus* Shikraki (Isoptera: Rhinotermitidae). *Holz-forschung* 53: 569–574
- Omidvar A, Schneider MH, Van Heinigen ARP (2001) Probing red maple pit membranes pore size at fibre saturation point and oven dry density using polystyrene macromolecule. Document No. IRG/WP 01-40217. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Painter B (2006) Accoya – A new wood species. *Proceedings of the conference on “Wood Protection 2006” of the Forest Products Society*, New Orleans
- Papula L (1994) Mathematische Formelsammlung für Ingenieure und Naturwissenschaftler. Vieweg, Wiesbaden
- Patzelt M, Emsenhuber G, Stingl R (2003) Colour measurements as means of quality control of thermally treated wood. In: Van Acker J, Hill C (Eds.) *The first European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Ghent: 213–218
- Paul W, Ohlmeyer M, Leithoff H, Boonstra MJ, Pizzi A (2006) Optimising the properties of OSB by a one-step heat pre-treatment process. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 227–234
- Paul W, Ohlmeyer M, Leithoff H (2007) Thermal modification of OSB-strands by a one-step heat pre-treatment – Influence of temperature on weight loss, hygroscopicity and improved resistance. *Holz als Roh- und Werkstoff* 65: 57–63
- Peek R-D (2004) Wood waste management in Germany – Material reuse vs. energy production. *Proceedings of COST Action E37 Workshop*, Reinbek
- Petrič M, Kričej B, Pavlič M, Rapp AO (2007a) Natural weathering of coated oil heat treated wood. Document No. IRG/WP 07-30440. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Petrič M, Knehtl B, Krause A, Militz H, Pavlič M, Pétrissans M, Rapp AO, Tomažič M, Welzbacher CR, Gerardin P (2007b) Wettability of waterborne coatings on chemically and thermally modified pine wood. *Journal of Coating Technology Research* 4: 203–206
- Pétrissans M, Gerardin P, El bakali I, Serraj M (2003) Wettability of heat-treated wood. *Holzforschung* 57: 301–307

- Pfriem A, Wagenführ A (2007) Feuchtigkeitsabhängigkeit des Elastizitätsmoduls thermisch modifizierter und nativer Fichte (*Picea abies* (L.) Karst.). *Holz als Roh- und Werkstoff* Online First, DOI 10.1007/s00107-007-0197-1
- Pfriem A, Grothe T, Wagenführ A (2007) Einfluss der thermischen Modifikation auf das instationäre Sorptionsverhalten von Fichte (*Picea abies* (L.) Karst.). *Holz als Roh- und Werkstoff* 65: 321–323
- Phuong LX, Shida S, Saito Y (2007a) Effects of heat treatment on brittleness of *Styrax tonkinensis* wood. *Journal of Wood Science* 53: 181–186
- Phuong LX, Takayama M, Shida S, Matsumoto Y, Aoyagi T (2007b) Determination of the accessible hydroxyl groups in heat-treated *Styrax tonkinensis* (Pierre) Craib ex Hartwich wood by hydrogen-deuterium exchange and ^2H NMR spectroscopy. *Holzforschung* 61: 488–491
- Plato (2002) Die Plato-Technologie – Eine neue Holzveredelungstechnologie. In: Plato Wood Products B.V. (Ed.), Selbstverlag der Plato International BV, Arnheim
- Poblete H, Niemz P, Baechle F, Schanak F (2005) Investigation of hydrothermal treatment of *Pinus Radiata* Don. *Wood Research* 50: 33–41
- Pöhlmann R (2001) Untersuchungen zur Bewitterungsbeanspruchung an einem Objekt in ökologischer Holzbauweise. Diplomarbeit, Fachhochschule Eberswalde
- Poncsák S, Kocaefer D, Bouazara M, Pichette A (2006) Effect of high temperature treatment on the mechanical properties of birch (*Betula papyrifera*). *Wood Science and Technology* 40: 647–663
- Popper R, Niemz P, Eberle G (2005) Untersuchungen zum Sorptions- und Quellungsverhalten von thermisch behandeltem Holz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63: 135–148
- Rapp AO (1999) Physikalische und biologische Vergütung von Vollholz durch Imprägnierung mit wasserverdünnbaren Harzen. Dissertation, Universität Hamburg
- Rapp AO (Ed.) (2001) Review on heat treatments of wood. *Proceedings of special seminar on heat treatments*, Antibes, France. Office for official publications of the European communities, Luxembourg

-
- Rapp AO (2003) Prüfung der Dauerhaftigkeit vergüteter Hölzer. Beiträge der 23. Holzschutz-Tagung der DGfH, DGfH, München: 127–140
- Rapp AO, Sailer M (2000a) Heat treatment of wood in Germany – state of the art. *Proceedings of the seminar on production of heat treated wood in Europe*, Helsinki
- Rapp AO, Sailer M (2000b) Offenlegungsschrift DE 198 52 827 A 1
- Rapp AO, Sailer M (2001) Oil-heat treatment of wood in Germany - State of the art. In: Rapp AO (Ed.) *Proceedings of special seminar on heat treatments*, Antibes, France. Office for official publications of the European communities, Luxembourg
- Rapp AO, Augusta U (2004) The full guideline for the “double layer test method” – A field test method for determining the durability of wood out of ground. Document No. IRG/WP 04-20290. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Rapp AO, Peek R-D, Sailer M (2000) Modelling the Moisture induced Risk Index of decay for treated and untreated wood above ground. *Holzforschung* 54: 111–118
- Rapp AO, Sailer M, Brand K (2003) Umweltfreundliche Konservierung von Massivholz und Massivholzprodukten für den Außenbereich. Schlussbericht für das BMBF-Projekt 0339862. Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH), Hamburg
- Rapp AO, Brischke C, Welzbacher CR (2006) Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood. *Holzforschung* 60: 64–70
- Rapp AO, Welzbacher CR, Haller P, Wehsener J (2004) Thermisch vergütete und verdichtete Fichte für tragende Anwendungen im Ingenieurholzbau. AiF Forschungsbericht 63 ZBR 1/2
- Rapp AO, Berninghausen C, Bollmus S, Brischke C, Frick T, Haas T, Sailer M, Welzbacher CR (2005) Hydrophobierung von Holz - Erfahrungen nach 7 Jahren Freilandtests. Beiträge der 24. Holzschutz-Tagung der DGfH, DGfH, München: 157–169

- Repellin V, Guyonnet R (2003) Evaluation of heat treated beech by non-destructive testing. In: Van Acker J, Hill C (Eds.) *The first European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Ghent: 73–82
- Repellin V, Guyonnet R (2005) Evaluation of heat-treated wood swelling by differential scanning calorimetry in relation to chemical composition. *Holzforschung* 59: 28–34
- Rowell RM (1987) Chemical modification of wood. *Forest Products Abstracts* 6: 363–382
- Rowell RM, Imamura Y, Kawai S, Norimoto M (1989) Dimensional stability, decay resistance, and mechanical properties of veneer-faced low-density particleboards made from acetylated wood. *Wood and Fiber Science* 21: 67–79
- Runkel ROH (1951) Zur Kenntnis des thermoplastischen Verhaltens von Holz. Erste Mitteilung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 9: 41–53
- Runkel ROH, Wilke K-D (1951) Zur Kenntnis des thermoplastischen Verhaltens von Holz. Zweite Mitteilung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 9: 260–270
- Runkel ROH, Witt H (1953) Zur Kenntnis des thermoplastischen Verhaltens von Holz. Dritte Mitteilung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 11: 457–461
- Ruyter HP (1989) Europäische Patentanmeldung No. 89-203170.9
- Ruyter HP, Hortulanus A (1995) United States Patent (US) 5.451.361
- Saladis J, Rapp AO (2004) Moisture content and other tested values in Double layer tests of different size in Lithuania and Germany. Document No. IRG/WP 04-20299. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Sailer M, Rapp AO, Leithoff H, Peek R-D (1999) Thermische Holzvergütung mit natürlichen pflanzlichen Ölen. *Holz-Zentralblatt* 117: 1568
- Sailer M, Rapp AO, Leithoff H, Peek R-D (2000a) Vergütung von Holz durch Anwendung einer Öl-Hitze-Behandlung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 58: 15–22
- Sailer M, Rapp AO, Leithoff H (2000b) Improved resistance of Scots pine and spruce by application of an oil-heat-treatment. Document No. IRG/WP 00-40162. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm

-
- Sailer M (2001) Anwendung von Pflanzenölimprägnierungen zum Schutz von Holz im Außenbereich. Dissertation Universität Hamburg, Hamburg
- Saito F (1973a) Spring back of hot pressed wood in humidification and water-soaking tests. *Mokuzai Gakkaishi* 19: 221–226
- Saito F (1973b) Swelling pressure of hot-pressed wood. *Mokuzai Gakkaishi* 19: 261–264
- Saito Y, Takahashi S, Shida S, Arima T (2004) Change of hygroscopicity and dynamic Young's Modulus of wood by high temperature heat-treatment. *Mokuzai Gakkaishi* 50: 139–145
- Sander C, Beckers EPJ, Militz H, van Veenendaal W (2003) Analysis of acetylated wood by electron microscopy. *Wood Science and Technology* 37: 39–46
- Sandermann W, Augustin H (1963a) Chemische Untersuchungen über die thermische Zersetzung von Holz. Teil I. *Holz als Roh- und Werkstoff* 21: 256–265
- Sandermann W, Augustin H (1963b) Untersuchungen mit Hilfe der Differential-Thermo-Analyse. Teil II. *Holz als Roh- und Werkstoff* 21: 305–315
- Sandermann W, Augustin H (1964) Chemische Untersuchungen des Zeretzungsablaufes. Teil III. *Holz als Roh- und Werkstoff* 22: 377–386
- Santos JA (2000) Mechanical behaviour of Eucalyptus wood modified by heat. *Wood Science and Technology* 34: 39–43
- Sarkanen KV, Ludwig CH (1971) Lignins – Occurrence, Formation, Structure and Reactions. Wiley-Interscience, New York
- Schanze J (2007) Thermally modified timber. In: Thermoholz Spreewald GmbH (Ed.), Selbstverlag der Thermoholz Spreewald GmbH, Lübbenau
- Scheffer TC, Morell JJ (1993) Relative merits of laboratory and field tests for assessing wood decay resistance. Document No. IRG/WP 93-20009. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Scheffler K, Straub J, Grigull U (1981) Wasserdampftafeln. Thermodynamische Eigenschaften von Wasser und Wasserdampf bis 800°C und 800 bar. Springer, Berlin
- Schmidt O (2006) Wood and tree fungi. Biology, damage, protection, and use. Springer, Berlin

- Schneider A (1966) Der Einfluss von Wärmebehandlungen im Temperaturbereich bis 200°C und Wasserlagerung bei 100°C auf den spektralen Remissionsgrad verschiedener Hölzer. *Holz als Roh- und Werkstoff* 24: 542–547
- Schneider A (1971) Untersuchungen über den Einfluss von Wärmebehandlung im Temperaturbereich von 100°C bis 200°C auf Elastizitätsmodul, Druckfestigkeit und Bruchschlagarbeit von Kiefern-Splint- und Buchenholz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 29: 431–440
- Schneider A (1973) Zur Konvektionstrocknung von Schnittholz bei extrem hohen Temperaturen. *Holz als Roh- und Werkstoff* 31: 198–206
- Schulte Y, Donath S, Krause A, Militz H (2004) Evaluation of outdoor weathering of modified wood. Document No. IRG/WP 04-20296. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Schwanninger M, Hinterstoisser B, Gierlinger N, Wimmer R, Hanger J (2004) Application of Fourier Transform Near Infrared spectroscopy (FT-NIR) to thermally modified wood. *Holz als Roh- und Werkstoff* 62: 483–485
- Schwarze FW, Spycher M (2005) Resistance of thermo-hygro-mechanically densified wood to colonisation and degradation by brown rot fungi. *Holzforschung* 59: 358–363
- Seborg RM, Millet M, Stamm AJ (1945) Heat-stabilized compressed wood. Staypack. *Mechanical Engineering* 67: 25–31
- Seborg RM, Tarkow H, Stamm AJ (1953) Effect of heat upon dimensional stabilisation of wood. *Journal of Forest Products Research Society* 3: 59–67
- Sehlstedt-Persson M, Johannson D, Morén T (2006) Effect of heat treatment on the microstructure of pine, spruce and birch and the influence on capillary absorption. In: Kurjatko S, Kúdela J, Lagaña R (Eds.) *Wood Structure and Properties '06*, Zvolen: 373–379
- Sell J (1977) Hydrophobierende Holzimprägnierung – Wirkungsweise, Eigenschaften, Anwendungsmöglichkeiten. *Holz als Roh- und Werkstoff* 35: 75–78
- Sivonen H, Maunu SL, Sundholm F, Viitaniemi P (2002) Magnetic resonance studies of thermally modified wood. *Holzforschung* 56: 648–654

-
- Shi JL, Kocaefe D, Amburgey T, Zhang J (2007) A comparative study on brown-rot fungus decay and subterranean termite resistance of thermally – modified and ACQ-treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff Online First*, DOI 10.1007/s00107-007-0178-4
- Skyba O, Schwarze FW (2005) Resistance of thermo-hydro-mechanically densified wood to colonisation and degradation by brown-rot fungi. In: Militz H, Hill C (Eds.) *Wood modification: Processes, Properties and Commercialisation. The Second European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Göttingen: 61–64
- Sjöström E (1993) *Wood chemistry – fundamentals and applications*. Academic, London
- Smith WR, Rapp AO, Welzbacher CR, Winandy JE (2003) Formosan subterranean termite resistance to heat treatments of Scots pine and Norway spruce. Document No. IRG/WP 03-40264. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Sousa JC, Torriani IL, Luengo CA, Fusco JR, Cukierman AL (1991) Microporosity and surface-area Study of pine wood charcoal by SAXS and CO₂ adsorption techniques. *Journal of Applied Crystallography* 24: 803–808
- St-Onge V, Fortin Y, Tremblay CI (2005) Quality control of thermally modified Balsam fir. In: Militz H, Hill C (Eds.) *Wood modification: Processes, Properties and Commercialisation. The Second European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Göttingen: 53–56
- Stamm AJ, Burr HK, Kline AA (1946) Staybwood...Heat –stabilized wood. *Industrial and Engineering Chemistry* 38: 630–634
- Stamm AJ (1956) Thermal degradation of wood and cellulose. *Industrial and Engineering Chemistry* 48: 413–417
- Stamm AJ, Baechler RH (1960) Decay resistance and dimensional stability of five modified woods. *Forest Products Journal* 10: 22–26
- Stellac[®] Wood (2000) Stellac[®] Wood – dauerhaft und natürlich! In: Stellac[®] Wood Mikkeli OY (Eds.) Selbstverlag der Stellac[®] Wood Mikkeli Oy, Mikkeli
- Stellac[®] Wood (2002) Produkteigenschaften von Stellac[®] Wood. Stellac[®] Wood Mikkeli OY (Eds.) Selbstverlag der Stellac[®] Wood Mikkeli Oy, Mikkeli

- Stingl R, Oltean L, Huber H, Teischinger A, Hansmann C (2006) Thermal treatment of beech with red heartwood. In: Kurjatko S, Kúdela J, Lagaña R (Eds.) *Wood structure and Properties '06*, Zvolen: 395–397
- Sundqvist B (2004) Colour changes and acid formation in wood during heating. Doctoral thesis, Luleå University of Technology
- Sundqvist B, Karlsson O, Westermark U (2006) Determination of formic-acid and acetic acid concentrations formed during hydrothermal treatment of birch wood and its relation to colour, strength and hardness. *Wood Science and Technology* 40: 549–561
- Syrjänen T, Kangas E (2000) Heat treated timber in Finland. Document No. IRG/WP 00-40158. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Syrjänen T (2001) Production and classification of heat treated wood in Finland. In: Rapp AO (Ed.) *Proceedings of special seminar on heat treatments*, Antibes, France. Office for official publications of the European communities, Luxembourg
- TA Luft (2002) Erste Allgemeine Verwaltungsvorschrift zum Bundes-Immissionsschutzgesetz - Technische Anleitung zur Reinhaltung der Luft. GMBI. Nr. 25–29
- Tabarsa T, Chui YH (1997) Effects of hot-pressing on properties of white spruce. *Forest Products Journal* 47: 71–76
- Tang X, Nakao T, Zhao G (2004) Physical properties of compressed wood fixed via different heating pathways to obtain a constant recovery. *Mokuzai Gakkaishi* 50: 333–340
- Terziev N, Daniel G (2002) Industrial kiln drying and its effect on microstructure, impregnation and properties of Scots pine timber for above ground use. Part 2. Effect of drying on microstructure and some mechanical properties of Scots pine sapwood. *Holzforschung* 56: 434–439
- Tjeerdsma BF, Boonstra M, Pizzi A, Tekely P, Militz H (1998) Characterisation of thermally modified wood: molecular reasons for wood performance improvement. *Holz als Roh- und Werkstoff* 56: 149–153

-
- Tjeerdsma BF, Stevens M, Militz H (2000) Durability aspects of (hydro)thermal treated wood. Document No. IRG/WP 00-40160. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Tjeerdsma BF, Stevens M, Militz H, Van Acker J (2002) Effect of process conditions on moisture content and decay-resistance of hydro-thermally treated wood. *Holzforschung und –verwertung* 5: 94–99
- Tjeerdsma BF (2006) Heat treatment of wood – thermal modification. *Proceedings of the COFORD-seminar on wood modification – opportunities and challenges*, Limerick
- Topf P (1971) Versuche zur Selbstentzündung, des Gewichtsverlustes, des Brennwertes und der Elementaranalysen. *Holz als Roh- und Werkstoff* 29: 295–300
- Trendelenburg R, Mayer-Wegelin H (1955) Das Holz als Rohstoff. Hanser, München
- Van Acker J (2003) Assessing the performance potential of modified wood focussing on dimensional stability and biological durability. In: Van Acker J, Hill C (Eds.) *The first European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Ghent: 153–168
- Vernois M (2000) Heat treatment of wood in France – state of the art. *Proceedings of the seminar on production of heat treated wood in Europe*, Helsinki
- Vernois M (2001) Heat treatment of wood in France – State of the art. In: Review on heat treatments of wood. In: Rapp AO (Ed.) *Proceedings of special seminar on heat treatments*, Antibes, France. Office for official publications of the European communities, Luxembourg
- Viitaniemi P, Jämsä S, Ek P, Viitanen H (1994) United States Patent (US) 5.678.324
- Viitaniemi P, Ranta-Maunus A, Jämsä S, Ek P (1995) Europäisches Patent No. 075913.7
- Viitaniemi P (1997) ThermoWood – Modified wood for improved performance. *Proceedings of the 4th Eurowood Symposium “Wood – The Ecological Material“*, Stockholm

- Viitaniemi P, Jämsä S (2001) Method of determining the degree of modification of a heat modified wood product. World patent WO-01/53812A1
- Voulgaridis EV, Banks WB (1983) Laboratory evaluation of the performance of water repellents applied to long wood specimens. *Holzforschung* 37: 261–266
- Wagenführ A, Pfriem A, Grothe T, Eichelberger K (2006) Untersuchungen zur vergleichenden Charakterisierung von thermisch modifizierter Fichte für Resonanzdecken von Gitarren. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 313–316
- Wahl P, Simonaho SP, Pakarinen T, Silvennoinen R (2004) Effect of heat-treatment on scattering of laser light from wood grains. *Holz als Roh- und Werkstoff* 62: 343–345
- Wälchli O (1980) Health and safety regulations on the use of wood preservatives in Switzerland. Document No. IRG/WP 80-3148. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Wallhäußer KH, Schmidt H (1967) Sterilisation Desinfektion Konservierung Chemotherapie. Verfahren–Wirkstoffe–Prüfmethoden. Thieme, Stuttgart
- Wang JY, Cooper PA (2005) Effect of oil type, temperature and time on moisture properties of hot oil-treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63: 417–422
- Wehsener J, Welzbacher CR, Haller P, Rapp AO (2007) Thermo-mechanical densification and thermal modification of Norway spruce (*Picea abies* Karst) in industrial scale – Part 2: Mechanical strength properties. *Holz als Roh- und Werkstoff*, submitted
- Weiland JJ, Guyonnet R (2003) Study of chemical modifications and fungi degradation of thermally modified wood using DRIFT spectroscopy. *Holz als Roh- und Werkstoff* 61: 216–220
- Welzbacher C, Rapp AO (2002) Comparison of thermally modified wood originating from four industrial scale processes – durability. Document No. IRG/WP 02-40229. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Welzbacher CR, Rapp AO (2003) Thermische Verfahren: Verfahrensübergreifender Vergleich. *Beiträge der 23. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 97–112

-
- Welzbacher C, Heger F, Girardet F, Navi P, Rapp AO (2004) Decay resistance of thermo-hydro-mechanically densified wood. *Proceedings of COST Action E22 Final Workshop*, Estoril
- Welzbacher CR, Rapp AO (2004) Determination of the water sorption properties and preliminary results from field tests above ground of thermally modified material from industrial scale processes. Document No. IRG/WP 04-40279. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Welzbacher CR, Rapp AO, Haller P, Wehsener J (2005) Biological and mechanical properties of densified and thermally modified Norway spruce. In: Militz H, Hill C (Eds.) *Wood modification: Processes, Properties and Commercialisation. The Second European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Göttingen: 19–27
- Welzbacher CR, Wehsener J, Haller P, Rapp AO (2006) Biologische und mechanische Eigenschaften von verdichteter und thermisch behandelte Fichte (*Picea abies*). *Holztechnologie* 3: 13–18
- Welzbacher CR, Rapp AO (2007) Durability of thermally modified timber (TMT) from industrial scale processes in different use classes: Results from laboratory and field tests. *Wood material Science and Engineering* 2: 4–14
- Welzbacher CR, Brischke C, Rapp AO (2007) Influence of treatment temperature and duration on selected biological, mechanical, physical, and optical properties of thermally modified timber (TMT). *Wood material Science and Engineering*, in press
- Westin M, Nilsson T, Olsson B, Simonson R (1997) New ways of chemical wood preservation. Document No. IRG/WP 97-40087. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Westin M, Rapp AO, Nilsson T (2004) Durability of pine modified by 9 different methods. Document No. IRG/WP 04-40288. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Westin M, Lande S, Schneider M (2004a) Wood furfurylation process and properties of furfurylated wood. Document No. IRG/WP 04-40289. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm

- Wienhaus O (1999) Modifizierung des Holzes durch eine milde Pyrolyse – abgeleitet aus den allgemeinen Prinzipien der Thermolyse des Holzes. *Wissenschaftliche Zeitschrift der Technischen Universität Dresden* 48: 17–22
- Willeitner H (1973) Pollution in wood preservation – Aspects and problems. Document No. IRG/WP/55. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Willeitner H (1992) Holzschutz morgen – ein Thema für heute. *Beiträge der 19. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 9–20
- Willför S, Sundberg A, Pranovich A, Holmbom B (2005) Polysaccharides in some industrially important hardwood species. *Wood Science and Technology* 39: 601–617
- Willför S, Sundberg K, Tenkanen M, Holmbom B (2007) Spruce-derived mannans – A potential raw material for hydrocolloids and novel advanced natural materials. *Carbohydrate Polymers*, doi:10.1016/j.carbpol.2007.-08.006
- Williams RS (1999) Effect of water repellents on long-term durability of millwork treated with water-repellent preservatives. *Forest Products Journal* 49: 52–58
- Windeisen E, Strobel C, Wegener G (2007) Chemical changes during the production of thermo-treated beech wood. *Wood Science and Technology* 41: 523–536
- Wöss L (1990) The role of communication in the field of environment protection: A case study “wood protection”. Document No. IRG/WP/3574. International Research Group on Wood Preservation, Stockholm
- Yang H, Yan R, Chen H, Lee DH, Zheng C (2007) Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel* 86: 1781 –1788
- Yoshihara H, Tsunematsu S (2007) Bending and shear properties of compressed Sitka spruce. *Wood Science and Technology* 41: 117–131
- Zhang Y, Cai L (2006) Effect of steam explosion on wood appearance and structure of sub-alpine fir. *Wood Science and Technology* 40: 427–436

7 PUBLIKATIONEN MIT REVIEW-VERFAHREN

Der eigene Anteil an den Publikationen ist jeweils indiziert.

- Publikation I **Welzbacher CR**, Rapp AO, Brischke C (2004) Arten und Eigenschaften von Thermoholz. Bauen im Bestand - mit Holz. *Fachbeiträge zum 4. Holzbauforum in Leipzig*. Huss-Medien GmbH, Berlin, Germany ¹
- Publikation II **Welzbacher CR**, Rapp AO (2007) Durability of thermally modified timber (TMT) from industrial scale processes in different use classes: Results from laboratory and field tests. *Wood material Science and Engineering 2*: 4–14 ¹
- Publikation III Brischke C, Koch S, Rapp AO, **Welzbacher CR** (2005) Surface properties of thermally treated wood – wear, abrasion and hardness. Wood Modification: Processes, Properties and Commercialisation. *The Second European Conference on Wood Modification*, Göttingen, Germany, 371 - 376 ²
- Publikation IV **Welzbacher CR**, Jazeryeri L, Rapp AO, Brischke C (2007) Increased resistance of thermally modified timber (TMT) against brown rot decay – Study on the mode of protective action. *Wood Research*. In press ¹
- Publikation V **Welzbacher CR**, Wehsener J, Haller P, Rapp AO (2006) Biologische und mechanische Eigenschaften von verdichteter und thermisch behandelter Fichte (*Picea abies*). *Holztechnologie 3*: 13-18 ¹
- Publikation VI **Welzbacher CR**, Wehsener J, Haller P, Rapp AO (2007) Thermo-mechanical densification combined with thermal

¹ Konzipierung der Arbeit, Literaturrecherche, Versuchsdurchführung, Datenaufnahme und -auswertung sowie publikationsfähige Darstellung.

² Beteiligung an der Konzipierung der Arbeit, der Literaturrecherche, der Versuchsdurchführung, der Datenaufnahme und -auswertung sowie der publikationsfähigen Darstellung.

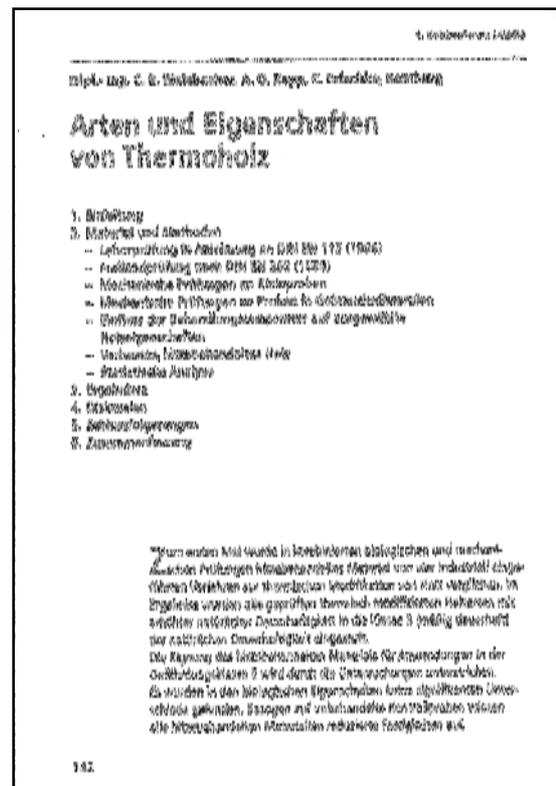
- modification of Norway spruce (*Picea abies* Karst) in industrial scale – Dimensional stability and durability aspects. *Holz als Roh- und Werkstoff*. Online First DOI 10.1007/s00107-007-0198-0 ¹
- Publikation VII Brischke C, **Welzbacher CR**, Brandt K, Rapp AO (2007) Quality control of thermally modified timber: Interrelationship between heat treatment intensities and CIE L*a*b* color data on homogenized wood samples. *Holzforschung* 61: 19-22 ²
- Publikation VIII Rapp AO, Brischke C, **Welzbacher CR** (2006) Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood. *Holzforschung* 60: 64-70 ²
- Publikation IX **Welzbacher CR**, Brischke C, Rapp AO (2007) Influence of treatment temperature and duration on selected biological, mechanical, physical, and optical properties of thermally modified timber (TMT). *Wood material Science and Engineering*. In press ¹

¹ Konzipierung der Arbeit, Literaturrecherche, Versuchsdurchführung, Datenaufnahme und -auswertung sowie publikationsfähige Darstellung.

² Beteiligung an der Konzipierung der Arbeit, der Literaturrecherche, der Versuchsdurchführung, der Datenaufnahme und -auswertung sowie der publikationsfähigen Darstellung.

7.1 Publikation I: Arten und Eigenschaften von Thermoholz

Bauen im Bestand mit Holz: Fachbeiträge zum 4. Holzbauforum in Leipzig/
 Klaus Erler u.a. - Berlin: Huss-Medien, Verl. Bauwesen, ISBN 3-345-00861-0
 kart. 2004. - 168 S.



C.R. Welzbacher, A.O. Rapp, C. Brischke, Hamburg

7.1.1. Einleitung

7.1.2. Material und Methoden

- Laborprüfung in Anlehnung an DIN EN 113 (1996)
- Freilandprüfung nach EN 252 (1989)
- Mechanische Prüfungen an Kleinproben
- Mechanische Prüfung an Proben in Gebrauchsdimension
- Einfluss der Behandlungstemperatur auf ausgewählte Holzeigenschaften
- Verbautes, hitzebehandeltes Holz
- Statistische Analyse

7.1.3. Ergebnisse

7.1.4. Diskussion

7.1.5. Schlussfolgerungen

7.1.6. Zusammenfassung

Kurzinhalt

Zum ersten Mal wurde in kombinierten biologischen und mechanischen Prüfungen hitzebehandeltes Material von vier industriell eingeführten Verfahren zur thermischen Modifikation von Holz verglichen. Im Ergebnis wurden alle geprüften thermisch modifizierten Holzarten mit erhöhter natürlicher Dauerhaftigkeit in die Klasse 3 (mäßig dauerhaft) der natürlichen Dauerhaftigkeit eingestuft.

Die Eignung des hitzebehandelten Materials für Anwendungen in der Gefährdungsklasse 3 wird durch Untersuchungen unterstrichen. Es wurden in den biologischen Eigenschaften keine signifikanten Unterschiede gefunden. Bezogen auf unbehandelte Kontrollproben wiesen alle hitzebehandelten Materialien reduzierte Festigkeiten auf.

7.1.1 Einleitung

Aufgrund zunehmender Reglementierungen von bioziden Holzschutzmitteln wurden in den letzten Jahren in verschiedenen europäischen Ländern, wie beispielsweise Finnland, Frankreich, Holland und Deutschland, verstärkt Anstrengungen unternommen, umweltfreundliche Schutzmaßnahmen zu entwickeln und zu etablieren. Besonders die Hitzevergütung von Holz im Temperaturbereich von 180°C bis 220°C hat in Forschung und Industrie Bedeutung erlangt (Leithoff und Peek 1998; Rapp und Sailer 2000; Sailer *et al.* 2000).

Es wurde eine Reihe von unterschiedlichen Verfahren entwickelt, wie z.B. das aus Finnland stammende Thermowood-Verfahren, das niederländische PLATO-Verfahren, das französische Retifications-Verfahren und das deutsche Öl-Hitze-Verfahren. Gemein ist diesen verschiedenen Prozessen die Wirkungsweise, wobei Holz einer Teilpyrolyse in sauerstoffarmer Atmosphäre unterzogen wird, so dass die Hemicellulosen gespalten und umgewandelt werden (Leithoff und Peek 1998). Die Schutzwirkung dieser thermischen Modifikationen gegen biologischen Holzabbau ist bekannt (Gohar und Guyonnet 1998; Rapp und Sailer 2000; Sailer *et al.* 2000; Rapp und Sailer 2001).

Einhergehend mit dieser beschriebenen Schutzwirkung wird jedoch auch von Festigkeitseinbußen im statischen und besonders im dynamischen Bereich im Vergleich zu unbehandeltem Holz berichtet (Jämsä und Viitaniemi 2000; Sailer *et al.* 2000; Rapp und Sailer 2000; Vernois 2000). Diese Minderung steht in einem direkten Zusammenhang mit der für die Holzvergütung eingesetzten Prozesstemperatur und -dauer (Viitaniemi 1997; Leithoff und Peek 1998; Sailer *et al.* 2000; Rapp und Sailer 2000)

Vergleiche der mechanischen und biologischen Eigenschaften von thermisch vergütetem Holz aus den vier großen in Europa industriell eingeführten Produktionsprozessen zur Hitzevergütung sind bislang nur indirekt möglich. Deshalb wurde zum ersten Mal thermisch modifiziertes Material aller Verfahren in einem gemeinsamem Versuchsaufbau an der Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH) in kombinierten mechanischen und biologischen Prüfungen untersucht.

Das eingesetzte Material wurde direkt von den Herstellern bezogen. Gefordert wurde unter Hinweis auf die Verwendung als Probenmaterial in kombinierten Prüfungen der jeweils „beste Kompromiss“ zwischen Dauerhaftigkeitserhöhung und Festigkeitsminderung durch Auswahl entsprechender Prozessführung. Die Resistenz von thermisch modifiziertem Holz bei Freibewitterung mit Erdkontakt wurde für Material aus den verschiedenen Verfahren und Referenzholzarten untersucht.

Weiterhin werden erste Ergebnisse zu mechanischen Prüfungen an hitzebehandeltem Holz in Gebrauchsdimension vorgestellt und erste Erfahrungen mit an Fassaden verbautem, hitzevergütetem Holz ohne Erdkontakt dargestellt.

7.1.2 Material und Methoden

Laborprüfung in Anlehnung an DIN EN 113 (1996)

Das in den Prüfungen eingesetzte thermisch modifizierte Material des finnischen Thermowood-Verfahrens (Produkt: Premiumwood) und des Öl-Hitze-Prozesses wurde aus Kiefer (*Pinus sylvestris* L.) hergestellt, das des französischen Retification-Verfahrens aus See-Kiefer (*Pinus maritima* Mill.), hingegen waren die Prüfkörper des PLATO- Prozesses aus Fichte (*Picea abies* L. Karst.) gefertigt.

Im Folgenden werden in Bildern und Tabellen die verschiedenen hitzevergüteten Materialien als „PLATO“, „Premium“, „Retification“ und „Öl-Hitze“ bezeichnet. Neben den verschiedenen thermisch modifizierten Materialien wurden in biologischen Prüfungen auch Kiefer-Splint, Fichte, Douglasienkernholz (*Pseudotsuga menziesii* Franco), Eichenkernholz (*Quercus petraea* Liebl.) und mit einer 0,7%igen und 2,8%igen CKB-Lösung getränktes Kiefernspiltholz (K 0,7%; K 2,8%) als Referenzproben eingesetzt.

Die Prüfungen zur Bestimmung der Resistenz gegenüber Basidiomyceten auf Malzagar wurden in Anlehnung an DIN EN 113 (1996) mit $n = 10$ Miniblock-Prüfkörpern – in der Dimension von $40 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ - in großen Petrischalen durchgeführt. Folgende Pilzstämme wurden für die Untersuchungen eingesetzt:

- *Coniophora puteana* = (Schum.:Fr.) P. Karsten Ebw. 15; BAM 1/1995,

- *Poria placenta* var. *Monticula* = (Fr.) Gilbertson et Ryv. FPRL 280 BAM, 8/1997 und
- *Trametes versicolor* = (L.:Fr.) Pilat CTB 863A; 1969.

Für eine Einschätzung von Dauerhaftigkeitsklassen wurde die relative Dauerhaftigkeit der thermisch modifizierten Materialien als Quotient bezogen auf unbehandelte Kiefer-Splint-Kontrollen berechnet (x-Wert, EN 350-1; 1994), wie es für die Klassifizierung von natürlich dauerhaften Holzarten durchgeführt wird.

Freilandprüfung nach DIN EN 252 (1989)

Das für die Prüfungen im Erdkontakt nach DIN EN 252 (1989) verwendete Material (Dimension 500x50x25 mm³) entstammte den jeweils gleichen Chargen der im Labor für biologische Prüfungen eingesetzten Materialien. Im März 2001 wurden je 20 thermisch modifizierte Proben sowie unbehandelte Kontrollen und Referenzhölzer nach DIN EN 252 (1989) im Freiland mit Erdkontakt im Testfeld der BFH in Hamburg exponiert und regelmäßig bewertet.

Folgende Abbaubewertungen wurden vergeben:

- 0 (kein Angriff),
- 1 (leichter Angriff),
- 2 (mittlerer Angriff),
- 3 (starker Angriff) und
- 4 (Ausfall).

Mechanische Prüfungen an Kleinproben

In mechanischen Prüfungen kamen neben den vier hitzebehandelten Materialien noch unbehandelte Kiefer-Splint und Fichte als Kontrolle zum Einsatz. Die Biegefestigkeit und der Biege-Elastizitätsmodul wurden in Anlehnung an DIN 52 186 (1978) an Proben der Dimension 10x10x200 mm³ auf einer computergesteuerten Universalwerkstoffprüfmaschine im statischen

Prüffeld der BFH bestimmt. Der Biegeversuch wurde als Dreipunktbiegung an jeweils $n = 40$ fehlerfreien Kleinproben durchgeführt.

Neben der Bestimmung der statischen Festigkeit wurde die Bruchschlagarbeit zur Charakterisierung der dynamischen Festigkeit ermittelt. In Anlehnung an DIN 52 189 (1981) wurde die Bruchschlagarbeit an fehlerfreien Kleinproben der Dimension $10 \times 10 \times 200 \text{ mm}^3$ an einem Pendelschlagwerk bestimmt.

Mechanische Prüfungen an Proben in Gebrauchsdimension

Prüfung von Thermowood-Balken in Schweden

Die Biegefestigkeit und der Biege-Elastizitätsmodul von hitzebehandelten Proben in Gebrauchsdimension wurden in Schweden an $n = 100$ Proben hitzebehandelter Kiefer und $n = 100$ Proben hitze-behandelter Fichte mit jeweils $n = 100$ unbehandelten Kontrollen bestimmt (Bengtsson *et al.* 2002).

Der Biegeversuch wurde als Vierpunkt-Biegung an Proben der Dimension $45 \times 145 \times 4500 \text{ mm}^3$ durchgeführt. Die eingesetzten hitzebehandelten Proben waren nach dem Thermowood-Verfahren für mindestens fünf Stunden bei 220 °C thermisch vergütet.

Prüfung von Öl-Hitze vergüteten Brettern

Ein Vier-Punkt-Biegeversuch in Anlehnung an DIN 52 186 (1978) wurde zur Bestimmung der Biegefestigkeit und des Biege-Elastizitätsmoduls von Öl-Hitze-vergüteten Proben der Dimension $1000 \times 124 \times 30 \text{ mm}^3$ an der BFH durchgeführt (Brischke 2003). Das geprüfte Material entstammte einer anderen Charge als das für die Prüfung von Kleinproben verwendete Sortiment. 25 Parallelen von thermisch modifizierter Tanne (*Abies alba* Mill.) und Fichte mit jeweils 25 zugeordneten unbehandelten Kontrollen wurden geprüft. Die hitzebehandelten Proben wurden in einer Charge bei 220 °C für mindestens vier Stunden vergütet. Eine Sortierung der Bretter nach Jahrringbreite und -anzahl, Astigkeit, Faserverlauf oder anderen anatomischen Merkmalen entsprechend DIN 52 186 (1978) erfolgte nicht.

Einfluss der Behandlungstemperatur auf ausgewählte Holzeigenschaften

Für Untersuchungen des Einflusses der Hitzebehandlungstemperatur auf ausgewählte Holzeigenschaften wurden Fichtenproben (*Picea abies* L Karst.) einer thermischen Vergütung im heißen Ölbad bei 180 °C, 200 °C und 220 °C für jeweils vier Stunden unterzogen. Der Einfluss der Prozesstemperatur auf den Masseverlust nach Pilzangriff wurde durch die Prüfung zur Bestimmung der Resistenz gegenüber Basidiomyceten auf Malzagar nach DIN EN 113 (1996) in Kolleschalen untersucht. Folgender Pilzstamm wurde eingesetzt: *Poria placenta* var. *Monticula* = (Fr.) Gilbertson et Ryv. FPRL 280 BAM, 8/1997.

Die Veränderung der mechanischen Festigkeit durch verschiedene Prozesstemperaturen wurde durch die Prüfung der Biegefestigkeit nach DIN 52 186 (1978) an Proben mit der Dimension von 20x20x360 mm³ auf einer computergesteuerten Universalwerkstoffprüfmaschine im statischen Prüffeld der BFH bestimmt.

Das Quellverhalten wurde in Anlehnung an DIN 52 184 (1979) an Proben der Dimension 20x20x10 mm³ nach Vakuum-Druck-Tränkung bei 20 mbar/6 bar für jeweils 15 Minuten und nachfolgender Wasserlagerung bei 60 °C für 24 Stunden untersucht. Die Quellung wurde als gemittelte Quellung aus radialer und tangentialer Richtung ($(\text{Quellung}_{\text{radial}} + \text{Quellung}_{\text{tangential}})/2$) ausgedrückt.

Verbautes, hitzebehandeltes Holz

Feuchteverhalten in verbauter Anwendung

An einer Bauwerksfassade in Kiel wurden in östlicher, südlicher und westlicher Ausrichtung an jeweils drei verschiedenen Einbauhöhen Öl-Hitze-vergütete Fichten-Proben und Kontrollproben aus Lärchenkernholz (*Larix decidua* Mill.), Kiefer und Fichte der Dimension 500x122x22 mm³ eingebaut (Pöhlmann 2001). Die Öl-Hitze-vergüteten Proben waren für eine Stunde bei 220 °C thermisch modifiziert.

Bewertet wurde über eine Dauer von 19 Monaten unter anderem der Aspekt der täglich elektrisch gemessenen Holzfeuchte als Kriterium für einen möglichen Pilzbefall und das makroskopische Erscheinungsbild der Proben.

Feuchteverhalten im Labor, Bestimmung des MRI (Moisture induced Risk Index)

Der MRI für 18 Monate freibewittertes und unbewittertes Material des PLATO-, Thermowood- und Öl-Hitze-Prozesses wurde in Anlehnung an Rapp *et al.* (2000a) bestimmt. Für die Bestimmung des MRI wurde die Steigung der Holzfeuchteänderung während einer Absorptionsphase und einer Desorptionsphase jeweils im Punkt 25% Holzfeuchte durch lineare Interpolation ermittelt.

Absorption

Die auf 12% Holzfeuchte konditionierten Prüfkörper der Dimension 500x50x25 mm³ wurden untergetaucht in Hamburger Leitungswasser in einer Edelstahlwanne bei 20°C für sieben Tage gelagert. Jeweils separate Wannen wurden für Öl-Hitze-vergütete, Luft-hitze-vergütete und unbehandelte Prüfkörper verwendet. Bei der Wasserlagerung wurden nachfolgend beschriebene Intervalle für eine gravimetrische Bestimmung der Wasseraufnahme und daraus folgenden Ermittlung der Holzfeuchte gewählt.

Durch lineare Interpolation sollte die Steigung im Punkt 25% Holzfeuchte ermittelt werden, hierzu wurden vier Messpunkte herangezogen, die zwischen 20 und 30% Holzfeuchte lagen. Als Vorgabe wurde die erste Messung nach 0,5 h Wasserlagerung durchgeführt, weiterhin wurde mindestens einmal täglich die Masse der Proben bestimmt. Erreichten die Proben auch nach sieben Tagen Absorption eine mittlere Holzfeuchte von 25% nicht, so ergab sich die Steigung der Absorptionskurve aus der Holzfeuchteänderung der letzten beiden Messpunkte. Nach 168 h Wasserlagerung wurden die Prüfkörper in Plastikfolie luftdicht verschweißt, anschließend innerhalb einer Stunde in kalibrierten Windkanälen im Klima 20°C/ 65% rel. Luftfeuchte (Normklima) für die Desorptionsphase exponiert.

Desorption

Für die Desorption wurden vier aus je 25 Windkanälen (innerer Durchmesser 71 mm) bestehende Versuchseinheiten im Normklima genutzt. Durch einseitig an den Windkanälen aufgesetzte kalibrierte Axial-Ventilatoren wurde ein

saugender Luftstrom mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 1,3 m/s in jedem einzelnen Windkanalsegment erreicht. Analog zur Berechnung der Absorptionskurve wurde die Desorption gravimetrisch nach gewählten Intervallen ermittelt.

Es wurde die Steigung im Punkt 25% Holzfeuchte ermittelt. Hierzu wurden vier Messpunkte herangezogen, die zwischen 30 und 20% Holzfeuchte lagen. Als Vorgabe wurde die erste Messung nach 0,5 h durchgeführt, weiterhin erfolgte mindestens einmal täglich die Bestimmung der Masse der Proben. Wenn die Holzfeuchte der Proben zu Beginn der Desorptionsphase unter 25% Holzfeuchte lag, wurde die Holzfeuchteänderung der ersten beiden Messpunkte zur Bestimmung der Desorptionsgeschwindigkeit herangezogen.

Berechnung des MRI

Zur Berechnung des MRI wurde folgende Formel nach Rapp *et al.* (2000a) herangezogen:

$$MRI = \frac{\ln(1 + m_a)}{-m_d}$$

m_a : Steigung der Absorptionskurve beim Überschreiten von $u = 25\%$

m_d : Steigung der Desorptionskurve beim Unterschreiten von $u = 25\%$

Je kleiner der MRI der hitzebehandelten Prüfkörper ist, um so geringer ist die Gefährdung der Probe durch feuchteinduzierten, biologischen Abbau, d.h. je höher ist die holzschützende Wirkung.

Statistische Analyse

Unterschiedliche Mittelwerte zweier unabhängiger Stichproben des Umfangs n_1 und n_2 aus näherungsweise normalverteilten Grundgesamtheiten wurden mittels t-Test nach Student verglichen. Die berechnete Prüfgröße wurde hierbei zur Bestimmung der Signifikanz verwendet. Sobald sie den kritischen Wert der Student-Verteilung für $m = n-1$ für die gewählte Irrtumswahrscheinlichkeit von $\alpha = 0,05$ überschritt, wurde die Nullhypothese abgelehnt. Dabei wurde die

Mittelwertsdifferenz für $\alpha \leq 0,001$ als höchst signifikant, für $\alpha \leq 0,01$ als hochsignifikant und für $\alpha \leq 0,05$ als signifikant bewertet.

7.1.3 Ergebnisse

Laborprüfung in Anlehnung an DIN EN 113 (1996)

Für alle thermisch modifizierten Materialien wurde eine erhöhte Dauerhaftigkeit gegenüber Pilzangriff durch *Coniophora puteana* im Vergleich zu Kiefer-Splint und Fichte gefunden, der signifikant höchste Masseverlust an hitzevergüteten Proben in Höhe von 12% wurde für Retifications-Prüfkörper ermittelt. *Trametes versicolor* verursachte an den thermisch modifizierten Prüfkörpern einen geringeren Masseverlust als an unbehandelten Kontrollen. Die verschiedenen thermisch vergüteten Materialien zeigten keine signifikanten Unterschiede. Ohne signifikante Unterschiede wiesen die hitzevergüteten Proben einen verringerten Masseverlust durch *Poria placenta* im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen auf.

Der höchste Masseverlust an thermisch modifiziertem Material wurde in Abbauversuchen mit *Poria placenta* als Prüfpilz erreicht. Deshalb wurde dieser Prüfpilz zur Bestimmung der natürlichen Dauerhaftigkeit des thermischen modifizierten Materials nach EN 350-1 (1994) herangezogen. Die Mittelwerte des Masseverlustes nach Pilzangriff und die daraus resultierende, als x-Wert ausgedrückte, relative Dauerhaftigkeit sind in Tabelle 7.1-1 für alle verwendeten Pilze dargestellt.

Tabelle 7.1-1: Masseverlust (MV) und x-Wert (EN 350-1, 1994) bezogen auf prozentualen und absoluten MV nach Angriff durch *Coniophora p.*, *Trametes v.* und *Poria p.* sowie Einstufung der hitzebehandelten Hölzer und Referenzen in Dauerhaftigkeitsklassen (DKL) nach EN 350-1 nach Angriff durch *Poria p.*

Material	<i>Coniophora puteana</i>				<i>Trametes versicolor</i>				<i>Poria placenta</i>						
	MV		x-Wert		MV		x-Wert		MV		x-Wert und DKL				
	[%]	[g]	[%/%]	[g/g]	[%]	[g]	[%/%]	[g/g]	[%]	[g]	[%/%]	DKL	[g/g]	DKL	
Kiefer	60	1,47	1,00	1,00	35	0,81	1,00	1,00	26	0,56	1,00	5	1,00	5	
Fichte	67	1,34	1,12	0,91	18	0,34	0,51	0,42	31	0,58	1,19	5	1,04	5	
Douglasie	27	0,59	0,45	0,40	2	0,05	0,06	0,06	14	0,29	0,54	3	0,52	3	
Eiche	3	0,08	0,05	0,05	14	0,34	0,40	0,42	0	0,01	0,00	1	0,02	1	
K	0,7%	17	0,38	0,28	0,26	0	0,00	0,00	0,00	16	0,35	0,62	4	0,63	4
	2,8%	0	0,01	0,00	0,01	0	0,00	0,00	0,00	0	0,01	0,00	1	0,02	1
PLATO	3	0,04	0,05	0,03	6	0,09	0,17	0,11	9	0,15	0,35	3	0,27	2	
Premium	1	0,01	0,02	0,01	8	0,11	0,23	0,14	15	0,23	0,58	3	0,41	3	
Retification	12	0,24	0,20	0,16	7	0,15	0,20	0,19	13	0,26	0,50	3	0,46	3	
Öl-Hitze	3	0,07	0,05	0,05	5	0,13	0,14	0,16	6	0,16	0,23	2	0,29	2	

Bezogen auf den mittleren Masseverlust in % wurde das nach dem PLATO-Prozess modifizierte Material wie auch die nach dem Retifications- und Thermowood-Verfahren vergüteten Materialien in Dauerhaftigkeitsklasse 3 (mäßig dauerhaft) eingestuft. Wurde hingegen der absolute Masseverlust in g für die Bestimmung der Dauerhaftigkeitsklasse als Grundlage herangezogen, erreichte das PLATO-Material die Dauerhaftigkeitsklasse 2 (dauerhaft). Für das Öl-Hitze-vergütete Material wurde die Dauerhaftigkeitsklasse 2 (dauerhaft) für beide Berechnungen ermittelt.

Freilandprüfung nach DIN EN 252 (1989)

Die Zwischenbewertung der Proben nach 2,5 Jahren im Erdkontakt zeigte eine signifikant geringere mittlere Abbaubewertung der thermisch modifizierten Materialien im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen und natürlich dauerhaften Hölzern (Bild 7.1-1).

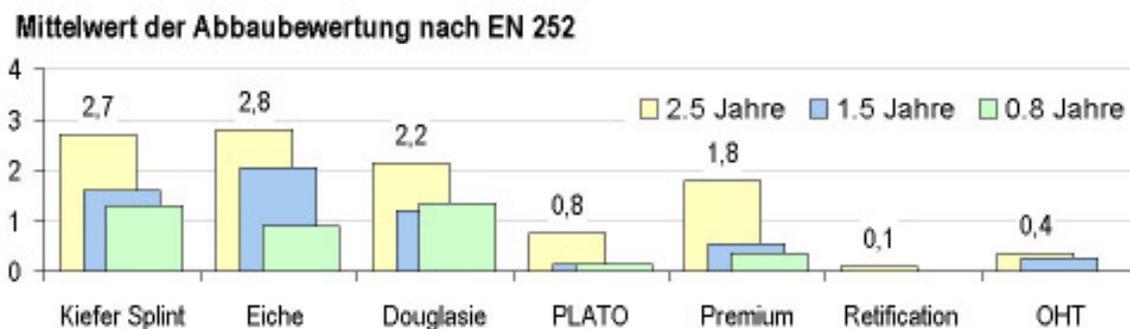


Bild 7.1-1: Mittelwert der Abbaubewertung im Erdkontakt im Testfeld der BFH nach DIN EN 252 (1989); Zwischenauswertung nach 2,5 Jahren. Öl-Hitze behandelte Proben sind mit OHT abgekürzt.

Premiumwood zeigte mit 1,85 die höchste Abbaubewertung der hitzebehandelten Proben, nach dem Retifications-Verfahren modifizierte Proben zeigten ersten Angriff nach 2,5 Jahren mit dem geringsten mittleren Abbauwert von 0,1. Erste Ausfälle von Kiefer-Splint-, Douglasienkernholz- und Eichenkernholzproben wurden bereits nach 0,8 Jahren erreicht.

Mechanische Prüfungen an Kleinproben

Biege-Elastizitätsmodul

PLATO-Proben wie auch das Material des Retification- und Thermowood-Prozesses wiesen eine Reduzierung des Biege-*E*-Moduls von 15% im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen auf (Tabelle 7.1-2). Signifikant höhere Werte zeigten die Öl-Hitze-vergüteten Proben; sie wiesen einen um 8% erhöhten Mittelwert des Biege-*E*-Moduls im Vergleich zu unbehandelter Kiefer auf.

Tabelle 7.1-2: Mittelwerte der mechanischen Festigkeiten aus Prüfungen an fehlerfreien Kleinproben und prozentuale Verhältnisse der Festigkeiten von hitzebehandeltem Material gegenüber unbehandelten Kontrollen (PLATO bezogen auf Fichte; Premium, Retification und Öl-Hitze bezogen auf Kiefer)

Material	Rohdichte [g/cm ³]	Biege- <i>E</i> -Modul		Biegefestigkeit		Rohdichte [g/cm ³]	Bruchschlag- arbeit	
		[N/mm ²]	[%]	[N/mm ²]	[%]		[kJ/m ²]	[%]
Kiefer	0,59	11.834	100	116,1	100	0,59	24,1	100
Fichte	0,53	13.966	100	108,0	100	0,54	31,8	100
PLATO	0,40	11.847	85	76,4	71	0,40	15,6	49
Premium	0,44	10.106	85	91,2	79	0,45	11,5	48
Retification	0,54	10.213	86	72,5	62	0,54	8,7	36
Öl-Hitze	0,63	12.745	108	101,6	88	0,63	14,0	58

Biegefestigkeit

Die Biegefestigkeit der hitzevergüteten Proben war deutlich reduziert im Vergleich zu unbehandelter Kiefer und Fichte. Eine Reduzierung der Biegefestigkeit von 12% bezogen auf unbehandelte Kontrollen wurde für Öl-Hitze- vergütete Proben ermittelt, 21% für Proben des Thermowood-Verfahrens, 29% für Material des PLATO-Prozesses und 38% für Material aus dem Retification-Verfahren (Tabelle 7.1-2).

Bruchschlagarbeit

Die Ergebnisse der Bruchschlagarbeit zeigten den großen Einfluss der thermischen Modifikation auf die dynamische Festigkeit. Im Vergleich zu unbehandelten Kontrollen war der Mittelwert der Bruchschlagarbeit von Öl-Hitze-vergüteten Proben um 42% reduziert, Material des PLATO-Prozesses und des Thermowood-Verfahrens zeigte um ca. 50% reduzierte Mittelwerte, der Mittelwert des nach dem Retifications-Verfahren vergüteten Materials war um 64% reduziert (Tabelle 7.1-2).

Mechanische Prüfungen an Proben in Gebrauchsdimension

Prüfung von Thermowood-Balken in Schweden

Die Biegefestigkeit von hitzebehandelten Kiefernbalcken war bezogen auf unbehandelte Kontrollen um 47% reduziert, die hitzebehandelte Fichte zeigte einen um 50% verringerten Mittelwert (Tabelle 7.1-3).

Tabelle 7.1-3: Mittelwerte der Biegefestigkeit und des Biege-Elastizitätsmoduls von Proben in Gebrauchsdimension, die Standardabweichung der Mittelwerte ist in Klammern angegeben (Bengtsson *et al.* 2002)

	Fichte		Kiefer	
	hitzebehandelt	unbehandelt	hitzebehandelt	unbehandelt
Biegefestigkeit [N/mm ²]	23,2 (±10,4)	46,0 (±14,1)	24,9 (±10,2)	47,1 (±12,5)
Variationskoeffizient [%]	44,8	30,6	41,0	26,5
5. Perzentil [N/mm ²]	8,0	23,7	11,1	24,5
Biege-Elastizitätsmodul [N/mm ²]	11882 (±2653)	12318 (±2626)	12487 (±2561)	12941 (±2389)

Der Biege-Elastizitätsmodul war mit einer Reduzierung von ca. 3,5% für hitzebehandelte Kiefer und Fichte gegenüber unbehandelten Kontrollen nur wenig durch die Hitzebehandlung berührt.

Prüfung von Öl-Hitze-vergüteten Brettern

Die Ergebnisse des Biegeversuchs zeigten keine signifikanten Unterschiede zwischen den unbehandelten Kontrollen aus Fichte und Tanne wie auch zwischen den hitzebehandelten Fichten- und Tannenproben (Tabelle 7.1-4). Die Öl-Hitze behandelten Proben sind mit OHT bezeichnet.

Die mittlere Biegefestigkeit der hitzevergüteten Tannenproben war signifikant um ca. 31% gegenüber den unbehandelten Kontrollen reduziert, die der Fichtenproben signifikant um ca. 39% im Mittel. Ein Einfluss der Hitzebehandlung auf den Biege-E-Modul wurde hingegen nicht festgestellt. Die Rohdichte der Öl-Hitze vergüteten Materialien wurde durch die Öl-Hitzebehandlung um ca. 10% verringert.

Tabelle 7.1-4: Zusammenfassende Darstellung der ermittelten Daten aus dem Biegeversuch (Brischke 2003)

Biegeversuch		Fichte Kontrolle	Fichte OHT	Tanne Kontrolle	Tanne OHT
Biegefestigkeit	[N/mm ²]	63,2	38,4	65,5	45,1
absolute STABW	[N/mm ²]	11,7	18,3	15,4	16,4
prozentuale STABW	[%]	19	48	24	36
Biege-E-Modul	[N/mm ²]	10151	10178	10649	10503
absolute STABW	[N/mm ²]	1512	1799	1453	1577
prozentuale STABW	[%]	15	18	14	15
Rohdichte	[g/cm ³]	0,42	0,38	0,45	0,40
absolute STABW	[g/cm ³]	0,03	0,03	0,03	0,03
prozentuale STABW	[%]	7	9	7	8

Einfluss der Behandlungstemperatur auf ausgewählte Holzeigenschaften

Die Verringerung des Masseverlustes durch Pilzabbau, der Quellung nach Wasserlagerung aber auch der Biegefestigkeit durch steigende Prozesstemperatur wurde deutlich (Bild 7.1-2).

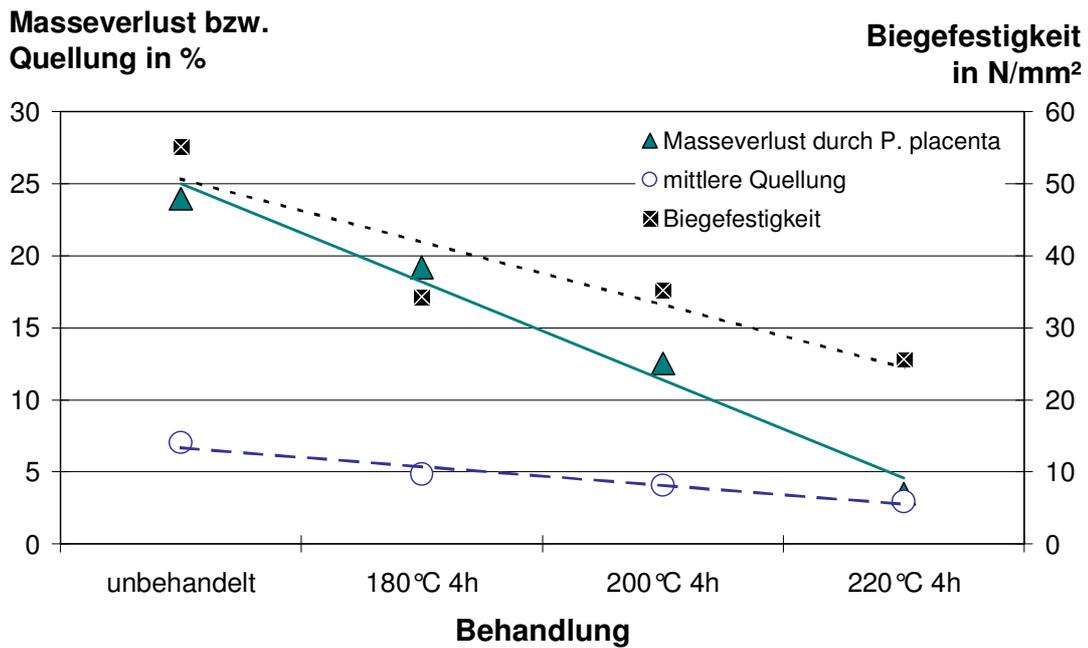


Bild 7.1-2: Masseverlust durch *Poria placenta*, gemittelte Quellung wie auch Biegefestigkeit in Abhängigkeit der Prozesstemperatur einer Öl-Hitze-Behandlung für vier Stunden

Die Mittelwerte des Masseverlustes, der Biegefestigkeit und der Quellung sind in Tabelle 7.1-5 zusammengefasst. Als Kontrolle wird unbehandelte Kiefer-Splint in biologischen Prüfungen bezeichnet.

Tabelle 7.1-5: Mittelwerte des Masseverlustes durch *Poria placenta*, der Quellung nach Wasserlagerung und der Biegefestigkeit sowie die prozentuale Veränderung gegenüber der nicht-hitzebehandelten Fichte

Behandlung	Masseverlust [%]	Veränderung zur Fichte	Quellung [%]	Veränderung zur Fichte	Biegefestigkeit [N/mm²]	Veränderung zur Fichte
Kontrolle	25,2	-	-	-	-	-
Fichte	24,0	-	7,0	-	55,1	-
180°C 4h	19,2	- 20,0 %	4,8	- 31,4 %	34,3	- 37,7 %
200°C 4h	12,5	- 47,9 %	4,1	- 41,4 %	35,2	- 36,1 %
220°C 4h	3,5	- 85,4 %	2,9	- 58,6 %	25,6	- 53,5 %

Eine Verringerung des Masseverlustes durch Pilzangriff wie auch eine Quellungsreduzierung wurde durch eine Erhöhung der Prozesstemperatur erreicht, was gleichzeitig eine Reduzierung der Biegefestigkeit bedeutete.

Verbautes, hitzebehandeltes Holz

Holzfeuchteaspekt und makroskopische Erscheinung in verbauter Anwendung

Nach 19 Monaten täglicher Datenaufzeichnung wurde eine Auswertung des Feuchteverhaltens durchgeführt. Es ist auffällig, dass die nach dem Öl-Hitze-Verfahren vergütete Fichte bisher an keinem Tag über 20% Holzfeuchte lag. Tabelle 7.1-6 zeigt die Anzahl der Tage pro Jahr der verbauten Proben mit ermittelten Holzfeuchten unter 15% und über 20% (Pöhlmann 2001).

Tabelle 7.1-6: Anzahl der Tage je Jahr <15% und >20% Holzfeuchte von verbauten, frei bewitterten Proben

Anzahl der Tage	Lärche Kernholz	Lärche mit Anstrich	Kiefer Splint	Kiefer ölbehandelt	Fichte Splint	Fichte Öl-Hitze vergütet
unter 15%u	47	43	34	8	48	68
über 20%u	119	148	194	195	131	0

Im Vergleich zur Fichte, wie auch zu unbehandelter und geölter Kiefer, zeigte die hitzevergütete Fichte eine deutlich verringerte Rissbildung. Ebenso wie bei hitzebehandelter Fichte war bei unbehandelter und lasierter Lärche keine Rissbildung zu erkennen. Neben lasierter Lärche zeigte die Öl-Hitze-behandelte Fichte geringe Bläuebildung, alle anderen Materialien wiesen starke bis sehr starke Bläue auf. Die stärkste Abschilferung wurde bei hitzebehandelter Fichte beobachtet, geringe Abschilferungen auch bei unbehandelter Lärche; alle anderen Materialien zeigten keine Abschilferungen.

Feuchteverhalten im Labor

Der aus der Absorptions- und Desorptionsgeschwindigkeit resultierende MRI der hitzebehandelten Proben war im Vergleich mit unbehandelten Kontrollen signifikant geringer, nur Premiumwood zeigte gegenüber Eichenkontrollen einen erhöhten MRI (Tabelle 7.1-7).

Tabelle 7.1-7: Zeit für Anstieg der Holzfeuchte auf 20% (t_{AB20}), max. Holzfeuchte (u_{168h}) während Absorption sowie Zeit für Abfall der Holzfeuchte auf 20% (t_{DE20}), Holzfeuchteänderung um 5% ($t_{5\Delta uDE}$) während Desorption und ermittelte Steigungen wie auch errechnete MRI-Werte.

Material		t_{AB20}	u_{168h}	t_{DE20}	$t_{5\Delta uDE}$	Steigung [%/h]		MRI	Verhältnis $MRI_{Hitze} : MRI_{Kontrolle}$		
		in h	in %	in h	in h	Abs.	Des.		Eiche	Kiefer	Fichte
PLATO	bewittert	54,1	26,2	2,5	2,5	0,046	2,560	0,018	1: 7,5	1:116,6	1:43,5
	unbewittert	-	19,9	-	4,1	0,053	2,280	0,023	1: 5,9	1: 91,3	1:34,1
Premium	bewittert	6,0	39,2	25,2	3,5	0,184	0,630	0,268	1,9: 1	1: 7,8	1: 2,9
	unbewittert	18,1	37,5	25,1	3,0	0,176	0,795	0,204	1,5: 1	1: 10,3	1: 3,8
Öl-Hitze	bewittert	-	16,4	-	14,5	0,028	1,330	0,021	1: 6,4	1: 99,9	1:37,3
	unbewittert	-	17,5	-	22,4	0,030	1,320	0,022	1: 6,1	1: 95,4	1:35,6
Eiche	unbewittert	27,0	35,1	20,0	2,5	0,139	0,965	0,135	-	-	-
Kiefer	unbewittert	0,2	63,9	45,5	2,0	3,745	0,742	2,099	-	-	-
Fichte	unbewittert	1,2	57,8	35,0	1,5	0,905	0,822	0,784	-	-	-

Im Vergleich von bewitterten und unbewitterten hitzebehandelten Proben wurden bislang keine signifikanten Unterschiede deutlich. Der MRI von bewitterten PLATO-Proben war bezogen auf den MRI der unbewitterten Proben leicht verringert, für bewitterte Premium-Proben wurde im Vergleich mit unbewitterten Proben ein erhöhter MRI ermittelt. Die MRI-Werte der Proben des PLATO- und Öl-Hitze-Prozesses unterschieden sich nicht signifikant voneinander. Gegenüber Eichenkontrollen zeigten beide Materialien ca. 6fach reduzierte MRI-Werte, im Vergleich mit Kiefernkontrollen waren die MRI-Werte um das ca. 100fache verringert, bezogen auf Fichtenkontrollen, um das ca. 34- bis 43fache reduziert. Die Proben des Thermowood-Prozesses wiesen im Gegensatz zu den übrigen hitzevergüteten Proben um das 10fache erhöhte MRI-Werte auf. Verglichen mit Eichenkontrollen war der MRI dieser Proben ca. 1,5- bis 2fach höher, bezogen auf Kiefer und Fichte, um ca. 8- bzw. 3mal niedriger.

Rissbildungen nach einem Zyklus von Ab- und Desorption, wie bei den unbehandelten Kontrollen, wurden bei den hitzevergüteten Materialien nicht beobachtet.

7.1.4 Diskussion

Laborprüfung in Anlehnung an DIN EN 113 (1996)

Die unterschiedlich hitzevergüteten Proben wiesen einen verringerten Masseverlust gegenüber unbehandelten Kontrollen auf. Mehrere Autoren haben bereits erwähnt, dass durch die Hitzebehandlung die Resistenz gegenüber holzerstörenden Pilzen erhöht wird (Sailer *et al.* 2000; Jämsä und Viitaniemi 2000; Rapp und Sailer 2001). Der mit 5% bis 16% höchste Masseverlust an hitzevergüteten Proben wurde durch *Poria placenta* als Prüfpilz ermittelt. Kamdem *et al.* (1999) berichten von in etwa gleich hohen Abbauwerten, Leithoff und Peek (1998) ermittelten Masseverluste von 3,5%, weshalb dieser Prüfpilz als kritisch für modifiziertes Holz anzusehen ist. Die Masseverluste nach Angriff durch *Trametes versicolor* und *Coniophora puteana* waren im Vergleich hierzu deutlich geringer. Auch Leithoff und Peek (1998) sowie Militz und Tjeerdsma (2000) geben Masseverluste nach Pilzangriff durch *Coniophora puteana* von $\leq 3\%$ an. An Öl-hitze-vergütetem Material vermochte *Trametes versicolor* ähnlich hohen Masseverlust hervorzurufen wie *Poria placenta*, da *Trametes versicolor* in der Lage ist, pflanzliche Öle abzubauen zu können (Sailer 2001), was einen Masseverlust des in der Probe verbliebenen Öls, jedoch nicht notwendigerweise einen Masseverlust des Holzes, bedeutet.

Die Dauerhaftigkeitsklasse 2 (dauerhaft) bezogen auf den Masseverlust in g wurde für PLATO- und Öl-Hitze-vergütete Prüfkörper bestimmt, die Dauerhaftigkeitsklasse 3 (mäßig dauerhaft) wurde für Material aus dem Retifications- und Thermowood-Verfahren ermittelt. Nilsson und Daniel (1992) berichteten über Unterschiede bei der Einstufung in Dauerhaftigkeitsklasse bei Verwendung von Masseverlusten in g oder % und haben vorgeschlagen, den absoluten Masseverlust zur Beschreibung von Abbauraten und Dauerhaftigkeitsklassen zu verwenden. Für eine verlässliche Bestimmung der Dauerhaftigkeit sind jedoch noch abgeschlossene Freilandversuche mit und ohne Erdkontakt notwendig.

Freilandprüfung nach DIN EN 252 (1989)

Die Zwischenbewertungen von hitzevergüteten Proben im Erdkontakt zeigten gegenüber Kontrollen eine deutliche Steigerung der Resistenz gegen biologischen Abbau. Jedoch sind dies nur vorläufige Ergebnisse, die in Stärke und Geschwindigkeit des Abbaus in Zukunft noch variieren können. Mehrere Autoren haben bereits über die eingeschränkte Verwendung von hitzevergütetem Material im Erdkontakt berichtet (Kamdem *et al.* 1999; Wienhaus 1999; Rapp *et al.* 2000). Ein Einsatz im Erdkontakt erscheint somit für hitzebehandeltes Material vermutlich nicht geeignet.

Mechanische Prüfungen an Kleinproben

Die Dichte des verschieden hitzevergüteten Materials wies erheblich schwankende Rohdichten auf. Dies kann durch das Ausgangsmaterial oder die Vergütung verursacht sein. Die im Vergleich höhere Dichte der Proben des Öl-Hitze-Verfahrens ist auf eine prozessbedingte Ölaufnahme während der Hitzevergütung im Ölbad zurückzuführen (Sailer *et al.* 2000). Weiterhin ist davon auszugehen, dass eine Teilpyrolyse in Luftatmosphäre höhere Substanzverluste als eine Behandlung unter Luftabschluss wie bei der Öl-Hitze-Behandlung mit sich bringt (Sailer *et al.* 2000).

Die hitzebehandelten Proben wiesen Einbußen der Biegefestigkeit im Größenbereich von 12% bis 38% auf, der Biege-*E*-Modul wurde um ca. 15% verringert, mit Ausnahme der Öl-Hitze-vergüteten Proben, deren Biegesteifigkeit um 8% erhöht war. Die Bruchschlagarbeitsprüfung verdeutlichte Minderungen der dynamischen Festigkeit von 42% bis 64% im Vergleich zu unbehandelten Referenzen. Verschiedene andere Autoren haben bereits über erhöhte Sprödigkeit und reduzierte Festigkeiten berichtet (Jämsä und Viitaniemi 1998; Sailer *et al.* 2000; Vernois 2000). Gohar und Guyonnet (1998), Boonstra und Doelman (1999), Jämsä und Viitaniemi (2000) geben Festigkeitseinbußen von 5% bis 25% bzw. von 0% bis 15% an. Rapp und Sailer (2000) und Militz und Tjeerdsma (2000) gehen sogar von 30% bis 50% Festigkeitsverlust aus. Im Vergleich zu den anderen hitzebehandelten Proben wies das aus dem Öl-Hitze-Verfahren stammende Material eine tendenziell höhere mechanische Festigkeit auf (Tabelle 7.1-2).

Mechanische Prüfungen an Proben in Gebrauchsdimension

Die schwedischen Untersuchungen an Proben in Gebrauchsdimension zeigten den großen Einfluss von Ästen auf die Festigkeit von hitzebehandeltem Material (Bengtsson *et al.* 2002). Die statische Biegefestigkeit von hitzebehandelter Kiefer war um 47% verringert, die Festigkeit der vergüteten Fichte um ca. 50% reduziert. Auch wurde die Streuung der Einzelwerte größer, das fünfte Perzentil von hitzebehandelter Kiefer war mit 8 N/mm² im Vergleich zu zugehörigen unbehandelten Kontrollen um ca. 55% reduziert, das der hitzebehandelten Fichte mit 11,1 N/mm² um ca. 66% geringer (Tabelle 7.1-3). Für beide Materialien war der von den Ästen wenig beeinflusste Biege-Elastizitätsmodul hingegen nur um ca. 3,5% verringert.

Eine signifikante Veränderung des Biege-*E*-Moduls konnte auch durch den Vier-Punkt-Biegeversuch an Öl-Hitze-vergüteten Fichten- und Tannenproben in Gebrauchsdimension nicht nachgewiesen werden (Tabelle 7.1-4). Wesentlich stärker wurde hingegen die Biegefestigkeit beeinflusst. Die ermittelten Festigkeitsabnahmen an Großproben von 30% bis 40% lagen signifikant höher als die beobachteten Festigkeitsverluste von Öl-Hitze-vergüteten Kleinproben mit ca. 12%. Analog der Untersuchungen von Bengtsson *et al.* (2002) resultierte aus der thermischen Vergütung eine deutliche Erhöhung der Streuung der Einzelwerte. Diese war für das Öl-Hitze-vergütete Material um den Faktor 1,5- bis 2,5mal höher als für die unbehandelten Kontrollen. Somit scheint der Einfluss von Ästen, Faserabweichungen und Rissen auf die Festigkeit und die Streuung der Einzelwerte durch die Hitzebehandlung verstärkt zu werden. Die thermische Modifikation erscheint deswegen ungeeignet für die Vergütung von Sortimenten geringer Qualität, da die strukturellen Mängel des Ausgangsmaterials verstärkt werden.

Einfluss der Behandlungstemperatur auf ausgewählte Holzeigenschaften

Der Einfluss der Behandlungstemperatur auf die biologische Dauerhaftigkeit, die Quellung wie auch die Biegefestigkeit wurde deutlich. Eine Behandlungstemperatur von 180°C für vier Stunden wies ebenso wie die Hitzebehandlung bei 200°C für vier Stunden um ca. 36% bis 38% verringerte Festigkeiten im Vergleich zu der unbehandelten Fichtenkontrolle auf. In beiden

Fällen wurde jedoch durch *Poria placenta* auch ein Masseverlust von über 12% verursacht.

Im Vergleich zu der unbehandelten Kiefernkontrolle bedeutete der ermittelte Masseverlust der bei 180°C hitzebehandelten Fichte die Einstufung in Dauerhaftigkeitsklasse 4 (wenig dauerhaft), die bei 200°C für vier Stunden hitzebehandelte Fichte erreichte Dauerhaftigkeitsklasse 3 (mäßig dauerhaft). Eine Reduzierung des Masseverlustes auf 3,5% war nur durch eine Öl-Hitze-Behandlung bei 220°C für vier Stunden möglich, wobei aber auch die Biegefestigkeit um ca. 54% reduziert wurde. Die bei 220°C für vier Stunden Öl-Hitze behandelte Fichte wurde in die Dauerhaftigkeitsklasse 1 (sehr dauerhaft) eingestuft.

Eine Erhöhung der Dauerhaftigkeit und Reduzierung der Quellung war somit nur in Kombination mit einer deutlichen Verringerung der Biegefestigkeit möglich. Verschiedene andere Autoren haben bereits beschrieben, dass die Minderungen der Festigkeitseigenschaften in einem direkten Zusammenhang mit der für die Holzvergütung eingesetzten Prozesstemperatur und -dauer stehen (Viitaniemi 1997; Leithoff und Peek 1998; Sailer *et al.* 2000; Rapp und Sailer 2000). Die gewonnenen Ergebnisse zeigen, dass für die Auswahl der Hitzebehandlungsparameter die genaue Kenntnis der Anforderung an das Bauteil erforderlich ist.

Verbautes, hitzebehandeltes Holz

Holzfeuchteaspekt und makroskopische Erscheinung in verbauter Anwendung

Die hitzebehandelten Fichtenproben wiesen über den gesamten Untersuchungszeitraum durch ihre geringe Feuchte kein Risiko für einen möglichen Pilzangriff auf (Pöhlmann 2001), maximal wurden 18,6% Holzfeuchte erreicht. Dies ist durch die Verringerung der Sorptionsisotherme um bis zu 50% zu erklären (Jämsä und Viitaniemi 1998).

Auf Grund der geringen Dimensionsänderungen bei Feuchtwechseln war keine Rissbildung an hitzebehandeltem Material zu erkennen. Diese Quellungs- und Schwindungsvergütung wurde bereits von Sailer *et al.* (2000) mit 40%, Leithoff und Peek (1998) mit 50% und von Jämsä und Viitaniemi (1998) mit bis

zu 90% angegeben. Splitterbildungen und Verwerfungen wurden im Gegensatz zu den Beobachtungen von Boonstra und Doelman (1999) nicht festgestellt.

Die dunkelbraune Farbe des hitzebehandelten Materials erwies sich als nicht UV-beständig, Ausbleichungen wie bei Sailer *et al.* (2000) und Jämsä und Viitaniemi (1998) wurden beobachtet.

In der Kombination von Holzfeuchteverlauf und makroskopischer Erscheinung überzeugte in dieser Untersuchung die Öl-Hitze-behandelte Fichte als einziges von Pöhlmann (2001) geprüfetes Material für freibewitterte Anwendungen im Fassadenbereich in der Gefährdungsklasse 3.

Feuchteverhalten im Labor

Die hitzebehandelten Materialien zeigten im Vergleich zu Eiche, Kiefer und Fichte einen signifikant verringerten MRI, gegenüber Eiche wiesen lediglich die Thermowood-Proben erhöhte MRI-Werte auf. Die Dimensionsstabilität und die verringerten MRI-Werte von hitzebehandeltem Material im Vergleich zu unbewitterten Kontrollen unterstreichen die Eignung für Anwendungen in der Gefährdungsklasse 3. Weitere Untersuchungen des Feuchteverhaltens nach längeren Bewitterungsintervallen und im Vergleich zu bewitterten Kontrollen sind für eine Differenzierung der verschiedenen hitzevergüteten Materialien notwendig. Bislang zeigten die Proben des Thermowood-Prozesses den höchsten MRI aller geprüften modifizierten Materialien.

7.1.5 Schlussfolgerungen

Die ermittelten Werte sollten nicht als statische Charakterisierung der vier verschiedenen Vergütungs-verfahren betrachtet werden, sondern als die Momentaufnahme eines Entwicklungsstandes.

Die Ergebnisse der biologischen Prüfungen zeigten eine erhöhte Resistenz aller thermisch modifizierten Materialien gegenüber biologischem Abbau im Vergleich zu Kontrollen, jedoch wurden alle hitzebehandelten Proben angegriffen. Durch die Einstufung der Materialien in die Dauerhaftigkeitsklasse 2 bis 3 (dauerhaft bis mäßig dauerhaft) erscheint ein Einsatz im Freiland ohne Erdkontakt möglich (Wienhaus 1999; Rapp *et al.* 2000). Diese Einschätzung wird durch Zwischenergebnisse aus Freilandprüfungen im Erdkontakt sowie

durch die Untersuchungen bezüglich des Feuchteverhaltens von verbautem hitzebehandeltem Holz und bezüglich des Feuchteverhaltens im Labor unterstrichen.

Bei derzeitiger Prozessführung und damit verbundener variierender Qualität der Endprodukte sind im Vergleich der nach verschiedenen Prozessen hitzevergüteten Materialien lediglich tendenzielle Unterschiede zu erkennen. Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen an Kleinproben zeigten ebenfalls keine signifikanten Unterschiede der verschiedenen hitzevergüteten Materialien. Eine Optimierung der Produktionsprozesse bzw. eine Qualitätssicherung der Endprodukte aus thermischen Vergütungsprozessen erscheint sinnvoll.

7.1.6 Zusammenfassung

Zum ersten Mal wurde in kombinierten biologischen und mechanischen Prüfungen hitzebehandeltes Material der vier größten in Europa industriell eingeführten Verfahren zur thermischen Modifikation verglichen. Zur Anwendung kamen Prüfungen in Anlehnung an DIN EN 113 (1996) mit Miniblock-Prüfkörpern, Prüfungen nach DIN EN 252 (1989) im Freiland mit Erdkontakt sowie mechanische Prüfungen zur Bestimmung der Biegefestigkeit, des Biege-Elastizitätsmoduls und der Bruchschlagarbeit.

Die gewonnenen Ergebnisse dieses Vergleiches führen dazu, alle geprüften thermisch modifizierten Materialien sowie Holzarten mit erhöhter natürlicher Dauerhaftigkeit in die Klasse 3 (mäßig dauerhaft) der natürlichen Dauerhaftigkeit einzustufen. Die Eignung des hitzebehandelten Materials für Anwendungen in der Gefährdungsklasse 3 (DIN 68800 Teil 3) wird durch Untersuchungen des Feuchteverhaltens im verbauten Zustand wie auch durch Untersuchungen zum Feuchteverhalten in Laborprüfungen unterstrichen. Signifikante Unterschiede der biologischen Eigenschaften der verschiedenen hitzevergüteten Materialien wurden nicht gefunden.

Bezogen auf unbehandelte Kontrollen wiesen alle hitzebehandelten Materialien reduzierte Festigkeiten auf. Im statischen Bereich wurden Reduzierungen bis zu 38% ermittelt, Minderungen der dynamischen Festigkeit erreichten maximal 64%. An geprüften Großproben wurden Festigkeitseinbußen im statischen Bereich von ca. 50% beobachtet.

7.1.7 Literatur

- BENGTSSON, C.; JERMER, J.; BREM, F., 2002: Bending strength of heat-treated spruce and pine timber. Stockholm: Intern. Res. Group Wood Pres., Doc.No.: IRG/WP 02-40242, 9 S.
- BOONSTRA, M.; DOELMAN, P., 1999: Die Eigenschaften von PLATO veredeltem Holz. PLATO HOUT BV – PLATO veredeltes Holz, 16 S.
- BRISCHKE, C., 2003: Untersuchung der Eignung von Tannenholz für die thermische Modifikation. Diplomarbeit, Universität Hamburg Fachbereich Biologie, 132 S.
- DIN EN 113, 1996: Prüfverfahren zur Bestimmung der Grenze der vorbeugenden Wirksamkeit gegen holzerstörende Basidiomyceten. Bestimmung der Grenze der Wirksamkeit. 26 S.
- DIN EN 252, 1989: Freiland-Prüfverfahren zur Bestimmung der relativen Schutzwirkung eines Holzschutzmittels im Erdkontakt. 9 S.
- DIN EN 350, 1994: Dauerhaftigkeit von Holz.
- DIN EN 52 184, 1979: Prüfung von Holz; Bestimmung der Quellung und Schwindung.
- DIN EN 52 186, 1978: Prüfung von Holz; Biegeversuch. 3 S.
- DIN EN 52 189, 1981: Prüfung von Holz; Schlagbiegeversuch, Bestimmung der Bruchschlagarbeit. 3 S.
- DIN 68800 Teil 3, April 1992: Eine ausführliche Erläuterung zu DIN 68800 Teil 3. 1. Auflage.
- GOHAR, P.; GUYONNET, R., 1998: Development of wood retification process at the industrial stage. Intern. Res. Group Wood Pres. IRG/WP 98 50101, 173-183
- JÄMSÄ, S.; VIITANIEMI, P., 1998: Heat treatment of wood. Better durability without chemicals. Nordiske Trebeskyttelsesdager, 47-51
- JÄMSÄ, S.; VIITANIEMI, P., 2000: Heat treatment of wood in Finland – state of the art. In: Proceedings of the seminar on production of heat treated wood in Europe 20.11.2000 in Helsinki. Tekes Lahontorjuntayhdistys ry Kestopuu Oy 13 p.

- KAMDEM, D.P.; PIZZI, A.; GUYONNET, R.; JERMANNAUD, A., 1999: Durability of Heat-Treated Wood. Stockholm: Intern. Res. Group Wood Pres., Doc.No.: IRG/WP 99-40145, 15 S.
- LEITHOFF, H.; PEEK, R.-D., 1998: Hitzebehandlung – eine Alternative zum chemischen Holzschutz. Tagungsband zur 21. Holzschutz-Tagung der DGfH in Rosenheim: 97-108
- MILITZ, H.; TJEERDSMA, B., 2000: Heat treatment of wood by the Plato Process. In: Proceedings of the seminar on production of heat treated wood in Europe 20.11.2000 in Helsinki. Tekes Lahontorjuntayh-distys ry Kestopuu Oy 10 p.
- NILSSON, T.; DANIEL, G. F., 1992: On the use of % weight loss as a measure for expressing results of laboratory decay experiments. Harrogate, UK: Intern. Res. Group Wood Pres., Doc.No.: IRG/WP 92-2394
- PÖHLMANN, R., 2001: Untersuchungen zur Bewitterungsbeanspruchung an einem Objekt in ökologischer Holzbauweise. Diplomarbeit, Fachhochschule Eberswalde, Fachbereich Holztechnik, 95 S.
- RAPP, A.O.; SAILER, M., 2000: Heat treatment of wood in Germany – State of the art. In: Proceedings of the seminar on production of heat treated wood in Europe 20.11.2000 in Helsinki. Tekes Lahontorjuntayhdistys ry Kestopuu Oy 15 p.
- RAPP, A.O.; SAILER, M.; WESTIN, M., 2000: Innovative Holzvergütung – neue Einsatzbereiche für Holz. In: Tagungsband zur 17. Dreiländer-Holztagung 2000. Zürich: Schweizerische Arbeitsgemeinschaft für Holzforschung, Holz ART 2000: 153-160
- RAPP, A.O.; PEEK, R.-D.; SAILER, M., 2000a: Modelling the Moisture induced Risk Index of decay for treated and untreated wood above ground. Holzforschung 54: 111-118
- RAPP, A. O. und SAILER, M., 2001: Oil-Heat treatment of wood in Germany – State of the art. European Commission, Directorate-General for Research, EUR 19885. Proceedings of the Special Seminar held in Antibes/France, 9 February 2001, 47-64

- SAILER, M.; RAPP, A.O.; LEITHOFF, H.; PEEK, R.-D., 2000: Vergütung von Holz durch Anwendung einer Öl-Hitze-Behandlung. Holz als Roh- und Werkstoff 58: 15-22
- SAILER, M., 2001: Anwendung von Pflanzenölimprägnierungen zum Schutz von Holz im Außenbereich. Dissertation an der Universität Hamburg, Fachbereich Biologie
- VERNOIS, M., 2000: Heat treatment of wood in France – state of the art. In: Proceedings of the seminar on production of heat treated wood in Europe 20.11.2000 in Helsinki. Tekes Lahontorjuntayhdistys ry Kestopuu Oy 6 p.
- VIITANIEMI, P., 1997: Thermowood – Modified wood for improved performance. In: Trätec 1997: Proceedings of the 4th Eurowood Symposium “Wood – The Ecological Material“, 22.-23. September 1997, Stockholm / Sweden, Trätec Rapport No.: P 9709084, ISSN 1102-1071, 67-69
- WIENHAUS, O., 1999: Modifizierung des Holzes durch eine milde Pyrolyse – abgeleitet aus den allgemeinen Prinzipien der Thermolyse des Holzes. Wissenschaftliche Zeitschrift der Technischen Universität Dresden 48 (1999) Heft 2, 17-22

Eingereicht am 30.01.2004, veröffentlicht 14.05.2004

7.2 Publikation II: Durability of thermally modified timber from industrial-scale processes in different use classes: Results from laboratory and field tests

Wood Material Science and Engineering, Volume 2 (1) pp. 4–14, ISSN 1748-0272 print/ ISSN 1748-0280 online © 2007 Taylor & Francis

Wood Material Science and Engineering
2007, 1 11, iFirst article



ORIGINAL ARTICLE

Durability of thermally modified timber from industrial-scale processes in different use classes: Results from laboratory and field tests

CHRISTIAN ROBERT WELZBACHER & ANDREAS OTTO RAPP

Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH), Institute for Wood Biology and Wood Protection, Hamburg, Germany

Abstract

Material from four common European processes of industrial heat treatment of timber was examined comparatively with reference to biological laboratory standard tests and field tests in soil contact and above ground. The thermally modified timber (TMT) used in the study was: Plato wood from the Netherlands, ThermoWood from Finland, New Option Wood (NOW) from France, and oil-heat-treated wood (OHT) produced in Germany. Tests of resistance to basidiomycetes (EN 113, 1996) and tests of resistance to soft rotting microfungi and other soil-inhabiting microorganisms (EN 807, 1997) showed substantially lower mass losses of TMT compared with controls. Only slight differences in mass loss were found between the four thermally modified materials. Based on results from laboratory standard tests all tested heat-treated materials were classified as durable to moderately durable [durability class (DC) 2–4], analogous to the classification of natural durability (EN 350-1, 1994). In contrast, the classification of TMT samples after 5.5 years' exposure in soil contact, in accordance with EN 252 (1990), was slightly durable to not durable (DC 4–5), whereas the classification obtained after 5.5 years' exposure in double layers in European hazard class (EHC) 3 (EN 335-1, 1992) was very durable to moderately durable (DC 1–3). On the basis of 5.5 years' field testing, thermally modified material (independent of the treatment process and supplier) appears not to be suitable for in-ground contact application. However, the suitability of TMT for use out of ground in EHC 3 was ascertained and is recommended.

Keywords: Above ground, decay types, double layer, durability, hazard classes, soil contact, thermal modification, thermally modified timber, TMT.

Introduction

As an alternative to chemical wood preservation systems, which aim to interfere with the metabolism of wood-destroying fungi, novel non-biocidal techniques of wood protection by means of cell-wall modification have been increasingly developed and analysed in recent years. This is valid for thermal modification in particular, which positively affects certain wood properties, e.g. durability against biological decay (Leithoff & Peek, 1998; Rapp & Sailer, 2000, 2001; Sailer et al., 2000; Syrjänen, 2001; Vernois, 2001; Miltz, 2002; Brischke & Rapp, 2004). On account of the increased durability of thermally modified timber (TMT) compared with untreated material, its application for outdoor use

appears to be suitable. However, the applicability of TMT for use in ground contact [European Hazard Class 4 (EHC 4); EN 335-1, 1992] is a matter of controversial discussion. Numerous authors have reported restricted suitability of heat-treated material in ground contact owing to insufficient durability (Kamdem et al., 1999; Westin et al., 2004) and recommended the application of TMT above ground in EHC 3 (Jämsä & Viitaniemi, 1998; Wienhaus, 1999; Rapp et al., 2000). However, Boonstra and Doelman (1999) and Tjeerdsma et al. (2000) reported decreased mass loss of TMT after fungal attack, and classified thermally modified material as very durable to durable (durability class 1 2; EN 350-2, 1994), which would in theory allow its application in soil contact (EN 460, 1994). In

Correspondence: C. Welzbacher, Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH), Institute for Wood Biology and Wood Protection, Lentzschestr. 91, D-21031 Hamburg, Germany. E-mail: c.welzbacher@holz.uni-hamburg.de

(Received 22 August 2006; accepted 7 February 2007)

ISSN 1748-0272 print/ISSN 1748-0280 online © 2007 Taylor & Francis
DOI: 10.1080/17480270701267504

CHRISTIAN ROBERT WELZBACHER & ANDREAS OTTO RAPP

Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH),
Hamburg, Germany

*Corresponding author

Institute for Wood Biology and Wood Protection,

Leuschnerstr. 91, 21031 Hamburg, Germany

Phone: +49-40-73962446

E-mail: c.welzbacher@holz.uni-hamburg.de

Abstract

Material from four common European processes of industrial heat treatment of timber was examined comparatively with reference to biological laboratory standard tests and field tests in soil contact and above ground. The thermally modified timber (TMT) used in the study was: Plato wood from the Netherlands, ThermoWood from Finland, New Option Wood (NOW) from France, and oil heat-treated wood (OHT) produced in Germany. Tests of resistance to basidiomycetes (EN 113, 1996) and tests of resistance to soft rotting microfungi and other soil-inhabiting microorganisms (EN 807, 1997) showed substantially lower mass losses of TMT compared with controls. Only slight differences in mass loss were found between the four thermally modified materials. Based on results from laboratory standard tests all tested heat-treated materials were classified as durable to moderately durable [durability class (DC) 2-4], analogous to the classification of natural durability (EN 350-1, 1994). In contrast, the classification of TMT samples after 5.5 years' exposure in soil contact, in accordance with EN 252 (1990), was slightly durable to not durable (DC 4-5), whereas the classification obtained after 5.5 years' exposure in double layers in European hazard class (EHC) 3 (EN 335-1, 1992) was very durable to moderately durable (DC 1-3). On the basis of 5.5 years' field testing, thermally modified material (independent of the treatment process and supplier) appears not to be suitable for in-ground contact application. However, the

suitability of TMT for use out of ground in EHC 3 was ascertained and is recommended.

Keywords: Above ground, decay types, double layer, durability, hazard classes, soil contact, thermal modification, thermally modified timber, TMT.

7.2.1 Introduction

As an alternative to chemical wood preservation systems, which aim to interfere with the metabolism of wood-destroying fungi, novel non-biocidal techniques of wood protection by means of cell-wall modification have been increasingly developed and analysed in recent years. This is valid for thermal modification in particular, which positively affects certain wood properties, e.g. durability against biological decay (Leithoff & Peek, 1998; Rapp & Sailer, 2000, 2001; Sailer et al., 2000; Syrjänen, 2001; Vernois, 2001; Militz, 2002; Brischke & Rapp, 2004). On account of the increased durability of thermally modified timber (TMT) compared with untreated material, its application for outdoor use appears to be suitable. However, the applicability of TMT for use in ground contact [European Hazard Class 4 (EHC 4); EN 335-1, 1992] is a matter of controversial discussion. Numerous authors have reported restricted suitability of heat-treated material in ground contact owing to insufficient durability (Kamdem et al., 1999; Westin et al., 2004) and recommended the application of TMT above ground in EHC 3 (Jämsä & Viitaniemi, 1998; Wienhaus, 1999; Rapp et al., 2000). However, Boonstra and Doelman (1999) and Tjeerdsma et al. (2000) reported decreased mass loss of TMT after fungal attack, and classified thermally modified material as very durable to durable (durability class 1-2; EN 350-2, 1994), which would in theory allow its application in soil contact (EN 460, 1994). In addition, various industrial suppliers promote their heat-treated products with unlimited suitability for use in ground contact.

Taking these conflicting statements and the resulting uncertainty of customers into consideration, determination of the biological properties of TMT from the four major industrial European processes for thermal modification began in 2000 at the Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH) in Hamburg. The basic diversity of the different processes is indicated by their

oxygen excluding and heat-transporting media: the Plato process uses liquid water in a first step followed by a conditioning phase, whereas steam is used by the ThermoWood process, nitrogen gas by the Retification process and rapeseed oil by the oil-heat treatment (OHT) process. However, a substantial similarity in treatment conditions is that these processes run in a temperature range between 180 and 240°C to change the chemical composition of the cell wall. The common aim is to improve specific wood properties, e.g. natural durability and dimensional stability, as has been investigated and reported in detail previously (Syrjänen & Kangas, 2000; Tjeerdsma et al., 2000; Welzbacher & Rapp, 2003).

In the following, results from biological laboratory standard tests as well as results from 5.5 years' exposure in EHC 3 and EHC 4 at BFH are presented to contribute to the discussion on the suitability of commercially available TMT for outdoor application.

7.2.2 Material and methods

Material quality

Material from four common European industrial heat-treatment processes of timber was used (Table 7.2-1). The various thermally modified materials were taken from industrially treated batches that were produced for the commercial market in the second half of 2000. The requested suppliers were told about the further utilization of their TMT in biological standard tests before the material was provided. Detailed information about the initial wood qualities, e.g. density, content of sapwood and heartwood, as well as process information regarding the treatment temperature and duration were not offered by the industrial suppliers. In addition to the heat-treated material, Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) sapwood samples were used as controls. Untreated Scots pine heartwood/sapwood, Douglas fir (*Pseudotsuga menziesii* Franco) heartwood, oak (*Quercus petraea* Liebl.) heartwood and Scots pine sapwood specimens, vacuum-pressure impregnated in treatment solution containing 0.7% and 2.8% chromium copper boron (CCB), were also tested. From each material matched specimens were cut for the various biological tests. The corresponding wood species and abbreviations of the tested material are given in Table 7.2-1.

Table 7.2-1. Abbreviations in tables and figures (Abbr.), corresponding wood species, description and supplier of the different materials.

Abbr.	Wood species	Material description	Supplier
Plato	<i>Picea abies</i> Karst.	Heat treated, Plato process	Plato Hout B.V., The Netherlands
Premium	<i>Pinus sylvestris</i> L.	Heat treated, Thermowood process	Kestopuu Oy, Finland
NOW	<i>Pinus maritima</i> Mill.	Heat treated, Retification process	S.A. NOW, France
OHT	<i>Pinus sylvestris</i> L.	Heat treated, Oil-Heat process	Menz Holz, Germany
0.7 CCB	<i>Pinus sylvestris</i> L.	Pine sap, low retention of CCB (6 kg/m ³)	BFH, Germany
2.8 CCB	<i>Pinus sylvestris</i> L.	Pine sap, high retention of CCB (17 kg/m ³)	
Douglas	<i>Pseudotsuga menziesii</i> Franco	Douglas fir heartwood	Decker Holz, Germany
Oak	<i>Quercus petraea</i> Liebl.	Oak heartwood	Pfälzische Parkettfabrik, Germany
Pine	<i>Pinus sylvestris</i> L.	Pine heartwood/ sapwood mixture	Menz Holz, Germany
Pine sap	<i>Pinus sylvestris</i> L.	Pine sapwood	Menz Holz, Germany

Note: CCB = chromium copper boron.

Laboratory tests

The resistance to basidiomycetes was tested in accordance with EN 113 (1996) using Petri dishes with a diameter of 120 mm and specimens ($n = 12$) of $40 \times 10 \times 10$ mm³. The specimens were free of knots, cracks, decay and other obvious defects, and the growth rings were orientated $45 \pm 10^\circ$ to the small faces, whereas the longitudinal faces were parallel to the direction of the grain. The incubation period was 12 weeks. The following strains were used for the study: *Coniophora puteana* = (Schum.: Fr.) P. Karsten Ebw. 15, BAM 1/1995; *Poria placenta* var. *Monticula* = (Fr.) Gilbertson et Ryv. FPRL 280, BAM 8/1997; and *Coriolus versicolor* = (L.: Fr.) Pilat CTB 863A, 1969.

Resistance to soft-rotting microfungi and other soil-inhabiting microorganisms was tested in a soil box test (TMC) in accordance with EN 807 (1997) using specimens ($n = 20$) of $100 \times 10 \times 5$ mm³. The wood quality of specimens met the requirements of the standard: all specimens were free of knots, cracks, insect damage and decay and other obvious defects, the growth rings were orientated $90 \pm 15^\circ$ to the broad faces and the longitudinal faces were parallel to the direction of the grain. Natural topsoil substrate from the in-ground test field at BFH and compost soil made at BFH from horticultural waste (leaf litter, grass, cut softwoods and hardwoods, sand) were used for the study. Specimens were exposed to soil for 32 weeks.

To assess the grade of durability, the relative durability was calculated as the quotient of mass loss of the heat-treated, preserved or natural durable material and Scots pine sapwood controls (x -value, EN 350-1, 1994), as given in Table 7.2-2.

Table 7.2-2. Classes of natural durability (DC) based on calculated x -values, in accordance with EN 350-1, using results from laboratory tests (EN 113 and EN 807), and by adapting the classification according to EN 252 using the durability factor f from field tests instead of the calculated x -values.

DC	Definition	Classification based on EN 350-1	Classification adapted to EN 252
1	Very durable	$x \leq 0.15$	$f > 5$
2	Durable	$0.15 < x \leq 0.30$	$3 < f \leq 5$
3	Moderately durable	$0.30 < x \leq 0.60$	$2 < f \leq 3$
4	Slightly durable	$0.60 < x \leq 0.90$	$1.2 < f \leq 2$
5	Not durable	$x \leq 0.90$	$f \leq 1.2$

Field tests

Field trials in soil contact (EHC 4) and above ground (EHC 3) were installed in January 2001 to examine the durability of the various materials in differently severe exposure conditions. There were 20 replicates for each test set-up and the dimension of the specimens was $500 \times 50 \times 25 \text{ mm}^3$. The orientation of growth rings to the broad faces deviated from the standard, because commercially available material with limited cross-sectional area was used. However, the specimens were prepared with longitudinal faces parallel to the grain and were free of cracks, decay, insect damage and other obvious defects. The samples for in soil contact testing (EHC 4) were planted in the field at BFH at a distance of 30 cm from each other, in accordance with EN 252 (1990). The durability of the differently treated material above ground (EHC 3) was tested using the double-layer test method (Figure 7.2-1), whereby four of the eight test sets used were covered with a water-permeable textile sheet to create artificial shadow to provoke increased decay, as described by Brischke and Rapp (2005).



Figure 7.2-1. Samples in horizontal double layer, shifted by one sample half to create an artificial water trap.

Analysis of data from field tests

Decay on samples from field tests in EHC 4 and EHC 3 was determined annually in accordance with EN 252 (1990). The rating scheme for the inspection is given in Table 7.2-3.

Table 7.2-3. Rating scheme according to EN 252 (1990) for evaluation of wood samples in field tests.

Rating	Description	Definition
0	Sound	No evidence of decay, discoloration, softening or weakening caused by micro-organisms
1	Slight attack	Limited evidence of decay, no significant softening or weakening up to 1 mm depth
2	Moderate attack	Significant evidence of decay, with areas of decay (softened or weakened wood) from 2 to 3 mm depth
3	Severe attack	Strong evidence of decay, extensive softening and weakening, typical fungal decay at large areas from 3 to 5 mm depth or more
4	Failure	Sample breaks after a bending test

In addition, the specimens were visually inspected regarding the presence of brown rot, white rot and soft rot. Specimens rated 4 (failure) were removed from the test field and inspected regarding the predominant type of rot by means of light microscopy. The results of the decay ratings were used to determine the durability of the tested material. The durability is the resistance of wood against wood destroying organisms under certain environmental impacts. It is defined as a relative value between the wood tested and a control (Scots pine sapwood

in this study). In accordance with EN 252 (1990), x-values are used to calculate the durability:

$$\text{Durability } x\text{-value} = \frac{\text{Mean lifetime}_{\text{tested specimen}}}{\text{Mean lifetime}_{\text{reference}}}$$

The mean lifetime was not obtained for all tested materials after 5.5 years, so the durability was calculated as the quotient of the decay rate of the controls and the decay rate of the material tested (durability factor f):

$$\text{Decay rate} = \frac{\text{Mean decay rating}}{\text{Duration of exposure}}$$

$$\text{Durability factor } f = \frac{\text{Decay rate}_{\text{control}}}{\text{Decay rate}_{\text{tested specimen}}}$$

For this determination based on the durability factor f , the classification of the durability based on x-values, in accordance with EN 252 (1990), was adapted (Table 7.2-2).

7.2.3 Results and discussion

Basidiomycetes tests

All tested heat-treated materials exhibited a substantially lower mass loss caused by fungal attack than untreated pine sapwood controls and natural durable references (Table 7.2-4).

Table 7.2-4. Average mass loss (%) after biological tests, in accordance with EN 113.

Material	<i>P. placenta</i>	<i>C. versicolor</i>	<i>C. puteana</i>
Plato	10.0	6.8	3.7
Premium	16.0	9.0	1.9
NOW	13.3	7.8	12.2
OHT	7.4	5.6	3.4
0.7 CCB	16.7	0.5	18.1
2.8 CCB	0.4	0.6	0.4
Douglas	14.0	2.6	27.4
Oak	0.8	14.3	3.9
Pine	31.0	5.1	47.5
Pine sap	26.2	35.7	60.3

Note: *P. placenta* = *Poria placenta*; *C. versicolor* = *Coriolus versicolor*; *C. puteana* = *Coniophora puteana*; NOW = New Option Wood; OHT = oil-heat-treated wood; CCB = chromium copper boron.

Decreased mass loss of TMT has been mentioned by several authors, assuming that heat treatment modifies the structure of wood and chemical composition (Vernois, 2000; Rapp & Sailer, 2001; Mayes & Oksanen, 2002; Militz, 2002; Brischke & Rapp, 2004; Welzbacher et al., 2006). In general, *P. placenta* caused the highest mass loss to the modified materials, in a range between 7.4 and 16%. Leithoff and Peek (1998) and Kamdem et al. (1999) reported high mass losses of TMT caused by *P. placenta*, which is regarded as being one of the most critical test fungi for TMT. The mass losses of TMT caused by *C. versicolor* (5.6 - 9.0%) were lower than those caused by *P. placenta*. However, the differences found in tests with *C. versicolor* showed no significant distinction in mass loss between the four heat treated materials. In tests with *C. puteana* significantly different mass losses were found in the case of NOW (12.2%) compared with Premium (1.9%), OHT (3.4%) and Plato (3.7%).

Soil box tests

The results of the soil box test against soft-rotting microfungi and other soil-inhabiting microorganisms attested to the highly significant improvement in relative durability of all heat-treated materials compared with pine sapwood controls, as well as oak and Douglas fir references. All heat-treated materials

showed slight attack after 32 weeks of exposure but, independent of the soil substrate used, no significant distinction in mass loss between the differently heat treated materials was found (Table 7.2-5).

Table 7.2-5. Average mass loss (%) after 32 weeks' exposure in two different soil substrates, in accordance with EN 807.

Material	Compost	Test-field
Plato	9.6	4.4
Premium	9.5	5.8
NOW	5.7	4.2
OHT	6.5	4.2
0.7 CCB	3.5	2.6
2.8 CCB	1.0	0.6
Douglas	14.2	12.0
Oak	38.7	39.2
Pine	21.9	21.7
Pine sap	35.6	23.4

Note: NOW = New Option Wood; OHT = oil-heat-treated wood; CCB = chromium copper boron.

The thermally modified specimens showed mass losses in a range between 4.2 and 5.8% using the BFH test field soil substrate, whereas mass loss from 5.7 to 9.6% was caused by BFH compost soil. The high decay activity of compost soils found in this study is supported by Mieß (1997) and Edlund (1998). High decay rates caused by compost soil were also reported by Westin et al. (2004), applying three different soil substrates for tests with pine, heat treated by the ThermoWood process (ThermoWood D). There, the highest mass loss after 52 weeks' exposure was caused by compost soil ($5.4 \pm 1.4\%$), followed by coniferous forest soil ($2.7 \pm 0.5\%$) and test field soil ($1.9 \pm 0.2\%$). In contrast to the high mass loss caused by compost soil, Tjeerdsma et al. (2000) found the mass loss of Plato-treated spruce to be only 3% after 52 weeks of exposure using standardized John Innes soil as substrate. The influence of different soil types on the decay activity has been investigated in numerous laboratory trials: Gersonde and Kerner (1984), Gray (1986), Mieß (1997) and Edlund (1998) evaluated various soils using terrestrial microcosms (TMC) and obtained significant differences with regard to decay rates and rot type between the soil

types. Therefore, the significance of the results from soil box tests for the performance prediction in real-life situations is restricted.

Double-layer test in EHC 3

The inspection of samples after 5.5 years in 2006 pointed to increased resistance to biological decay of the differently thermally modified samples compared with controls and natural durable references (Figure 7.2-2).

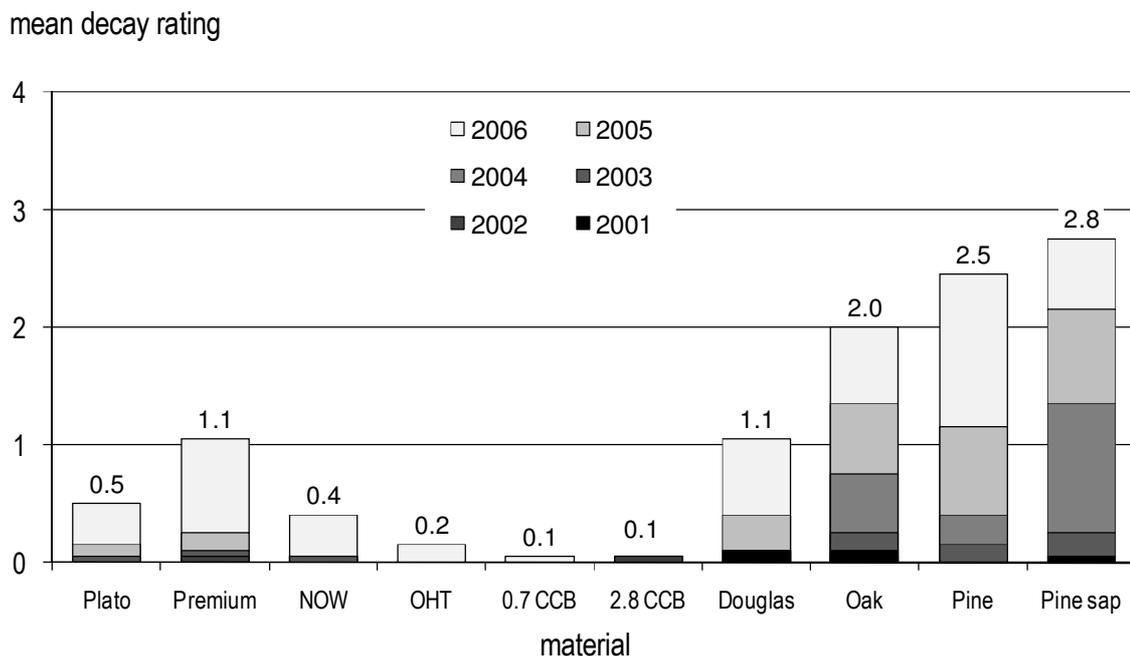


Figure 7.2-2. Mean decay rating after 5.5 years' exposure in the double-layer test above ground. NOW = New Option Wood; OHT = oil-heat treated wood; CCB = chromium copper boron.

The significantly strongest decay rating was found for pine sapwood (2.8) and pine sapwood/ heartwood (2.5), followed by oak heartwood (2.0) and Douglas fir heartwood (1.1). The Premium samples showed the strongest decay of the heat-modified samples, with an average rating of 1.1, whereas the other thermally modified samples showed no significant distinction of mean decay rates: Plato 0.5, NOW 0.4, OHT 0.2. A mean decay rating of 0.1 was found for both CCB preserved groups of samples.

Decay was found in all materials exposed in the double-layer test set-up after 5.5 years. The prevailing type of decay is shown in Figure 7.2-3.

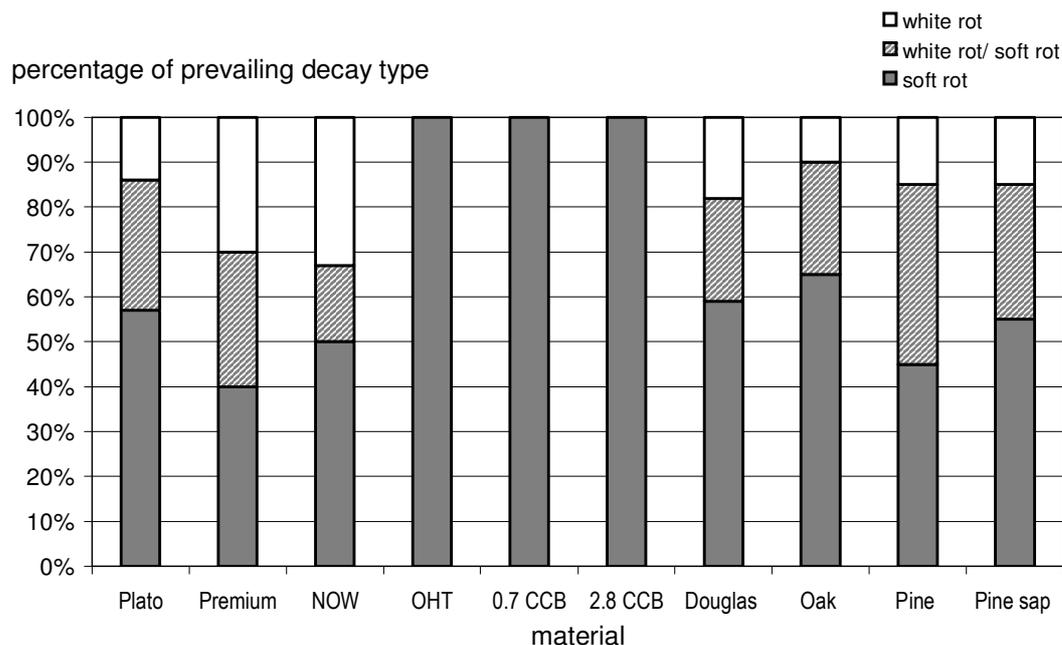


Figure 7.2-3. Percentage occurrence of prevailing decay types (of the decayed samples) after 5.5 years' exposure above ground in double layer. NOW = New Option Wood; OHT = oil-heat-treated wood; CCB = chromium copper boron.

Soft rot was the predominant decay type, followed by white rot; decay by brown rot was not found. The strong occurrence of soft rot on oak was confirmed by Augusta and Rapp (2005), but in contrast they observed a comparatively strong brown rot on Douglas fir, pine and pine sap. Furthermore, no evidence of decay on CCB-impregnated pine or thermally modified spruce was found by Augusta and Rapp (2005) after 5 years of exposure in double layer exposure. The increased decay rates compared with the results from Augusta and Rapp (2005) may be caused by a reduced set-up size and artificial shading of samples in the present study. Brischke and Rapp (2005) also found increased decay of samples exposed above ground in a double layer with additional shadow boxes compared with decay found on non-shaded samples.

Soil contact test

The decay evaluation after 5.5 years in soil gave average decay ratings of 2.3 for OHT, 2.9 for NOW, 3.1 for Plato and 3.5 for Premium, which were lower compared with the natural durable references and controls: 3.3 for Douglas fir, 3.6 for oak, 3.8 for pine and 4.0 for pine sapwood specimens. Pine sapwood, vacuum-impregnated in treatment solution containing 0.7% and 2.8% CCB, had

the significantly lowest mean rating, between 0.3 (2.8% CCB) and 2.3 (0.7% CCB) (Figure 7.2-4).

mean decay rating

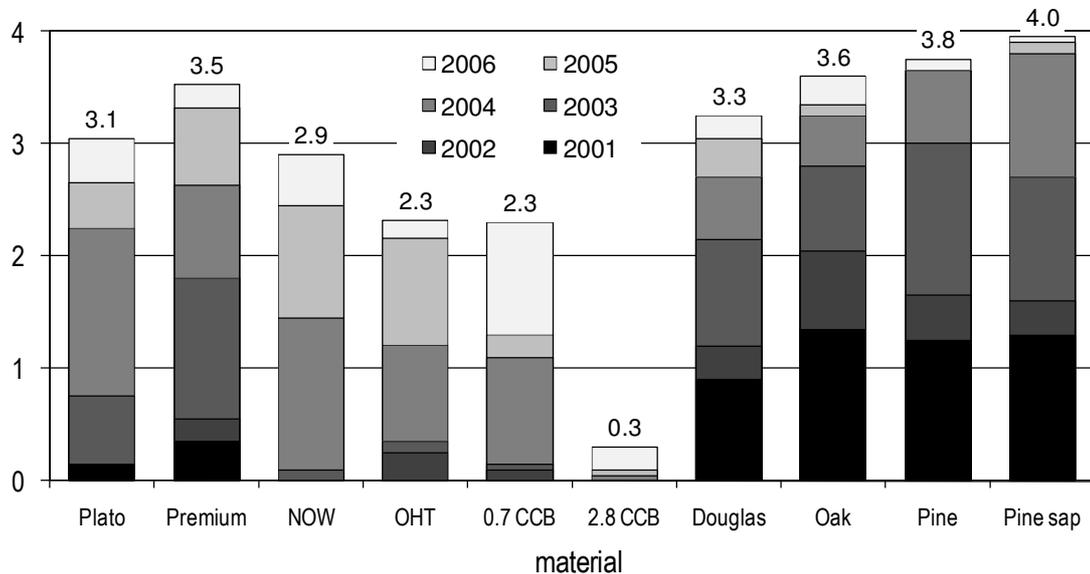


Figure 7.2-4. Mean decay rating after 5.5 years' exposure in soil contact, in accordance with EN 252 (1990). NOW = New Option Wood; OHT = oil-heat treated wood; CCB = chromium copper boron.

All tested materials showed decay after 5.5 years' exposure in contact with soil. The prevailing decay types of decayed samples are given in Figure 7.2-5.

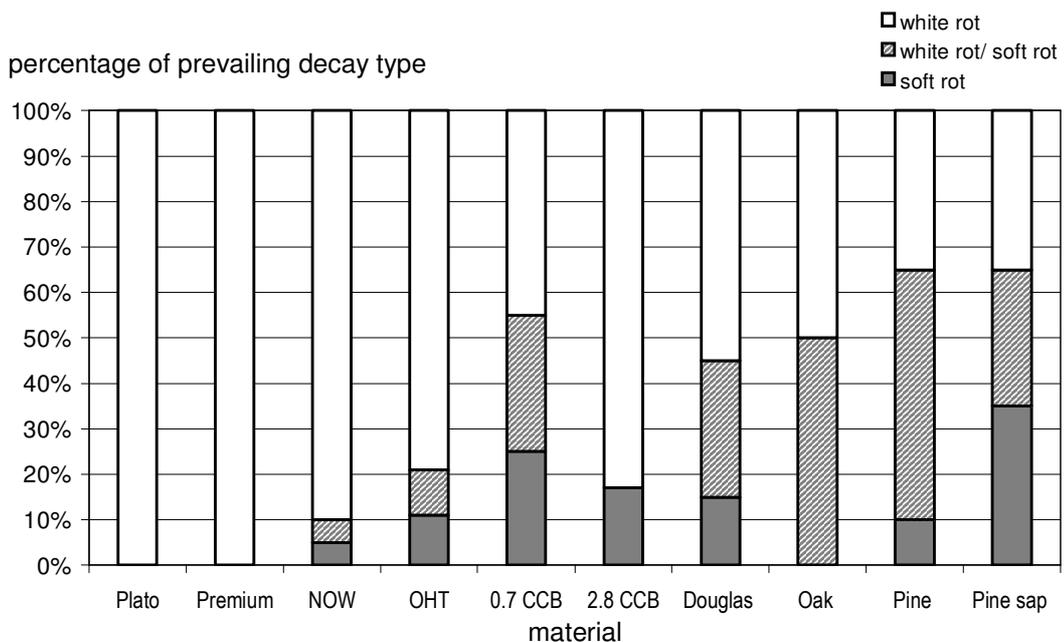


Figure 7.2-5. Percentage occurrence of prevailing decay types (of the decayed samples) after 5.5 years' exposure in soil. NOW = New Option Wood; OHT = oil-heat treated wood; CCB = chromium copper boron.

White rot was predominantly responsible for decay of TMT in the BFH test field, which has a high potential for white and soft rot. In contrast to the dominant white rot decay of TMT, the references with increased natural durability, Douglas fir, oak and pine heartwood/sapwood, were more intensively decayed by soft rot or combinations of white rot and soft rot. These results are confirmed by Augusta and Rapp (2005), reporting white rot as the dominant type of rot for heat-treated spruce in ground contact in five different field sites, whereas pine heartwood, pine sapwood, oak heartwood and Douglas fir heartwood were decayed by soft rot and white rot. Hale et al. (2005) also found a limitation of TMT against white rot, whereas soft rot was confined and minimal in heat-treated samples. Similar results are reported by Westin et al. (2004) from in-ground field tests in three different Swedish fields, representing different dominating decay types (Simlångsdalen: brown rot; Ultuna: soft rot and bacteria; and Ingvaldsbenning: white rot). There, TMT samples performed poorly in brown rot and white rot fields, with a decay index of 75% and 85% after 6 years of exposure, whereas the samples showed rather good performance in a test field with dominant soft rot and bacteria with a decay index of 20% after 8 years of exposure. This also indicates that thermally modified material has a weak point for white rot decay in real-life situations, which was not revealed in laboratory basidiomycete tests against pure cultures (Table 7.2-4).

Assigned durability classes

The calculated classes of natural durability are listed against the specifications given in EN 350-2 (1994), as shown in Table 7.2-6. The obtained durability classes differed significantly, depending on the test situation in the laboratory or the field.

Table 7.2-6. Comparison of the provisional classes of natural durability calculated on the basis of the durability factor f after 5.5 years' exposure, in accordance with EN 252 (1990), and the classes after testing according to EN 113 (1996) and classes given in EN 350-2 (1994).

Material	According to EN 113 with			EN 807		Field tests		EN 350-2
	<i>P. placenta</i>	<i>C. versicolor</i>	<i>C. puteana</i>	Compost	Field	EHC3	EHC4	
Plato	3	2	1	2	2	1	4	-
Premium	4	2	1	2	2	3	5	-
NOW	3	2	2	2	2	1	4	-
OHT	2	2	1	2	2	1	4	-
0.7 CCB	4	1	2	1	1	1	4	-
2.8 CCB	1	1	1	1	1	1	1	-
Douglas	3	1	3	3	3	3	4	3-4
Oak	1	3	1	5	5	4	5	2
Pine	5	1	4	4	5	5	5	3-5
Pine sap	5	5	5	5	5	5	5	5

Note: *P. placenta* = *Poria placenta*; *C. versicolor* = *Coriolus versicolor*; *C. puteana* = *Coniophora puteana*; NOW = New Option Wood; OHT = oil-heat-treated wood; CCB = chromium copper boron.

The worst durability classification of the heat treated materials in laboratory was obtained in basidiomycetes tests with *P. placenta*: Premium was classified as slightly durable (DC 4), Plato and NOW were moderately durable (DC 3), and OHT was assigned as durable (DC 2). Compared with pine (DC 5) and pine sapwood (DC 5) a significant increase in durability was achieved by the heat treatments. The heartwoods of Douglas fir and oak (oak against *C. versicolor*) were classified as moderately durable (class 3), similar to the thermally modified materials. A CCB retention of 17 kg/m³ led to a very durable (DC 1) classification, whereas the samples with low retention of CCB (6 kg/m³) were classified as slightly durable (DC 4).

The influence of different soil types in a laboratory soil box test on the resulting durability class of the heat-treated timber was negligible. All thermally modified samples were classified as durable (DC 2), whereas the untreated controls and references were less durable: Douglas fir was moderately durable (DC 3), while oak heartwood and pine sapwood/ heartwood were not durable (DC 5). CCB treatments, independent of the retention, resulted in very slight decay and consequently in a very durable (DC 1) classification.

Based on the determined decay above ground in the double layer (Figure 7.2-2), the durability factor f was calculated and diagrammed for the durability classification (Figure 7.2-6).

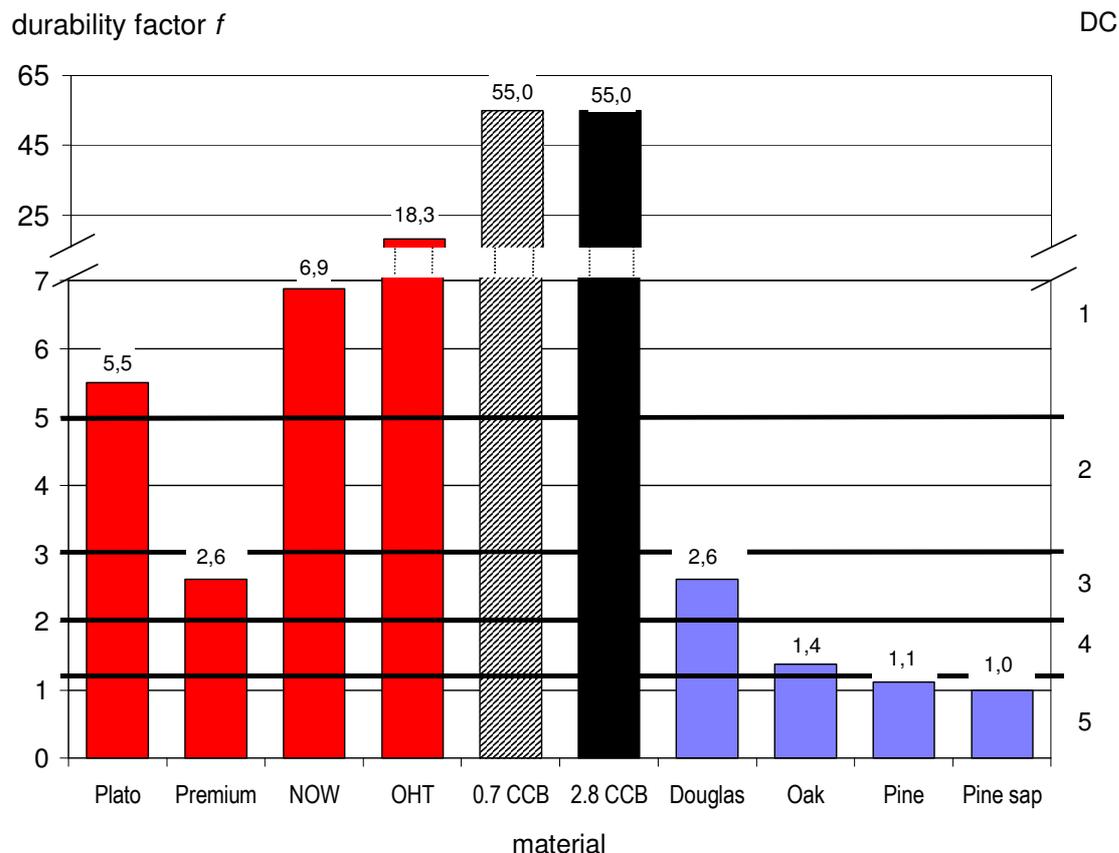


Figure 7.2-6. Durability factor f of the different materials after 5.5 years' exposure in double layer above ground and corresponding classes of natural durability. DC = durability class; NOW = New Option Wood; OHT = oil-heat treated wood; CCB = chromium copper boron.

In the double-layer exposure (EHC 3) all thermally modified materials achieved a very durable (DC 1) classification, except for Premium, which was only moderately durable (DC 3). The CCB-preserved samples were classified as very durable (DC 1), independent of the retention level. The untreated controls were moderately durable (Douglas, DC 3) and slightly durable (oak, DC 4) to not durable (pine and pine sapwood, DC 5). The low significance of laboratory results from tests against pure basidiomycete cultures for the performance prediction in real-life situations in EHC 3 becomes obvious when considering the durability classification based on results with *P. placenta*. The heat-treated materials as well as pine sapwood with low retention of CCB performed well in a real-life situation in EHC 3 after 5.5 years, which would not have been expected from the durability classification based on results with *P. placenta*. The divergence between results from laboratory testing on the one hand and

experiences from real-life or in-service testing on the other is supported by other authors (Rapp, 2003; Grinda, 2003; Rapp et al., 2005; Junga & Militz, 2005). The reason for these differences is the test situation itself, where TMT specimens are artificially moistened and tested against pure cultures with an exclusion of natural biodiversity, as well as the protective mechanism of TMT, which is based mainly on reduced water sorption, which is not reflected in conventional standard tests. Therefore, the standard tests need to be adjusted to reflect the performance found in certain real-life situations (Brischke et al., 2006). Thus, field tests are necessary for reliable performance prediction in EHC 3.

Differences in assigned durability classes were also found with respect to the exposure conditions in field tests. In contrast to the double-layer test, soil contact tests resulted in significantly lower durability classification (Figure 7.2-7). Premium samples were not durable (DC 5) in soil contact, while all other thermally modified materials were slightly durable (DC 4). Douglas fir heartwood was classified as slightly durable (DC 4), whereas the other untreated references, including oak heartwood, were found to be not durable (DC 5). The untreated pine, pine sapwood and oak were also rated as not durable (DC 5), while Douglas and pine sapwood with low retention of CCB were slightly durable (DC 4). Only a high CCB retention led to a very durable rating (DC 1) after 5.5 years' exposure in contact with soil.

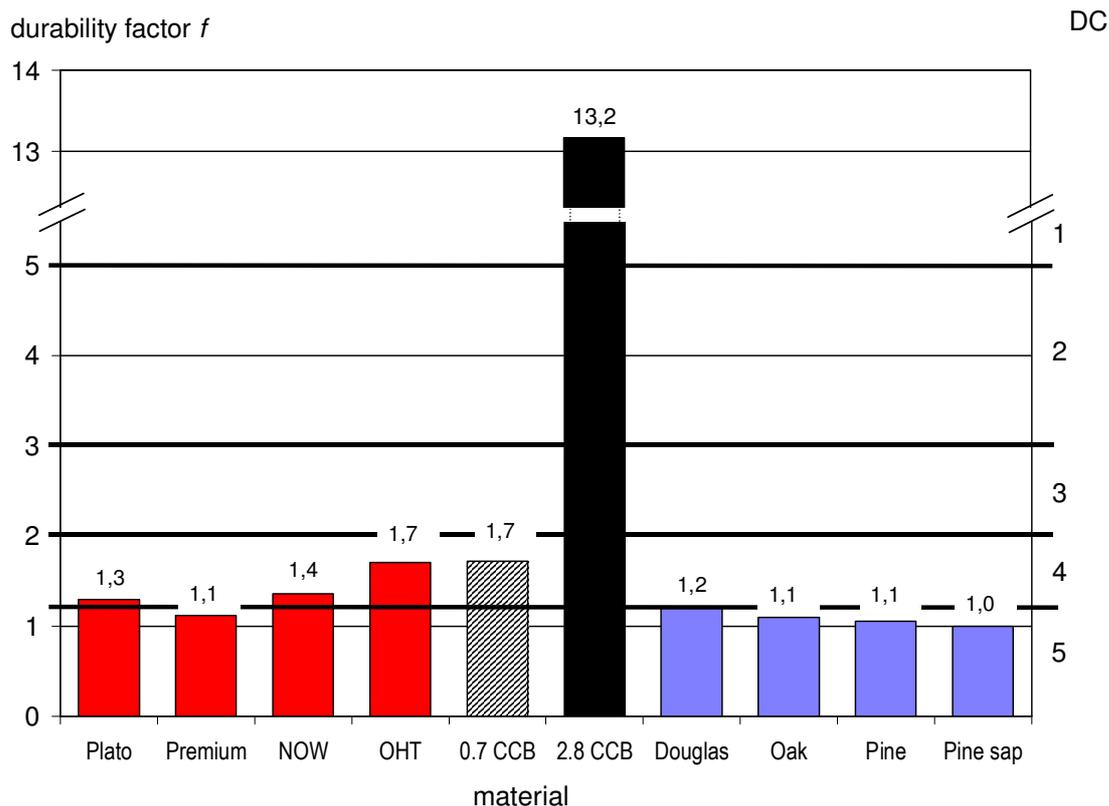


Figure 7.2-7. Durability factor f of the different materials after 5.5 years' exposure in soil, in accordance with EN 252 (1990), and corresponding classes of natural durability. DC = durability class; NOW = New Option Wood; OHT = oil-heat treated wood; CCB = chromium copper boron.

However, the classification of TMT samples in soil contact tests as slightly durable to not durable (DC 4 to DC 5) differs from classifications obtained after soil box tests and basidiomycetes tests against *P. placenta* (DC 2 - 4) and field tests in EHC 3 (DC 1 - 3). This shows that laboratory standard tests alone are not a suitable tool to predict the performance of TMT in real-life situations: the durability classes determined by laboratory standard tests were worse than the durability found in EHC 3, but better than determined in EHC 4.

7.2.4 Conclusion

All thermally modified materials showed a significantly improved natural durability in laboratory standard tests and in above-ground application after 5.5 years' exposure. In contrast, the different thermally modified materials were classified only as slightly durable (DC 4) to not durable (DC 5) after 5.5 years' exposure in soil contact in the test field at BFH. This is contrary to the statements of some suppliers. On the basis of 5.5 years of field testing,

thermally modified material (independent of the treatment process and supplier) appears to be unsuitable for in-ground contact applications. The suitability of TMT, independent of the modification process, for out-of-ground applications in EHC 3 was ascertained and is recommended.

7.2.5 References

- Augusta, U. & Rapp, A. O. (2005). Die natürliche Dauerhaftigkeit wichtiger heimischer Holzarten unter bautypischen Bedingungen. Tagungsband zur 24. Holzschutz-Tagung der DGfH in Leipzig.
- Boonstra, M. & Doelman, P. (1999). Die Eigenschaften von Plato veredeltem Holz. Plato Hout BV: Plato veredeltes Holz.
- Brischke, C. & Rapp, A. O. (2004). Investigation of the suitability of silver fir (*Abies alba* Mill.) for thermal modification (Document No. IRG/WP/04-10457). Stockholm: International Research Group on Wood Protection.
- Brischke, C. & Rapp, A. O. (2005). Experimental approach for service life prediction of wooden materials. In Proceedings of the 10th International Conference on Building Materials and Components, TT6-198. Lyon, France, 17-21 April 2005.
- Brischke, C., Rapp, A. O. & Bayerbach, R. (2006). Decay influencing factors: A basis for service life prediction of wood and wood-based products. Wood Material Science and Engineering, in press
- Edlund, M.-L. (1998). Durability of untreated wood exposed in terrestrial test fields and microcosms. *Material und Organismen*, 32, 235-275.
- European Committee for Standardization (1990) EN 252. Wood preservatives. Field test methods for determining the relative protective effectiveness in ground contact.
- European Committee for Standardization (1992) EN 335-1. Durability of wood and wood-based products - Definition of use classes with regard to biological attack - Part 1: General.
- European Committee for Standardization (1994a) EN 350-1. Durability of wood and wood-based products - Natural durability of solid wood - Part 1: Guide to the principles of testing and classification of the natural durability of wood.

- European Committee for Standardization (1994b) EN 350-2. Durability of wood and wood-based products. Part 2: Guide to natural durability and treatability of selected wood species of importance in Europe.
- European Committee for Standardization (1994c) EN 460. Durability of wood and wood-based products - Natural durability of solid wood - Guide to the durability requirements for wood to be used in hazard classes.
- European Committee for Standardization (1996) EN 113. Wood preservatives - Determination of toxic values of wood preservatives against wood destroying Basidiomycetes cultures on agar medium.
- European Committee for Standardization (1997) EN 807. Wood preservatives - Determination of the toxic effectiveness against soft rotting micro-fungi and other soil inhabiting micro-organisms.
- Gersonde, M. & Kerner, W. (1984). Soft rot tests with soils of different origin (Document No. IRG/WP/84-2226). Stockholm: International Research Group on Wood Protection.
- Gray, S. M. (1986). Effect of soil type and moisture content on soft rot testing (Document No. IRG/WP/2270). Stockholm: International Research Group on Wood Protection.
- Grinda, M. (2003). Schwierigkeiten bei der Bewertung von Prüfergebnissen biologischer Prüfungen. Tagungsband zur 23. Holzschutz-Tagung der DGfH in Augsburg (pp. 141-156).
- Hale, M., Ghosh, S. C. & Spear, M. J. (2005). Effects of artificial UV weathering and soft rot decay on heat treated wood (Document No. IRG/WP/05-40302). Stockholm: International Research Group on Wood Protection.
- Jämsä, S. & Viitaniemi, P. (1998). Heat treatment of wood. Better durability without chemicals. Nordiske Trebeskyttelsesdager, 47-51.
- Junga, U. & Militz, H. (2005). Besonderheiten bei der biologischen Prüfung einiger modifizierter Hölzer. In Tagungsband der 23. Holzschutz-Tagung der DGfH am 12. Und 13.04.2005 in Leipzig. München: Deutsche Gesellschaft für Holzforschung, 2005, S 139-156.
- Kamdem, D. P., Pizzi, A., Guyonnet, R. & Jermannaud, A. (1999). Durability of heat-treated wood (Document No. IRG/ WP/99-40145). Stockholm: International Research Group on Wood Protection.

- Leithoff, H. & Peek, R.-D. (1998). Hitzebehandlung - Eine Alternative zum chemischen Holzschutz. Tagungsband zur 21. Holzschutz-Tagung der DGfH in Rosenheim (pp. 97-108).
- Mayes, D. & Oksanen, O. (2002). ThermoWood handbook. Finnforest, Stora: ThermoWood.
- Mieß, S. (1997). Einfluss des Wasserhaushaltes auf Abbau und Fäuletypen in terrestrischen Mikrokosmen. Diploma thesis, University of Hamburg, Germany.
- Militz, H. (2002). Thermal treatment of wood: European processes and their background (Document No. IRG/WP/02-40241). Stockholm: International Research Group on Wood Protection.
- Rapp, A. O. (2003). Prüfung der Dauerhaftigkeit vergüteter Hölzer. Tagungsband zur 23. Holzschutz-Tagung der DGfH in Augsburg (pp. 127-139).
- Rapp, A. O. & Sailer, M. (2000). Heat treatment of wood in Germany - State of the art. In Proceedings of the Seminar on Production of Heat Treated Wood in Europe, Helsinki, 20 November 2000. Tekes Lahontorjuntayhdistys ry Kestopuu.
- Rapp, A. O. & Sailer, M. (2001). Oil-heat treatment of wood in Germany - State of the art. European Commission, Directorate-General for Research, EUR 19885. Proceedings of the Special Seminar, Antibes, France, 9 February 2001 (pp. 47-64).
- Rapp, A. O., Sailer, M. & Westin, M. (2000). Innovative Holzvergiftung - Neue Einsatzbereiche für Holz. In Tagungsband zur 17. Dreiländer-Holztagung 2000. Zürich: Schweizerische Arbeitsgemeinschaft für Holzforschung, Holz ART 2000 (pp. 153-160).
- Rapp, A. O., Berninghausen, C., Bollmus, S., Brischke, C., Frick, T., Haas, T., et al. (2005). Hydrophobierung von Holz - Erfahrungen nach 7 Jahren Freilandtests. Tagungsband zur 24. Holzschutz-Tagung der DGfH in Leipzig (pp. 157-169).
- Sailer, M., Rapp, A. O., Leithoff, H. & Peek, R.-D. (2000). Vergütung von Holz durch Anwendung einer Öl-Hitze-Behandlung. Holz als Roh- und Werkstoff, 58, 15-22.

- Syrjänen, T. (2001). Production and classification of heat treated wood in Finland. In Review on heat treatments of wood. In: A. O. Rapp (Ed.), Proceedings of the Special Seminar on Heat Treatments, Antibes, France, 9 February 2001 (pp. 7-15). Luxembourg: Office for Official Publications of the European Communities.
- Syrjänen, T. & Kangas, E. (2000). Heat treated timber in Finland (Document No. IRG/WP/00-40158). Stockholm: International Research Group on Wood Protection.
- Tjeerdsma, B. F., Stevens, M. & Militz, H. (2000). Durability aspects of (hydro)thermal treated wood (Document No. IRG/ WP/00-40160). Stockholm: International Research Group on Wood Protection.
- Vernois, M. (2000). Heat treatment of wood in France - State of the art. In Proceedings of the Seminar on Production of Heat Treated Wood in Europe, Helsinki, 20 November 2000. Tekes Lahontorjuntayhdistys ry Kestopuu Oy.
- Vernois, M. (2001). Heat treatment of wood in France - State of the art. In A. O. Rapp (Ed.), Review on heat treatments of wood. Proceedings of the Special Seminar on Heat Treatments, Antibes, France, 9 February 2001 (pp. 35-42). Luxembourg: Office for Official Publications of the European Communities.
- Welzbacher, C. R. & Rapp, A. O. (2003). Thermische Verfahren - Verfahrensübergreifender Vergleich. Tagungsband zur 23. Holzschutz-Tagung der DGfH in Augsburg (pp. 97-112).
- Welzbacher, C. R., Wehsener, J., Haller, P. & Rapp, A. O. (2006). Biologische und mechanische Eigenschaften von verdichteter und thermisch behandelte Fichte (*Picea abies*). Holztechnologie, 3/2006, 13-18.
- Westin, M., Rapp, A. O. & Nilsson, T. (2004). Durability of pine modified by 9 different methods (Document No. IRG/WP/04- 40288). Stockholm: International Research Group on Wood Protection.

Wienhaus, O. (1999). Modifizierung des Holzes durch eine milde Pyrolyse -
Abgeleitet aus den allgemeinen Prinzipien der Thermolyse des Holzes.
Wissenschaftliche Zeitschrift der Technischen Universität Dresden,
48(2), 17-22.

Received 22 August 2006; accepted 7 February 2007

7.3 Publikation III: Surface properties of thermally treated wood – wear, abrasion and hardness

Wood modification: Processes, Properties and Commercialisation. European Conference on Wood Modification, October 6th/7th, 2005, Göttingen, Germany

SURFACE PROPERTIES OF THERMALLY TREATED WOOD – WEAR, ABRASION AND HARDNESS

C. Brischke¹, S. Reich, A.O. Rapp² and C.R. Wolfbacher¹

¹Federal Research Centre of Forestry and Forest Products (BFW), Leuschnerstr. 91, D-21031 Hamburg, Germany (Tel: +49 40 73962 439/ 421/ 446 Fax: +49 40 73962 480) [c.brischke@holz.uni-hamburg.de http://www.bfaw.de]
²University of Hamburg, Germany, Department of Wood Biology

Keywords: Abrasion resistance, hardness, shaker method, taber abraser, testing, thermal modification, wear resistance

ABSTRACT

The surface performance of thermally treated wood is characterised by its optical appearance, as well as by some mechanical properties including hardness, wear resistance, and abrasion resistance. In this study 'mechanical' surface properties, which are especially important for outdoor applications (terrace floorings, deckings), were investigated on heat treated timbers. The results from three different methods, *i.e.* the "shaker method", the taber abraser method, and a Brinell hardness test were compared among each other and evaluated regarding their relevance for practice. Correlations were determined between the heat treatment intensity and the different surface properties. The influence of a thermal treatment on the surface performance of the timber is discussed, as well as the suitability of the different methods for testing of thermally modified wood.

INTRODUCTION

Relevance of surface properties in practice

Besides claddings and facades, thermally treated wood is mostly used as horticultural products, *e.g.* wooden decks, floorings, steps and stairs. Concerning these applications, two types of hardness properties of modified wood are differentiable. 'Mechanical hardness', which is the load carrying capacity of the material, is the critical property for all load bearing applications. On the other hand 'surface hardness' in terms of resistance to abrasion, splintering and flake offs is of higher importance for all non- or less-load-bearing applications. Especially for floorings and deckings this 'surface hardness' becomes the decisive property of the material. Although hardness is the most often reported surface property of heat treated wood (*i.a.* Jämsä and Viitaniemi 2001), it is well known, that thermally treated wood becomes more brittle and tends to show more splinters and flake offs compared to untreated wood (Jämsä and Viitaniemi 2001, Millitz 2000, Rapp and Sailer 2001), whereby this becomes at least as critical as hardness for heat treated materials. Therefore, in this study two different abrasion tests and a standard Brinell hardness test were carried out by using wood heat treated with certain intensities to compare the results among each other.

Abrasion resistance - Suitable test methods

Abrasion is described as a combination of different stress types, like shearing-, compressive-, impact-, and friction-stresses, which all occur together on the wood surface and show an increased effect by the impact of sand or other particles (Kollmann 1981). Only a few tools for

C. Brischke¹, S. Koch², A.O. Rapp¹ and C.R. Welzbacher¹

¹Federal Research Centre of Forestry and Forest Products (BFH),
Leuschnerstr. 91, D-21031 Hamburg, Germany

²University of Hamburg, Germany
Department of Wood Biology

Abstract

The surface performance of thermally treated wood is characterized by its optical appearance as well as by some mechanical properties including hardness, wear resistance, and abrasion resistance. In this study “mechanical” surface properties, which are especially important for outdoor applications (terrace floorings, deckings), were investigated on heat treated timbers. The results from three different methods, i.e. the “shaker method”, the taber abraser method, and a Brinell hardness test were compared among each other and evaluated regarding their relevance for practice. Correlations were determined between the heat treatment intensity and the different surface properties. The influence of a thermal treatment on the surface performance of the timber is discussed as well as the suitability of the different methods for testing of thermally modified wood.

Keywords: abrasion resistance, hardness, shaker method, taber abraser, testing, thermal modification, wear resistance

7.3.1 Introduction

Relevance of surface properties in practice

Besides claddings and facades, thermally treated wood is mostly used as horticultural products, e.g. wooden decks, floorings, steps and stairs. Concerning these applications, two types of hardness properties of modified wood are differentiable. „Mechanical hardness“, which is the load carrying capacity of the material, is the critical property for all load bearing applications.

On the other hand „surface hardness” in terms of resistance to abrasion, splintering and flake offs is of higher importance for all non- or less-load-bearing applications. Especially for floorings and deckings this “surface hardness” becomes the decisive property of the material. Although hardness is the most often reported surface property of heat treated wood (i.a. Jämsä and Viitaniemi 2001), it is well known, that thermally treated wood becomes more brittle and tends to show more splinters and flake offs compared to untreated wood (Jämsä and Viitaniemi 2001, Militz 2000, Rapp and Sailer 2001), whereby this becomes at least as critical as hardness for heat treated materials. Therefore, in this study two different abrasion tests and a standard Brinell hardness test were carried out by using wood heat treated with certain intensities to compare the results among each other.

Abrasion resistance - Suitable test methods

Abrasion is described as a combination of different stress types, like shearing-, compressive-, impact-, and friction-stresses, which all occur together on the wood surface and show an increased effect by the impact of sand or other particles (Kollmann 1981). Only a few tools for the determination of this measurands can be found in literature and standards, which are mainly blasting techniques or sanding machines, as the taber abraser, one of the few standardized methods.

The Taber abraser method according to DIN EN 438-2 (1992) was developed for testing High Pressure Laminated (HPL) boards. A rotating sand paper is pressed on the board with a defined force and the number of rounds, which is needed for the abrasion of the top layer is measured. It is obvious, that the principle of this testing method is not suitable for testing of thermally treated solid wood and has to be modified, even if it is possible to get board-like specimens of at least 100 x 100 mm².

Against the background of the shown disadvantages, a new method was developed with special focus on testing of thermally modified wood. Therefore a test device was chosen, which consists of an ordinary laboratory overhead shaker fitted with polyethylene flasks. The flasks were filled with small solid wood specimens and an abrasive. This way solid wood specimens were

abraded in their total volume by shaking them, wherefore the method was henceforth called the “shaker method”, described for the first time by Brischke and Rapp (2004).

7.3.2 Experimental

Material and heat treatments

For all three experiments wood heat treated up to certain decreases in mass and axially matched untreated controls were used. For the Taber abraser tests and the Brinell hardness tests beech (*Fagus sylvatica* L.) and silver fir (*Abies alba* Mill.) were used. Specimens of 120x120x16 mm³ were wrapped in aluminum foil and heat treated in air atmosphere. For the “Shaker” tests oak (*Quercus petraea* Liebl.) and Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) were added and specimens of 35x10x10 mm³ were heat treated as described for the other tests. The decrease in mass by the heat treatment was determined for all specimens by weighing them before and after the treatment.

Resistance to abrasion – Taber abraser method

The Taber abraser tests were carried out according to EN 438-2 (1992). The following modifications were made in order to allow testing of solid wood: A total of 27 specimens of 100x100x7 mm³ were cut out of the heat treated samples and conditioned in 20°C/65%RH. The tree rings of all specimens were oriented 45° to their cutting edges. After weighing and measuring of the thickness at 4 points, the specimens were clamped into the Taber abraser and abraded with sanding paper S-42 with approx. 60 min⁻¹ for 1000 rounds. Afterwards the mass loss and the decrease in thickness by abrasion were determined.

Resistance to abrasion – Shaker method

After Brischke and Rapp (2004) the resistance to abrasion was determined as follows: For each wood species a total of 120 heat treated specimens and 30 untreated controls was tested. Therefore the specimens of 35x10x10 mm³ were oven dried and weighed. Five of them were put into a polyethylene flask of 0,5 l together with 400 g of steel balls of 6 mm diameter. The filled flasks were put in an overhead shaker and rotated with 28 min⁻¹ for 72 hours. After this, the

specimens were cleansed of wood dust by air pressure, oven dried and weighed again to determine the abrasion in terms of mass loss. Five specimens were weighed together and gave one replicate.

Brinell hardness

The Brinell hardness was determined according to DIN EN 1534 (2000) with a hardness testing machine (Zwick & Co, Einsingen) at the same specimens, which were used for the Taber abraser tests. At 5 measuring points a steel ball (10mm diameter) was pressed into the wood with 500N for 25s and the imprints of the calottes were measured. For each specimen the 5 single values were averaged for calculation of the Brinell hardness.

7.3.3 Results and Discussion

The results from the Taber abraser tests (Figure 7.3-1) showed a correlation between the loss in mass, and thickness respectively, and the heat treatment intensity in terms of decrease in mass by the treatment. Even if a strong correlation was not found, the influence of the thermal modification on the resistance to abrasion became evident. The pure grinding by the Taber abraser seemed not to be a very critical stress type for heat treated wood, because neither the beech wood nor the silver fir samples showed an abrasion higher than 1% decrease in thickness even for the highest treatment intensities.

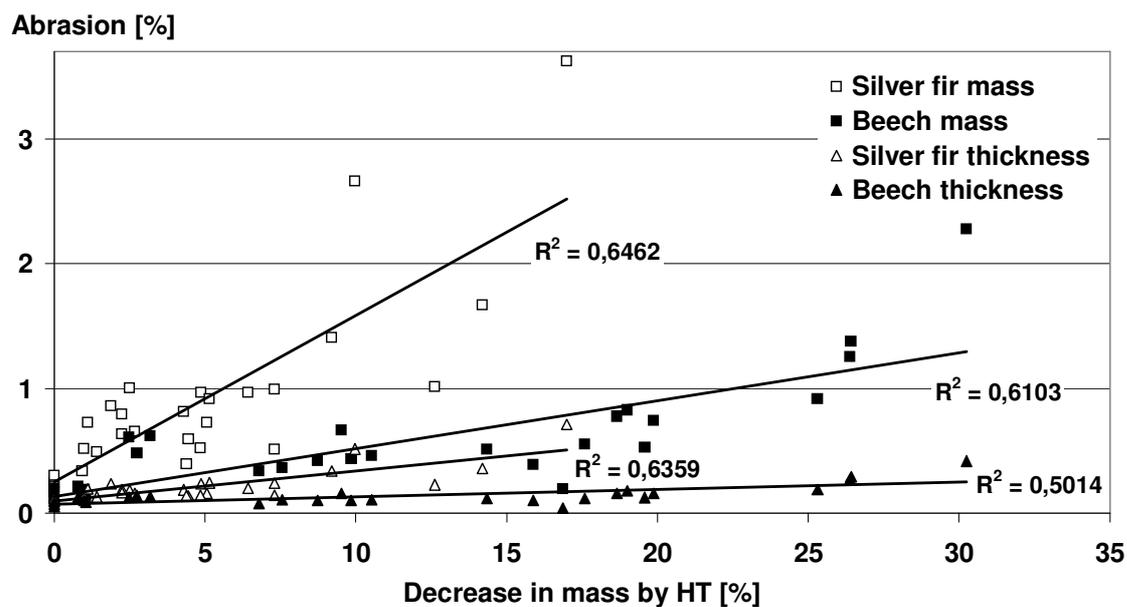


Figure 7.3-1: Correlation between the abrasion determined with a Taber abraser and the intensity of heat treatments expressed by the decrease in mass determined for silver fir and beech samples

As can be seen from Figure 7.3-2 both hardwoods - oak and beech - were only very slightly influenced by the heat treatment in terms of their resistance to abrasion when applying the Shaker method. Absolutely in contrast, a mass loss by abrasion up to 6% for pine and up to 14% for silver fir was found. Compared to the abrasion of beech, a factor of 12 was calculated. These results showed, that the “surface hardness” – mentioned at the beginning – is at least of same importance as the “mechanical hardness”, which is already well known for thermally treated wood (Bengtsson *et al.* 2002, Brischke and Rapp 2004, Kamdem *et al.* 2002, Rapp and Sailer 2001, Seborg *et al.* 1953, Syrjänen and Kangas 2000, Viitanen *et al.* 1994).

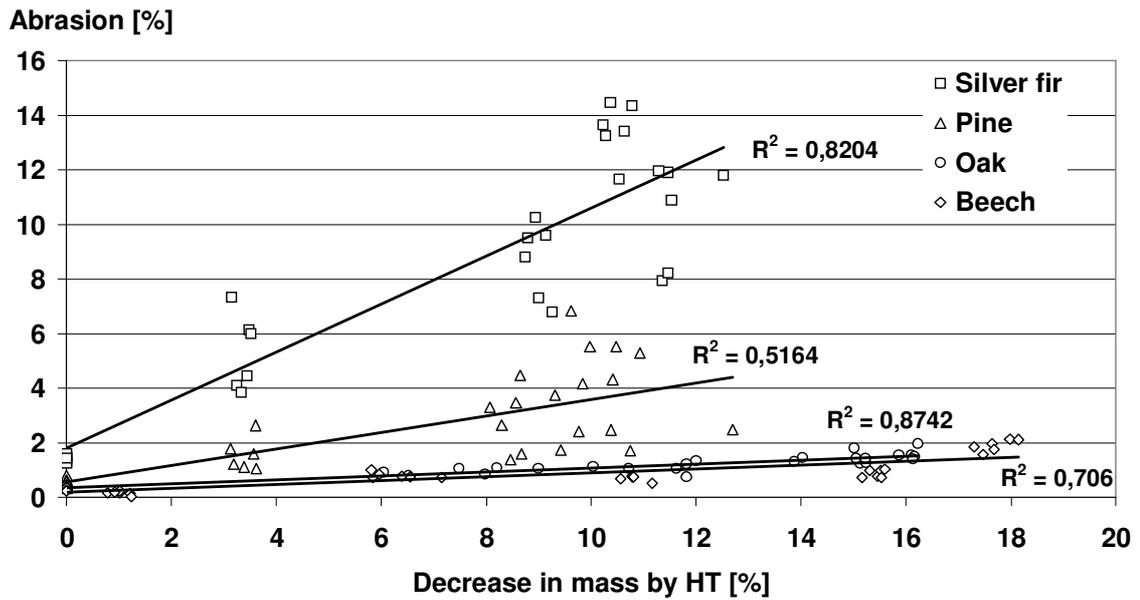


Figure 7.3-2: Correlation between the abrasion by shaking steel balls and the intensity of heat treatments expressed by the decrease in mass determined for silver fir, pine, oak and beech samples

When comparing the typical damage caused by the Taber abraser and by the Shaker method (Figure 7.3-3) with examples of worn wood in service, it becomes obvious, that more realistic abrasion stress is induced by the Shaker method, e.g. broken and rounded edges of the specimens, or a decking board respectively.



Figure 7.3-3: Abrased specimens: left: surface of a heat treated beech specimen after 1000 rounds in the Taber abraser (x10); right: heat treated silver fir specimens after 72 h abrasion in the shaker

The decrease in Brinell hardness correlated well with increasing intensity of the heat treatment, but was found to be less critical than the decrease in abrasion resistance determined in the Shaker test.

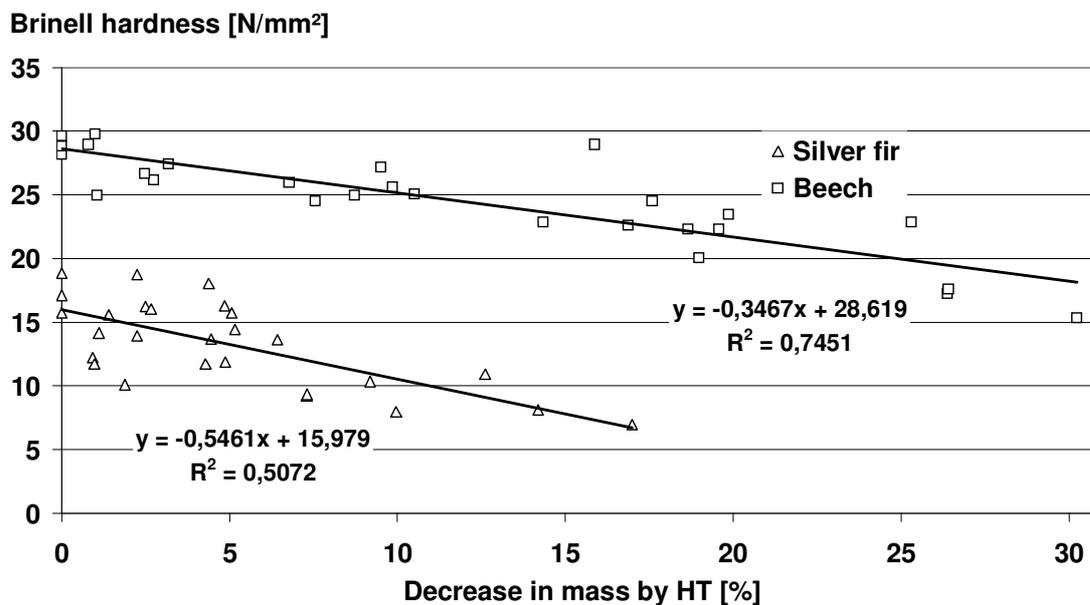


Figure 7.3-4: Correlation between the Brinell hardness and the intensity of heat treatments expressed by the decrease in mass determined for silver fir and beech wood

7.3.4 References

- Militz, H. (2000). Alternative Schutz- und Behandlungsverfahren. In: Tagungsband zur 22. Holzschutztagung der DGfH in Bad Kissingen. pp. 139-152.
- Bengtsson, C., Jermer, J. and Brem, F. (2002). Bending strength of heat-treated spruce and pine timber. The International Research Group on Wood Preservation. Document No. IRG/WP 02-40242.
- Brischke, C. and Rapp, A.O. (2004). Investigation of the suitability of silver fir (*Abies alba* Mill.) for thermal modification. The International Research Group on Wood Preservation. Document No. IRG/WP/03-10457.
- DIN EN 438-2 (1992). Platten auf Basis härtpbarer Harze. Teil 2: Bestimmung der Eigenschaften.
- DIN EN 1534 (2000). Parkett und andere Holzfußböden – Bestimmung des Eindruckwiderstandes (Brinell) – Prüfmethode.

- Jämsä, S. and Viitaniemi, P. (2001). Heat treatment of wood – Better durability without chemicals. In: Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments. 09.02.2001 in Antibes. pp. 17-22.
- Kamdem, D.P., Pizzi, A. and Jermannaud, A. (2002). Dauerhaftigkeit von hitzebehandeltem Holz. Durability of heat-treated wood. Holz als Roh- und Werkstoff, 60(1), 1-6.
- Kollmann, F. (1981). Die Problematik des Abnutzungswiderstandes von Holz. Holz-Zentralblatt 75, 1208-1209.
- Militz, H. (2000). Alternative Schutz- und Behandlungsverfahren. In: Tagungsband zur 22. Holzschutztagung der DGfH in Bad Kissingen. pp. 139-152.
- Rapp, A.O. and Sailer, M. (2001). Oil heat treatment of wood in Germany – State of the art. In: Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments. 09.02.2001 in Antibes. pp. 43-60.
- Seborg, R.M., Tarkow, H. and Stamm, A.J. (1953). Effect of heat upon dimensional stabilisation of wood. Journal of Forest Products Research Society 3(3), 59-67.
- Syrjänen, T. and Kangas, E. (2000). Heat treated timber in Finland. The International Research Group on Wood Preservation. Document No. IRG/WP 00-40158.
- Viitanen, H., Jämsä, S., Paajanen, L., Nurmi, A. and Viitaniemi, P. (1994). The effect of heat treatment on the properties of spruce. A preliminary report. The International Research Group on Wood Preservation. Document No. IRG/WP 94-40032, 4 p.

Submitted 31.12.2004, published 07.10.2005

7.4 Publikation IV: Increased resistance of thermally modified timber (TMT) against brown rot decay – Study on the mode of protective action

Wood Research. In press.



Welzbacher, C. R.^{1*}; Jazeryeri, L.²; Rapp A.O.¹, Brischke, C.¹

¹Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH),
Hamburg, Germany

²University of Applied Sciences, Faculty of Wood Technology,
Eberswalde, Germany

*Corresponding author

Institute for Wood Biology and Wood Protection,

Leuschnerstr. 91, 21031 Hamburg, Germany

Phone: +49-40-73962446

E-mail: c.welzbacher@holz.uni-hamburg.de

Abstract

The reasons for the increased decay resistance of thermally modified timber (TMT) are not yet fully understood and were therefore examined in this study. Spruce specimens heat treated at 200 and 220 °C were successively extracted and additionally treated with 2%-KOH solution to modify the moisture sorption properties. The extracts were surveyed regarding their inhibitory effect on fungal growth, while the extracted specimens were tested against *Poria placenta* to determine the decay resistance. Furthermore, maximum swelling and equilibrium moisture content (EMC) were determined. The decrease in swelling and EMC as well as the increased decay resistance of TMT were not affected by extraction and further on, none of the extracts revealed an inhibitory effect. In contrast, the alkali treatment provoked enhanced moisture sorption of TMT specimens and lead to increased fungal decay at the same time. Thus it is assumed, that the reduced moisture sorption of TMT, coming along with reduced accessibility for wood degrading agents, is mainly responsible for the increased decay resistance.

Keywords: extraction, fungal decay, heat treatment, KOH treatment, moisture sorption, swelling properties

7.4.1 Introduction

The ability of thermal modification processes to improve the resistance against fungal decay of wooden products was intensively investigated and promoted in recent years (Brischke and Rapp 2004, Syrjänen and Kangas 2000, Boonstra and Tjeerdsma 2006, Del Menezzi and Tomaselli 2006). On account of the increased durability of thermally modified timber (TMT) compared to untreated material, its application above ground in European Hazard Class 3 (EHC 3, EN 335-1, 1992) is recommended and established (Jämsä and Viitaniemi 1998, Wienhaus 1999). This improvement in biological durability is a result of the impact of heat that modifies the cell wall structure (Kollmann and Fengel 1965, Leithoff and Peek 1998) and therefore it is not exclusively related to a specific industrial heat treatment process (Welzbacher and Rapp 2007).

However, possible reasons for the increased biological durability of TMT are discussed controversially, and can be outlined in four conceivable hypotheses:

- 1) Formation of extractives during the thermal decomposition that act as biocides (i.a. Kamdem *et al.* 2000, Mazela *et al.* 2003),
- 2) Reduction of water sorption, which limits the growth and enzymatic activity of wood decay fungi (i.a. Vernois 2001, Boonstra and Tjeerdsma 2006) coming along with a reduced percentage of micro voids in the cell wall (Junghans *et al.* 2005) that restricts the accessibility of wood degrading agents (Schwarze and Spycher 2005),
- 3) Rearrangement of the carbohydrate- and lignin-structure that leads to a non-recognition by enzymes released by wood-destroying fungi (i.a. Hakkou *et al.* 2005, Paul *et al.* 2006),
- 4) Degradation and removal of the nutritive source (mainly hemicelluloses) for fungal decay (i.a. Militz 2002, Weiland and Guyonnet 2003).

The hypothesis No. 3) and No. 4) have been addressed frequently in the recent past and are regarded as potential approaches to explain the changes in

biological durability (Weiland and Guyonnet 2003, Boonstra and Tjeerdsma 2006). The present study contributes to the discussion about the reasons for the increased durability of TMT by examining potential approaches with particular consideration of hypothesis No. 1) and No. 2).

For this purpose, the inhibitory effect of extracts from TMT on fungal growth as well as the resistance against fungal decay of extracted heat treated spruce specimens were examined. Furthermore, the water sorption properties of heat treated and extracted specimens were changed by alkali treatment and investigated regarding their contribution to improved fungal resistance.

7.4.2 Material and Methods

Preparation of wood specimens

Axially matched specimens of 5x20x20 mm³ (long. x rad. x tang.) were cut from 16 different stakes of Norway spruce (*Picea abies* Karst.) and used in all tests. 192 spruce specimens were submitted to two different heat treatments, in groups of 6 tightly wrapped in aluminum foil to minimize oxidation processes. After oven drying at 103°C, the heat treatments were carried out in a drying oven at 200°C and 220°C for 3 h. The decrease in mass (dm) caused by gasification of wood substance during the thermal modification process was used as a measure of the heat treatment intensity. It was determined by weighing the oven-dried specimens before and after the heat treatment to the nearest 0.001 g.

Pine sapwood (*Pinus sylvestris* L.) specimens of 5x20x20 mm³ (long. x rad. x tang.) were used in addition as controls and virulence samples in biological laboratory tests.

Extraction of wood specimens

Heat treated und untreated spruce specimens were extracted successively with petroleum ether, acetone/water (9:1), and methanol/water (4:1). In each case, one wood specimen and 20 ml extracting agent were filled in a test tube (Greiner, 30 mm diameter/ 115 mm height) and placed in an ultrasonic bath (Bandelin Sonorex Super RK102H) for the first extraction phase of 45 minutes at 20°C. Afterwards the test tubes were put in an overhead shaker with a rotary

frequency of 80 min^{-1} for 15 hours at 20°C . The different extractive solutions were separated and stored deep frozen at -20°C for further utilization. The mass loss by extraction of each specimen was calculated as a percentage of the initial dry mass by oven drying the specimens at 103°C and weighing to the nearest 0.001 g .

Furthermore, unextracted and successively extracted specimens were alkali-treated with a 2% solution of caustic potash (KOH) at 100°C for 4 hours and afterwards kept immersed in the particular KOH solution for 18 hours at 20°C . The pH-value of KOH treated specimens either remained non-neutralized or it was neutralized with a solution of 8% oxalic acid ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$) or by elution with deionised water. In the same way, the KOH solution used for alkali treatment was either kept non-neutralized or neutralized with a solution of 8-percent oxalic acid for further utilization in fungal growth tests.

Swelling properties and equilibrium moisture content

Maximum swelling of the specimens was determined after water vacuum-pressure impregnation (vacuum: 20 mbar, 30 min; pressure: 8 bar, 30 min) and subsequent water storage at 60°C for 24 h to determine the change in dimensional stability caused by the heat treatment as well as by the extraction. Furthermore, maximum swelling of extracted and unextracted specimens was also determined after treatment with KOH solution at 100°C for 4 hours and subsequent soaking in the KOH solution for 18 hours at 20°C . In both cases, the swelling was determined by measuring the oven dry and wet dimension of the specimens according to EN 52 184 (1979).

The equilibrium moisture content (EMC) of $n = 26$ specimens for each combination of heat treatment and extraction/ KOH-treatment was determined at $20^\circ\text{C}/75\%\text{RH}$. Therefore the specimens were placed in desiccators at 20°C over saturated salt solution (NaCl, RH of 75%) until constant mass was reached (48 days). To assure an equal climate inside the desiccators and to prevent growth of mould, each of the desiccators was equipped with an axial fan, placed between the salt solution and the specimens, securing a constant air stream of 1.3 m/s . EMC at 20°C and $75\%\text{RH}$ was calculated according to DIN 52 183 (1977).

Fungal growth tests

The extracts of untreated and heat treated wood specimens were tested in terms of their inhibitory effect on fungal growth. Therefore the extracts of eight wood specimens from each successive extraction were filled in a volumetric flask of 750 ml and topped up with 160 ml of the particular extractive solvent used. The solved extracts were then applied to filter paper strips of 40x10 mm² and 0.046 g, which were cut from filter paper circles of 125 mm diameter, Type 595, Schleicher & Schüll, Dassel, Germany. Based on the initial extractive content of wood samples, expressed as mass loss by extraction, a basic (c = 1), a twofold (c = 2) and a threefold (C=3) concentration of extracts on filter paper strips was applied to examine the inhibitory effect of the extracts in dependency of their concentration.

The filter paper strips were then placed on malt agar in the centre of the Petri dishes (90 mm diameter) at 22°C and 70%. Cultures of *Poria placenta* (*Poria placenta* var. *Monticula* = (Fr.) Gilbertson et Ryv. FPRL 280 BAM, 8/1997) were inoculated at the periphery of the Petri dishes in a distance of 40 mm to the broad faces of the filter paper strips. Untreated paper strips were used as controls. Furthermore, the pure extraction solvents (petroleum ether, acetone, methanol, KOH, oxalic acid, deionised water) were also tested on filter paper strips in a basic (c = 1) and a twofold (c = 2) concentration.

When the untreated control-strips were completely covered by the mycelium, the filter paper strips were evaluated with respect to the inhibitory effect of extracts on fungal growth. Therefore the particular area of filter paper strips, which was actually covered by mycelium (covered area_{actual}) as well as the amount of mycelium covered space of filter paper controls (covered area_{potential}) were determined and used to calculate the relative inhibitory effect (inhibition_{relative}) of the extracts (Equation 1).

Equation 1. Calculation of the relative inhibition of the extracts

$$\text{inhibition}_{\text{relative}} = \left(1 - \frac{\text{covered area}_{\text{actual}}}{\text{covered area}_{\text{potential}}}\right) * 100 [\%]$$

Four replicates per concentration ($c = 1$, $c = 2$, and $c = 3$) for each extractive agent were tested.

Fungal decay tests

In addition to the tests of the inhibitory effect of extracts on fungal growth, basidiomycete tests with *Poria placenta* according to EN 113 (1996) were performed to determine the resistance of differently heat treated and extracted specimens against wood destroying fungi. *Poria placenta* was used in this study, because it is regarded as being the most critical fungus for TMT in laboratory tests (*cf.* Welzbacher and Rapp 2007). 12 replicates were tested for each combination of heat treatment (103 °C, 200 °C/3h, 220 °C/3h), extraction (unextracted, successively extracted) and KOH treatment (non KOH-treated or KOH treated). The wood specimens were incubated in Petri dishes of 90 mm diameter. Each Petri dish contained three specimens of the same treatment combination of heat treatment and extraction, and one control specimen of pine sapwood. Four additional specimens of each combination of heat treatment and extraction were used as control specimens in order to calculate correction factors.

The specimens were incubated for 8 weeks at 22 °C and 70% RH. The initial dry mass and the final dry mass after incubation were determined by oven drying the specimens at 103 °C and weighing to the nearest 0.001 g. The mass loss of each specimen was calculated as a percentage of the initial dry mass.

7.4.3 Results and Discussion

Decrease in mass by heat treatment and mass loss by extraction

The decrease in mass of spruce specimens caused by the heat treatment at 220 °C for 3 h was 6.7% (+/- 0.32%), whereas the decrease in mass of specimens caused by the heat treatment at 200 °C for 3 h was 2.2% (+/- 0.16%). The successive extraction of the different heat treated und untreated spruce wood specimen caused mass loss in the range from 1.5 – 2.4%, as shown in Table 7.4-1. With increasing heat treatment intensity, the total mass loss by extraction also increased.

Table 7.4-1. Oven dry density, total mass loss by successive extraction as well as individual mass loss depending on the single extractive solvents of untreated and heat treated spruce specimens. Standard deviation in brackets.

Heat-treatment	Oven dry density [g/cm ³]		Mass loss [%] of specimens by extraction			
	before extraction	after extraction	total (a + b + c)	a) petroleum ether	b) acetone/ water	c) methanol/ water
103°C	0.49 (0.03)	0.50 (0.03)	1.47 (0.53)	0.11 (0.15)	0.62 (0.52)	0.74 (0.20)
200°C	0.49 (0.03)	0.50 (0.03)	2.20 (0.28)	0.10 (0.17)	1.43 (0.28)	0.66 (0.22)
220°C	0.48 (0.02)	0.48 (0.03)	2.40 (0.21)	-0.04 (0.23)	2.03 (0.25)	0.41 (0.09)

Maximum swelling and EMC

Differences in maximum tangential swelling between unextracted and successively extracted specimens were not found, independent from the heat treatment and soaking medium (liquid water or KOH solution) applied. On this account, swelling values of unextracted (n = 26) and extracted (n = 26) specimens of the same heat treatment combination were combined, as shown in Figure 7.4-1.

Maximum tangential swelling [%]

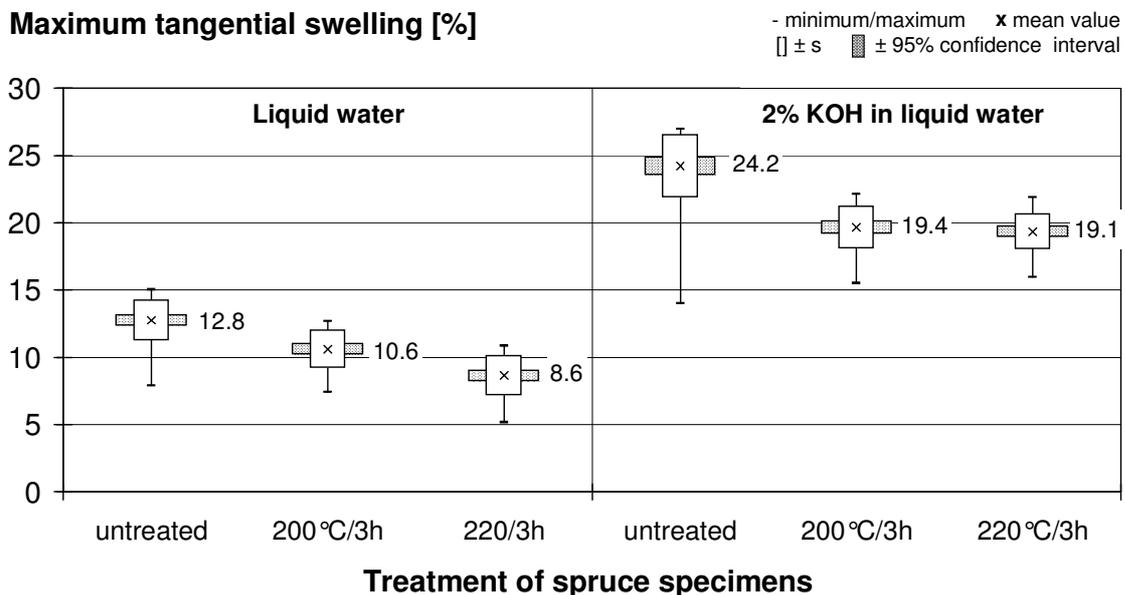


Figure 7.4-1. Maximum tangential swelling of heat treated spruce specimens after 24h soaking in liquid water or in a solution of 2% KOH in liquid water (n = 52).

The maximum tangential swelling was decreased significantly with increasing heat treatment intensity in swelling tests with liquid water. This was not unexpected since the correlation between improved dimensional stability with

increasing treatment intensity is commonly accepted (*i.a.* Stamm *et al.* 1946). However, the KOH-treatment resulted in total reversion of dimensional stabilization caused by the heat treatment: An average tangential swelling of approximately 19% was found for the heat treated spruce specimens and 24.2% for spruce controls. This increase in swelling of thermally modified specimens coincides with results from Kamdem *et al.* (2002) and Seborg *et al.* (1953). There, heat treated spruce was swollen in 18% sodium hydroxide solution (NaOH) for 24 h. As a consequence of the increased swelling of the heat treated specimens, Kamdem *et al.* (2002) concluded, that ether cross linking bonds, potentially responsible for dimensional stabilization of TMT, were not established during heat treatment, because alkali solutions are not able to break ether linkages (Seborg *et al.* 1953). It is conceivable, that the reduced swelling of TMT compared to controls results from cross-linking of the lignin-network, as described by Burmester (1975) and Boonstra and Tjeerdsma (2006), which is partly broken up by the alkali-treatment leading to the reconstitution of swelling behaviour. Consequently, the rearrangement of lignin structure is rather concurrently causative for the reduced sorption properties leading to increased fungal resistance than increasing the decay resistance by constricted enzymatic-recognition.

Analogous to the swelling tests, no differences in EMC were found between extracted ($n = 26$) and unextracted ($n = 26$) specimens of the same heat-treatment, and therefore these groups of specimens were also combined ($n = 52$) to examine differences in EMC related to different heat treatment intensities and due to the alkali treatment. A reduced EMC with increasing heat treatment intensity was found for spruce specimens without alkali treatment (Figure 7.4-2), which is in line with previous results from Popper *et al.* (2005) and can be explained by less moisture accessible hydroxyl groups of heat treated specimens compared to controls (Boonstra and Tjeerdsma 2006).

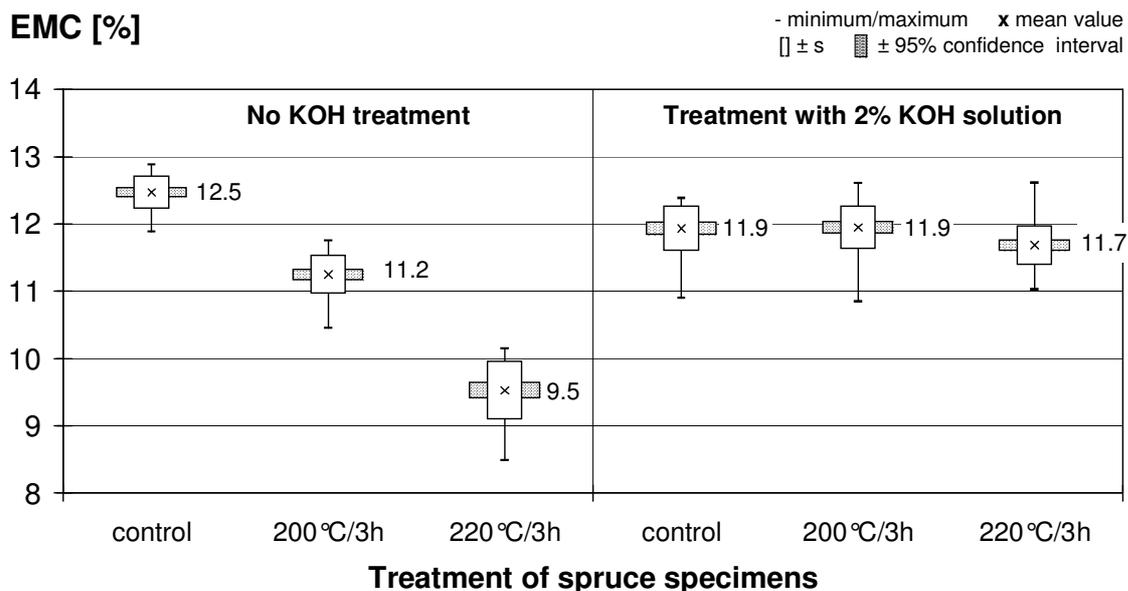


Figure 7.4-2. Equilibrium moisture content (EMC) of heat treated spruce specimens untreated or treated with a 2% KOH solution after 48 d exposure in 20°C/75%RH (n = 52).

However, an alkali treatment with 2% KOH solution compensated the reduced hygroscopicity of the heat treated specimens completely: average EMC values in a range from 11.7 to 11.9% were found for all spruce specimens after the KOH-treatment, independent from the prior heat treatment or extraction (Figure 7.4-2). This leads to the assumption, that the reconstitution of the hydrophilic behaviour of heat treated wood after alkali treatment is not exclusively related to moisture accessible hydroxyl groups of hemicelluloses, which are commonly considered as being mainly responsible for the sorption properties of wood (*i.a.* Kollmann and Fengel 1965, Burmester 1975), since hemicelluloses are dominantly degraded by the heat-treatment (Wienhaus 1999). Furthermore, remaining accessible hemicelluloses of the heat treated specimens were probably removed by the alkali treatment or prior extraction (Fengel 1966). On this account, the reconstituted hydrophilic character of the heat treated and alkali-treated specimens is more likely attributed to the creation of new capillaries within the cell wall by the KOH-treatment.

Inhibitory effect of extracts

None of the extracts from successive extraction (petroleum ether, acetone, methanol) of the differently heat treated spruce specimens revealed an

inhibitory effect on the growth of *Poria placenta*, independent from the extract concentration applied to the filter paper strips. Furthermore, the single extracts were tested in combinations with each other to consider possible synergistic effects, but also no inhibitory effect was found. Comparable results were reported by Buro (1954), where untreated controls impregnated with the acetone-chloroform extracts from heat treated softwood timber did not show any inhibitory effect on fungal growth. Consequently, these results disapprove the hypothesis regarding the formation of toxic products during the heat treatment that contribute to the improved fungal resistance of TMT. Only in the case of non pH-neutralized extracts from the KOH treatment, an inhibition of fungal growth was found (Table 7.4-2).

Table 7.4-2. Average value of relative inhibition of extracts from heat-treated spruce specimens on the growth of *Poria placenta*; n = 4 specimens tested per concentration.

Extractive solvent	Heat treatment	Concentration	
		C=1	C=2
KOH, extract non- neutralized	103 °C	0.4%	83.9%
	200 °C/3h	0.2%	33.3%
	220 °C/3h	0.2%	71.8%
KOH, extract neutralized with oxalic acid	103 °C	0.0%	0.0%
	200 °C/3h	0.0%	0.0%
	220 °C/3h	0.0%	0.0%
Pure KOH (2%)	-	3.8%	-
Pure oxalic acid (8%)	-	0.0%	-

However, if the pH-value of the extracts from the KOH treatment (pH 13.8) was neutralized with oxalic acid (pH 6.3 after neutralization), the inhibition of fungal growth was also neutralized. This shows, that the inhibition caused by the extracts from the KOH treatment was a consequence of the resulting pH value, since microbial activity in general is prevented outside pH 2 and 12 (Schmidt 2006), whereas fungal activity in particular is already limited above pH 8.5 (Wallhäußer and Schmidt 1967). The optimum pH range for wood destroying basidiomycetes is between 5 and 6, but among various wood fungi (Sharp 1975, Schmidt and Liese 1978), *Poria placenta* is able to change the pH value of the substrate by pH regulation through the excretion of organic acids,

particularly oxalic acid (Schmidt 2006). Consequently, the activity and growth of *Poria placenta* was not inhibited by the addition of oxalic acid.

Mass loss by fungal decay

In addition to the tests on inhibitory effects of extracts, fungal decay tests with the differently treated spruce specimens were performed against *Poria placenta*, together with pine sapwood virulence and control specimens, which showed sufficient mass loss (virulence: 30.9% +/- 3.90%, control: 29.5% +/- 4.72%) in accordance with EN 113 (1996).

As can be seen from Table 7.4-3, the mass loss of heat treated specimens caused by *Poria placenta* decreased significantly with increasing heat treatment intensity (spruce 103°C: 23.9%; 200°C/3 h: 22.4%; 220°C/3 h: 6.3%), which coincides with results found by other authors (*i.a.* Viitaniemi 1997, Welzbacher *et al.* 2007).

Table 7.4-3. Oven dry density and mass loss by *Poria placenta* of the different heat treated and extracted spruce specimens. Extracted = successively extracted, KOH = treated with a 2% solution of KOH, eluted = pH-neutralization by elution, oxalic acid = pH-neutralization with a solution of 8% oxalic acid. Standard deviation in brackets.

Material	Density [g/cm ³]	Mass loss by <i>P. placenta</i> [%]
Spruce 103°C		
unextracted	0.49 (0.03)	23.9 (4.20)
extracted	0.50 (0.03)	25.8 (6.57)
extracted, KOH, eluted	0.51 (0.03)	25.6 (12.41)
KOH	0.48 (0.02)	2.6 (0.57)
KOH, eluted	0.51 (0.03)	28.1 (9.88)
KOH, oxalic acid	0.52 (0.02)	23.8 (11.06)
Spruce heat-treated at 200°C for 3 h		
unextracted	0.49 (0.03)	22.4 (5.22)
extracted	0.50 (0.03)	21.5 (4.89)
extracted, KOH, eluted	0.50 (0.02)	33.2 (8.45)
KOH	0.48 (0.01)	3.0 (0.48)
KOH, eluted	0.50 (0.03)	28.7 (8.87)
KOH, oxalic acid	0.50 (0.02)	23.1 (4.20)
Spruce heat-treated at 220°C for 3 h		
unextracted	0.48 (0.02)	6.3 (2.72)
extracted	0.48 (0.03)	6.3 (2.42)
extracted, KOH, eluted	0.50 (0.02)	26.5 (12.02)
KOH	0.47 (0.02)	3.3 (0.33)
KOH, eluted	0.50 (0.03)	28.7 (8.87)
KOH, oxalic acid	0.51 (0.03)	20.2 (2.81)
Pine sapwood control	0.60 (0.04)	29.5 (4.72)

However, similar to results from Buro (1954), Kamdem *et al.* (2002) and Hakkou *et al.* (2005), no influence of the successive extraction on mass loss of the differently heat treated spruce specimens was found: The average mass loss of extracted heat treated specimens (200°C/3 h: 21.5%; 220°C/3 h: 6.3%) was equal to the average mass loss of axially matched unextracted heat treated specimens. In addition, the mass loss of extracted non-heat treated specimens (25.8%) was only slightly increased compared to the mass loss of unextracted parallels (23.9%).

The treatment with KOH proved to have the strongest impact on the mass loss caused by *Poria placenta*. Provided that the pH value of the KOH treated specimens was neutralized before inoculation, either by elution with deionised water (resulting pH 6.6) or with oxalic acid (resulting pH 6.3), the originally achieved reduction in mass loss due to thermal modification was reversed completely. All pH-neutralized KOH-treated specimens, independent from the prior heat treatment applied, showed mass loss by fungal decay similar to the mass loss of untreated spruce in a range from 20.2% (220°C/3 h, KOH with oxalic acid) up to 33.2% (200°C/3 h, KOH eluted with deionised water). Only in the case of specimens that remained non-neutralized after KOH treatment (pH 13.8), the mass loss by fungal decay was decreased significantly to 2.99%, which results from the high pH-value that prevents microbial activity (Schmidt 2006).

Since the differences in mass loss by fungal decay were only slight between extracted and unextracted specimens, as well as between the various KOH treated samples with subsequent pH-neutralization, two groups of specimens were formed to demonstrate the impact of KOH-treatment on the correlation of decrease in mass by heat treatment and mass loss by *Poria placenta*: Group 1 = non KOH-treated specimens (no KOH), group 2 = KOH-treated and pH-neutralized specimens (KOH). As shown in Figure 7.4-3., the correlation of reduced mass loss by fungal decay with increased heat treatment intensity was totally compensated by KOH-treatment.

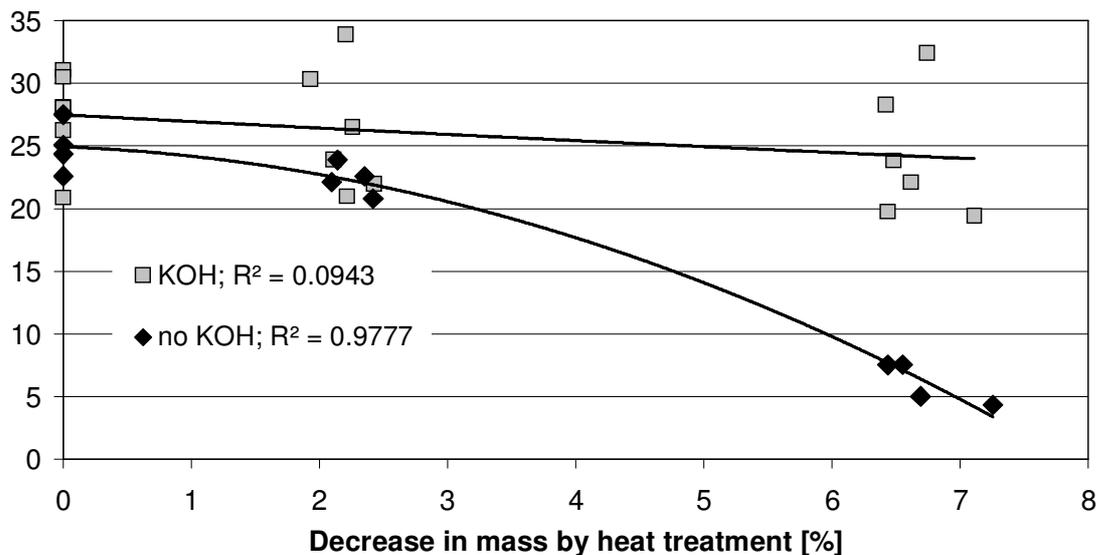
Mass loss by *Poria placenta* [%]

Figure 7.4-3. Correlation between mass loss by *Poria placenta* and decrease in mass of heat treated specimens (no KOH) as well as of heat treated specimens with KOH-treatment and subsequent pH-value neutralization. Each dot represents the mean value of 6 specimens.

These results indicate that in contrast to findings from Buro (1954), Kamdem *et al.* (2002) and Hakkou *et al.* (2005), the reduced moisture adsorption contributes to the increase in durability of TMT, as it was also assumed by Tjeerdsma *et al.* (1998). However, the reduced moisture adsorption of TMT is closely associated with the modification of the microporous structure (Popper *et al.* 2005) that leads to a decreased percentage of micro voids (Junghans *et al.* 2005) resulting in retarded accessibility for fungal wood degrading agents at the same time (Schwarze *et al.* 2005). The interaction of these factors with other potential causes, such as the commonly considered non-recognition of nutritive source by enzymes responsible for fungal decay (Tjeerdsma *et al.* 1998, Paul *et al.* 2006), needs to be examined in further studies.

7.4.4 Conclusions

It was shown, that the reconstitution of the hydrophilic character of heat treated specimens by alkali treatment leads to increased mass loss by fungal decay at the same time. This indicates that the reduced moisture sorption coming along with the modification of microporous structure contributes to the increased fungal resistance of heat treated wood to a higher extent than it was commonly

assumed. Furthermore, the extracts obtained by successive extraction of heat treated spruce specimens showed no inhibitory effect on the fungal growth of *Poria placenta*, and in addition, the extraction itself had no influence of the mass loss rates obtained by fungal decay. Hence, the hypothesis regarding the potentially formed toxic byproducts during thermal modification, which may account for the improved fungal resistance of heat treated wood, is disapproved. However, more work is needed to examine the interaction of mechanisms (reduced moisture sorption, non-recognition of nutritive source by enzymes due to molecular modification and degradation of the nutritive source) behind the increased fungal resistance of heat treated wood.

7.4.5 References

1. DIN 52 183, 1977: Prüfung von Holz. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes.
2. DIN 52 184, 1979: Prüfung von Holz. Bestimmung der Quellung und Schwindung.
3. EN 113, 1996: European Committee for Standardization. Wood preservatives – Determination of toxic values of wood preservatives against wood destroying Basidiomycetes cultures on agar medium.
4. EN 335-1, 1992: Durability of wood and wood-based products - Definition of use classes with regard to biological attack - Part 1: General.
5. Boonstra M.J., Tjeerdsma B., 2006: Chemical analysis of heat treated softwoods. Holz als Roh- und Werkstoff 64: 204 – 211
6. Brischke C., Rapp A.O., 2004: Investigation of the suitability of silver fir (*Abies alba* Mill.) for thermal modification. Document No. IRG/WP/04-40275. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
7. Burmester, A., 1975: Zur Dimensionsstabilisierung von Holz. Holz als Roh- und Werkstoff 33: 333 – 335
8. Buro, A., 1954: Die Wirkung von Hitzebehandlungen auf die Pilzresistenz von Kiefern- und Buchenholz. Holz als Roh- und Werkstoff 12: 297 – 304

9. Del Menezzi C.H.S., Tomaselli I., 2006: Contact thermal post-treatment of oriented strandboard to improve dimensional stability: A preliminary study. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 212 – 217
10. Fengel, D., 1966: Die Hemicellulosen in unbehandeltem und in thermisch behandeltem Fichtenholz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 24: 98 – 109
11. Hakkou, M., Pétrissans, M., Zoulalian, A., Gérardin, P., 2005: Investigation of the reasons for the increase of wood durability after heat treatment based on changes of wettability and chemical composition. *Wood Modification: Processes, Properties and Commercialisation. The Second European Conference on Wood Modification, Göttingen, Germany*, 38 – 46
12. Jämsä, S., Viitaniemi, P., 1998: Heat treatment of wood. Better durability without chemicals. *Nordiske Trebeskyttelsesdager*, 47 – 51
13. Junghans, K., Niemz, P., Bächle, F., 2005: Untersuchungen zum Einfluss der thermischen Vergütung auf die Porosität von Fichtenholz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63: 243 – 244
14. Kamdem, D.P., Pizzi, A., Triboulot, M.C, 2000: Heat-treated timber: potentially toxic byproducts presence and extent of wood cell wall degradation. *Holz als Roh- und Werkstoff* 58: 253 – 257
15. Kamdem, D.P., Pizzi, A., Jermannaud, A., 2002: Durability of heat-treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff* 60: 1 – 6
16. Kollmann, F., Fengel, D., 1965: Änderung der chemischen Zusammensetzung von Holz durch thermische Behandlung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 23: 461 – 468
17. Leithoff, H., Peek, R.-D., 1998: Hitzebehandlung – eine Alternative zum chemischen Holzschutz? In: *Tagungsband zur 21. Holzschutz-Tagung der DGfH in Rosenheim*. 97 – 109
18. Mazela, B., Zakrzewski, R., Grześkowiak, W., Cofta, G., Bartkowiak, M., 2003: Preliminary research on the biological resistance of thermally modified wood. In: *Proceedings of the first European Conference on Wood Modification*. Eds. Van Acker, J. and Hill, C., Gent, Belgium, 113 – 120

19. Militz, H., 2002: Thermal treatment of wood: European Processes and their background. Document No. IRG/WP/02-40241. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
20. Paul, W., Ohlmeyer, M., Leithoff, H., Boonstra, M.J., Pizzi, A., 2006: Optimising the properties of OSB by a one-step heat pre-treatment process. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 227 – 234
21. Popper, R., Niemz, P., Eberle, G., 2005: Untersuchungen zum Sorptions- und Quellungsverhalten von thermisch behandeltem Holz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63: 135 – 148
22. Schmidt, O., Liese, W., 1978: Biological variation within *Schizophyllum commune*. *Material und Organismen* 13: 169 - 185
23. Schmidt, O., 2006: Wood and tree fungi. Biology, damage, protection, and use. Springer-Verlag. Berlin, Heidelberg, 334 pp.
24. Schwarze, F.W.M.R., Spycher, M., 2005: Resistance of thermo-hygro-mechanically densified wood to colonisation and degradation by brown rot fungi. *Holzforschung* 59: 358 – 363
25. Seborg, R.M., Tarkow, H., Stamm, A.J., 1953: Effect of heat upon the dimensional stabilization of wood. *Journal of the Forest Products Research Society* 3: 59 – 67
26. Sharp, R.F., 1975: Some observations on the penetration sequences, effect of pH and humus formation by wood microfungi. *Mycopathologia* 55: 41 – 46
27. Stamm, A.J., Burr, H.K., Kline, A.A., 1946: Staybwood...Heat –stabilized wood. *Industrial and Engineering Chemistry* 38: 630 – 634
28. Syrjänen, T., Kangas, E., 2000: Heat treated timber in Finland. Document No. IRG/WP/00-40158. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
29. Tjeerdsma, B.F., Boonstra, M., Pizzi, A., Tekely, P., Militz, H., 1998: Characterisation of thermally modified wood: molecular reasons for wood performance improvement. *Holz als Roh- und Werkstoff* 56: 149 – 153
30. Viitaniemi, P., 1997: Thermowood – Modified wood for improved performance. *WOOD – The ecological material*. 4th Eurowood symposium, Sept. 22-23, 1997, Stockholm. 67-69.

31. Vernois, M., 2001: Heat treatment of wood in France – State of the art. In: Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 09.02.2001 in Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 35 – 42
32. Wallhäußer, K.H., Schmidt, H., 1967: Sterilisation Desinfektion Konservierung Chemotherapie. Verfahren – Wirkstoffe – Prüfmethode. Georg Thieme Verlag. Stuttgart, 562 pp.
33. Weiland, J.J., Guyonnet, R., 2003: Study of chemical modifications and fungi degradation of thermally modified wood using DRIFT spectroscopy. Holz als Roh- und Werkstoff 61: 216 – 220
34. Welzbacher, C. R.; Rapp, A.O., 2007: Durability of thermally modified timber (TMT) from industrial scale processes in different use classes: Results from laboratory and field tests. Wood material Science and Engineering. iFirst Article, DOI: 10.1080/17480270701267504.
35. Welzbacher, C.R., Brischke, C., Rapp, A.O., 2007: Influence of treatment temperature and duration on selected biological, mechanical, physical, and optical properties of thermally modified timber (TMT). Wood Material Science and Engineering, submitted for publication.
36. Wienhaus, O., 1999: Modifizierung des Holzes durch eine milde Pyrolyse – abgeleitet aus den allgemeinen Prinzipien der Thermolyse des Holzes. Wissenschaftliche Zeitschrift der Technischen Universität Dresden 48 (1999) Heft 2, 17-22.

Submitted June 26th 2007

7.5 Publikation V: Biologische und mechanische Eigenschaften von verdichteter und thermisch behandelter Fichte (*Picea abies*)

Holztechnologie 47 (2006) 3 S. 13-18, 2006 • Copyright © Carl Hanser Verlag • München

C. R. Welzbacher, J. Wehsener, A. O. Rapp, P. Haller: Biologische und mechanische Eigenschaften

13

Biologische und mechanische Eigenschaften von verdichteter und thermisch behandelter Fichte (*Picea abies*)

CHRISTIAN R. WELZBACHER, JÖRG WEHSENER, ANDREAS O. RAPP, PEER HALLER

Die Modifikation von Holz zur Erhöhung der Dauerhaftigkeit und Dimensionsstabilität bei gleichzeitiger Verbesserung der mechanischen Eigenschaften ist Ziel vieler Arbeiten. In den vorliegenden Untersuchungen wird versucht mit Hilfe der Kombination von zwei Prozessen, der thermomechanischen Verdichtung von Holz und der Öl-Hitze-Behandlung, die Nachteile einer thermischer Modifizierung zu reduzieren. Wesentliche Voraussetzung für die signifikante Verbesserung der Kennwerte ist die optimale Steuerung der jeweiligen Prozessschritte. Hohe mechanische Festigkeiten, mit bis zu Faktor 2 gegenüber den Ausgangswerten, konnten durch die Verdichtung erreicht werden. Jedoch stieg ebenso das Quell- und Schwindverhalten ohne nachträgliche Hitzebehandlung. Die Nachschaltung einer Öl-Hitze-Behandlung reduziert die erhöhten Biegefestigkeiten in den Probekörpern von 210 N/mm² auf 105 N/mm², welche jedoch damit im Bereich von unbehauelter Fichte liegt, aber eine erhöhte Dauerhaftigkeit und Formstabilität aufweist.

Die natürliche Dauerhaftigkeit der meisten europäischen Holzarten in der Außenanwendung ist recht gering, so dass Holzschutzmaßnahmen ergriffen werden müssen. Eine Alternative zum chemischen Holzschutz stellen die industriellen Holzmodifikationsprozesse dar [7]. „Thermische Verfahren“ verbessern Holzeigenschaften, wie Dimensionsstabilität und Fäulnisresistenz [8, 11], verringern aber insbesondere die dynamischen Festigkeitseigenschaften [1, 2]. Um diese Nachteile zu kompensieren, wurde thermomechanisch verdichtetes Holz höherer Festigkeit [3] für die Öl-Hitze-Behandlung verwendet.

Die industrielle Verdichtung von Holz verbessert dessen mechanische und physikalische Eigenschaften, wie zum Beispiel Biegefestigkeit, Druckfestigkeit, Brinellhärte und Dimensionsstabilität [9, 10]. Anfang des 20. Jahrhunderts wurden die mit dem Verdichten einhergehenden Eigenschaften in Abhängigkeit von der Temperatur und Holzfeuchte untersucht [6, 13]. Die erhöhten Festigkeitseigenschaften des Pressholzes gehen bei Einwirkung von Feuchte zu Lasten der Dimensionsstabilität verloren, die sich aus einem reversiblen und einem als Rückerrinerung bezeichnenden, bleibendem Verformungsanteil zusammensetzt. Die Erhöhung der Dauerhaftigkeit wurde in der Vergangenheit bei diesem thermischen Verfahren nicht angestrebt.

Ziel der Untersuchungen war die Erhöhung der Dimensionsstabilität, insbesondere die Verringerung der Rückerrinerung, sowie die gleichzeitige Verbesserung der mechanischen und biologischen Eigenschaften. Die Kombination von thermomechanischer Verdichtung mit anschließender Öl-Hitze-Behandlung sollte die positiven Eigenschaften der jeweiligen Verfahren in einem neuen Werkstoff vereinen.

Untersuchungen

Material

Unbehandelte Fichte (*Picea abies* Karst.) mit einer durchschnittlichen Rohdichte von 520 kg/m³ und einer Holzfeuchte von 12% wurde für den thermo-mechanischen Verdichtungsprozess eingesetzt.

Unverdichtete Fichte und verdichtete Fichte wurde thermisch nach dem Öl-Hitze-Verfahren, im folgenden OHT (Oil-heat treatment) bezeichnet, modifiziert.

In biologischen Labornüpfungen wurde zusätzlich zu dem genannten verdichteten und thermisch modifizierten Fichtenholz unbehandeltes Kiefernpletholz (*Pinus sylvestris* L.), Douglasienkernholz (*Pseudotsuga menziesii* Franco), Eichenkernholz (*Quercus petraea* Liebl.) und mit einer 0,7%igen bzw. 2,8%igen CBK-Lösung (Chrom-Kup-

¹Christian R. Welzbacher, ²Jörg Wehsener, ¹Andreas O. Rapp, ²Peer Haller

¹Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH),
Institut für Holzbiologie und Holzschutz,
Leuschnerstr. 91, 21031 Hamburg
Telefon: +49-40-73962446
E-mail: c.welzbacher@holz.uni-hamburg.de

²Technische Universität Dresden, Fakultät Bauingenieurwesen
Institut für Baukonstruktionen und Holzbau
D-01062 Dresden

Kurzzinhalt

Die Modifikation von Holz zur Erhöhung der Dauerhaftigkeit und Dimensionsstabilität bei gleichzeitiger Verbesserung der mechanischen Eigenschaften ist Ziel vieler Arbeiten. In den vorliegenden Untersuchungen wird versucht mit Hilfe der Kombination von zwei Prozessen, der thermomechanischen Verdichtung von Holz und der Öl-Hitze-Behandlung, die Nachteile einer thermischen Modifizierung zu reduzieren. Wesentliche Voraussetzung für die signifikante Verbesserung der Kennwerte ist die optimale Steuerung der jeweiligen Prozessschritte. Hohe mechanische Festigkeiten, mit bis zu Faktor 2 gegenüber den Ausgangswerten, konnten durch die Verdichtung erreicht werden. Jedoch stieg ebenso das Quell- und Schwindverhalten ohne nachträgliche Hitzebehandlung. Die Nachschaltung einer Öl-Hitze-Behandlung reduzierte die erhöhten Biegefestigkeiten in den Probekörpern von 210 N/mm² auf 105 N/mm², welche jedoch damit im Bereich von unbehandelter Fichte liegt, aber eine Dauerhaftigkeit und Formstabilität aufweist.

7.5.1 Einleitung

Die natürliche Dauerhaftigkeit der meisten europäischen Holzarten in der Außenanwendung ist recht gering, so dass Holzschutzmaßnahmen ergriffen werden müssen. Eine Alternative zum chemischen Holzschutz stellen die industriellen Holzmodifikationsprozesse dar [7]. „Thermische Verfahren“ verbessern Holzeigenschaften, wie Dimensionsstabilität und Fäulnisresistenz [8, 11], verringern aber insbesondere die dynamischen Festigkeitseigenschaften [1, 2]. Um diese Nachteile zu kompensieren, wurde thermomechanisch verdichtetes Holz höherer Festigkeit [3] für die Öl-Hitze-Behandlung verwendet.

Die industrielle Verdichtung von Holz verbessert dessen mechanische und physikalische Eigenschaften, wie zum Beispiel Biegefestigkeit, Druckfestigkeit, Brinellhärte und Dimensionsstabilität [9, 10]. Anfang des 20. Jahrhunderts wurden die mit dem Verdichten einhergehenden Eigenschaften in Abhängigkeit der Temperatur und Holzfeuchte untersucht [6, 13]. Die erhöhten Festigkeitseigenschaften des Pressholzes gehen bei Einwirkung von Feuchte zu Lasten der Dimensionsstabilität verloren, die sich aus einem reversiblen und einem als Rückerinnerung bezeichneten, bleibendem Verformungsanteil zusammensetzt. Die Erhöhung der Dauerhaftigkeit wurde in der Vergangenheit bei diesem thermischen Verfahren nicht angestrebt.

Ziel der Untersuchungen war die Erhöhung der Dimensionsstabilität, insbesondere die Verringerung der Rückerinnerung, sowie die gleichzeitige Verbesserung der mechanischen und biologischen Eigenschaften. Die Kombination von thermomechanischer Verdichtung mit anschließender Öl-Hitze-Behandlung sollte die positiven Eigenschaften der jeweiligen Verfahren in einem neuen Werkstoff vereinen.

7.5.2 Untersuchungen

Material

Unbehandelte Fichte (*Picea abies* Karst.) mit einer durchschnittlichen Rohdichte von 520 kg/m³ und einer Holzfeuchte von 12% wurde für den thermomechanischen Verdichtungsprozess eingesetzt.

Unverdichtete Fichte und verdichtete Fichte wurde thermisch nach dem Öl-Hitze-Verfahren, im folgenden OHT (Oil-heat treatment) bezeichnet, modifiziert. In biologischen Laborprüfungen wurde zusätzlich zu dem genannten verdichteten und thermisch modifizierten Fichtenholz unbehandeltes Kiefernspiltholz (*Pinus sylvestris* L.), Douglasienkernholz (*Pseudotsuga menziesii* Franco), Eichenkernholz (*Quercus petraea* Liebl.) und mit einer 0,7%igen bzw. 2,8%igen CKB-Lösung (Chrom-Kupfer-Bor) getränktes Kiefernspiltholz als Referenzproben eingesetzt. In den mechanischen Prüfungen wurde Fichte und thermo-mechanisch verdichtete Fichte, unbehandelt wie auch thermisch modifiziert, geprüft.

Thermo-mechanische Verdichtung und Öl-Hitze Behandlung

Die Verdichtung erfolgte an unbehandelten Fichtenholzproben der Abmessungen 1000x150x40 mm in vorwiegend radialer Richtung mit einer Mehretagenheizpresse. Das Verfahren zur Pressholzherstellung wird in drei Schritte gegliedert [4]:

- 4) Aufheizen der Holzproben bis zu einer Temperatur von 130°C in Probenmitte (siehe Bild 7.5-1).
- 5) Kontinuierliche Erhöhung des Pressdruckes auf 2,5 MPa und gleichzeitiger Erwärmung auf 130°C. Überschlägig kann die Aufheizzeit mit einer Minute pro Millimeter Holzdicke angenommen werden. Die Verdichtung erfolgt nach Erreichen des Plastifizierungspunktes von Lignin mit 3 bis 5 MPa. Eine schnellere Verdichtung beeinträchtigt die Pressholzqualität durch Rissbildung und erhöht den Energieaufwand.
- 6) Nach der Rückkühlung unter 75°C wird der Pressdruck reduziert. Die Abkühlgeschwindigkeit erhöht sich auf Grund erhöhten Temperaturleitfähigkeit (höhere Dichte) deutlich über 2 mm Holzdicke pro Minute.

Das Bild 7.5-1 zeigt ein Pressdiagramm zur Verdichtung des Fichtenholzes. Die Heizplatten der Presse sind vorgeheizt und nach Einbringen eines

Temperaturfühlers zum Zeitpunkt $t_0 + 200\text{s}$ in die Holzprobe wird die Temperatur knapp unter der Oberfläche gemessen.

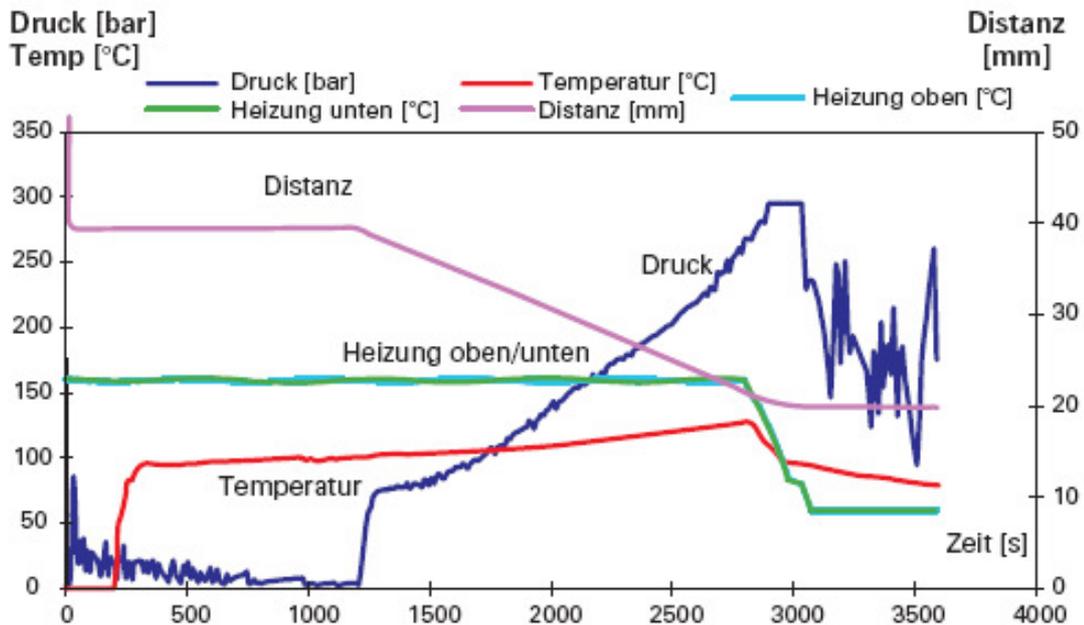


Bild 7.5-1: Pressdiagramm mit vorgeheizten Proben zur Verdichtung von 40 mm auf 20 mm

Fig 7.5-1: Scheme of a distance controlled densification process for compression of solid wood from 40 mm to 20 mm

Die thermische Modifikation der verdichteten Prüfkörper sowie der unbehandelten Kontrollproben erfolgte bei 220°C. Hierzu wurde das Pressgut auf die Dimension 500x140x20 mm zugeschnitten und nach 16 Stunden Darren im Trockenschrank bei 103°C der Vergütung unterzogen. Bild 7.5-2 zeigt die Temperaturverläufe des Ölbadess und in der Mitte der Fichtenproben während der Vergütung.

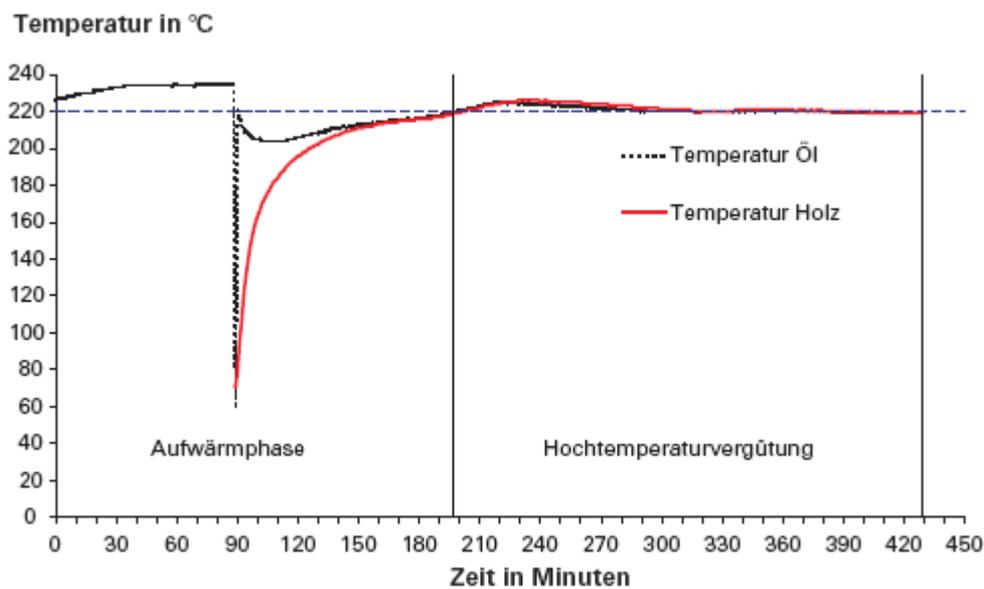


Bild 7.5-2: Temperaturdiagramm der Öl-Hitze-Vergütung von komprimierten Fichtenholzproben bei zirka 220°C für 4 Stunden

Fig 7.5-2: Scheme of Oil-Heat-Treatment by densified spruce at 220°C for four hours

7.5.3 Prüfmethode

Biologischen Prüfungen

Die Prüfungen zur Bestimmung der Resistenz gegenüber Basidiomyceten auf Malzagar wurden in Anlehnung an DIN EN 113 (1996) mit Miniblock-Prüfkörpern in Petrischalen aus Kunststoff durchgeführt. Die Miniblock-Prüfkörper der Dimension 40x10x10 mm wurden für 12 Wochen dem Pilzangriff ausgesetzt. Nachfolgende Pilzstämme wurden für die Untersuchungen verwendet: *Coniophora puteana* = (Schum.:Fr.) P. Karsten Ebw. 15; BAM 1/1995, *Poria placenta* var. *Monticula* = (Fr.) Gilbertson et Ryv. FPRL 280 BAM, 8/1997 und *Trametes versicolor* = (L.:Fr.) Pilat CTB 863A; 1969.

Die Dauerhaftigkeitsklassifizierung erfolgte nach EN 350-1 (1994) durch Bestimmung des x-Wertes (EN 350-1, 1994), der aus dem Verhältnis des Masseverlustes der Prüfmaterialien zu dem Masseverlust der Kiefern-Kontrollen berechnet wurde.

Die Prüfung gegen Moderfäule und andere erdbewohnende Mikroorganismen wurde an Probekörpern der Dimension 100x10x5 mm durchgeführt. Zum Einsatz kamen zwei verschiedene Mikrokosmen (Kompost-, und Testfeldboden)

aus natürlichem, oberflächennahem Erds substrat des Geländes der Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH), Hamburg. Die Inkubationsdauer betrug 32 Wochen.

Mechanische Prüfungen

Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul wurden in Anlehnung an DIN 52 186 (1978) an Prüfkörpern der Dimension 200x10x10 mm an einer Universalprüfmaschine an der BFH in Hamburg bestimmt. Der Biegeversuch wurde als Dreipunktbiegung an fehlerfreien Kleinproben durchgeführt.

Neben der Bestimmung der statischen Festigkeit wurde die Bruchschlagarbeit zur Charakterisierung der Zähigkeit ermittelt. In Anlehnung an DIN 52 189 (1981) wurde die Bruchschlagarbeit an fehlerfreien Kleinproben der Dimension 200x10x10 mm mit einem Pendelschlagwerk bestimmt.

Zur Prüfung der Dimensionsstabilität wurden Quell- und Schwindzyklen in Anlehnung an DIN 52 184 (1984) an verdichteten und unverdichteten sowie thermisch modifizierten Fichtenholzproben von 10x20x20 mm (Probenanzahl $n = 20$) durchgeführt. In 8 Zyklen, bestehend aus je einer Trocknungsphase von 24 h bei 103°C, einer nachfolgenden Kesseldrucklagerung bei 8 bar über 20 min und anschließender Wasserlagerung, 24 h und 60°C, wurde die radiale Quellung bestimmt. Nach jedem Zyklus wurde diese Messung wiederholt.

7.5.4 Ergebnisse und Diskussion

Biologische Prüfungen

Resistenz gegen Basidiomyceten in Anlehnung an DIN 113 (1996)

Im Folgenden werden nur die Ergebnisse des Pilzabbaus durch *Poria placenta* betrachtet, da dieser Pilz den höchsten Masseverlust der in dieser Studie eingesetzten Prüfpilze verursachte. Sowohl die thermomechanische Verdichtung als auch die Öl-Hitze-Behandlung führten zu einer signifikanten Erhöhung der Resistenz verglichen mit unbehandelter Fichte (Bild 7.5-3). Unbehandelte Fichte wies einen Masseverlust von 30,7% gegenüber einem signifikant geringerem Masseverlust von 7,4% bei verdichtetem Holz auf. Bei OHT modifiziertem Fichtenholz wurde ein durchschnittlicher Masseverlust von

8,8% festgestellt, wobei verdichtetes und OHT modifiziertes Fichtenholz nur einen Masseverlust von 0,8% aufwies.

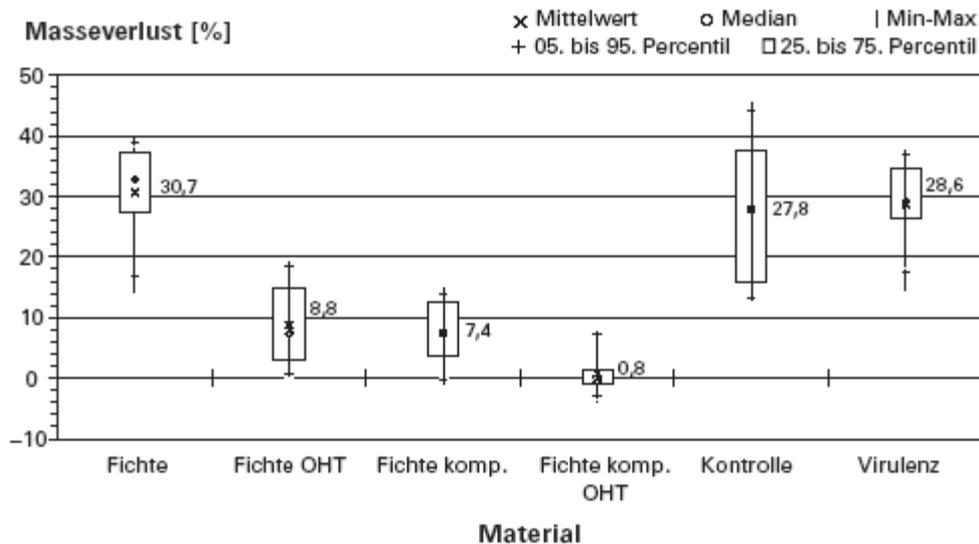


Bild 7.5-3: Masseverlust nach Pilzangriff durch *Poria placenta*

Fig. 7.5-3: Mass loss after fungal attack by *Poria placenta*

Die verdichteten Holzproben wiesen gegenüber Kontrollproben einen verringerten Masseverlust auf, wie bereits von Welzbacher *et al.* [15] sowie Schwarze und Spycher [12] beobachtet. In beiden Studien wurden Fichtenholzproben untersucht, die zuvor in zwei Stufen nach dem Verfahren von Navi und Girardet [10] behandelt wurden. In den Untersuchungen von [12] mit *Poria placenta* wurde ein durchschnittlicher Masseverlust von etwa 13% bei verdichteter Fichte (21% in Kontrollproben) festgestellt, während [15] einen Masseverlust von 27% in verdichteten Holzproben (36% in Kontrollproben) fanden. Eine Nachbehandlung von verdichtetem Holz mit gesättigtem Wasserdampf (180°C für 30 Minuten) führte in Untersuchungen von [12] zu einer leichten Verringerung des Masseverlustes von 13% auf 10%, im Gegensatz hierzu in Prüfungen von [14, 15] aber zu einer signifikanten Reduktion von 27% auf 17%. Die nachfolgende Dampfbehandlung führt somit zu einer signifikant geringeren Reduktion des Masseverlustes verglichen mit dem Einfluss einer OHT.

Resistenz gegen Moderfäule

Der Kompostboden wurde zur Bestimmung der Dauerhaftigkeit gegenüber Moderfäule und andere erdbewohnende Mikroorganismen herangezogen, da hier im Vergleich zum Testfeldboden ein signifikant höherer Masseverlust generiert wurde. Die Untersuchung zeigte deutlich einen verringerten Masseverlust bei den Öl-Hitze behandelten Prüfkörpern im Vergleich zu nicht-thermisch modifizierten Prüfkörpern (Bild 7.5-4).

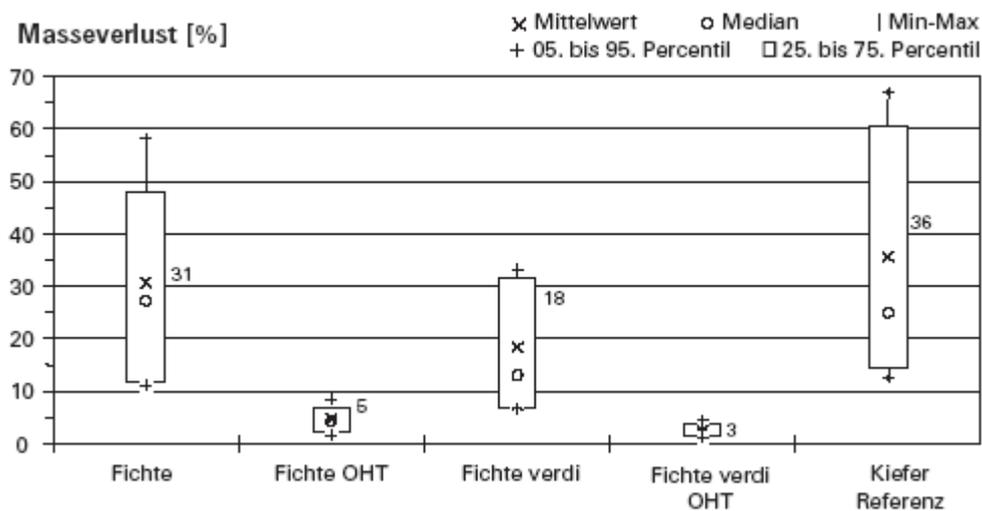


Bild 7.5-4: Masseverlust nach 32 Wochen Erdkontakt nach prEN 807 (2001)

Fig. 7.5-4: Mass loss after 32 weeks exposure in compost soil according to prEN 807 (2001)

Der Masseverlust bei unbehandelter Fichte betrug 31%, jener der verdichteten Fichte 18%. OHT behandelte Proben wiesen wesentlich niedrigere Werte auf: 5% Masseverlust bei unverdichtetem und 3% bei verdichtetem Fichtenholz. Die Öl-Hitze-Modifizierung steigert die Resistenz deutlicher als die Verdichtung ohne Hitzebehandlung. Durch die Kombination von Verdichtung und OHT wurde die höchste Resistenz in dieser Untersuchung erreicht. Tabelle 7.5-1 zeigt die Klassifizierung der modifizierten Fichtenholzproben bezüglich ihrer Dauerhaftigkeit nach EN 350-1 (1994) basierend auf den Prüfungen nach prEN 807 (2001) und EN 113 (1996).

Tabelle 7.5-1: Darrdichte von unbehandelter, verdichteter und OHT behandelte Fichte sowie Dauerhaftigkeit klassifiziert nach EN 350-1 (1994), basierend auf absoluten (gewichtsbezogen) und prozentualen Werten nach EN 113 (1996) und prEN 807 (2001)

Table 7.5-1: Density of the different materials tested and assigned classes of natural durability according to EN 350-1 (1994) based on absolute (g-basis) and proportional (%-basis) mass loss after biological tests according to EN113 (1996) and prEN 807 (2001)

Material	Darrdichte [g/cm ³]	Klassifikation der Dauerhaftigkeit nach EN 113		Klassifikation der Dauerhaftigkeit nach prEN 807	
		absolut	prozentual	absolut	prozentual
Fichte	0,48	5	5	4	5
Fichte OHT	0,43	2	3	1	1
Fichte verdichtet	1,08	3	3	4	3
Fichte verdichtet OHT	0,86	1	1	1	1

Fichte wurde in Klasse 5 – nicht dauerhaft - gegenüber *Poria placenta* und im Erdkontakt gegen Moderfäule eingestuft. Als Ergebnis der thermomechanischen Verdichtung wurde die Dauerhaftigkeitsklasse 3 - mäßig dauerhaft - erreicht. Durch die OHT Modifizierung konnte eine signifikante Erhöhung der Dauerhaftigkeit erreicht werden: Klasse 2 bis 3 – dauerhaft bis mäßig dauerhaft – wurde nach Prüfungen in Anlehnung an EN 113 (1996) erreicht, Dauerhaftigkeitsklasse 1 - sehr dauerhaft – nach Prüfungen gegenüber Moderfäule nach prEN 807 (2001). Bei der Kombination beider Prozesse - Verdichtung und OHT - wurde die Dauerhaftigkeitsklasse 1 für beide biologischen Prüfungen erzielt.

Mechanische Untersuchungen

Die Verdichtung unbehandelter Fichte erhöhte die Biegefestigkeit und Steifigkeit, sowie die Bruchschlagarbeit signifikant (Tabelle 7.5-2). Die Ursache liegt in der Proportionalität von Rohdichte und Biegefestigkeit begründet [5, 9, 10].

Tabelle 7.5-2: Mittelwerte der Dichte bei Holzfeuchte 0%, Biegefestigkeit und –steifigkeit, sowie Schlagbiegefestigkeit. Als Vergleichswert dient unbehandelte Fichte.

Table 7.5-2: Average values of density; MOR, MOE and impact bending strength; untreated spruce is taken as basis for proportional examination of mechanical properties

Material	Dichte	Biegefestigkeit	Biegesteifigkeit		Bruchschlagarbeit		
	[g/cm ³]	[N/mm ²]	[%]	[N/mm ²]	[%]	[kJ/m ²]	[%]
Fichte	0,50	108,0	100	13966	100	31,8	100
Fichte OHT	0,43	84,7	78	12304	88	16,5	52
Fichte verdichtet	1,09	209,3	194	23577	167	38,2	120
Fichte verdichtet OHT	0,86	105,0	97	19815	142	17,7	56

Infolge der Öl-Hitze-Behandlung verdichteter Fichte wurde im Mittel die Biegefestigkeit um 50% reduziert, erreichte jedoch die gleichen Festigkeitswerte wie unverdichtete Fichte. Die Wirkung der OHT-Behandlung bei dynamischer Beanspruchung ist bedeutend kritischer einzuschätzen. Die Schlagbiegearbeit von verdichtetem Holz wird um 44% gegenüber unbehandelter Fichte (Tabelle 7.5-2) verringert. Der Einfluss der OHT-Modifizierung auf die Biegesteifigkeit wurde als unwesentlich bei verdichteter Fichte (Steigerung um 50%) gegenüber unbehandelter Fichte eingeschätzt.

Dimensionsstabilität

Bei der Untersuchung der Dimensionsstabilität nach acht Beanspruchungszyklen zeigten die verdichteten Holzproben eine maximale Quellung in radialer Richtung von 88%, wobei eine Rückerinnerung von zirka 60% festgestellt wurde (Bild 7.5-5). Die thermische Modifikation erreichte eine signifikante Verringerung der Quellung auf maximal 19% sowie eine dauerhafte Reduktion der Rückerinnerung von maximal 3,5%. Diese Werte werden von [5] durch Untersuchungen der hydro-thermischen Verdichtung von Holz bestätigt. Die Rückerinnerung betrug in diesen Versuchen weniger als 3%. Die maximale Quellung betrug 15 bis 20% nach Modifizierung der hydro-thermisch verdichteten Holzproben durch eine Dampfnachbehandlung bei 180°C für 30 Minuten.

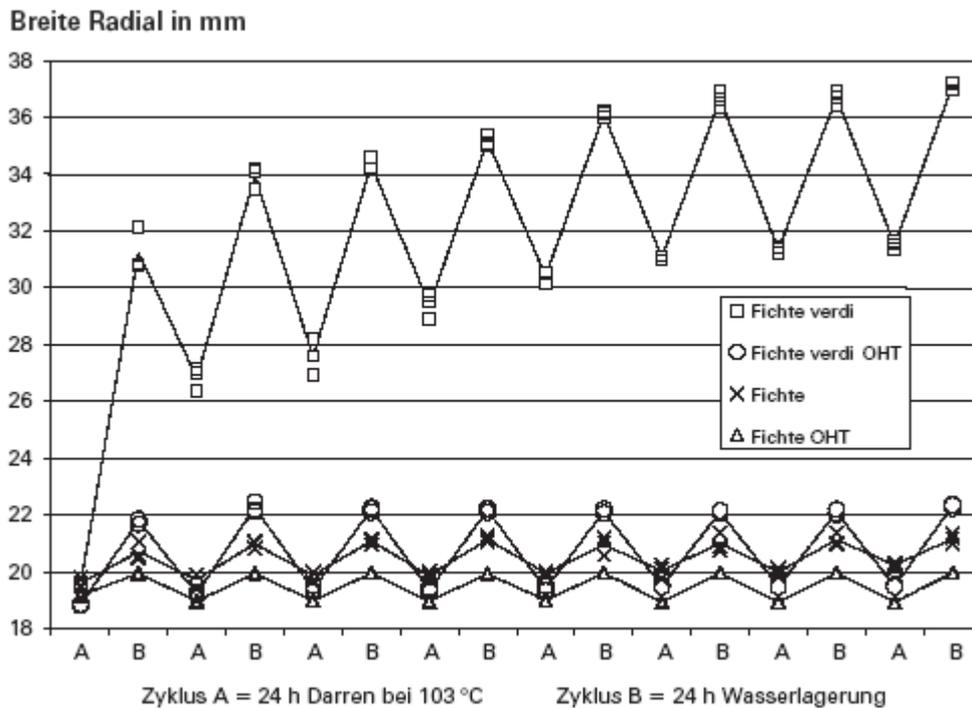


Bild 7.5-5: Radiales Quellen und Schwinden nach 8 Zyklen Trocknung bei 103°C/24 h (A) gefolgt von Wasser-Drucktränkung bei 8 bar/20 min Wasserlagerung bei 24 h und 60°C (B)

Fig 7.5-5: Radial swelling and shrinking after eight cycles of oven drying at 103°C for 24h (A) followed by water pressure-impregnation at 8bar/20min and subsequent water storage for 24 h(B)

7.5.5 Zusammenfassung

Die Kombination zweier Verfahren – der thermo-mechanischen Verdichtung und der Öl-Hitze-Behandlung – zur Holzvergütung ist wesentlich von einem optimalen Prozessregime abhängig. So erhöhen sich die biologischen und mechanischen Kennwerte signifikant im Zuge der einzelnen Prozesse und kompensieren die jeweiligen Nachteile wie Festigkeitsverlust und Rückerinnerung. Fichtenpressholz erreichte nach der OHT Behandlung die mechanischen Kennwerte von unbehandeltem Holz. Die hohen mechanischen Festigkeiten von Pressholz werden durch die nachträgliche Hitzebehandlung zu Gunsten der Resistenz reduziert. Sowohl die Nachbehandlung von Heger *et al.* [5] als auch die Öl-Hitze Behandlung erreichen eine dauerhafte Formstabilität der verdichteten Fichte. Im Gegensatz zur Wasserdampf-Nachbehandlung steigt die Dauerhaftigkeit als Resultat der OHT-Modifizierung signifikant. Als wesentlicher Nachteil muss jedoch die Verringerung der Zähigkeit um ca. 40%, verglichen mit unbehandeltem Fichtenholz, angesehen werden, wobei die

Biegefestigkeit etwa gleiche Werte wie unbehandelte Fichte erreichte. Hinsichtlich der biologischen Prüfung gegen Moderfäule konnte eine signifikante Steigerung der Resistenz bei OHT Behandlung festgestellt werden.

Abstract

For the first time untreated Norway spruce (*Picea abies* Karst.) was densified in a common industrial scale process and afterwards thermally modified in an oil-heat-treatment process. Biological and mechanical properties were investigated on axially matched samples. Wetting and drying cycles were performed to determine the change in dimensional stability of densified and heat treated samples compared to references. Biological tests of resistance to basidiomycetes on malt agar according to EN 113 (1996) and soil block tests according to prEN 807 (2001) showed a substantially reduced mass loss of densified heat treated material compared to untreated controls. According to the classification of natural durability (EN 350-1, 1994) the densified and Oil-Heat treated material was classified as “very durable“ (durability class 1). The bending strength of densified and Oil-Heat treated material was only slightly reduced compared to untreated Norway spruce. The MOE of densified and Oil-Heat treated material was increased by 42%, whereas the impact bending strength was decreased by 44% compared to untreated Norway spruce controls. Densified and thermally modified samples showed improved dimensional stability compared to untreated densified material.

7.5.6 Literatur

- [1] Bengtsson, C.; Jermer, J.; Brem, F.: Bending strength of heat-treated spruce and pine timber. The International Research Group on Wood Preservation. Document No. IRG/WP 02-40242, 2002
- [2] Brischke, C.; Rapp, A.O.: Investigation of the suitability of silver fir (*Abies alba* Mill.) for thermal modification. The International Research Group on Wood Preservation. Document No. IRG/WP/03-10457, 2004
- [3] Haller, P.; Wehsener, J.: Festigkeitsuntersuchungen an Fichtenpressholz (FPH) Holz als Roh- und Werkstoff 62 (2004) 6, S. 452-454

- [4] Haller, P.; Wehsener, J.; Rapp, A.O.; Welzbacher, C.: Thermisch vergütete und verdichtete Fichte für tragende Anwendungen im Ingenieurholzbau, AiF Forschungsbericht 63 ZBR 1/2, 2004
- [5] Heger, F., Groux, M, Girardet, F., Welzbacher, C., Rapp, A.O., Navi, P.: Mechanical and durability performance of THM-densified wood. Final Workshop COST Action E22 'Environmental Optimisation of Wood Protection' Lisboa – Portugal, 22nd - 23rd March 2004, S. 11
- [6] Kollmann, F.: Technologie des Holzes und der Holzwerkstoffe. Springer Verlag, Berlin, 1936
- [7] Leithoff, H.; Peek, R.-D.: Hitzebehandlung – eine Alternative zum chemischen Holzschutz. In: Tagungsband zur 22. Holzschutztagung der DGfH in Rosenheim. 1998, S. 97-108
- [8] Militz, H.; Tjeerdsma, B.: Heat treatment of wood by the „PLATO-process“. In: Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments. 09.02.2001 in Antibes, 2001, S. 23-33.
- [9] Morsing, N.: Densification of wood. The influence of hygrothermal treatment on compression of beech perpendicular to the grain. Diss., Building Materials Laboratory. Technical University of Denmark, 1997
- [10] Navi, P.; Girardet, F.: Effects of thermo-hydro-mechanical treatment on the structure and properties of wood. Holzforschung 54 (2000) 3, 287-293
- [11] Rapp, A.O.; Sailer, M.: Oil heat treatment of wood in Germany – State of the art. In: Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments. 09.02.2001 in Antibes (2001) S. 43-60.
- [12] Schwarze, F.; Spycher, M.: Resistance of thermo-hygro-mechanically densified wood to colonisation and degradation by brown-rot fungi. Holzforschung, 59 (2005) 3, S. 358-363
- [13] Seborg, R.M.; Millet, M.; Stamm, A.J.: Heat-stabilized compressed wood. Staypack. Mech. Eng., 67 (1945), S. 25-31
- [14] Welzbacher, C.; Rapp, A.O.: Comparison of thermally modified wood originating from four industrial scale processes – durability. The

- International Research Group on Wood Preservation. Document No. IRG/WP 02-40229, 2002
- [15] Welzbacher, C.; Heger, F.; Girardet, F.; Navi, P.; Rapp, A.O.: Decay resistance of thermo-hydro-mechanically densified wood. Final Workshop COST Action E22 'Environmental Optimisation of Wood Protection' Lisboa – Portugal, 22nd - 23rd March 2004. S. 7
- [16] DIN 52 186 (1978). Prüfung von Holz; Biegeversuch
- [17] DIN 52 189 (1981). Prüfung von Holz; Schlagbiegeversuch, Bestimmung der Bruchschlagarbeit
- [18] EN 113 (1996). Prüfverfahren zur Bestimmung der vorbeugenden Wirksamkeit gegen holzerstörende Basidiomyceten
- [19] EN 350-1 (1994). Natürliche Dauerhaftigkeit von Vollholz; Teil 1: Grundsätze für die Prüfung und Klassifikation der natürlichen Dauerhaftigkeit von Vollholz
- [20] prEN 807 (2001). Prüfverfahren für die Bestimmung der Grenze der Wirksamkeit gegen Moderfäule und andere erdbewohnende Mikroorganismen

Eingereicht 05.12.2005, Akzeptiert 10.04.2006

7.6 Publikation VI: Thermo-mechanical densification combined with thermal modification of Norway spruce (*Picea abies* Karst) in industrial scale – Dimensional stability and durability aspects

Holz als Roh- und Werkstoff. OnlineFirst DOI 10.1007/s00107-007-0198-0

Holz Roh Werkst
DOI 10.1007/s00107-007-0198-0

ORIGINALARBEITEN · ORIGINALS

Thermo-mechanical densification combined with thermal modification of Norway spruce (*Picea abies* Karst) in industrial scale – Dimensional stability and durability aspects

C. R. Welzbacher · J. Wehsener · A. O. Rapp · P. Haller

© Springer-Verlag 2007

Abstract Heat-treatments of wood to improve selected wood properties, e.g. durability and dimensional stability, are well established industrial processes. However, the main drawbacks of thermally modified timber are the reduced strength properties. In a previous study, thermo-mechanically densified wood with increased initial strength was successfully applied to an oil-heat treatment (OHT) in laboratory scale to overcome the problem of reduced strength properties. Consequently, the up-scaling of processes to industrial scale was the objective of this study. Therefore, Norway spruce (*Picea abies* Karst.) was thermo-mechanically densified in laboratory scale at 140 °C, 160 °C, 180 °C, and 200 °C for 0.5 h, 1 h, 2 h, and 4 h and afterwards modified by a laboratory OHT-process at 180 °C, 200 °C, and 220 °C for 2 and 4 h. Swelling properties and biological properties were investigated on matched samples to identify suitable combinations of densification and OHT for use in outdoor application. Further on, the process-parameters assessed from laboratory scale were taken over for industrial scale production. The results show that compression-set recovery of densified and oil-heat treated spruce was almost completely eliminated by an OHT at temperatures above 200 °C, as demonstrated in laboratory tests and after 30 months natural weathering. Thus, with respect to the di-

mensional stability and improved durability, the industrially densified and oil-heat treated spruce timber appears to be suitable for weathered application.

Thermo-mechanische Verdichtung und thermische Modifikation von Fichtenholz (*Picea abies* Karst) im industriellen Maßstab – Betrachtung der Dimensionsstabilität und Dauerhaftigkeit

Zusammenfassung Hitzebehandlungen von Holz zur Verbesserung ausgewählter Eigenschaften, z.B. Dauerhaftigkeit und Dimensionsstabilität, sind industriell etablierte Verfahren. Der Hauptnachteil von hitzebehandeltem Holz besteht jedoch in den durch die thermische Modifikation reduzierten Festigkeitseigenschaften. Zur Überwindung dieses Nachteils wurde in einer früheren Studie thermo-mechanisch verdichtetes Holz mit durch die Verdichtung erhöhten Festigkeitseigenschaften erfolgreich einer Öl-Hitze Behandlung (OHT) im Labor unterzogen. Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die im Labor erfolgreich erreichte Kombination von Verdichtung und OHT auf industriellen Maßstab zu übertragen. Dafür wurde Fichtenholz (*Picea abies* Karst.) bei Temperaturen von 140 °C, 160 °C, 180 °C, und 200 °C für 0,5 h, 1 h, 2 h, und 4 h im Labor verdichtet und nachfolgend bei 180 °C, 200 °C, und 220 °C für 2 und 4 h durch eine OHT im Labormaßstab vergütet, um geeignete Parameterkombinationen hinsichtlich Quelleigenschaften und Dauerhaftigkeit für einen Einsatz des Materials in bewitterter Außenanwendung zu ermitteln. Diese geeigneten Parameterkombinationen aus Optimierungsversuchen im Labor wurden für die industrielle Herstellung herangezogen. Ergebnisse aus Quellversuchen und nach 30monatiger natürlicher Bewitterung zeigen, dass das Rückinnerungsvermögen des verdichteten Fichtenholzes

C. R. Welzbacher (✉) · A. O. Rapp
Institute for Wood Biology and Wood Protection,
Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH),
Leuschnerstr. 91,
21031 Hamburg, Germany
e-mail: c.welzbacher@holz.uni-hamburg.de

J. Wehsener · P. Haller
Institute of Steel and Timber Structures,
Technical University Dresden (TUD),
Eisenstackstr. 33 NB,
01062 Dresden, Germany

Springer

C.R. Welzbacher^{1*}, J. Wehsener², A.O. Rapp¹, P. Haller²

¹Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH), Institute for Wood Biology and Wood Protection,
Leuschnerstr. 91
D-21031 Hamburg, Germany.

²Technical University Dresden (TUD), Faculty of Civil Engineering,
Eisenstuckstr. 33 NB
D-01062 Dresden, Germany.

*corresponding author:

Christian R. Welzbacher

Tel: +49 40 73962-419/-427/-446 Fax: +49 40 73962 499

E-mail: c.welzbacher@holz.uni-hamburg.de, <http://www.bfafh.de>

Abstract

Heat-treatments of wood to improve selected wood properties, e.g. durability and dimensional stability, are well established industrial processes. However, the main drawbacks of thermally modified timber are reduced strength properties. In a previous study, thermo-mechanically densified wood with increased initial strength was successfully applied to an oil-heat treatment (OHT) in laboratory scale to overcome the problem of reduced strength properties. Consequently, the up-scaling of processes to industrial scale was the objective of this study. Therefore, Norway spruce (*Picea abies* Karst.) was thermo-mechanically densified in laboratory scale at 140 °C, 160 °C, 180 °C, and 200 °C for 0.5h, 1h, 2h, and 4h and afterwards modified by a laboratory OHT-process at 180 °C, 200 °C, and 220 °C for 2 and 4h. Swelling properties and biological properties were investigated on matched samples to identify suitable combinations of densification and OHT for use in outdoor application. Further on, the process-parameters assessed from laboratory scale were taken over for industrial scale production. The results show, that compression-set recovery of densified and oil-heat treated spruce was almost completely eliminated by an

OHT at temperatures above 200 °C, as demonstrated in laboratory tests and after 30 months' natural weathering. Thus, with respect to the dimensional stability and improved durability, the industrially densified and oil-heat treated spruce timber appears to be suitable for weathered application.

Keywords: Compression-set recovery, densification, field tests, heat-treatment, laboratory tests, swelling, spring-back

Thermo-mechanische Verdichtung und thermische Modifikation von Fichtenholz (*Picea abies* Karst) im industriellen Maßstab – Betrachtung der Dimensionsstabilität und Dauerhaftigkeit

Zusammenfassung

Hitzebehandlungen von Holz zur Verbesserung ausgewählter Eigenschaften, z.B. Dauerhaftigkeit und Dimensionsstabilität, sind industriell etablierte Verfahren. Der Hauptnachteil von hitzebehandeltem Holz besteht jedoch in den durch die thermische Modifikation reduzierten Festigkeitseigenschaften. Zur Überwindung dieses Nachteils wurde in einer früheren Studie thermo-mechanisch verdichtetes Holz mit durch die Verdichtung erhöhten Festigkeitseigenschaften erfolgreich einer Öl-Hitze Behandlung (OHT) im Labor unterzogen. Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die im Labor erfolgreich erreichte Kombination von Verdichtung und OHT auf industriellen Maßstab zu übertragen. Dafür wurde Fichtenholz (*Picea abies* Karst.) bei Temperaturen von 140 °C, 160 °C, 180 °C, und 200 °C für 0.5h, 1h, 2h, und 4h im Labor verdichtet und nachfolgend bei 180 °C, 200 °C, und 220 °C für 2 und 4h durch eine OHT im Labormaßstab vergütet, um geeignete Parameterkombinationen hinsichtlich Quelleigenschaften und Dauerhaftigkeit für einen Einsatz des Materials in bewitterter Außenanwendung zu ermitteln. Diese geeigneten Parameterkombinationen aus Optimierungsversuchen im Labor wurden für die industrielle Herstellung herangezogen. Ergebnisse aus Quellversuchen und nach 30monatiger natürlicher Bewitterung zeigen, dass das Rückerinnerungsvermögen des verdichteten Fichtenholzes durch eine OHT über 200 °C nahezu

komplett unterbunden werden konnte. Ein Einsatz des industriell verdichteten und Öl-Hitze behandelten Materials im bewitterten Außeneinsatz erscheint deshalb im Hinblick auf die erreichte Dimensionsstabilisierung und die erhöhte Dauerhaftigkeit als möglich.

Schlagworte: Freilandversuche, Hitzebehandlung, Laborversuche, Quellung, Rückerinnerung, Rückverformung, Verdichtung

7.6.1 Introduction

The potential of thermal modification processes to increase the natural durability of solid wood and therewith to allow the use of thermally modified timber (TMT) in outdoor application was investigated and promoted in recent years (Zaman *et al.* 2000, Rep *et al.* 2004, Akgül *et al.* 2006, Boonstra and Tjeerdsma 2006, Del Menezzi and Tomaselli 2006, Junghans and Niemz 2006, Krawczyk 2007). The main drawback of such thermal treatments are the reduced mechanical properties of the end product (Repellin and Guyonnet 2003, Brischke and Rapp 2004, Rapp *et al.* 2006, Poncsák *et al.* 2006) that restrict the use of TMT in load-bearing structures (Bengtsson *et al.* 2002, Welzbacher and Rapp 2003).

To overcome the disadvantage of decreased mechanical strength of TMT, commercially available thermo-mechanically densified Norway spruce (*Picea abies* L. Karst) with increased strength properties was applied to a laboratory-scale oil-heat treatment process in a previous study (Welzbacher *et al.* 2006). The thermo-mechanical densification of solid wood at elevated process temperatures is an established process to improve selected mechanical and physical properties e.g. MOE, MOR, surface hardness and transversal shear strength (Morsing 1997, Navi and Girardet 2000, Kubojima *et al.* 2003, Haller and Wehsener 2004, Blomberg *et al.* 2005, Yoshihara and Tsunematsu 2007), which is known since the beginning of the 20th century (Kollmann 1936, Seborg *et al.* 1945). However, the compression-set during densification is unstable and leads to compression-set recovery under the influence of liquid water (Inoue *et al.* 1993, Navi and Girardet 2000) or even high moisture conditions (Saito 1973a, Hsu *et al.* 1988). Furthermore, the durability of wood is only slightly affected by the thermo-mechanical densification (Welzbacher *et al.* 2004, Skyba

and Schwarze 2005, Schwarze and Spycher 2005). As shown in our previous study (Welzbacher *et al.* 2006), the product from simply combining an industrial densification and a laboratory scale oil-heat treatment was very durable, dimensional stable and exhibited nearly identical static mechanical strength properties compared to non-treated spruce wood.

Consequently, the aim of this study was to harmonize both commercial processes of thermo-mechanical densification and thermal modification of solid wood with each other to create a novel material for load-bearing weathered application in industrial scale. For this purpose, the influence of various process parameters of the laboratory scale densification as well as of the laboratory scale oil-heat treatment process on swelling properties of densified and thermally modified spruce was investigated. The swelling properties, especially the compression-set recovery, were regarded as the most critical material quality of the product, since the compression-set recovery leads to an inhomogeneous density-profile and varying strength of the end product respectively. The most suitable combination of densification and thermal modification with respect to swelling characteristics was further on taken for industrial production in up scaled processes.

7.6.2 Material and Methods

Material

Kiln dried boards (4000 x 215 x 46 mm³, long. x tang. x rad.) of Norway spruce (*Picea abies* Karst.) were used for preparation of specimens for the thermo-mechanical densification and thermal modification. The average oven-dry density of the boards was 0.42 g/cm³. All samples were cut into the respective test specimens and tested at the Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH), Hamburg, Germany.

Laboratory scale densification and oil-heat treatment

Densification in a laboratory press

Solid spruce samples of 100 x 100 x 46 mm³ (long. x tang. x rad.) with an initial moisture content of 9-11% were densified in radial direction at the Technical University of Dresden, using a conventional laboratory hot-press with press

plates of 400 x 400 mm². The discontinuous thermo-mechanical densification process consisted of three subsequent process phases: heating up, compression, and cooling/conditioning, wherein the heat transmission was achieved by contact of the specimens and the heated upper and lower press plates. A diagram of the densification process of spruce samples, densified at 140°C and ascending durations of compression is exemplarily given in Figure 7.6-1. The densified samples remained loaded until the inner wood temperature fell below 80°C to prevent resilience.

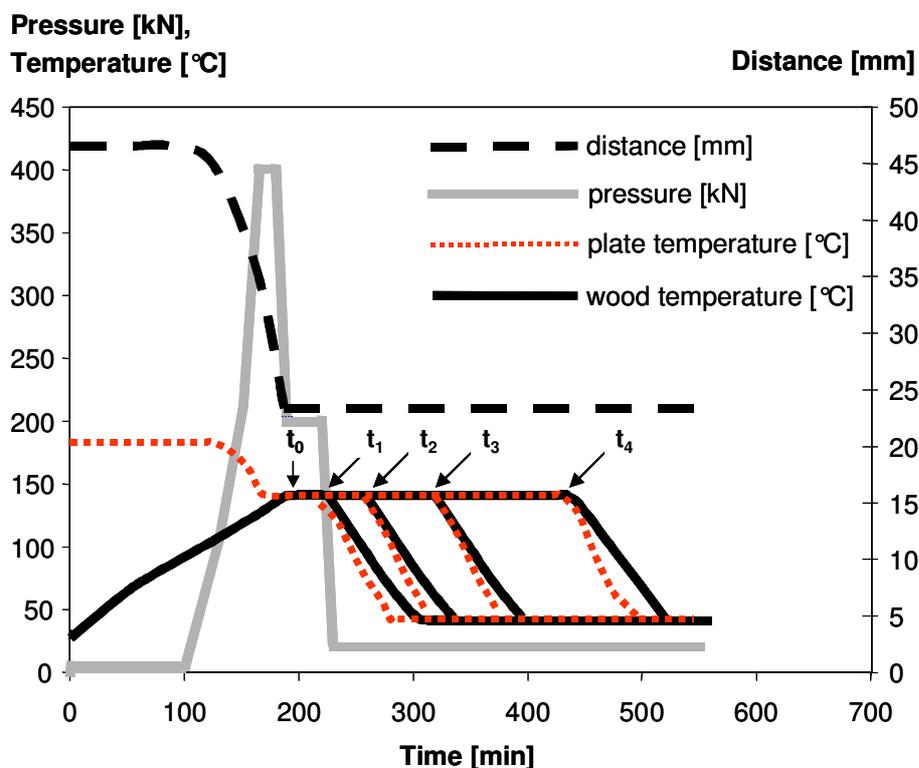


Figure 7.6-1. Scheme of a distance controlled process for thermo-mechanical densification of solid wood from 46 mm to 24 mm at 140°C and different durations of compression: 30 min ($t_0 - t_1$), 60 min ($t_0 - t_2$), 120 min ($t_0 - t_3$), 240 min ($t_0 - t_4$); after the particular densification duration, the plate temperature was cooled from 140°C to room temperature.

Abbildung 7.6.1. Schema eines weggesteuerten Prozesses zur thermo-mechanischen Verdichtung von Vollholz von 46 mm auf 24 mm bei 140°C und verschiedenen Verdichtungsdauern: 30 min ($t_0 - t_1$), 60 min ($t_0 - t_2$), 120 min ($t_0 - t_3$), 240 min ($t_0 - t_4$); nach der jeweiligen Verdichtungsdauer wurde die Platentemperatur von 140°C auf Raumtemperatur rückgekühlt.

To determine the influence of densification temperature and duration on the dimensional stability of compressed spruce, four different temperatures (140°C, 160°C, 180°C, and 200°C) in combination with four ascending densification

durations (30 min, 60 min, 120 min, and 240 min) were applied. The moisture content of specimens after the thermo-mechanical densification was in a range from 3% (densified at 200°C) to 7% (densified at 140°C). The dimension of specimens in compression direction (radial) was determined to the nearest 0.01 mm at room conditions (20°C/ 60% RH) before and after the densification to examine changes of compression-set in the specimens compression direction.

Oil-heat treatment in an experimental treatment vessel

The thermal modification was carried out as an oil-heat treatment (OHT) with heated rapeseed oil in an experimental treatment vessel at BFH in accordance with the procedure described by Sailer *et al.* (2000). Therefore the differently densified as well as non-densified spruce samples were cut into specimens of 100 x 25 x 25 mm³ (long. x tang. x rad.) and were submitted to the thermal modification process at 180°C, 200°C and 220°C for 2h and 4h. A scheme of the wood temperature sequence over the different treatment periods is given in Figure 7.6-2. The final moisture content of specimens after the oil-heat treatment was 0%.

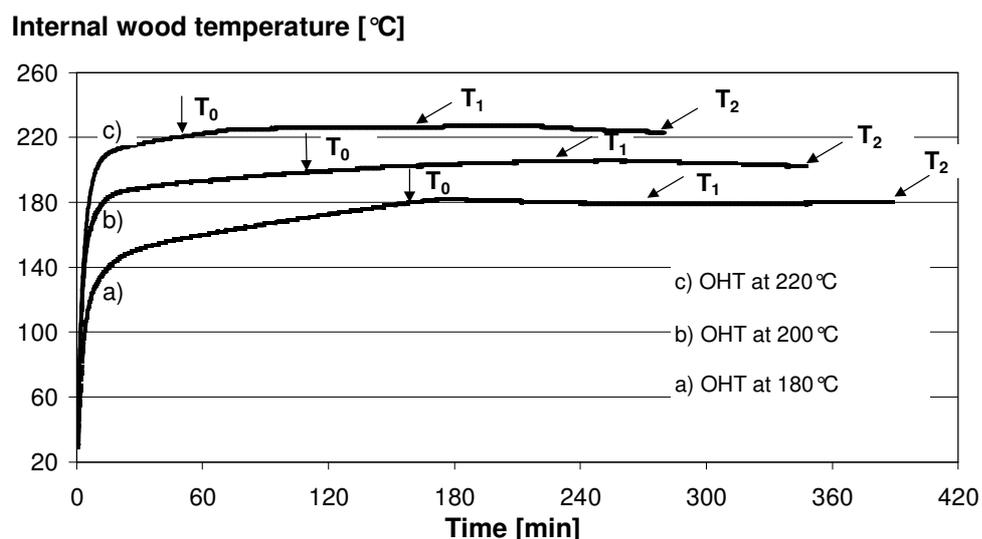


Figure 7.6-2. Diagram of wood temperature path during oil-heat treatments (OHT) at 180°C, 200°C, and 220°C for 2h ($T_0 - T_1$) and 4h ($T_0 - T_2$).

Abbildung 7.6-2. Holztemperaturverlauf während einer Öl-Hitze Behandlung (OHT) bei 180°C, 200°C und 220°C für 2h ($T_0 - T_1$) und 4h ($T_0 - T_2$).

In the case of the oil-heat treatment at 220°C for 2 h, the dimension of specimens before and after the modification was determined to the nearest 0.01 mm to examine exemplarily the dimensional change of specimens in compression direction caused by thermal modification.

Industrial scale densification and oil-heat treatment

The thermo-mechanical densification of spruce boards of 2000 x 215 x 46 mm³ with an initial moisture content of 8-9% was conducted in a conventional industrial multi-platen hot-press at Dehonit-Falke s.r.o., Sokolov, Czech Republic. On account of the optimisation experiments in laboratory scale and with respect to the suitability for a commercial production in industrial scale, the densification temperature of 160°C was assessed.

For compression, the specimens were placed in the heated multi-platen press and once the inner wood temperature exceeded 140°C the distance controlled densification process started. The process pressure was 5.0 MPa and the maximum densification speed was 1 mm x min⁻¹ until the intended size of compressed specimens (24 mm) and the target temperature of 160°C was reached. The compression phase of 30 min started when both the temperature and the distance were on target. Afterwards the specimens remained loaded with 0.5 MPa until the inner wood temperature was cooled to 80°C.

The subsequent oil-heat treatment of the densified spruce boards with an average moisture content of 5-6% was carried out commercially in industrial scale at Menz Holz, Reulbach, Germany, at 200°C and 220°C for 4h. The industrial scale treatment process is described in detail by Rapp and Sailer (2001). The moisture content of the specimens after the industrial oil-heat treatment was 0%.

Determination of compression-set, spring-back and compression-set recovery

The compression set (C) specifies the change in size in compression direction (radial) by densification (Equation 1), where R_0 is the uncompressed thickness and R_C is the thickness of the compressed samples at room conditions (20°C/ 60% RH).

$$C = \frac{R_0 - R_C}{R_0} \times 100 [\%] \quad (1)$$

The spring-back describes the change in dimension in compression direction of specimens caused by resilience after removal from the press and due to the applied oil-heat treatment. The total spring-back is divided into two subsequent steps, the press- and the vessel spring-back, as described in the following:

Step 1: The press spring-back (S_p) is a measure for the resilience (without the presence of liquids) of samples after compression, induced by built-up internal stresses due to the compression, where R_C unloaded is the thickness of specimens after compression at room conditions (20 °C/ 60% RH) and R_C loaded is the thickness of compressed specimens in the loaded press (Equation 2).

$$S_p = \frac{R_{C \text{ unloaded}} - R_{C \text{ loaded}}}{R_{C \text{ loaded}}} \times 100 [\%] \quad (2)$$

Step 2: The vessel spring-back describes the permanent deformation of compressed specimens due to extension and evaporation of cell-wall bonded water and due to the relaxation of internal compressive tension by the oil-heat treatment, where R_C unloaded and R_{OHT} are the sizes in compression direction, before and after the oil-heat treatment (OHT) at room conditions (20 °C/ 60% RH) respectively (Equation 3).

$$S_v = \frac{R_{OHT} - R_{C \text{ unloaded}}}{R_{C \text{ unloaded}}} \times 100 [\%] \quad (3)$$

Both, the press- and the vessel spring-back are part of the compression-set recovery. The compression-set recovery (C_{Recovery}) is a measure for the irreversibly recovered thickness in compression direction, where R_0 is the size before compression, R_C unloaded is the size after compression and R_C wet is the

size of specimens in compression direction after a certain moistening stress, e.g. water soaking or natural weathering, followed by re-drying (Equation 4).

$$C_{\text{Recovery}} = \frac{R_{C \text{ wet}} - R_{C \text{ unloaded}}}{R_0 - R_{C \text{ unloaded}}} \times 100 [\%] \quad (4)$$

Determination of dimensional stability

Swelling properties of unweathered specimens in laboratory tests

Maximum swelling and compression-set recovery of the densified and thermally modified specimens were determined after 5 cycles of water soaking and drying to examine the improvement of dimensional stability caused by the heat treatment. The soaking phase consisted of a water vacuum-pressure impregnation (vacuum: 20 hPa, 30 min; pressure: 0.8 MPa, 30 min) and subsequent water storage at 60°C for 24 h, whereas the drying phase was composed out of a drying step at 30°C for 24 h followed by 24 h drying at 103°C.

Swelling was determined by measuring the oven dry (l_0) and wet (l_1) dimension of the specimens in compression direction (radial) according to DIN 52 184 (1979), as shown in Equation 5.

$$\alpha_{\text{radial}} = \frac{l_1 - l_0}{l_0} \times 100 [\%] \quad (5)$$

Swelling properties of naturally weathered specimens

Industrially densified (at 160°C for 30 min) and thermally modified (at 220°C for 4 h) as well as untreated spruce specimens were exposed to natural weathering above ground at BFH between August 2004 and February 2007. The number of replicates was $n = 20$, the initial dimension of the non-compressed specimens was 500 x 50 x 25 mm³ (long. x tang. x rad.) and 500 x 50 x 20 mm³ (long. x tang. x rad.) for the densified specimens. The test set-up was designed as a horizontal single layer (200 x 100 cm²) with supporting beams out of untreated spruce with a distance to ground of 30 cm (Figure 7.6-3).

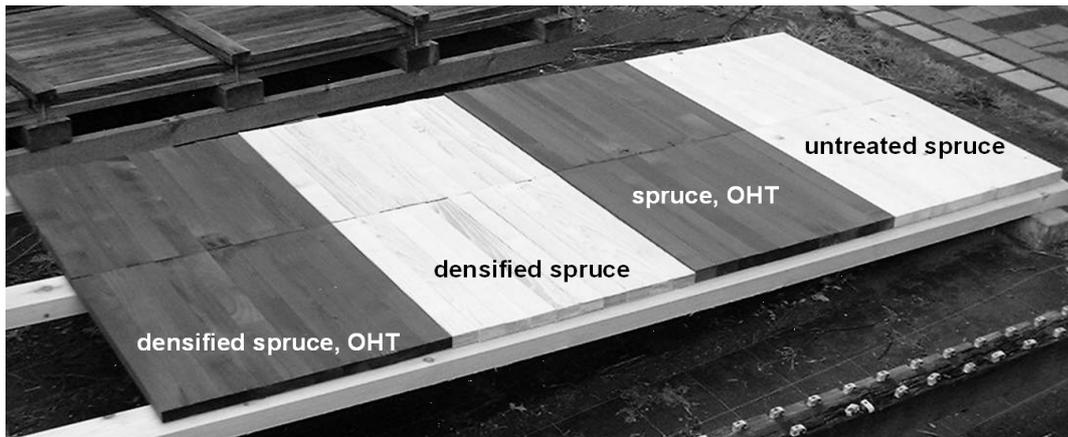


Figure 7.6-3. Single-layer exposure of specimens for natural weathering. OHT = oil-heat treated.

Abbildung 7.6.3. Einzellagige Exposition von Prüfkörpern für die natürliche Bewitterung. OHT = Öl-Hitze vergütet.

For determination of the swelling properties after natural weathering, the specimens were replaced from the test racks after 30 month and kept immersed in water for 12 h at 20°C to achieve a maximum moisture uptake. The dimension before weathering as well as the wet dimension of weathered specimens after 12h water-soaking was determined to the nearest 0.01 mm. Swelling and compression-set recovery in compression direction was determined.

Determination of biological durability in basidiomycetes tests

The resistance to wood-destroying basidiomycetes of the industrial scale produced densified and thermally modified material was tested in accordance with EN 113 (1996) using Kolle flasks and $n = 12$ specimens ($50 \times 25 \times 15 \text{ mm}^3$). The incubation period was 12 weeks. The following strains were used: *Poria placenta* var. *Monticula* = (Fr.) Gilbertson et Ryv. FPRL 280 BAM, 8/1997 and *Coriolus versicolor* = (L.:Fr.) Pilat CTB 863A; 1969. To assess the grade of durability, the relative durability was calculated as the quotient of mass loss of the modified material and Scots pine sapwood (*Pinus sylvestris* L.) controls (x -value, EN 350-1 (1994)).

7.6.3 Results and Discussion

Adjustment of processes in laboratory scale

Compression-set and density

A compression-set between $C = 39.3$ and $C = 47.8\%$ was achieved by the laboratory thermo-mechanical densification process (Table 7.6-1).

Table 7.6-1. Average thickness of spruce specimens ($n = 12$ replicates) before and after thermo-mechanical densification as well as resulting compression set (C) Standard deviation in brackets.

Tabelle 7.6.1. Mittlere Stärke von Fichtenprüfkörpern ($n = 12$) vor und nach der thermo-mechanischen Verdichtung sowie daraus resultierender Verdichtungsgrad (C). Standardabweichung in Klammern.

Densification		thickness [mm]		
Temp. [°C]	duration [h]	before densification	after densification	C [%]
20	-	46.2 (0.4)	46.2 (0.4)	0
140	0.5	46.1 (0.3)	28.0 (0.3)	39.3 (0.1)
	1	46.4 (0.6)	26.5 (0.4)	42.7 (0.5)
	2	47.0 (0.2)	28.0 (0.4)	40.5 (0.2)
	4	46.3 (0.8)	27.7 (0.6)	40.2 (0.3)
160	0.5	46.3 (0.2)	27.3 (0.3)	41.1 (0.2)
	1	46.0 (0.2)	26.5 (0.4)	42.4 (0.3)
	2	46.2 (0.1)	25.7 (0.6)	44.4 (0.3)
	4	46.5 (0.7)	26.2 (0.2)	43.6 (0.2)
180	0.5	46.3 (0.1)	24.9 (0.3)	46.2 (0.3)
	1	46.1 (0.5)	25.4 (0.4)	44.7 (0.2)
	2	46.4 (0.4)	25.0 (0.3)	46.0 (0.2)
	4	46.9 (0.3)	25.4 (0.8)	45.9 (0.3)
200	0.5	46.2 (0.3)	25.6 (0.7)	44.7 (0.1)
	1	46.9 (0.5)	24.6 (0.5)	47.5 (0.1)
	2	46.3 (0.3)	24.8 (0.7)	46.4 (0.1)
	4	46.2 (0.2)	24.1 (0.3)	47.8 (0.1)

The impact of the densification temperature on the resulting compression-set was more pronounced than the impact of prolonged densification duration. However, the higher the densification temperature applied, the higher was the compression-set achieved. Such effects of increasing densification with increasing temperature were also reported by Tabarsa and Chui (1997), and can be explained as a consequence of the softening of solid wood at elevated temperatures (above 180 °C), as described by Fengel and Wegener (1989). Nevertheless, the distinction between the theoretical compression-set, which is 47 to 49%, defined by the distance of the plates while pressing (distance of plates 24 mm, initial wood thickness 46 to 47 mm), and the resulting

compression-set after densification due to resilience became obvious. A compression-set in the range of the theoretical value was only achieved by applying a densification temperature above 160 °C.

The density of specimens was significantly increased by compression (Table 7.6-2). A maximum density of 0.74 g/cm³ was achieved after densification at 200 °C for 4h, whereas a density of only 0.58 g/cm³ was obtained by densification at the lowest densification temperature of 140 °C for 4h.

Table 7.6-2. Average oven-dry density [g/cm³] of spruce specimens (n = 12 replicates) depending on the temperature and duration of laboratory-scale densification as well as on the subsequent laboratory-scale oil heat-treatment (OHT) temperature and duration. Standard deviation in brackets.

Tabelle T.6.2. Mittlere Darrdichte [g/cm³] von Fichtenprüfkörpern (n = 12), abhängig von der Temperatur und Dauer der Verdichtung im Labormaßstab sowie der Behandlungstemperatur und -dauer der Labor-Öl-Hitze Vergütung (OHT). Standardabweichung in Klammern.

Densification		Oven-dry density [g/cm ³] depending on OHT temperature and duration							
Temp. [°C]	duration [h]	20 °C		180 °C		200 °C		220 °C	
		0h	2h	4h	2h	4h	2h	4h	
20	-	0.41 (0.01)	0.43 (0.01)	0.44 (0.01)	0.43 (0.00)	0.41 (0.00)	0.39 (0.00)	0.36 (0.01)	
	0.5	0.59 (0.01)	0.62 (0.03)	0.62 (0.01)	0.61 (0.03)	0.62 (0.00)	0.57 (0.00)	0.57 (0.03)	
140	1	0.69 (0.01)	0.62 (0.03)	0.63 (0.01)	0.62 (0.00)	0.67 (0.02)	0.64 (0.00)	0.62 (0.01)	
	2	0.59 (0.02)	0.62 (0.04)	0.59 (0.04)	0.64 (0.00)	0.68 (0.02)	0.62 (0.02)	0.58 (0.02)	
	4	0.58 (0.01)	-	-	-	-	-	-	
160	0.5	0.61 (0.00)	0.60 (0.01)	0.69 (0.04)	0.74 (0.05)	0.70 (0.01)	0.64 (0.01)	0.60 (0.07)	
	1	0.66 (0.08)	0.68 (0.05)	0.66 (0.07)	0.69 (0.09)	0.72 (0.06)	0.65 (0.08)	0.63 (0.03)	
	2	0.62 (0.02)	0.66 (0.05)	0.66 (0.09)	0.67 (0.10)	0.69 (0.06)	0.64 (0.05)	0.62 (0.11)	
	4	0.67 (0.07)	-	-	-	-	-	-	
180	0.5	0.71 (0.13)	0.71 (0.09)	0.68 (0.06)	0.65 (0.07)	0.70 (0.09)	0.68 (0.07)	0.69 (0.06)	
	1	0.61 (0.07)	0.61 (0.09)	0.66 (0.06)	0.68 (0.07)	0.71 (0.09)	0.65 (0.05)	0.64 (0.04)	
	2	0.72 (0.08)	0.71 (0.07)	0.70 (0.09)	0.72 (0.07)	0.74 (0.11)	0.69 (0.11)	0.65 (0.04)	
	4	0.68 (0.07)	-	-	-	-	-	-	
200	0.5	0.66 (0.03)	0.69 (0.04)	0.72 (0.04)	0.71 (0.04)	0.72 (0.05)	0.67 (0.06)	0.71 (0.07)	
	1	0.67 (0.06)	0.66 (0.08)	0.69 (0.11)	0.71 (0.13)	0.87 (0.14)	0.75 (0.08)	0.64 (0.03)	
	2	0.68 (0.05)	0.68 (0.08)	0.73 (0.12)	0.73 (0.12)	0.75 (0.08)	0.70 (0.07)	0.76 (0.05)	
	4	0.74 (0.11)	-	-	-	-	-	-	

Compared to the strong impact of the densification temperature on the resulting density, the influence of the oil-heat treatment at various modification temperatures and durations on density was non-significant.

Spring-back

The press spring-back of thermo-mechanically densified spruce-specimens decreased significantly with rising densification temperature (Figure 7.6-4), which coincides with results from Saito (1973b) and Tabarsa and Chui (1997).

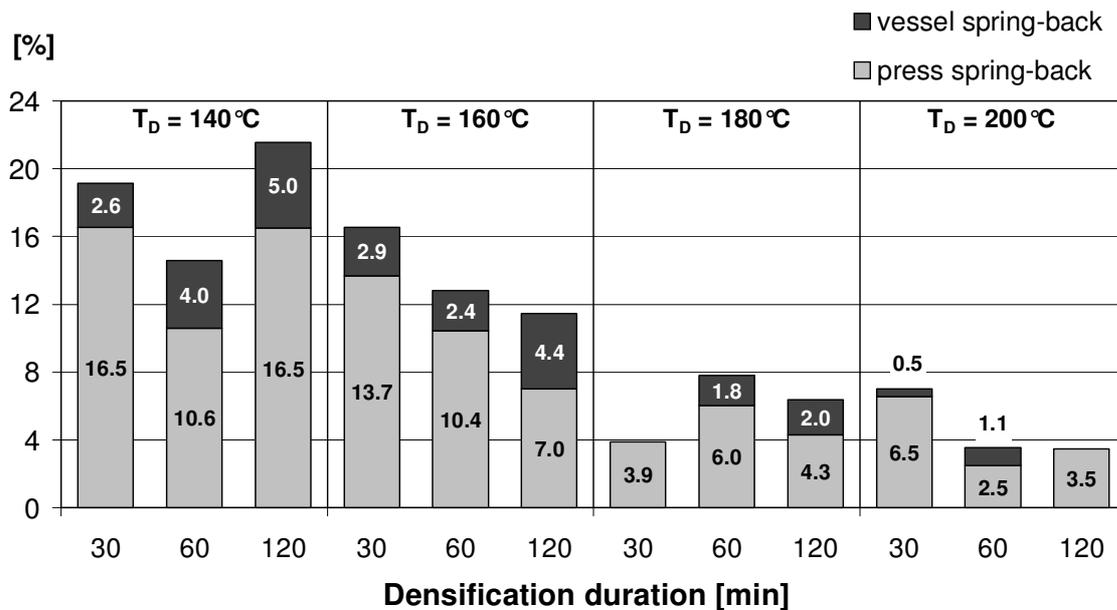


Figure 7.6-4. Press and vessel spring-back of spruce samples, densified at ascending temperatures (T_D) for various densification durations and subsequent oil heat treatment at 220°C for 2 h.

Abbildung 7.6-4. Rückverformung von verdichteten Fichtenproben nach Entnahme aus der Presse und nach Entnahme aus dem Öl-Hitze-Reaktionsbehälter, wobei die Verdichtung unter ansteigenden Temperaturen (T_D) und verschiedenen Dauern erfolgte und die nachgeschaltete Öl-Hitze Behandlung bei 220°C für 2h ausgeführt wurde.

The impact of the densification temperature on the reduction of the press-spring back was more pronounced than the impact of the compression duration. Only in the case of specimens densified at 160°C a strong correlation between the prolongation of the densification duration and the reduction of press spring-back was found. The vessel spring-back of differently densified specimens, exemplarily shown for specimens oil-heat treated at 220°C for 2 h, was strongly affected by the densification temperature as well: with rising densification temperature, the vessel spring-back also decreased.

Regarding the total spring back, a densification temperature above 160°C appears to be most favourable to reduce the compression recovery below 8%

with respect to mechanical requirements to assure a homogeneous density profile and resulting constant strength properties of the compressed product.

Dimensional stabilisation through thermal modification in laboratory scale

A significant reduction in maximum swelling of the densified specimens was only achieved by a laboratory-scale oil-heat treatment of densified specimens (Table 7.6-3). With increasing oil-heat treatment temperature and duration, the swelling decreased significantly.

Table 7.6-3. Average maximum radial swelling [%] of spruce specimens (n = 12 replicates) depending on the temperature and duration of laboratory-scale densification as well as on the laboratory-scale oil heat-treatment (OHT) temperature and duration. Standard deviation in brackets.

Tabelle 7.6.3. Mittlere maximale Quellung [%] von Fichtenprüfkörpern (n = 12), abhängig von der Temperatur und Dauer der Verdichtung im Labormaßstab sowie der Behandlungstemperatur und -dauer der Labor-Öl-Hitze Vergütung (OHT). Standardabweichung in Klammern.

Maximum radial swelling [%] depending on densification and OHT								
Densification		OHT						
Temp. [°C]	duration [h]	20°C	180°C	200°C	220°C			
		0h	2h	4h	2h	4h	2h	4h
20	-	4 (0)	3 (0)	3 (1)	3 (0)	3 (1)	2 (1)	1 (0)
140	0.5	66 (10)	52 (5)	45 (6)	37 (3)	29 (4)	21 (3)	21 (3)
	1	84 (6)	58 (5)	53 (6)	40 (3)	33 (2)	24 (3)	21 (3)
	2	55 (4)	47 (5)	38 (3)	35 (7)	32 (3)	22 (3)	23 (2)
	4	56 (6)	-	-	-	-	-	-
160	0.5	65 (5)	52 (9)	50 (1)	41 (5)	32 (2)	26 (3)	20 (2)
	1	66 (4)	56 (4)	49 (2)	41 (7)	31 (2)	25 (3)	22 (1)
	2	64 (1)	56 (6)	53 (4)	38 (3)	36 (6)	24 (3)	21 (5)
	4	66 (7)	-	-	-	-	-	-
180	0.5	73 (4)	60 (6)	52 (4)	35 (4)	31 (5)	19 (3)	22 (3)
	1	64 (2)	59 (3)	51 (9)	39 (6)	35 (4)	23 (4)	22 (2)
	2	60 (8)	57 (3)	49 (4)	36 (4)	32 (2)	22 (2)	24 (4)
	4	61 (5)	-	-	-	-	-	-
200	0.5	60 (5)	50 (3)	45 (2)	32 (1)	34 (6)	20 (4)	21 (4)
	1	53 (3)	50 (3)	51 (3)	39 (2)	39 (3)	29 (1)	17 (2)
	2	51 (6)	48 (6)	43 (7)	36 (6)	35 (5)	26 (2)	21 (5)
	4	34 (8)	-	-	-	-	-	-

A comparable significantly improved dimensional stability by a post-treatment above 180 °C has been mentioned by several authors before (Inoue *et al.* 1993, Dwianto *et al.* 1996), and is most likely caused by increasing cross linkage (Navi and Girardet 2000) and relaxation of stored stresses by partial hydrolysis

of hemicelluloses and degradation of lignin at elevated temperatures (Kawai *et al.* 1992, Norimoto *et al.* 1993).

A reduced moisture absorption and therefore reduced swelling at increased densification temperature and prolonged densification duration as reported by Hong (1984) was only found at temperatures above 160°C. There, the prolongation of densification duration, as well as the elevation of densification temperature caused a slight reduction of maximum swelling. Densification at 200°C for 4 h without post-treatment reduced the swelling to 34%, analogical to the effect of an oil-heat treatment at 200°C for 4 h independent from the densification parameters.

The superior impact of the subsequent laboratory-scale oil-heat treatment on the dimensional stability became also obvious when taking the determined values of compression-set recovery into consideration (Table 7.6-4).

Table 7.6-4 Average compression-set recovery [%] of spruce specimens (n = 12 replicates) depending on the temperature and duration of laboratory-scale densification as well as on the laboratory-scale oil heat-treatment (OHT) temperature and duration. Standard deviation in brackets.

Tabelle 7.6-4. Mittlere Rückerinnerung [%] von Fichtenprüfkörpern (n = 12), abhängig von der Temperatur und Dauer der Verdichtung im Labormaßstab sowie der Labor-Öl-Hitze Behandlungstemperatur und –dauer (OHT). Standardabweichung in Klammern.

Compression-set recovery [%] depending on laboratory-scale densification and OHT									
Densification		OHT							
Temp. [°C]	duration [h]	20°C		180°C		200°C		220°C	
		0h	2h	4h	2h	4h	2h	4h	
20	-	-1 (0)	0 (1)	-1 (1)	-1 (0)	0 (0)	0 (1)	0 (1)	
140	0.5	47 (5)	30 (3)	24 (4)	15 (3)	8 (3)	4 (1)	3 (1)	
	1	67 (4)	39 (5)	32 (4)	19 (2)	12 (2)	5 (1)	3 (1)	
	2	37 (4)	22 (3)	14 (3)	10 (2)	8 (2)	3 (1)	2 (1)	
	4	46 (9)	-	-	-	-	-	-	
160	0.5	43 (4)	27 (5)	24 (4)	15 (3)	9 (2)	5 (1)	3 (0)	
	1	46 (9)	33 (5)	26 (3)	12 (2)	10 (2)	5 (1)	3 (1)	
	2	46 (5)	35 (3)	31 (3)	17 (2)	12 (2)	5 (2)	4 (1)	
	4	46 (6)	-	-	-	-	-	-	
180	0.5	53 (3)	41 (4)	30 (4)	17 (4)	12 (3)	4 (2)	4 (1)	
	1	44 (4)	35 (3)	28 (4)	13 (4)	10 (2)	3 (1)	2 (1)	
	2	37 (6)	32 (2)	25 (3)	13 (2)	10 (1)	4 (1)	4 (1)	
	4	39 (5)	-	-	-	-	-	-	
200	0.5	34 (5)	21 (3)	9 (34)	10 (2)	7 (2)	1 (1)	2 (1)	
	1	27 (4)	21 (3)	22 (3)	12 (3)	10 (2)	4 (1)	2 (1)	
	2	26 (4)	23 (5)	18 (4)	12 (4)	10 (1)	4 (1)	3 (2)	
	4	15 (6)	-	-	-	-	-	-	

A reduction of compression-set recovery below 5% was only obtained if an oil-heat treatment above 200 °C was applied, which is in line with findings of Tang *et al.* (2004), who found that the recovery of compressed Chinese fir was reduced below 5% by a heat treatment above 200 °C for more than 5 h. Nevertheless, the densification without an oil-heat treatment resulted in a minimum compression-set recovery of 15% at the maximum densification temperature of 200 °C for 4 h, which is regarded as unsuitable for commercial application.

These results show that a sufficient dimensional stabilisation of compressed spruce specimens can only be achieved by the application of a high-temperature post-treatment in a second subsequent process step, which coincides with findings of several authors (Inoue *et al.* 1991, Morsing 1997, Navi and Girardet 2000, Heger *et al.* 2004). The combination of densification and heat treatment by prolongation of the densification duration at elevated temperatures did not result in sufficiently reduced swelling and compression-set recovery.

Based on the examination of spring-back, maximum swelling and compression-set recovery, a densification above 180 °C was identified as most suitable for further production of industrially densified spruce. Since the impact of the oil-heat treatment on the swelling properties was superior compared to the impact of densification, two oil-heat treatment temperatures at 200 °C and 220 °C for 4h were assessed for the up-scaled industrial production of densified and thermally modified material.

Industrial densification and commercial oil-heat treatment

The industrial scale densification of solid spruce boards at 200 °C for 30 min revealed serious difficulties due to extension of moisture in the samples, leading to vapour-pressure induced steam explosions (Figure 7.6-5).

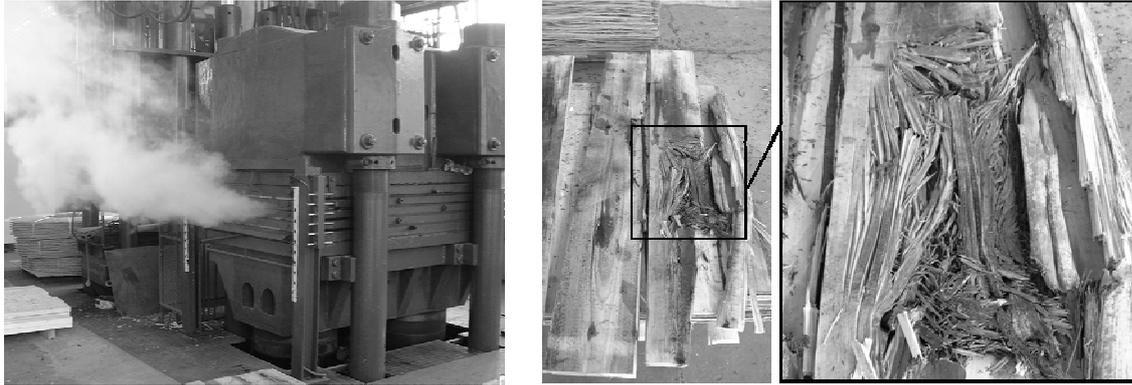


Figure 7.6-5. Left picture: Discharge of steam from the press after explosion of spruce boards; Right picture: detailed view of spruce boards after explosion with roving structure.

Abbildung 7.6.5. Linkes Bild: Dampfausstoß aus der Presse nach Explosion der Fichtenbretter; Rechtes Bild: Detailansicht der ausgefaserten Struktur von Fichtenbrettern nach Explosion.

An average MC of 8%, leading to an internal water-vapour pressure of approximately 1.55 MPa at a temperature of 200 °C (Scheffler *et al.* 1981) caused the explosion of specimens in our study. However, the closure of cell lumen, the general reduction of pore-volume and the release of the press-load in the last step of the densification process contributed to the heat induced steam explosion. Such steam explosions at elevated temperatures have been mentioned by Navi and Girardet (2000) who stated, that the moisture content (MC) of samples for compression at 140 °C should be limited to 13% to eliminate the risk of explosions while pressing. Furthermore, serious damage of soft wood cell walls (*Abies lasiocarpa* (Hook.) Nutt.) by steam explosion at 160 °C and a resulting pressure of 0.62 MPa was also mentioned by Zhang and Cai (2006). Consequently, a densification temperature of 160 °C was assessed for further industrial production to avoid vapour-pressure induced structural damage of the timber and to guarantee the health and safety of the press-operating staff.

Finally, the processing of the industrial densification of spruce (C = 50%) at 160 °C for 30 min proved to be unproblematic.

Durability and swelling properties of industrial scale modified specimens

Durability

A significantly decreased mass loss after fungal decay was found for the oil-heat treated specimens (Table 7.6-5).

Table 7.6-5. Average oven-dry density (ODD), mass loss and corresponding classes of natural durability (DC) of industrially densified and commercially oil-heat treated (OHT1: 200°C/4 h; OHT2: 220°C/4 h) spruce specimens (n = 12 replicates). Standard deviation in brackets.

Tabelle 7.6-5. Mittlere Darrdichte (ODD), Masseverlust und zugehörige Klasse der natürlichen Dauerhaftigkeit (DC) von industriell verdichteten und kommerziell Öl-Hitze behandelten (OHT1: 200°C/4 h; OHT2: 220°C/4 h) Fichteprüfkörpern (n = 12). Standardabweichung in Klammern.

Material	ODD [g/cm ³]	<i>Coriolus versicolor</i>			<i>Poria placenta</i>		
		mass loss [g]	x-value	DC	mass loss [g]	x-value	DC
Non-compressed	0.43 (0.06)	0.87 (0.20)	0.69	4	1.86 (0.42)	0.79	4
Non-compressed, OHT1	0.43 (0.04)	0.13 (0.10)	0.10	1	1.01 (0.25)	0.43	3
Non-compressed, OHT2	0.36 (0.04)	0.05 (0.01)	0.04	1	0.25 (0.17)	0.11	1
Compressed	0.88 (0.13)	1.80 (0.42)	1.41	5	2.57 (0.84)	1.09	5
Compressed, OHT 1	0.74 (0.05)	0.17 (0.08)	0.14	1	1.11 (0.39)	0.47	3
Compressed, OHT2	0.66 (0.07)	0.10 (0.02)	0.08	1	0.50 (0.19)	0.21	2
Pine sapwood control	0.43 (0.06)	1.27 (0.21)	1.00	5	2.35 (0.30)	1.00	5

In contrast, the thermo-mechanical densification without an oil-heat treatment did not lead to an increase in decay resistance, in contrast an increased absolute mass loss up to a factor of 2.1 and 1.4 was found on densified but non-heat treated specimens compared to controls after attack by *Poria placenta* and *Coriolus versicolor* respectively.

This seems to be contradictory to findings from Schwarze and Spycher (2005) who reported on decreased percentage mass loss and restricted fungal growth by thermo-mechanical densification. This clears up considering the different calculation basis: Percentage mass loss was used in their study, which is, if recalculated to an absolute value in gram, increased on densified specimens. As a consequence of the significantly varying densities (up to a factor of 2.4: 0.88 g/cm³ versus 0.36 g/cm³, Table 7.6-5), the absolute mass loss in gram was taken to calculate classes of natural durability (DC) in the present study. In contrast, Nilsson and Daniel (1992) suggested to express the absolute mass loss in relation to a certain specimen volume (e.g. g/cm³) as a measure for the decay susceptibility. However, the densified specimens without an oil-heat-treatment revealed a significant change in volume due to moisture induced

compression-set recovery, and therefore a volume related expression of decay was not applicable. Based on the absolute mass loss, the classification “very durable” (DC 1) was obtained in tests with *Coriolus versicolor* for oil-heat treated specimens independent from the densification and oil-heat treatment temperature. If *Poria placenta* was used, an oil-heat treatment at 220°C for 4h was necessary to achieve a durable (DC 2) classification of the densified material.

Nevertheless, the observed durability classification of densified and oil-heat treated specimens originating from industrial scale production as “very durable” to “durable” (DC1 –2) fell short of the quality expected on the basis of laboratory scale production in recent studies (Welzbacher *et al.* 2006). There, densified and laboratory scale oil-heat treated spruce specimens were classified as “very durable” (DC 1) in tests against *Poria placenta* as well as in tests against soft rot and other soil inhabiting micro organisms.

Swelling properties

Maximum swelling and compression-set recovery of the industrially densified specimens was significantly decreased by application of a subsequent commercial oil-heat treatment (Figure 7.6-6).

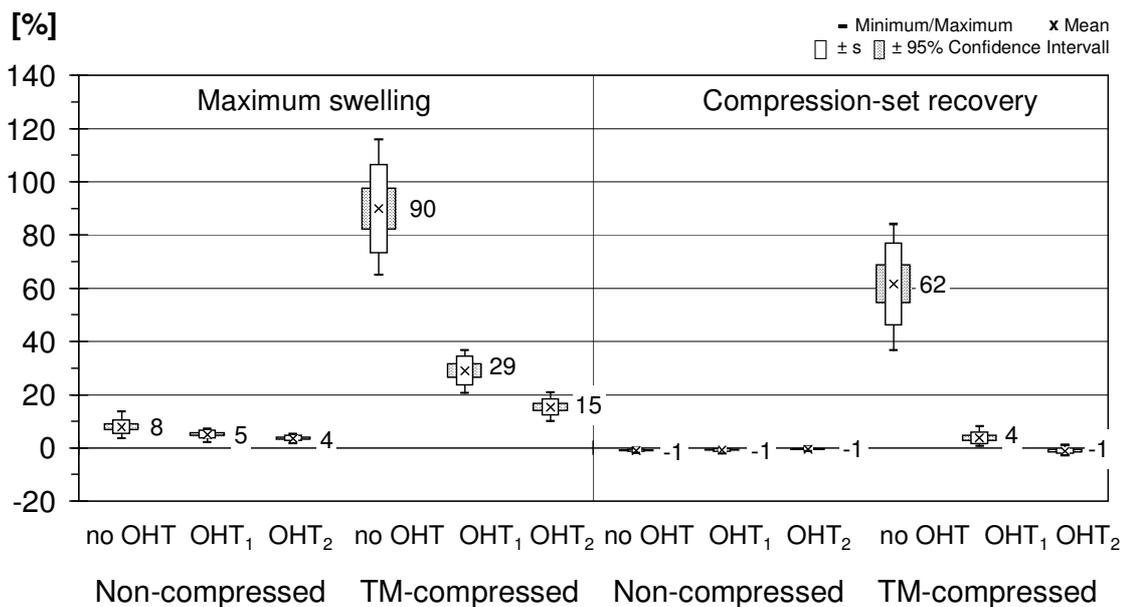


Figure 7.6-6. Maximum swelling and compression-set recovery of non-densified and industrial scale thermo-mechanically densified spruce (compressed at 160 °C for 30 min), modified by industrial scale oil-heat treatments at 200 °C (OHT₁) and 220 °C (OHT₂) for 4h.
Abbildung 7.6-6. Maximale Quellung und Rückerinnerung von unverdichteter und industriell thermo-mechanisch verdichteter Fichte (Verdichtung bei 160 °C für 30 min), im industriellen Maßstab Öl-Hitze vergütet bei 200 °C (OHT₁) und 220 °C (OHT₂) für 4h.

An industrial scale oil-heat treatment at 220 °C for 4h reduced the maximum swelling to 15% and eliminated the compression-set recovery completely. This coincides with results from Tang *et al.* (2004), where a complete elimination of compression-set recovery was achieved after a dry post treatment at 220 °C for 4 h. In contrast to a dry post-treatment, a complete fixation of compression-set is achieved by hot steam treatments at comparably lower temperatures and shorter durations, e.g. at 200 °C for 1 min (Inoue *et al.* 1993) or 20 h at 180 °C (Dwianto *et al.* 1996) respectively. In steam post treatments, the inserted moisture contributes to the hydrolysis of paracrystalline regions of celluloses (Ito *et al.* 1998) and furthermore causes inner stress relaxation by hydrolysis of hemicelluloses that results in fixation of compression set (Heger *et al.* 2004). However, besides the applicability to provoke a permanent fixation of compression-set, the drawback of such steam post-treatments is the inability to improve the durability of densified specimens (Welzbacher *et al.* 2004), as it is required for outdoor use.

Based on the results regarding the dimensional stabilisation by an oil-heat treatment and with respect to the obtained durability classes (Table 7.6-5),

densified spruce (160 °C for 30 min) oil-heat treated at 220 °C for 4 h in a second process step was regarded as most suitable for further application in weathered outdoor exposure.

Performance after long-term outdoor exposure

After 30 months' natural weathering, the exposed oil-heat treated specimens still revealed a distinctively reduced maximum swelling and an almost complete fixation of compression set (Table 7.6-6).

Table 7.6-6. Average oven-dry density (ODD), moisture content (MC), maximum swelling in compression direction (radial) and average compression-set recovery (C_{Recovery}) of spruce specimens (n = 20 replicates) after 30 months' natural weathering in horizontal outdoor exposure. Standard deviation in brackets.

Tabelle 7.6-6. Mittlere Darrdichte (ODD), Holzfeuchte (MC), maximale Quellung in Verdichtungsrichtung (radial) und mittlere Rückerinnerung (C_{Recovery}) von Fichtenprüfkörpern (n = 20) nach 30monatiger natürlicher Bewitterung in horizontaler Exposition. Standardabweichung in Klammern.

Material	ODD [g/cm ³]	MC [%]	Swelling [%]	C_{Recovery} [%]
Non-densified	0.41 (0.05)	45.6 (9.4)	3.8 (1.1)	0.0 (1.0)
Non-densified, OHT	0.36 (0.04)	35.5 (11.2)	2.7 (0.6)	0.0 (0.4)
Densified	0.89 (0.08)	40.9 (5.5)	100.6 (7.9)	61.6 (8.4)
Densified, OHT	0.59 (0.09)	27.2 (5.9)	10.3 (3.1)	0.1 (0.8)

The determined maximum swelling of approximately 10% in compression direction was lower compared to the maximum swelling found in laboratory tests after vacuum-pressure impregnation. However, the densified specimens without an oil-heat treatment exhibited a swelling of approximately 100% and an average compression-set recovery of nearly 62%.

Thus, with respect to the dimensional stabilisation and improved durability by the commercial oil-heat treatment, the industrially densified spruce timber with combined oil-heat treatment appears to be suitable for outdoor application in weathered exposure.

7.6.4 Conclusions

The combination of thermo-mechanical densification and oil-heat treatment to create a novel material with improved properties, e.g. increased durability and dimensional stability, could effectively be transferred from laboratory processing

to industrial scale. An oil-heat treatment of densified spruce specimens at temperatures above 200°C produced a “very durable” to “durable” material (DC 1-2; EN 350-1). Furthermore, the compression-set recovery of densified and oil-heat treated spruce was almost completely eliminated by the oil-heat treatment at temperatures above 200°C, independent from the densification parameters. This was demonstrated in laboratory tests and after 30 months’ natural weathering. However, the coupling of densification and thermal modification in one treatment step did not achieve a suitable dimensional stabilisation for practical application. Therefore, a two-step process is recommended.

Compared to laboratory scale densification and oil-heat-treatment, the properties of specimens from industrial scale point to the need for further procedural adjustment of the existing industrial processes, especially with respect to biological properties. Potential for a further process adjustment is especially recognized for the industrial oil-heat treatment, where the peculiarities of densified timber, e.g. changed heat transmission due to drastically increased density, need to be considered by an adapted process control. The obtained mechanical strength properties of industrially densified and oil-heat treated timber will be presented in a follow-up publication.

7.6.5 Acknowledgements

Parts of this work were financially supported by AiF (Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen) from funds of the BMWi (Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie) via the DGfH (Deutsche Gesellschaft für Holzforschung e.V.).

7.6.6 References

- Akgül M, Gümüşkaya E, Korkut S (2006) Crystalline structure of heat treated Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) and Uludag fir (*Abies nordmannia* (Stev.) subsp. *bornmuelleriana* (Mattf.)) wood. Wood Sci Technol. DOI 10.1007/s00226-006-0110-9
- Bengtsson C, Jermer J, Brem F (2002) Bending strength of heat-treated spruce and pine timber. Document No. IRG/WP/02-40242. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.

- Blomberg J, Persson B, Blomberg A (2005) Effects of semi-isostatic densification of wood on the variation in strength properties with density. *Wood Sci Technol* 39: 339–350
- Boonstra MJ, Tjeerdsma B (2006) Chemical analysis of heat treated softwoods. *Holz Roh- Werkst* 64: 204 – 211
- Brischke C, Rapp AO (2004) Investigation of the suitability of silver fir (*Abies alba* Mill.) for thermal modification. Document No. IRG/WP/04-40275. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Del Menezzi CHS, Tomaselli I (2006) Contact thermal post-treatment of oriented strandboard to improve dimensional stability: A preliminary study. *Holz Roh- Werkst* 64: 212 – 217
- DIN 52 184 (1979) Prüfung von Holz. Bestimmung der Quellung und Schwindung.
- Dwianto W, Tanaka F, Inoue M, Norimoto M (1996) Crystallinity changes of wood by heat or steam treatment. *Wood Research* 83: 47-49
- EN 113 (1996) Wood preservatives – Determination of toxic values of wood preservatives against wood destroying Basidiomycetes cultures on agar medium.
- EN 350-1 (1994) Durability of wood and wood-based products - Natural durability of solid wood - Part 1: guide to the principles of testing and classification of the natural durability of wood.
- Fengel D, Wegener G (1989) *Wood - Chemistry, ultrastructure, reactions*. Walter de Gruyter, Berlin
- Haller P, Wehsener J (2004) Festigkeitsuntersuchungen an Fichtenpressholz (FPH). *Holz Roh- Werkst* 62: 452-454
- Heger F, Groux M, Girardet F, Welzbacher CR, Rapp AO, Navi P (2004) Mechanical and durability performance of THM-densified wood. Proceedings of COST Action E22 Final Workshop, 22-23 March 2004, Estoril, Portugal.
- Hong BW (1984) Dynamic viscoelasticity of hot pressed wood. *Wood Science Technol Mogjae gonghak* 12: 3-11
- Hsu WE, Schwald W, Schwald J, Shields JA (1988) Chemical and physical changes required for producing dimensionally stable wood-based composites. Part 1: steam pre-treatment. *Wood Sci Technol* 22: 281-289

- Inoue M, Norimoto M, Otsuka Y, Yamada T (1991) Surface compression of coniferous lumber (II). Permanent set of the surface compression wood by a low molecular weight phenolic resin and some physical properties of the products. *Mokuzai Gakkaishi* 37: 227-233
- Inoue M, Norimoto M, Tanahashi M, Rowell RM (1993) Steam or heat fixation of compressed wood. *Wood Fibre Sci* 25: 224-235
- Ito Y, Tanahashi M, Shigematsu M, Shinoda Y, Ohta C (1998) Compressive-molding of wood by high-pressure steam-treatment: Part 1. Development of compressively molded squares from thinnings. *Holzforschung* 52: 211-216
- Junghans K, Niemz P (2006) Behandlungsintensität bestimmt Thermoholzqualität. *Holzzentralblatt* (14): p. 412
- Kawai S, Wang Q, Sasaki H, Tanahashi M (1992) Production of compressed laminated veneer lumber by steam pressing. *Proceedings of the Pacific Rim Bio-Based Composites Symposium*: 121-128
- Krawczyk N (2007) Lübbenau heizt weiter ein – Produktion der Thermoholz Spreewald GmbH gewinnt an Fahrt. *Holzzentralblatt* (7): p. 214
- Kollmann F (1936) *Technologie des Holzes und der Holzwerkstoffe*. Springer, Berlin.
- Kubojima Y, Ohtani T, Yoshihara H (2003) Effect of shear deflection on bending properties of compressed wood. *Wood Fibre Sci* 36: 210-215
- Morsing N (1997) *Densification of wood. The influence of hygrothermal treatment on compression of beech perpendicular to the grain*. Doctoral thesis, Building Materials Laboratory. Technical University of Denmark.
- Navi P, Girardet F (2000) Effects of thermo-hydro-mechanical treatment on the structure and properties of wood. *Holzforschung* 54: 287-293
- Nilsson T, Daniel GF (1992) On the use of % weight loss as a measure for expressing results of laboratory decay experiments. Document No. IRG/WP 92-2394. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Norimoto M, Ota C, Akitsu H, Yamada T (1993) Permanent fixation of bending deformation in wood by heat treatment. *Wood Research* 79: 23-33

- Poncsák S, Kocaefer D, Bouazara M, Pichette A (2006) Effect of high temperature treatment on the mechanical properties of birch (*Betula papyrifera*). *Wood Sci Technol* 40: 647-663
- Rapp AO, Sailer M (2001) Oil heat treatment of wood in Germany – State of the art. European Commission, Directorate-General for Research, EUR 19885. Proceedings of the Special Seminar held in Antibes/France, 9 February 2001, 47-64.
- Rapp AO, Brischke C, Welzbacher CR (2006) Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood. *Holzforschung* 60: 64-70.
- Rep G, Pohleven F, Bucar B (2004) Characteristics of thermally modified wood in vacuum. Document No. IRG/WP/04-40287. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Repellin V, Guyonnet R (2003) Evaluation of heat treated beech by non-destructive testing. In: Proceedings of the first European Conference on Wood Modification. 03.-04.04.2003 in Ghent. Eds. Van Acker, J., Hill, C. Ghent University (RUG). pp. 73-82
- Sailer M, Rapp AO, Leithoff H, Peek RD (2000) Vergütung von Holz durch Anwendung einer Öl-Hitze-Behandlung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 58: 15-22.
- Saito F (1973a) Spring back of hot pressed wood in humidification and water-soaking tests. *Mokuzai Gakkaishi* 19: 221-226
- Saito F (1973b) Swelling pressure of hot-pressed wood. *Mokuzai Gakkaishi* 19: 261-264
- Scheffler K, Straub J, Grigull U (1981) Wasserdampf tafeln. Thermodynamische Eigenschaften von Wasser und Wasserdampf bis 800°C und 800 bar. Springer, New York Berlin Heidelberg
- Seborg RM, Millet M, Stamm AJ (1945) Heat-stabilized compressed wood. *Staypack*. *Mech Eng* 67: 25-31.
- Schwarze F, Spycher M (2005) Resistance of thermo-hygro-mechanically densified wood to colonisation and degradation by brown-rot fungi. *Holzforschung* 59: 358-363.

- Skyba O, Schwarze F (2005) Resistance of thermo-hydro-mechanically densified wood to colonisation and degradation by brown-rot fungi. Proceedings of the Second European Conference on Wood Modification (ECWM), 6th/ 7th October 2005. Wood modification: Processes, Properties and Commercialisation. p. 61- 64
- Tabarsa T, Chui YH (1997) Effects of hot-pressing on properties of white spruce. For Prod J 47: 71 - 76
- Yoshihara H, Tsunematsu S (2007) Bending and shear properties of compressed Sitka spruce. Wood Sci Technol 41: 117-131
- Welzbacher CR, Rapp AO (2003) Thermische Verfahren: Verfahrensübergreifender Vergleich. Tagungsband der 23. Holzschutz-Tagung der DGfH am 26. Und 27.03.2003 in Augsburg. München: Deutsche Gesellschaft für Holzforschung, 2003, S. 97-112.
- Welzbacher CR, Heger F, Girardet F, Navi P, Rapp AO (2004) Decay resistance of thermo-hydro-mechanically densified wood. Final Workshop COST Action E22 'Environmental Optimisation of Wood Protection' Lisboa – Portugal, 22nd - 23rd March 2004. 7 p.
- Welzbacher CR, Wehsener J, Haller P, Rapp AO (2006) Biologische und mechanische Eigenschaften von verdichteter und thermisch behandelte Fichte (*Picea abies*). Holztechnologie 3/2006, 13-18.
- Zaman A, Alén R, Kotilainen R (2000) Thermal behaviour of Scots pine (*Pinus sylvestris*) and Silver birch (*Betula pendula*) at 200-230 °C. Wood Fibre Sci 32: 138-143
- Zhang Y, Cai L (2006) Effect of steam explosion on wood appearance and structure of sub-alpine fir. Wood Sci Technol 40: 427 – 436

Submitted April 26th 2007

7.7 Publikation VII: Quality control of thermally modified timber: Interrelationship between heat treatment intensities and CIE L*a*b* color data on homogenized wood samples

Holzforschung, Vol. 61, pp. 19–22, 2007 • Copyright © by Walter de Gruyter • Berlin • New York. DOI 10.1515/HF.2007.004

Holzforschung, Vol. 61, pp. 19–22, 2007 • Copyright © by Walter de Gruyter • Berlin • New York, DOI 10.1515/HF2007.004

Quality control of thermally modified timber: Interrelationship between heat treatment intensities and CIE L*a*b* color data on homogenized wood samples

Christian Brischke*, Christian R. Welzbacher, Karin Brandt and Andreas Otto Rapp

Federal Research Center for Forestry and Forest Products (BFW), Hamburg, Germany

*Corresponding author
Institute for Wood Biology and Wood Protection,
Leuschkestr. 91, 21031 Hamburg, Germany
Phone: +49-40-73602419
E-mail: c.brischke@holz.uni-hamburg.de

Abstract

There is increasing awareness of the durability, dimensional stability, and strength properties of thermally modified timber products. Appropriate standards and test methods for industrial-scale quality control are needed. The aim of this study was to investigate the suitability of CIE L*a*b* color measurements for implementation in industrial quality control. Good linear correlation was found between a cumulated measure of L* and b* data and the heat treatment intensity for spruce (*Picea abies* Karst.), pine (*Pinus sylvestris* L.), and beech (*Fagus sylvatica* L.). Wood samples homogenized by milling revealed less variation in color values compared to wood surface measurements. Thus, measurements on milled wood are recommendable to obtain results with high statistical significance. Color measurements are rapid, precise, and highly reproducible. Based on the strong correlation between color data and heat-treatment intensities, color measurements could easily be implemented for quality control of thermally modified timber.

Keywords: color; homogenization; milling; testing; thermal modification.

Introduction

Thermally modified timber has an increasing market in Europe (Homann and Tjeerdema 2005; Hill 2006; Jones 2006). The main advantage of thermal modification is the improvement in dimensional stability and resistance to decay fungi (Järvelä and Vitaniemi 2001; Miltz and Tjeerdema 2001; Rapp and Sailer 2001; Syrjänen 2001; Venola 2001). However, the strength properties of thermally treated wood are negatively affected (Saborg et al. 1953; Buro 1954; Burmeister 1973; Vitansen et al. 1994; Bengtsson et al. 2002; Kamdem et al. 2002; Welzbacher and Rapp 2003; Brischke et al. 2006). Heat treatment of wood with bright color entails a color change to brownish or dark brownish. Such colors are favored by many cus-

tomers and can therefore become a criterion for purchase decisions.

Moreover, color changes in wood during thermal modification can be related to the treatment intensity (Bougeis et al. 1991; Bekhta and Niemi 2003; Patzelt et al. 2003; Sundqvist 2004; Johansson and Morén 2006; St-Onge et al. 2005), which depends on the temperature and treatment time (Rapp et al. 2003). The amount of oxygen in the wood also plays an important role (Stamm 1956; Patzelt et al. 2003).

The aim of the present study was to quantify the color data as a function of the intensity parameters of heat treatment and to check the possibility of the utilization of color data for quality control of thermally modified timber. The lightness of wood (L*) is mostly affected by thermal treatment. Earlier investigations focused on the relationship between color changes, including L*, and one process variable, e.g., treatment temperature (Bougeis et al. 1991; Moyes and Oksanen 2002) or treatment time (Bekhta and Niemi 2003). However, the correlation between L* and the process variables was not linear (Bougeis et al. 1991; Mitsui et al. 2001; Moyes and Oksanen 2002; Bekhta and Niemi 2003). The tree-to-tree variation in color for a wood species can be high (Sundqvist 2004; Johansson and Morén 2006) and may mask the influence of thermal modification. An additional source of statistical scattering is different colors of earlywood and latewood, or tangential and radial cuts. Furthermore, Bekhta and Niemi (2003), Patzelt et al. (2003), and Sundqvist (2004) showed that higher initial wood moisture content leads to stronger darkening during heat treatment. Johansson and Morén (2006) found only a poor correlation between strength and color change in thermally treated wood. The inhomogeneity of color within modified boards was the main reason for the less than satisfactory results. In the present study, we tried to diminish the influence of the inherent color irregularities of wood by milling and mixing the milled wood. Nevertheless, color measurements on unmachined and planed surfaces were also performed. In terms of practical applications of the method, wood stems harvested in different places were investigated to consider the influence of intra-species color variations.

Materials and methods

Differentiation between treatment intensities

Actily matched specimens of 25×20×20 mm were cut from boards of spruce (*Picea abies* Karst.) from five different sources, beech (*Fagus sylvatica* L.) from three different sources (one steamed), pine sapwood (*Pinus sylvestris* L.) and pine heartwood (Table 1). The air heat treatments were carried out in a drying

Christian Brischke*, Christian R. Welzbacher, Karin Brandt and Andreas Otto Rapp

Federal Research Center for Forestry and Forest Products (BFH),
Hamburg, Germany

*Corresponding author

Institute for Wood Biology and Wood Protection,
Leuschnerstr. 91, 21031 Hamburg, Germany
Phone: +49-40-73962419
E-mail: c.brischke@holz.uni-hamburg.de

Abstract

There is increasing awareness of the durability, dimensional stability, and strength properties of thermally modified timber products. Appropriate standards and test methods for industrial-scale quality control are needed. The aim of this study was to investigate the suitability of CIE L*a*b* color measurements for implementation in industrial quality control. Good linear correlation was found between a cumulated measure of L* and b* data and the heat treatment intensity for spruce (*Picea abies* Karst.), pine (*Pinus sylvestris* L.), and beech (*Fagus sylvatica* L.). Wood samples homogenized by milling revealed less variation in color values compared to wood surface measurements. Thus, measurements on milled wood are recommendable to obtain results with high statistical significance. Color measurements are rapid, precise, and highly reproducible. Based on the strong correlation between color data and heat-treatment intensities, color measurements could easily be implemented for quality control of thermally modified timber.

Keywords: Colour; homogenization; milling; testing; thermal modification.

7.7.1 Introduction

Thermally modified timber has an increasing market in Europe (Homann and Tjeerdsma 2005; Hill 2006; Jones 2006). The main advantage of thermal modification is the improvement in dimensional stability and resistance to decay fungi (Jämsä and Viitaniemi 2001; Militz and Tjeerdsma 2001; Rapp and Sailer 2001; Syrjänen 2001; Vernois 2001). However, the strength properties of thermally treated wood are negatively affected (Seborg *et al.* 1953; Buro 1954; Burmester 1973; Viitanen *et al.* 1994; Bengtsson *et al.* 2002; Kamdem *et al.* 2002; Welzbacher and Rapp 2003; Brischke *et al.* 2006). Heat treatment of wood with bright color entails a color change to brownish or dark brownish. Such colors are favoured by many customers and can therefore become a criterion for purchase decisions.

Moreover, color changes in wood during thermal modification can be related to the treatment intensity (Bourgois *et al.* 1991; Bekhta and Niemz 2003; Patzelt *et al.* 2003; Sundquist 2004; Johansson and Morén 2006; St-Onge *et al.* 2005), which depends on the temperature and treatment time (Rapp *et al.* 2003). The amount of oxygen in the wood also plays an important role (Stamm 1956; Patzelt *et al.* 2003).

The aim of the present study was to quantify the color data as a function of the intensity parameters of heat treatment and to check the possibility of the utilization of color data for quality control of thermally modified timber. The lightness of wood (L^*) is mostly affected by thermal treatment. Earlier investigations focused on the relationship between color changes, including L^* , and one process variable, e.g., treatment temperature (Bourgois *et al.* 1991; Mayes and Oksanen 2002) or treatment time (Bekhta and Niemz 2003). However, the correlation between L^* and the process variables was not linear (Bourgois *et al.* 1991; Mitsui *et al.* 2001; Mayes and Oksanen 2002; Bekhta and Niemz 2003). The tree-to-tree variation in color for a wood species can be high (Sundquist 2004; Johansson and Morén 2006) and may mask the influence of thermal modification. An additional source of statistical scattering is different colors of earlywood and latewood, or tangential and radial cuts. Furthermore, Bekhta and Niemz (2003), Patzelt *et al.* (2003), and Sundquist (2004) showed that higher initial wood moisture content leads to stronger darkening during heat

treatment. Johansson and Morén (2006) found only a poor correlation between strength and color change in thermally treated wood. The inhomogeneity of color within modified boards was the main reason for the less than satisfactory results. In the present study, we tried to diminish the influence of the inherent color irregularities of wood by milling and mixing the milled wood. Nevertheless, color measurements on unmachined and planed surfaces were also performed. In terms of practical applications of the method, wood stems harvested in different places were investigated to consider the influence of intra-species color variations.

7.7.2 Materials and methods

Differentiation between treatment intensities

Axially matched specimens of 20x20x20 mm³ were cut from boards of spruce (*Picea abies* Karst.) from five different sources, beech (*Fagus sylvatica* L.) from three different sources (one steamed), pine sapwood (*Pinus sylvestris* L.), and pine heartwood (Table 7.7-1).

Table 7.7-1. Botanical names, source of supply, and mean oven-dry density (ODD) of the material used for heat treatments and color measurements.

Material ID	Botanical name	Source of supply	Oven dry density (gcm ⁻³)
Spruce 1	<i>Picea abies</i> Karst.	Sweden	0.36
Spruce 2	<i>Picea abies</i> Karst.	Czech Republic	0.36
Spruce 3	<i>Picea abies</i> Karst.	Lower Saxony, Germany	0.51
Spruce 4	<i>Picea abies</i> Karst.	Latvia	0.41
Spruce 5	<i>Picea abies</i> Karst.	Russia	0.44
Pine sapwood	<i>Pinus sylvestris</i> L.	Mecklenburg-Western Pomerania, Germany	0.55
Pine heartwood	<i>Pinus sylvestris</i> L.	Mecklenburg-Western Pomerania, Germany	0.61
Beech 1	<i>Fagus sylvatica</i> L.	Hesse, Germany	0.64
Beech 2	<i>Fagus sylvatica</i> L.	Hesse, Germany	0.70
Beech 3	<i>Fagus sylvatica</i> L.	Austria, steamed	0.65

The air heat treatments were carried out in a drying oven at 220°C. Specimens were tightly wrapped in aluminum foil to minimize oxidation processes. The beech wood was heat treated for time intervals of 15, 30, 45, 60, 75, 105, 135, and 195 min. Pine and spruce woods were heat-treated for time intervals of 30, 60, 120, 150, 210, 300, 480, and 660 min. In addition, oven-dried untreated

control specimens were used. For each of the 90 material/treatment combinations, three replicates were produced. The decrease in mass (dm) caused by gasification of wood substances during the thermal modification process is a measure of the heat treatment intensity (Rapp *et al.* 2003; Brischke *et al.* 2006), which correlates well with the properties of TMT, such as swelling, resistance to fungal attack, and mechanical strength properties, and was therefore used to express the intensity of heat treatments in this study. It was determined by weighing the oven-dried specimens before and after heat treatment to the nearest 0.001 g and afterwards correlated with color values.

Heat-treated specimens were milled in a heavy vibratory disc mill (HSM 100; Herzog Maschinenfabrik, Osnabrück, Germany). The wood dust was placed on a microscope slide and color measurements were recorded at three points using a colorimeter (Chroma-Meter CR-200; Minolta Camera, Ahrensburg, Germany). The sensor head was 8 mm in diameter. The measurement was taken in $L^*a^*b^*$ coordinates, as established by the Commission Internationale de Enluminure (CIE) in 1976, where L^* is the lightness, and a^* and b^* are the chromatic coordinates on the green-red and blue-yellow axis, respectively.

Color measurements on timber surfaces

To compare color changes induced by thermal modification for unmachined wood surfaces, planed surfaces, and wood dust after milling, CIE $L^*a^*b^*$ color measurements were successively recorded on axially matched specimens, which were cut from spruce sample 3 (Table 1) and heat-treated for certain time intervals as above. The measurements were first recorded at three points on the tangential and radial cut surfaces directly after the treatment, after planing (1-mm chip removal), and finally at three points on the wood dust.

7.7.3 Results and discussion

Differentiation between heat treatment intensities

It is well established that the severity of heat treatment (resulting from the temperature and treatment time) can be correlated with the mass decrease of wood. The decrease in mass is mainly due to the thermal degradation of hemicelluloses (Wienhaus 1999). Thus, we used this parameter for the

characterization of treated samples instead of the temperature and duration of the thermal treatment.

An excellent but non-linear relationship was observed between the lightness (L^*) measured on milled specimens and the decrease in mass, which is shown for the five spruce samples from different sources in Figure 7.7-1a.

L^* decreases by up to 53% with increasing intensity of the thermal modification, whereas a^* and b^* showed only a slight increase, with a maximum at approximately 6% and 3% mass decrease, respectively, before slightly decreasing again. The correlation of these parameters with the decrease in mass was also very good, with nearly no scattering. Bourgois *et al.* (1991), Mitsui *et al.* (2001), Sundquist (2004), Bekhta and Niemz (2003), Patzelt *et al.* (2003), and Johansson and Morén (2006) reported on the sensitivity of the response of L^* to heat treatment. Based on these previous observations, it is not unexpected that the color parameter L^* in the present study showed the most pronounced dependence on the heat treatment.

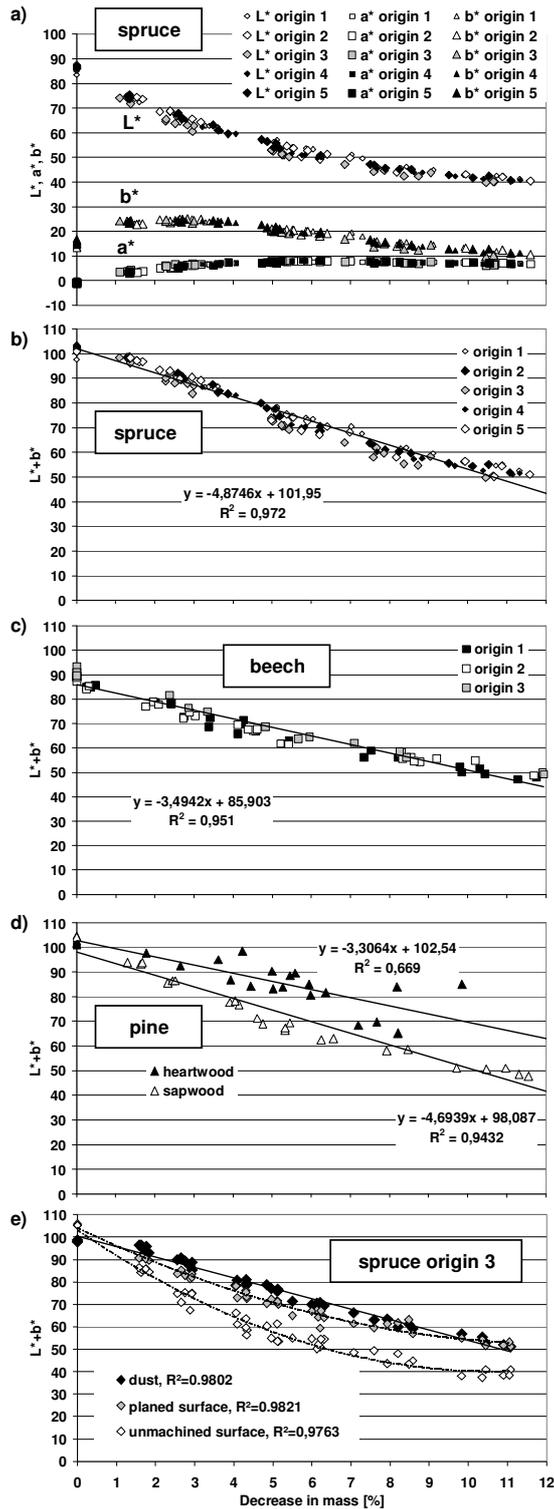


Figure 7.7-1. (a) Relation of the decrease in mass by air heat treatment and color values L*, a*, and b* for milled wood samples from five different spruce origins. Correlation of the decrease in mass by air heat treatment with cumulated L* and b* values for milled samples from (b) five different spruce origins, (c) three different beech origins, (d) pine heartwood and sapwood, and (e) unmachined surfaces, planed surfaces, and wood dust from milled spruce (origin 3) samples.

For the first 3% of decrease in mass, plots for L^* and b^* are approximately opposite, but are concurrent for higher treatment intensities. To identify a linear correlation, the sum of L^*+b^* was plotted against the decrease in mass (Figure 7.7-1 b–d). These plots reveal that the linearity for spruce and beech is good, and acceptable for pine. The correlation is especially good up to 8–9% decrease in mass. In the case of spruce, a slightly different color decrease seems to occur at this point, with a correlation line of lower slope apparent. Such two-phase correlation is obvious in the case of pine sapwood. However, more data are needed to confirm this impression.

Color measurements of pine heartwood revealed high variation; accordingly, weaker correlation with the thermal modification intensity was observed ($R^2 = 0.669$; Figure 7.7-1 d). The discrepancy between the L^*+b^* color measurements and the decrease in mass by the heat treatment of pine heartwood can be explained by its extremely variable resin content. The more resin that volatilizes at higher temperatures, the higher is the nominal loss in mass by gasification. It is obvious that the mass loss is not related to the thermal modification of the cell wall and that the results are misleading. On the other hand, it is surprising that the L^*+b^* values are not influenced by the resin content. The combined parameter L^*+b^* is a reliable measure of the intensity of a thermal modification process, even if the extent of natural volatile organic compounds (the resin content, for example) in a specimen is unknown.

Color measurements on timber surfaces

For industrial applications it would be of great advantage to save time by omitting the milling step for color homogenization. Therefore, color measurements were also performed on solid wood. L^*+b^* values for unmachined surfaces correlated with the treatment intensity (Figure 7.7-1 e). The scattering was higher than for milled samples. The scattering of L^*+b^* values for planed surfaces plotted against the decrease in mass was better, but the linearity was not as good as for milled samples (Figure 7.7-1 e).

Because the color of thermally modified wood is not UV-stable (Tolvaj and Faix 1995; Ayadi *et al.* 2003; Sundquist 2004) corresponding measurements should be carried out immediately after planing. In earlier studies, different approaches

to quality control of thermally modified timber were proposed. Viitaniemi and Jämsä (2001) found a strong correlation between the amount of free radicals, which was determined by ESR measurements, and the degree of thermal modification of wooden products. Application of FT-NIR spectroscopy to thermally treated wood was presented by Schwanninger *et al.* (2004) and NIR data were supposed to be utilizable for quality control. Shape factors for laser light scattering can also be correlated to the intensity of heat treatments (Wahl *et al.* 2004). The high-energy multiple impact (HEMI) test (Rapp *et al.* 2006) is a mechanical test whereby the treatment intensity is correlated with the resistance to impact milling (RIM). Recent studies (Patzelt *et al.* 2003; Sundquist 2004; Johansson and Morén 2006) showed that the change in color is a useful indicator of the intensity of a heat treatment. The precision of the correlation suffers, however, from the natural heterogeneity of wood color measured on surfaces. As demonstrated in this study, homogenization by milling before color measurement represents a promising technique.

7.7.4 Conclusions

CIE L*a*b* color measurements were found to be feasible for quality control of thermally modified timber. In particular, strong correlation between the lightness L* and the decrease in mass caused by heat treatments was obtained for spruce, pine, and beech. The cumulated measure L*+b* revealed the highest discriminatory power to differentiate between thermal modification intensities. Measurement of milled wood samples leads to stronger correlations with the treatment intensity than measurements of solid surfaces. Nevertheless, color measurements on freshly planed surfaces are an option to implement the method in industrial-scale quality control, but in this case a greater number of replicates are required.

7.7.5 References

Ayadi, N., Lejeune, F., Charrier, F., Charrier, B., Merlin, A. (2003) Color stability of heat-treated wood during artificial weathering. *Holz Roh Werkst.* 61:221–226.

- Bekhta, P., Niemz, P. (2003) Effect of high temperature on the change in color, dimensional stability and mechanical properties of spruce. *Holzforschung* 57:539–546.
- Bengtsson, C., Jermer, J., Brem, F. (2002) Bending strength of heat-treated spruce and pine timber. Document No. IRG/WP02-40242. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Bourgois, P.J., Janin, G., Guyonnet, R. (1991) La mesure de couleur. Une methode d'etude et d'optimisation des transformations chimiques du bois thermolyse. *Holzforschung* 45: 377–382.
- Brischke, C., Rapp, A.O., Welzbacher, C.R. (2006) High-energy multiple impact (HEMI) test – Part 1: A new tool for quality control of thermally modified timber. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden, in press.
- Burmester, A. (1973) Einfluss einer Wärme-Druck-Behandlung halbtrockenen Holzes auf seine Formbeständigkeit. *Holz Roh Werkst.* 31:237–243.
- Buro, A. (1954) Die Wirkungen von Hitzebehandlungen auf die Pilzresistenz von Kiefern- und Buchenholz. *Holz Roh Werkst.* 12:297–304.
- Hill, C. (2006) Commercial aspects of thermal modification. In: Seminar on wood modification – opportunities and challenges, 9 February 2006, Limerick, Ireland. National Council for Forest Research & Development (COFORD) (http://www.coford.ie/iopen24/pub/defaultarticle.php?cArticlePaths129_205_323).
- Homann, W.J., Tjeerdsma, B. (2005) Control systems, quality assessment and certification of modified wood for market introduction. In: Proceedings of the 2nd European Conference on Wood Modification, 6–7 October 2005, Göttingen. Eds. Militz, H., Hill, C. University of Göttingen, Germany. pp. 382–389.
- Jämsä, S., Viitaniemi, P. (2001) Heat treatment of wood – Better durability without chemicals. In: Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 9 February 2001, Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 17–22.

- Johansson, D., Morén, T. (2006) The potential of colour measurements for strength prediction of thermally treated wood. *Holz Roh Werkst.* 64:104–110.
- Jones, D. (2006) Irish timber potential. In: Seminar on wood modification – opportunities and challenges, 9 February 2006, Limerick, Ireland. National Council for Forest Research & Development (COFORD) (http://www.coford.ie/iopen24/pub/defaultarticle.php?cArticlePaths129_205_323).
- Kamdem, D.P., Pizzi, A., Jermannaud, A. (2002) Dauerhaftigkeit von hitzebehandeltem Holz. Durability of heat-treated wood. *Holz Roh Werkst.* 60:1–6.
- Mayes, D., Oksanen, O. (2002) ThermoWood® Handbook, version 1.0, Finnish Thermowood Association, Helsinki, Finland (http://www.thermowood.fi/data.php/200312/795460200312311156_tw_handbook.pdf).
- Militz, H., Tjeerdsma, B. (2001) Heat treatment of wood by the PLATO process. In: Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 9 February 2001, Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 23–33.
- Mitsui, K., Takada, H., Sugiyama, M., Hasegawa, R. (2001) Changes in the properties of light-irradiated wood with heat treatment. Part 1. Effect of treatment conditions on the change in color. *Holzforschung* 55:601–605.
- Patzelt, M., Emsenhuber, G., Stingl, R. (2003) Colour measurements as means of quality control of thermally treated wood. In: Proceedings of the 1st European Conference on Wood Modification, 3–4 April 2003, Ghent. Eds. Van Acker, J., Hill, C., Ghent University, Belgium. pp. 213–218.
- Rapp, A.O., Sailer, M. (2001) Oil-heat treatment of wood in Germany – State of the art. In: Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 9 February 2001, Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 47–64.
- Rapp, A.O., Sailer, M., Brand, K. (2003) Umweltfreundliche Konservierung von Massivholz und Massivholzprodukten für den Außenbereich.

- Schlussbericht für das BMBF-Projekt 0339862. Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH), Hamburg.
- Rapp, A.O., Brischke, C., Welzbacher, C.R. (2006) Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood. *Holzforschung* 60:64–70.
- Schwanninger, M., Hinterstoisser, B., Gierlinger, N., Wimmer, R., Hanger, J. (2004) Application of Fourier transform near infrared spectroscopy (FT-NIR) to thermally modified wood. *Holz Roh Werkst.* 62:483–485.
- Seborg, R.M., Tarkow, H., Stamm, A.J. (1953) Effect of heat upon dimensional stabilisation of wood. *J. For. Prod. Res. Soc.* 3:59–67.
- Stamm, A.J. (1956) Thermal degradation of wood and cellulose. *Ind. Eng. Chem.* 48:413–417.
- St-Onge, V., Fortin, Y., Tremblay, C.I. (2005) Quality control of thermally modified Balsam fir. In: *Proceedings of the 2nd European Conference on Wood Modification*, 6–7 October 2005, Göttingen. Eds. Militz, H., Hill, C., University of Göttingen, Germany. pp. 53–56.
- Sundquist, B. (2004) Colour changes and acid formation in wood during heating. Doctoral thesis, Luleå University of Technology, Sweden.
- Syrjänen, T. (2001) Production and classification of heat treated wood in Finland. In: *Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments*, 9 February 2001, Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 7–15.
- Tolvaj, L., Faix, O. (1995) Artificial ageing of wood monitored by DRIFT spectroscopy and CIE L*a*b* color measurements. 1. Effect of UV light. *Holzforschung* 49:397–404.
- Vernois, M. (2001) Heat treatment of wood in France – State of the art. In: *Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments*, 9 February 2001, Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 35–42.

- Viitaniemi, P., Jämsä, S. (2001) Method of determining the degree of modification of a heat modified wood product. World patent WO-01/53812A1.
- Viitanen, H., Jämsä, S., Paajanen, L., Nurmi, A., Viitaniemi, P. (1994) The effect of heat treatment on the properties of spruce. A preliminary report. Document No. IRG/WP 94-40032. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Wahl, P., Simonaho, S.-P., Pakarinen, T., Silvennoinen, R. (2004) Effect of heat-treatment on scattering of laser light from wood grains. Holz Roh Werkst. 62:343–345.
- Welzbacher, C.R., Rapp, A.O. (2003) Thermische Verfahren – Verfahrensübergreifender Vergleich. In: 23. Holzschutz-Tagung der DGfH, Augsburg, 26–27 March 2003. Deutsche Gesellschaft für Holzforschung e.V., Munich. pp. 97–112.
- Wienhaus, O. (1999). Modifizierung des Holzes durch eine milde Pyrolyse – abgeleitet aus den allgemeinen Prinzipien der Thermolyse des Holzes. Wiss. Z. Tech. Univ. Dresden 48:17–22.

Received March 30, 2006. Accepted August 16, 2006.

7.8 Publikation VIII: Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood

Holzforschung, Vol. 60, pp. 64–70, 2006 • Copyright © by Walter de Gruyter • Berlin • New York. DOI 10.1515/HF.2006.012

Holzforschung, Vol. 60, pp. 64–70, 2006 • Copyright © by Walter de Gruyter • Berlin • New York. DOI 10.1515/HF.2006.012

Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood

Andreas Otto Rapp*, Christian Brischke and Christian Robert Weitzbacher

Federal Research Center for Forestry and Forest Products (BFW), Institute for Wood Biology and Wood Protection, Hamburg, Germany

*Corresponding author.

Dr. Andreas O. Rapp, Federal Research Center for Forestry and Forest Products (BFW), Leuschnerstrasse 91, 21031 Hamburg, Germany
Phone: +49-40-73962-427
E-mail: a.rapp@holz.uni-hamburg.de

Abstract

Thermal modification processes improve the durability and dimensional stability of wood, but strength properties, especially dynamic ones, are compromised. Results from standard dynamic strength testing, such as impact bending tests, suffer from high variability and therefore require a high number of replicates. To overcome this, a new test method named high-energy multiple impact (HEMI) was developed by investigating heat-treated *Picea abies* Karst., *Abies alba* Mill. and untreated *Robinia pseudoacacia* L. The method is based on crushing small specimens by thousands of impacts from pounding steel balls in a heavy vibratory mill. The level of destruction was determined by sieving and analyzing the size distribution of the fragments. We calculated the resistance to impact milling (RIM) based on the mass of the size fractions. RIM shows a linear correlation with the intensity of the thermal treatment. The HEMI test method has the following advantages: small number of specimens, short time for specimen preparation, small variances, and high reproducibility of results.

Keywords: crushing; dynamic strength properties; impact bending; test method; thermal modification; treatment intensity.

Introduction

Thermal modification of wood, also known as thermal treatment or heat treatment, has become increasingly important in several industrial processes during recent years. The advantage of this treatment is the improvement in dimensional stability and decay resistance (Jäämäki and Viitanen 2001; Miltz and Tjeerdema 2001; Rapp and Sailer 2001; Syrjänen 2001; Vermeir 2001). However, heat treatment negatively affects the strength properties of wood (Seborg et al. 1963; Buro 1964; Burmeister 1973; Viitanen et al. 1994; Sailer et al. 2000b; Vermeir 2001;

Weitzbacher 2001; Bengtsson et al. 2002; Kamdem et al. 2002). The dynamic strength properties are affected to a higher degree than the static properties. Viitanen (1997), Jäämäki and Viitanen (2001), and Miltz and Tjeerdema (2001) reported on reductions in static strength from 0% to 30%. Glebeler (1983), Syrjänen and Kangas (2000), Rapp and Sailer (2001), Weitzbacher and Rapp (2003), and Brischke and Rapp (2004) even reported a reduction in dynamic strength of up to 50%. Dynamic strength properties are considered to be most critical for thermally modified wood and are therefore often reported (Funkel and Wilke 1961; Glebeler 1983; Kubojima et al. 2000; Sailer et al. 2000a; Rapp and Sailer 2001; Weitzbacher 2001). In the standard impact bending test DIN 52 189 (1981), wood is subjected to a single impact at one point. Many factors influence impact bending strength, such as density, orientation of the annual rings, latewood percentage, and deviation of wood grain from parallel (Ghelmezli 1937; Kolmann 1961). Accordingly, highly varying results can be obtained. To obtain statistically reliable results, a large number of replicates are needed. Weitzbacher and Rapp (2003) and Brischke and Rapp (2004) stated that at least 40 replicates are necessary.

A more rapid and reliable test is needed for industrial producers, manufacturers and consumers, which has to meet the following requirements: differentiation of thermal modification intensities (i.e., the severity of modification); response to dynamic strength properties; reproducible results with small variances; small number of specimens and low cost of specimen preparation; short test duration; and wide range of applicability (i.e., suitability for all wood species and types of modification). The development of such a test was the aim of the present paper. The idea behind the high-energy multiple impact (HEMI) approach described here is that the specimens are submitted to multiple impacts instead of numerous single-impact tests.

Materials and methods

Material

Untreated and heat-treated silver fir (*Abies alba* Mill.) and spruce (*Picea abies* Karst.), as well as untreated black locust (*Robinia pseudoacacia* L.), were submitted to crushing in four different experiments (A–D) as specified in Table 1. All test specimens were cut to dimension of 10 × 20 × 20 mm³. The heat-treated material for experiments A and D was produced using an oil heat treatment (OHT) process (Sailer et al. 2000b). Boards of 1000 × 140 × 40 mm³ were heated in a rapeseed oil bath at 180 and 220 °C, respectively, for 4 h at an industrial treatment plant at Merz-Holz, Reulbach, Germany. The heat treatment of silver

Andreas Otto Rapp*, Christian Brischke and Christian Robert Welzbacher

Federal Research Center for Forestry and Forest Products (BFH),
Institute for Wood Biology and Wood Protection, Hamburg, Germany

*Corresponding author.

Dr. Andreas O. Rapp, Federal Research Center for Forestry
and Forest Products (BFH), Leuschnerstrasse 91, 21031
Hamburg, Germany
Phone: +49-40-73962-427
E-mail: a.rapp@holz.uni-hamburg.de

Abstract

Thermal modification processes improve the durability and dimensional stability of wood, but strength properties, especially dynamic ones, are compromised. Results from standard dynamic strength testing, such as impact bending tests, suffer from high variability and therefore require a high number of replicates. To overcome this, a new test method named high-energy multiple impact (HEMI) was developed by investigating heat-treated *Picea abies* Karst., *Abies alba* Mill. and untreated *Robinia pseudoacacia* L. The method is based on crushing small specimens by thousands of impacts from pounding steel balls in a heavy vibratory mill. The level of destruction was determined by sieving and analyzing the size distribution of the fragments. We calculated the resistance to impact milling (RIM) based on the mass of the size fractions. RIM shows a linear correlation with the intensity of the thermal treatment. The HEMI test method has the following advantages: small number of specimens, short time for specimen preparation, small variances, and high reproducibility of results.

Keywords: crushing; dynamic strength properties; impact bending; test method; thermal modification; treatment intensity.

7.8.1 Introduction

Thermal modification of wood, also known as thermal treatment or heat treatment, has become increasingly important in several industrial processes during recent years. The advantage of this treatment is the improvement in dimensional stability and decay resistance (Jämsä and Viitaniemi 2001; Militz and Tjeerdsma 2001; Rapp and Sailer 2001; Syrjänen 2001; Vernois 2001). However, heat treatment negatively affects the strength properties of wood (Seborg *et al.* 1953; Buro 1954; Burmester 1973; Viitanen *et al.* 1994; Sailer *et al.* 2000b; Vernois 2001; Welzbacher 2001; Bengtsson *et al.* 2002; Kamdem *et al.* 2002). The dynamic strength properties are affected to a higher degree than the static properties. Viitaniemi (1997), Jämsä and Viitaniemi (2001), and Militz and Tjeerdsma (2001) reported on reductions in static strength from 0% to 30%. Giebeler (1983), Syrjänen and Kangas (2000), Rapp and Sailer (2001), Welzbacher and Rapp (2003), and Brischke and Rapp (2004) even reported a reduction in dynamic strength of up to 50%. Dynamic strength properties are considered to be most critical for thermally modified wood and are therefore often reported (Runkel and Wilke 1951; Giebeler 1983; Kubojima *et al.* 2000; Sailer *et al.* 2000a; Rapp and Sailer 2001; Welzbacher 2001). In the standard impact bending test DIN 52 189 (1981), wood is subjected to a single impact at one point. Many factors influence impact bending strength, such as density, orientation of the annual rings, latewood percentage, and deviation of wood grain from parallel (Ghelmeziu 1937; Kollmann 1951). Accordingly, highly varying results can be obtained. To obtain statistically reliable results, a large number of replicates are needed. Welzbacher and Rapp (2003) and Brischke and Rapp (2004) stated that at least 40 replicates are necessary.

A more rapid and reliable test is needed for industrial producers, manufacturers and consumers, which has to meet the following requirements: differentiation of thermal modification intensities (i.e., the severity of modification); response to dynamic strength properties; reproducible results with small variances; small number of specimens and low cost of specimen preparation; short test duration; and wide range of applicability (i.e., suitability for all wood species and types of modification). The development of such a test was the aim of the present paper.

The idea behind the high-energy multiple impact (HEMI) approach described here is that the specimens are submitted to multiple impacts instead of numerous single-impact tests.

7.8.2 Materials and methods

Material

Untreated and heat-treated silver fir (*Abies alba* Mill.) and spruce (*Picea abies* Karst.), as well as untreated black locust (*Robinia pseudoacacia* L.), were submitted to crushing in four different experiments (A–D) as specified in Table 7.8-1.

Table 7.8-1. Experiments for optimization of the HEMI test, detailing materials, treatments and number of replicates.

Test	Experiment	Wood species	Treatment	Replicates
A	Ball mixture	<i>Robinia pseudoacacia</i>	untreated	1/ball mixture
		<i>Picea abies</i>	untreated	1/ball mixture
		<i>Picea abies</i>	OHT 180°C/4h	1/ball mixture
		<i>Picea abies</i>	OHT 220°C/4h	1/ball mixture
B	Differentiation of heat treatment intensities	<i>Abies alba</i>	untreated	3
		<i>Abies alba</i>	8 treatment intensities	3/treatment intensity
		<i>Robinia pseudoacacia</i>	untreated	3
C	Reproducibility	<i>Picea abies</i>	untreated	5*
D	Influence of weathering	<i>Picea abies</i>	untreated	3
		<i>Picea abies</i>	OHT 180°C/4h	3
		<i>Picea abies</i>	OHT 220°C/4h	3
		<i>Abies alba</i>	untreated	3
		<i>Abies alba</i>	OHT 180°C/4h	3
		<i>Abies alba</i>	OHT 220°C/4h	3

OHT, oil heat treatment in an industrial plant. Each replicate consisted of 5 specimens of 10x20x20 mm³

*Replicates consisting of 5 and 10 specimens were used

All test specimens were cut to dimension of 10x20x20 mm³. The heat-treated material for experiments A and D was produced using an oil heat treatment (OHT) process (Sailer *et al.* 2000b). Boards of 1000x140x40 mm³ were heated in a rapeseed oil bath at 180 and 220°C, respectively, for 4 h at an industrial treatment plant at Menz-Holz, Reulbach, Germany. The heat treatment of silver fir for experiment B was carried out in a laboratory-scale reactor at the Federal Research Center for Forestry and Forest Products (BFH), Hamburg, Germany.

The specimens were wrapped in aluminum foil to minimize oxidation processes. For experiment B, eight treatments were accomplished in a temperature range from 160 to 240 °C for 2 or 4 h, to achieve eight different decreases in mass and eight different intensities of thermal modification (Table 7.8-4). In experiment C, the reproducibility of the results was tested, and thus only untreated wood was investigated to avoid heat-induced variability.

Testing instruments

Wood specimens were stressed in different ways by multiple impacts of high energy, which produced multiple fractures in the specimens. The wood specimens were crushed by seven steel balls of different diameters, which were accelerated in a steel bowl (140-mm inner diameter, 50 mm in height; Figure 7.8-1) of a heavy vibratory disc mill (Type HSM 100; Herzog Maschinenfabrik, Osnabrück, Germany).

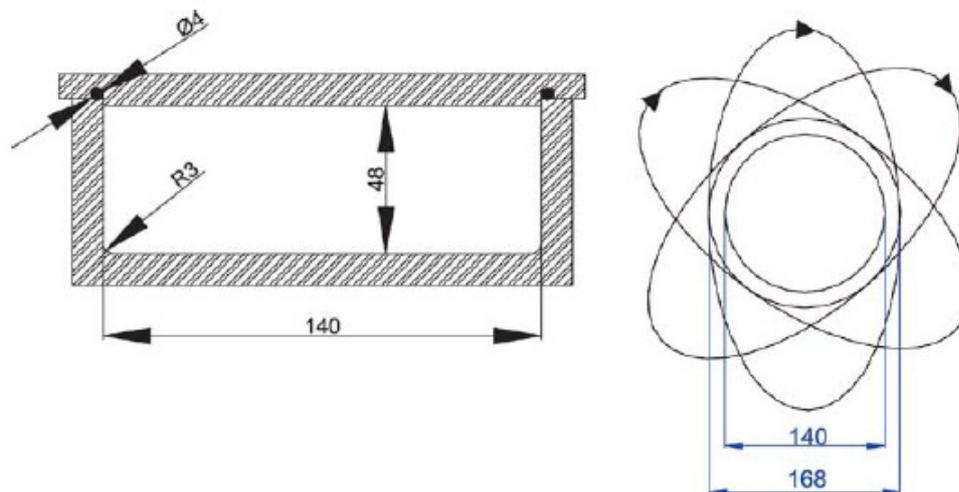


Figure 7.8-1. Sectional drawing of the bowl of a heavy vibratory mill used for the HEMI test and top view of the bowl indicating its typical motions.

The bowl was shaken for 60 s at a rotary frequency of 23.3 s^{-1} and a stroke of 12 mm to produce multiple dynamic impacts. After crushing, the fragments were sieved with slit-screens on an orbital shaker with a stroke of 25 mm and a rotary frequency of 250 min^{-1} for 10 min. The following fractions were separated and weighed:

Fraction 1 (F1) 5 mm

Fraction 2 (F2) 3–5 mm

Fraction 3 (F3) 2–3 mm

Fraction 4 (F4) 1–2 mm

Fraction 5 (F5) <1 mm

Optimization experiments

Experiments A–D were conducted to optimize the HEMI test method.

Experiment A: Ball mixture

Steel balls of different diameters were tested. Besides high discriminatory power for heat treatments of different intensities, a wide measurement range was required. Each mixture of steel balls contained three small balls of 12-mm diameter and three very small balls of 6-mm diameter to prevent fragments from getting caught in the corners of the bowl, whereas the main crushing was carried out by one big ball. To find the optimum ball mixture, the diameter of the big crushing ball was varied. Big balls with diameters of 25, 30, 35 and 40 mm were tested. Table 7.8-2 lists the corresponding maximum kinetic energy calculated according to the following equation:

$$E_{\max} = \frac{1}{2} m_{\text{ball}} (2v_{\text{rel. max}})^2 = \frac{1}{2} m_{\text{ball}} (2fs\pi)^2 \quad (J) \quad (1)$$

where:

E_{\max} is the maximum impact energy (J);

m_{ball} is the mass of the big ball (kg);

$v_{\text{rel. max}}$ is the maximum velocity of the big ball relative to the bowl (m s^{-1});

s is the stroke of the bowl (m); and

f is the rotary frequency (s^{-1}).

Maximum energy is achieved when the specimen is moving with the bowl (velocity v) and in reverse to the ball with velocity v .

Table 7.8-2. Big ball diameter and maximum kinetic energy for four ball mixes.

Big ball diameter (mm)	Maximum kinetic energy (J)	Ball mix ID
25	0.10	1
30	0.17	2
35	0.27	3
40	0.40	4

Experiment B: Differentiation of heat treatment intensities

To identify optimal discriminatory power of the test, silver fir heat-treated with eight different intensities was tested. The treatment intensity was determined by measuring the decrease in mass as a result of the air heat treatment. A ball mixture consisting of one ball of 35 mm Ø, three balls of 12 mm Ø, and three balls of 6 mm Ø was applied.

Experiment C: Reproducibility of results

The reproducibility and the influence of the number of specimens crushed and sieved on the results were investigated using untreated spruce. Five replicate experiments for five and ten specimens were performed. The same ball mixture as in experiment B was used.

Experiment D: Influence of weathering

Specimens of oil heat-treated and untreated spruce and silver fir were tested. Half of them were weathered before the test. Weathering was first carried out through two artificial cycles, each consisting of water soaking for 24 h, deep freezing at -18°C for 24 h, and drying at 60°C for 48 h. The specimens were then distributed on horizontal racks for 8 weeks for natural weathering in Hamburg. The specimens for the HEMI test were cut from unweathered and weathered specimens of $500 \times 125 \times 30 \text{ mm}^3$. All weathered specimens were axially matched to unweathered controls. The same ball mixture as in experiments B and C was used in this experiment.

7.8.3 Results

The different resistances to crushing of the test materials were well demonstrated by the HEMI test through highly different fracture patterns (Figure 7.8-2).

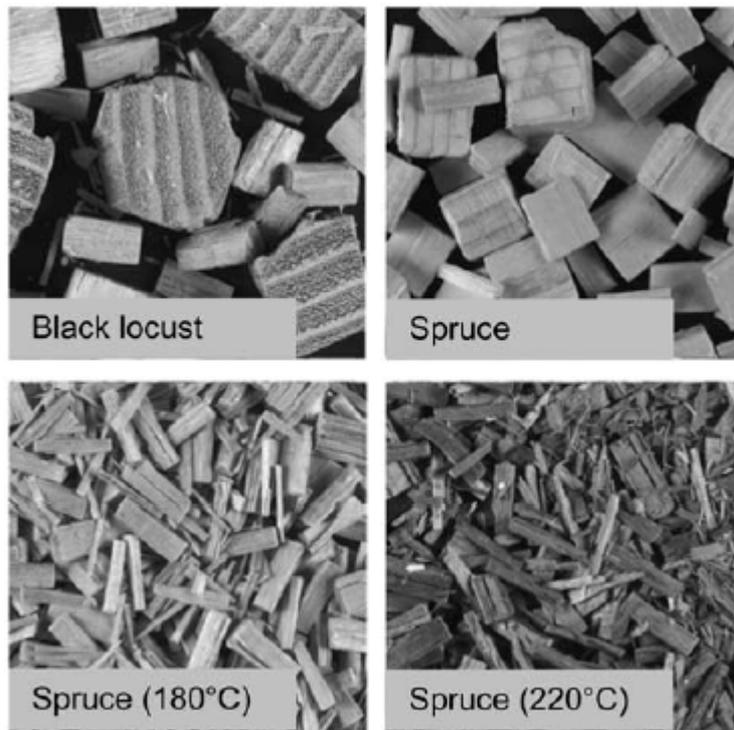


Figure 7.8-2. HEMI test: crushed samples of black locust, untreated and oil heat-treated spruce (180°C and 220°C, 4 h).

The increase in heat treatment intensity, which caused strength loss, resulted in an increase in fragmentation and a decrease in fragment size. The data also reveal that crushing of untreated black locust was feasible and led to a fracture pattern corresponding to the high dynamic-strength properties of this wood.

Experiment A: Ball mixture

The percentage of coarse (F1) and fine (F5) fractions was found to be particularly suitable for differentiating heat treatment intensities (Table 7.8-3). Ball mixtures 1 and 2 did not differentiate untreated spruce from black locust efficiently. The differentiation of untreated and heat-treated spruce wood was more successful. In addition, for black locust, the fine fraction was nearly zero, whereas the coarse fraction was nearly 100%. Thus, ball mixtures 1 and 2 are

not suitable for species with higher dynamic strength properties. Ball mixtures 3 and 4 showed sufficient discriminatory power for heat-treated material. At the same time, the coarse fraction (F1) was less than 100% for black locust. Ball mixture 3 is recommended for further HEMI tests because of its highest discriminatory power for heat-treated material.

Calculation of resistance to impact milling (RIM)

As indicated above, the fine fraction (F5) and the coarse fraction (F1) appear to be most useful to characterize the strength of the material because of their discriminatory power. The relative yields of F5 reflect well the heat-treatment intensities on spruce: no heat treatment, 1.00%; low heat-treatment intensity, 9.10%; and high heat-treatment intensity, 28.70% (Table 7.8-3, ball mix 3). The coarse fraction (F1; >5 mm) has a similar discriminatory power for materials of lower strength. Relative yields of fraction F1 of spruce were: low heat-treatment intensity, 27.50%; and high heat-treatment intensity, 4.60% (Table 7.8-3, ball mix 3).

Table 7.8-3. Sieve fractions after HEMI tests with different steel ball mixtures (experiment A).

Ball mix ID	Material	Sieve fraction (%)				
		>5 mm (F1)	3-5 mm (F2)	2-3 mm (F3)	1-2 mm (F4)	<1 mm (F5)
1	Black locust, kiln dried at 60 °C	99.97	0.00	0.00	0.03	0.00
	Spruce, kiln dried at 60 °C	93.13	4.27	1.62	0.48	0.50
	Spruce, OHT 180 °C/ 4h	84.87	9.41	3.94	0.88	0.90
	Spruce, OHT 220 °C/ 4h	61.92	16.88	8.40	6.40	6.40
2	Black locust, kiln dried at 60 °C	99.34	0.55	0.00	0.01	0.10
	Spruce, kiln dried at 60 °C	94.22	3.70	1.23	0.45	0.40
	Spruce, OHT 180 °C/ 4h	62.39	16.23	11.22	5.06	5.10
	Spruce, OHT 220 °C/ 4h	26.49	17.20	31.07	12.64	12.60
3	Black locust, kiln dried at 60 °C	98.47	0.67	0.37	0.29	0.20
	Spruce, kiln dried at 60 °C	81.83	9.78	6.32	1.07	1.00
	Spruce, OHT 180 °C/ 4h	27.50	31.49	22.80	9.11	9.10
	Spruce, OHT 220 °C/ 4h	4.60	13.13	24.67	28.90	28.70
4	Black locust, kiln dried at 60 °C	96.17	2.41	0.44	0.48	0.50
	Spruce, kiln dried at 60 °C	58.48	23.22	10.92	3.68	3.70
	Spruce, OHT 180 °C/ 4h	2.27	24.51	34.58	19.34	19.30
	Spruce, OHT 220 °C/ 4h	2.08	3.72	17.49	39.11	37.60

Ball mixes: No. 1, 1x25 mm, 3x 12 mm, 3x 6 mm; No. 2, 1x 30 mm, 3x 12 mm, 3x 6 mm; No. 3, 1x 35 mm, 3x 12 mm, 3x 6 mm; No. 4, 1x 40 mm, 3x 12 mm, 3x 6 mm. OHT oil heat treatment in an industrial plant

However, the variation of the coarse fraction would increase for materials of low strength, since the yield is determined based on a small number of coarse fragments left. This problem can be solved by considering a higher number of fragments to calculate the degree of integrity and excluding the coarse fraction. The degree of integrity I is defined as:

$$I = \frac{m_{n \text{ biggest fragments}}}{m_{\text{all}}} \times 100 (\%) \quad (2)$$

where:

$m_{n \text{ biggest fragments}}$ is the total mass of the n biggest fragments;

n is the number of specimens;

and m_{all} is the mass of all fragments.

The degree of integrity I is the percentage of the n biggest fragments. Thus, it never reaches zero. The degree of integrity is less scattered than the data for

F1. To characterize the severity of a heat treatment, both F1 and I were combined to express the resistance to impact milling (RIM). RIM should vary between 0 and 100%. It identifies minimum and maximum destruction and should provide high discriminative power for wooden materials. By calculating RIM, the fine fraction (F5) was weighted by a factor a, which can take the values 1, 2, 3, 4 or 5 in the following equation:

$$RIM_a = (I - a \times F5 + a \times 100) / (1 + a) \quad (\%) \quad (3)$$

where:

I is the degree of integrity;

F5 is the fine fraction; and

a is the weighting factor.

Experiment B: Differentiation of heat-treatment intensities

The correlation between RIM_a and heat treatment intensities (Table 7.8-4) was examined for optimization of the RIM_a equation.

Table 7.8-4. Differences in resistance to impact milling (RIM) between heat treatment intensities I_i expressed by decrease in mass (dm) with n = 3 replicates.

I_i	Temperature (°C)	Duration (h)	dm (%)	RIM (%)	Statistical significance
I_0	103	36	0.0	77.3	a
I_1	160	4	0.4	76.5	a
I_2	180	4	0.8	74.5	a
I_3	200	2	2.8	69.1	b
I_4	200	4	5.2	64.9	c
I_5	220	4	8.6	60.6	d
I_6	240	2	10.1	59.1	d
I_7	240	4	16.4	42.1	e
I_8	240	6	18.1	34.6	f

Different letters indicate statistically significant differences between mean RIM values at a significance level of $p=0.05$ in a Student's t-test.

The results obtained with different weighting factors $a = 1$ to 5 are given in Figure 7.8-3.

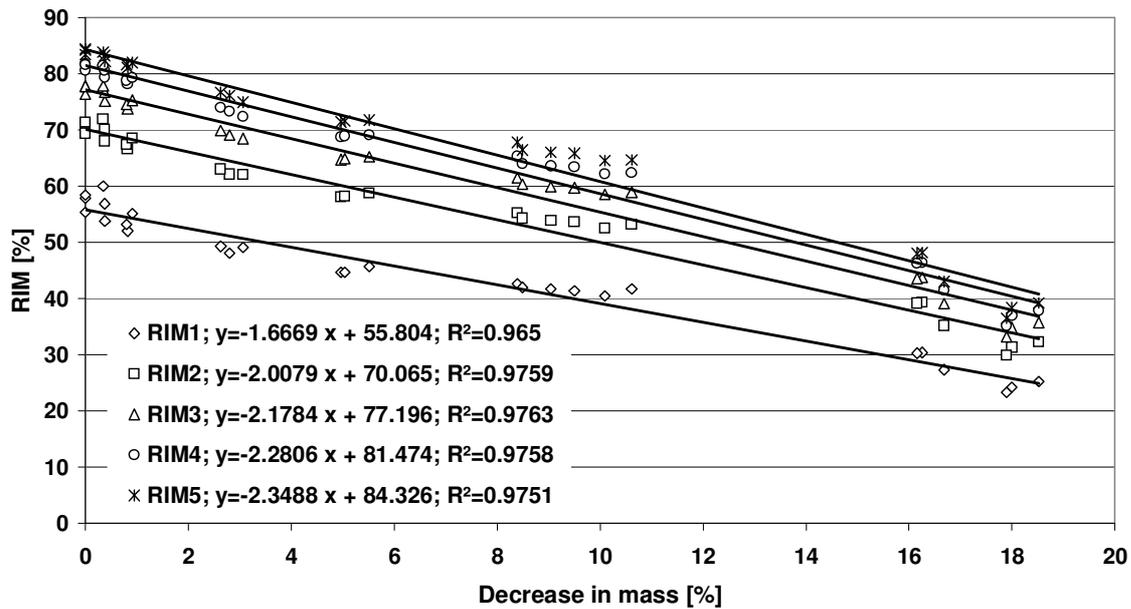


Figure 7.8-3. Correlation between percentage change in mass on heat treatment and in % resistance to impact milling (RIM) calculated using different weighting factors for fine fraction ($a = 1-5$; R^2 , coefficient of determination).

A strong linear correlation between heat treatment intensity and RIM_a is evident for all a values. However, $a = 2$ and $a = 3$ lead to the highest coefficients of correlation (R^2). Since the higher slope for $a = 3$ than for $a = 2$ signifies higher discriminatory power for $a = 3$, RIM_3 is considered as the most feasible value for the resistance to impact milling for heat-treated materials. In most cases, three replicates were enough to distinguish statistically significant differences between RIM_3 values for different heat-treatment intensities (indicated by different letters in the last column of Table 7.8-4).

Experiment C: Reproducibility

By increasing the number of specimens (increasing the wood amount in the bowl) for crushing from five to ten, the variation in RIM was reduced by 50% (Table 7.8-5).

Table 7.8-5. Results of reproducibility experiment C: effect of 5 or 10 specimens of untreated spruce per crushing (n = 5).

Ball mix No.3	Fraction					I (%)	RIM ₃ (%)
	>5 mm (F1) (%)	3-5 mm (F2) (%)	2-3 mm (F3) (%)	1-2 mm (F4) (%)	<1 mm (F5) (%)		
	5 specimens						
Mean	31.45	33.50	15.03	9.99	10.03	20.6	72.6
S.D.	10.67	8.52	1.19	1.56	1.57	8.5	3.0
COV	34	25	8	16	16	41	4
10 specimens							
Mean	64.39	19.09	7.85	4.32	4.35	33.1	80.0
S.D.	6.91	5.04	1.76	0.86	0.9	4.4	1.7
COV	11	26	22	20	21	13	2

SD, standard deviation; COV, coefficient of variation; I, degree of integrity for the 5 (10) biggest fragments; RIM₃, resistance to impact milling, $(I-F5+300)/4$.

However, crushing ten specimens together in one bowl undesirably increased the RIM by 10%, because of the hindered mobility of the steel balls. Better results could be obtained by crushing two separate batches of five specimens each. The fragments from two crushing experiments were mixed and sieved together (Table 7.8-5).

Experiment D: Influence of weathering

No significant differences in RIM between weathered and unweathered samples were found (Table 7.8-6). Accordingly, RIM reflected the intensity of the treatments without any influence of cracks induced by weathering. This result was confirmed for spruce and silver fir for all treatment intensities.

Experiment D confirmed the results from the laboratory-scale experiment C for commercial materials. The two commercially traded classes of thermally modified wood were highly differentiated using RIM₃ of the HEMI test. The oil heat treatment of spruce at 220°C reduced its RIM by 20%, whereas the treatment at 180°C reduced its RIM by 9%, compared to untreated controls. The low coefficients of variation of the mean values are striking (Table 7.8-6).

Table 7.8-6. RIM of oil heat-treated spruce and silver fir and untreated controls.

	Spruce			Silver fir		
	Control	180°C	220°C	Control	180°C	220°C
Unweathered						
RIM (%)	82.5	75.4	66.6	81.3	71.6	64.9
S.D. (%)	0.4	0.7	0.6	0.5	0.4	0.6
COV (%)	0.5	0.9	0.8	0.6	0.6	0.9
$\alpha_{180-220}$ (%)			(0.36)			(0.34)
Weathered						
RIM (%)	83.8	77.9	66.1	81.4	75.8	61.9
S.D. (%)	1.0	0.8	1.6	0.3	0.6	2.0
COV (%)	1.2	1.1	2.3	0.4	0.8	3.2
$\alpha_{180-220}$ (%)			(0.76)			(0.74)

SD, standard deviation; COV, coefficient of variation; $\alpha_{180-220}$ probability of error for discrimination of material treated at 180°C and 220°C. Heat treatments were carried out for 4 h.

Final specification of the HEMI test method

As a result of the optimization, the following procedure is specified for the HEMI test. Five specimens of 10x20x20 mm³ are placed into the bowl of 140-mm inner diameter of a heavy impact ball mill, together with one steel ball of 35-mm diameter, three steel balls of 12-mm diameter, and three steel balls of 6-mm diameter. The bowl is shaken for 60 s with a rotary frequency of 23.3 s⁻¹ and a stroke of 12 mm. This crushing procedure is repeated on another five specimens. The fragments of the 10 specimens are fractionated with slit screens on an orbital shaker with an amplitude of 25 mm and a rotary frequency of 250 min⁻¹ for 10 min. RIM₃ is calculated as follows:

$$RIM = (I - 3 \times F5 + 300) / 4 \quad (\%) \quad (4)$$

7.8.4 Discussion

Testing of thermally modified wood

The resistance to impact milling (RIM) is highly correlated with the decrease in mass due to heat treatments. The latter is a reliable measure for the differentiation of thermal treatment intensities (Viitaniemi 1997; Tjeerdsma *et al.* 2002; Rapp *et al.* 2003), which depends on the temperature and length of the treatment (Rapp *et al.* 2003), as well as on the amount of oxygen in the wood. It is also correlated with other properties of thermally modified wood, such as

swelling, resistance to fungal attack, and mechanical strength properties (Stamm *et al.* 1946; Stamm 1956; Mazela *et al.* 2003; Rapp *et al.* 2003; Repellin and Guyonnet 2003). Thus, RIM is a suitable measure for assessing the intensity of a thermal treatment and the mechanical quality of the thermally modified wood.

The discriminatory power is mathematically expressed by the probability of error (α) and by the t-value (\hat{t}) in a Student's t-test for two random samples and determined by the difference of the mean values (Δx), the variance of the two random samples (s_1 and s_2), and the number of replicates (n):

$$\alpha = f(\hat{t}, n); \hat{t} = \frac{|\Delta x|}{\sqrt{\frac{s_1^2 + s_2^2}{n}}} \quad (5)$$

In the HEMI test, only three replicates were necessary to differentiate effectively ($\alpha = 0.36\%$, Table 7.8-6) between spruce oil heat-treated at 180°C and at 220°C, whereas an impact bending test of the same material (Brischke and Rapp 2004) achieved a lower discriminatory power ($\alpha = 0.53\%$) with 40 replicates. The discriminatory power of the HEMI test was also quantitatively determined for differentiating eight heat-treatment intensities. Table 7.8-4 shows that differences were detected in terms of heat treatment intensity when the decrease in mass was larger than 1.7%.

Since the fine fraction showed the highest discriminatory power, this is the decisive part of the treatment intensity indicator. In addition, it was necessary to include the degree of integrity into the RIM calculation to provide a large measurement range for the HEMI test. Thus, HEMI tests are also suitable for testing materials of higher strength properties, e.g., heat-treated hardwoods or densified wood, as reported in recent studies (Kamdern *et al.* 2002; Navi and Girardet 2000; Syrjänen 2001; Repellin and Guyonnet 2003; Tang *et al.* 2004). In practice, wooden components are rarely stressed by a single destroying impact, but are dynamically stressed in various ways. This is addressed by the HEMI test, which stresses the wood through impact bending, cleaving, buckling, compression, and shearing.

Influence of weathering

Although the weathered material showed more cracks and the impact bending strength was reduced by up to 50% (Brischke and Rapp 2004), the RIM results for weathered and unweathered samples did not differ significantly. Weathering cracks seem to occur on a microscopic level and HEMI tests apparently respond more to damages at a submicroscopic (chemical) level caused by the heat treatment.

7.8.5 Conclusions

The HEMI test, based on crushing small specimens by thousands of impacts from pounding steel balls in a heavy vibratory mill, was found to be feasible for quality control of thermally modified wood. In particular, different heat-treatment intensities correlated well with results of the HEMI test. Only a small number of replicates are required to produce statistically reliable results. HEMI tests have potential for subsequent quality control of materials in service, because the RIM is not affected by weathering or cracks. A forthcoming publication on the HEMI method will assess the potential of this method for detection of early decay and its suitability for different wood species.

Acknowledgements

The authors extend their particular thanks to Mrs. Karin Brandt for practical preparation of the HEMI experiments and Prof. Dr. D. Eckstein for his wide-ranging scientific expertise.

7.8.6 References

- Bengtsson, C., Jermer, J., Brem, F. (2002) Bending strength of heat-treated spruce and pine timber. Document No. IRG/WP 02-40242. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Brischke, C., Rapp, A.O. (2004) Investigation of the suitability of silver fir (*Abies alba* Mill.) for thermal modification. Document No. IRG/WP 03-10457. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Burmester, A. (1973) Einfluss einer Wärme-Druck-Behandlung halbtrockenen Holzes auf seine Formbeständigkeit. Holz Roh- Werkstoff 31:237-243.

- Buro, A. (1954) Die Wirkungen von Hitzebehandlungen auf die Pilzresistenz von Kiefern- und Buchenholz. Holz Roh-Werkstoff 12:297-304.
- Deutsche Industrie-Norm (1981) DIN 52 189. Prüfung von Holz; Schlagbiegeversuch, Bestimmung der Bruchschlagarbeit.
- Ghelmeziu, N. (1937) Untersuchungen über die Schlagfestigkeit von Bauhölzern. Holz Roh- Werkstoff 15:585–603.
- Giebeler, E. (1983) Dimensionsstabilisierung von Holz durch eine Feuchte/Wärme/Druck-Behandlung. Holz Roh- Werkstoff 41:87–94.
- Jämsä, S., Viitaniemi, P. (2001) Heat treatment of wood – Better durability without chemicals. In: Review on Heat Treatments of Wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 9 February 2001, Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 17–22.
- Kamdem, D.P., Pizzi, A., Jermannaud, A. (2002) Dauerhaftigkeit von hitzebehandeltem Holz. „Durability of heat-treated wood“. Holz Roh-Werkstoff 60:1–6.
- Kollmann, F. Technologie des Holzes und der Holzwerkstoffe. Springer, Berlin/Heidelberg/New York, 1951.
- Kubojima, Y., Okano, T., Ohta, M. (2000) Bending strength and toughness of heat treated wood. Jpn. Wood Res. Soc. 46:8-15.
- Mazela, B., Zakrzewski, R., Grzeškowiak, W., Cofta, G., Bartkowiak, M. (2003) Preliminary research on the biological resistance of thermally modified wood. In: Proceedings of the 1st European Conference on Wood Modification, 3–4 April 2003, Ghent. Eds. Van Acker, J., Hill, C. Ghent University (RUG), Belgium. pp. 113–120.
- Militz, H., Tjeerdsma, B. (2001) Heat treatment of wood by the PLATO process. In: Review on Heat Treatments of Wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 9 February 2001, Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 23–33.
- Navi, P., Girardet, F. (2000) Effects of thermo-hydro-mechanical treatment on the structure and properties of wood. Holzforschung 54:287–293.

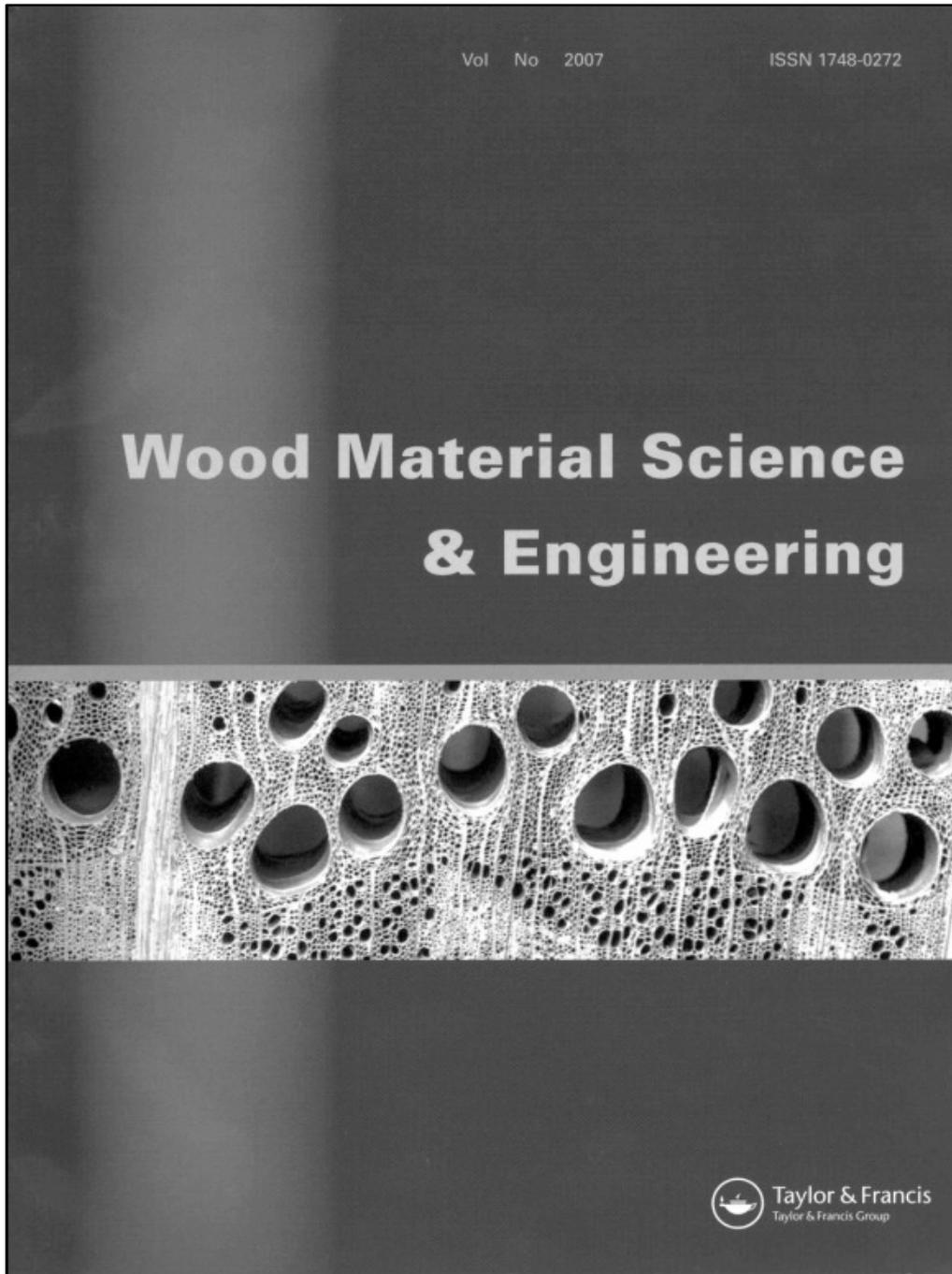
- Rapp, A.O., Sailer, M. (2001) Oil-heat treatment of wood in Germany – State of the art. In: Review on Heat Treatments of Wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 9 February 2001, Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 47–64.
- Rapp, A.O., Sailer, M., Brand, K. (2003) Umweltfreundliche Konservierung von Massivholz und Massivholzprodukten für den Außenbereich. Schlussbericht für das BMBF-Projekt 0339862. Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH), Hamburg.
- Repellin, V., Guyonnet, R. (2003) Evaluation of heat treated beech by non-destructive testing. In: Proceedings of the 1st European Conference on Wood Modification, 3–4 April 2003, Ghent. Eds. Van Acker, J., Hill, C. Ghent University (RUG), Belgium. pp. 73–82.
- Runkel, R.O.H., Wilke, K.-D. (1951) Zur Kenntnis des thermoplastischen Verhaltens von Holz. Zweite Mitteilung. Holz Roh- Werkstoff 9:260–270.
- Sailer, M., Rapp, A.O., Leithoff, H. (2000a) Improved resistance of Scots pine and spruce by application of an oil-heat-treatment. Document No. IRG/WP 00-40162. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Sailer, M., Rapp, A.O., Leithoff, H., Peek, R.-D. (2000b) Vergütung von Holz durch Anwendung einer Öl-Hitzebehandlung. Holz Roh- Werkstoff 58:15–22.
- Seborg, R.M., Tarkow, H., Stamm, A.J. (1953) Effect of heat upon dimensional stabilisation of wood. J. For. Prod. Res. Soc. 3:59-67.
- Stamm, A.J. (1956) Thermal degradation of wood and cellulose. Ind. Eng. Chem. 48:413–417.
- Stamm, A.J., Burr, H.K., Kline, A.A. (1946) Heat stabilized wood (Staybwood). Ind. Eng. Chem. 38:630–634.
- Syrjänen, T. (2001) Production and classification of heat treated wood in Finland. In: Review on Heat Treatments of Wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 9 February 2001, Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 7–15.

- Syrjänen, T., Kangas, E. (2000) Heat-treated timber in Finland. Document No. IRG/WP 00-40158. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Tang, X., Nakao, T. Zhao, G. (2004) Physical properties of compressed wood fixed via different heating pathways to obtain a constant recovery. *J. Jpn. Wood Res. Soc.* 50: 333–340.
- Tjeerdsma, B.F., Stevens, M., Militz, H., Van Acker, J. (2002) Effect of process conditions on moisture content and decay resistance of hydro-thermally treated wood. *Holzforschung -verwertung* 5:94–99.
- Vernois, M. (2001) Heat treatment of wood in France – State of the art. In: *Review on Heat Treatments of Wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 9 February 2001, Antibes, France.* Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 35–42.
- Viitanen, H., Jämsä, S., Paajanen, L., Nurmi, A., Viitaniemi, P. (1994) The effect of heat treatment on the properties of spruce. A preliminary report. Document No. IRG/WP 94-40032. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Viitaniemi, P. (1997) Thermowood – Modified wood for improved performance. In: *Proceedings of WOOD – The Ecological Material, 4th Eurowood Symposium, September 22–23, 1997, Stockholm.* pp. 67–69.
- Welzbacher, C.R. (2001) Vergleichende Prüfung von umweltfreundlichen, biozidfreien Verfahren zur Vergütung von Holz durch Hitze. Diplomarbeit, Fachhochschule Eberswalde, 2001.
- Welzbacher, C.R., Rapp, A.O. (2003) Thermische Verfahren – Verfahrensübergreifender Vergleich. In: *23 Holzschutz-Tagung der DGfH, Augsburg, 26–27.03.2003.* Deutsche Gesellschaft für Holzforschung e.V., München. pp. 97–112.

Received January 14, 2005. Accepted October 4, 2005.

7.9 Publikation IX: Influence of treatment temperature and duration on selected biological, mechanical, physical, and optical properties of thermally modified timber (TMT)

Wood material Science and Engineering. 2007, in press.



WELZBACHER, C.R.*; BRISCHKE, C. & RAPP A.O.

Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH),
Hamburg, Germany

*Corresponding author

Institute for Wood Biology and Wood Protection,

Leuschnerstr. 91, 21031 Hamburg, Germany

Phone: +49-40-73962446

E-mail: c.welzbacher@holz.uni-hamburg.de

Abstract

The impact of heat treatment temperature (180 °C, 200 °C, 210 °C, 220 °C, and 240 °C) and various heat treatment durations on selected biological, mechanical, optical, and physical properties of thermally modified timber (TMT) was determined. Furthermore, the suitability of different measures for prediction of the treatment intensity was investigated. Therefore, the resistance to impact milling (RIM), lightness L^* , equilibrium moisture content (EMC), and anti swelling efficiency (ASE) were correlated with corresponding fungal resistance achieved by heat treatments.

The results show, that the decrease in mass by heat treatments is a suitable measurand to describe the treatment intensity, which is a product out of treatment temperature and duration, where the impact of temperature is predominating the impact of time. The properties examined showed a strong reciprocally proportional relationship with the decrease in mass. Thus different correlations were found for the various treatment temperatures: The higher the temperature applied, the lower was the decrease in mass required for an equivalent improvement of certain wood properties, e.g. biological durability, EMC, and dimensional stability. However, mass loss by *Poria placenta* correlated well with RIM, lightness L^* , EMC, and ASE of the different heat treated specimens, depending on the heat treatment temperature. Consequently, a reliable estimation of improved fungal resistance of TMT, as

well as the quality control of TMT in general, strongly requires certain process information.

Keywords

ASE, CIE L*a*b* color measurements, decrease in mass, equilibrium moisture content, heat treatment intensity, high-energy multiple impact test, quality control

7.9.1 Introduction

Industrial heat treatment processes typically aim on improving the biological durability of less durable wood species and furthermore on enhancing the dimensional stability of wood or wood based products, e.g. particle boards. The properties of thermally modified timber (TMT) in general were intensively investigated in the recent past (Leithoff & Peek, 1998; Jämsä & Viitaniemi, 2001; Sailer et al., 2000; Rapp & Sailer, 2001; Boonstra & Tjeerdsma, 2006; Del Menezzi & Tomaselli, 2006; Paul et al., 2006a).

The resistance of TMT against fungal decay is significantly improved, which may be caused by modification of the structure and chemical composition of the wood (Wienhaus, 1999; Syrjänen & Kangas, 2000; Tjeerdsma et al., 2002; Weiland & Guyonnet, 2003). Furthermore, the equilibrium moisture content (EMC) of TMT is reduced by up to 50% (Jämsä & Viitaniemi, 2001; Paul et al., 2006), which leads to a considerably reduced moisture content (MC) of TMT compared to untreated controls, especially in weathered exposures (Pöhlmann, 2001; Brischke, 2003). Consequently, swelling and shrinking of TMT is drastically reduced (Burmester, 1981; Dirol & Guyonnet, 1993; Goroyias & Hale, 2002; Popper et al., 2005; Repellin & Guyonnet, 2005). Thus, the desired use of TMT for outdoor applications is conceivable with respect to its increased durability and dimensional stability.

However, the change of certain wood properties by thermal modification depends on the intensity of the heat treatment applied. The heat treatment intensity is a product out of treatment temperature and treatment time at certain conditions like oxygen content and MC of the wood (Nuopponen et al., 2003; Wang & Cooper, 2005; Boonstra et al., 2006). To estimate the properties of

TMT, to optimize heat treatment processes and to assure a constant product quality, a suitable measure of the treatment intensity is needed. For this purpose, the decrease in mass by a heat treatment, caused by gasification of wood substance during the thermal modification process, appears to be a suitable measurand, since it depends on the temperature and the length of the treatment (Rapp et al., 2003; Del Menezzi & Tomaselli, 2006). In addition, the decrease in mass is easy to determine and it is also correlated with other properties of TMT, like swelling, resistance against fungal attack, and mechanical strength properties (Stamm et al., 1946; Obataya et al., 2002; Mazela et al., 2003; Rapp et al., 2003; Repellin & Guyonnet, 2003).

The aim of this study was to examine the influence of the heat treatment parameters temperature and duration on the decrease in mass as a measure for the heat treatment intensity and some selected wood characteristics, such as biological durability, resistance to impact milling, dimensional stability, and color response. Furthermore the interrelationship between the decrease in mass and these mechanical, physical and optical properties of TMT was analyzed with respect to their suitability to estimate the biological durability of TMT.

7.9.2 Material and Methods

Material quality and heat treatments

Axially matched specimens of 10x5x20 mm³ (longitudinal x tangential x radial) were cut from twenty different stakes of Norway spruce (*Picea abies* Karst.) and used in all tests. The specimens were free of knots, cracks, decay and other obvious defects and the growth rings were orientated 90±10° to the radial faces whereas the longitudinal faces were parallel to the direction of the grain. In total, 2400 specimens were submitted to 40 different heat treatments, which were carried out in a drying oven at five different treatment temperatures and for eight different treatment times (Table 7.9-1). In addition, 300 oven dried untreated control specimens were used.

Table 7.9-1. Heat treatment temperature and treatment time; n = 60 specimens were used for each combination.

	treatment temperature [°C]			treatment time [h]					
	0.00	4.00	8.00	12.00	16.00	24.00	34.00	48.50	72.00
180	0.00	1.00	2.00	3.50	6.00	10.00	15.00	16.75	24.75
200	0.00	0.75	1.50	2.50	4.00	6.00	9.00	13.50	15.50
210	0.00	0.50	1.00	2.00	2.50	3.50	5.00	8.00	9.00
220	0.00	0.25	0.50	1.00	1.50	1.75	2.25	3.00	4.00
240	0.00	0.25	0.50	1.00	1.50	1.75	2.25	3.00	4.00

The specimens were tightly wrapped in aluminum foil to minimize oxidation processes. The decrease in mass (dm) caused by gasification of wood substance during the thermal modification process was used as a measure of the heat treatment intensity. It was determined by weighing the oven-dried specimens before and after the heat treatment to the nearest 0.001 g and afterwards correlated with the properties examined in this study.

Basidiomycetes tests with *Poria placenta*

The resistance to basidiomycetes as the main target property of thermally modified timber to be improved was tested according to a modified EN 113 (1996) using Petri dishes with a diameter of 120 mm and n = 20 specimens of 10x5x20 mm³ for each heat treatment. The incubation period was 12 weeks. The following strain was used: *Poria placenta* var. *Monticula* = (Fr.) Gilbertson et Ryv. FPRL 280 BAM, 8/1997.

To assess the grade of durability, the relative durability was determined following the procedure given in EN 350-1 (1994), by calculating the quotient of mass loss of the heat treated material and Scots pine sapwood controls.

High-energy multiple impact (HEMI) - test

The HEMI-test has been described by Rapp et al. (2006). In the present study the following procedure was applied: 20 specimens of 10x5x20 mm³ with a total volume of 20 cm³ were placed in the bowl (Ø 140 mm) of a heavy-impact ball mill, together with one steel ball of 40 mm diameter, three of 12 mm diameter, and three of 6 mm diameter. The bowl was shaken for 60 s at a rotary frequency of 23.3 s⁻¹ and a stroke of 12 mm. The fragments of the crushed 20 specimens were fractionated on slit screens (slit width 5, 3, 2, and 1 mm) using

an orbital shaker at an amplitude of 25 mm and a rotary frequency of 250 min⁻¹ for 10 min.

The following values were calculated: the degree of integrity I, which is the ratio of the mass of the 20 biggest fragments to the mass of all fractions m_{all} after crushing:

$$I = \frac{m_{20 \text{ biggest fragments}}}{m_{all}} \cdot 100 [\%]$$

The fine percentage F5 is the ratio of the mass of fraction 5 (<1 mm) to the mass of all fractions m_{all} multiplied by 100. Finally, the resistance to impact milling (RIM) was calculated from I and F5 as follows:

$$RIM = (I - 3 \cdot F5 + 300) / 4 [\%]$$

CIE L*a*b* color measurement

The heat treated and untreated specimens for color measurements were homogenized by milling in a heavy vibratory disc mill (Type HSM 100; Herzog Maschinenfabrik, Osnabrück, Germany). The wood dust was placed under a microscope slide and the color measurements were recorded at three points with a colorimeter (Chroma-Meter CR-200; Minolta Camera, Ahrensburg, Germany). The sensor head was 8 mm in diameter. The measurements were taken in L*a*b coordinates, as established by the Commission Internationale Enluminure (CIE) in 1976, where L* determines the lightness, a* and b* determine the chromatic coordinates on the green-red, and blue-yellow axis respectively.

Equilibrium moisture content

The equilibrium moisture content (EMC) of n = 20 specimens for each heat treatment was determined at 20°C/75%RH. Therefore the specimens were placed in desiccators at 20°C over saturated salt solution (NaCl, RH of 75%) until constant mass for all samples was reached (i.e. 59 days). To assure an equal climate inside the desiccators and to prevent growth of mould, each of the

desiccators was equipped with an axial fan, placed between the salt solution and the specimens, securing a constant air stream of 1.3 m/s. EMC at 20 °C and 75%RH was calculated according to DIN 52 183 (1977).

Dimensional stability

Maximum swelling of the specimens was determined after water vacuum-pressure impregnation (vacuum: 20 hPa, 30 min; pressure: 0.8 MPa, 30 min) and subsequent water storage at 60 °C for 24 h to examine the change in dimensional stability caused by the heat treatment. The swelling was determined by measuring the oven dry and wet dimension of the specimens in radial and tangential direction according to DIN 52 184 (1979). The average out of tangential and radial swelling (S) was used to calculate the anti swelling efficiency (ASE):

$$ASE = \frac{S_{control} - S_{heat-treated}}{S_{control}} * 100 [\%]$$

7.9.3 Results and discussion

Decrease in mass

With increasing treatment temperature level, a significantly rising decrease in mass was found (Figure 7.9-1), which therefore is a valuable and reliable measurand for the treatment intensity (Obataya et al., 2002; Tjeerdsma et al., 2002; Brischke et al., 2006; Del Menezzi & Tomaselli, 2006; Metsä-Kortelainen et al., 2006). The influence of the treatment temperature on the treatment intensity was significantly stronger pronounced than the influence of the treatment time. A decrease in mass of 12.5% was obtained after 3 h at 240 °C whereas longer treatment times at lower treatment temperatures were needed to gain a decrease in mass of the same value: 8 h at 220 °C, 14 h at 210 °C, 20 h at 200 °C, and 72 h at 180 °C.

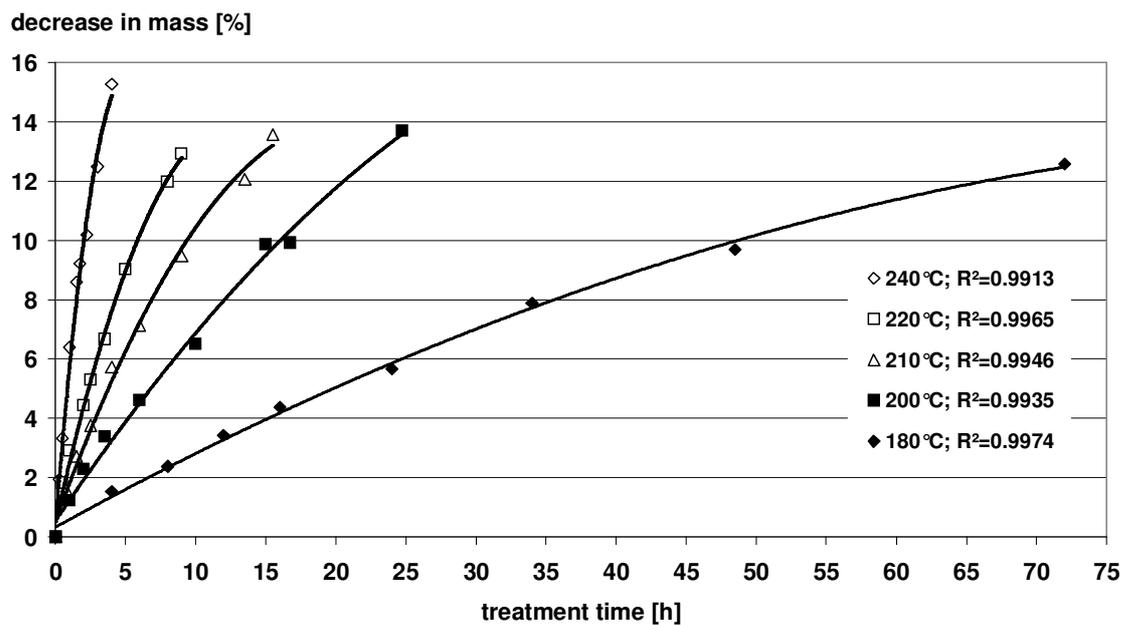


Figure 7.9-1. Correlation between decrease in mass (dm) and treatment time for different heat treatment temperatures; each dot represents the mean value of 60 specimens.

The strong influence of the treatment temperature on the treatment intensity has been mentioned by several authors (Burmester, 1970; Mazela et al., 2004; Boonstra et al., 2006; Paul et al., 2006a). However, the gradients of the graphs show that the impact of the treatment time on the treatment intensity became more distinctive with higher temperatures.

Resistance against biological decay

The mass loss caused by *Poria placenta* versus the decrease in mass by heat treatment is presented in Figure 7.9-2 for the different heat treatment temperatures. Both, the prolongation of the treatment time at a constant temperature (indicated by rising decrease in mass) and the increase of the treatment temperature level itself at a certain level of decrease in mass resulted in the reduction of mass loss by *P. placenta*.

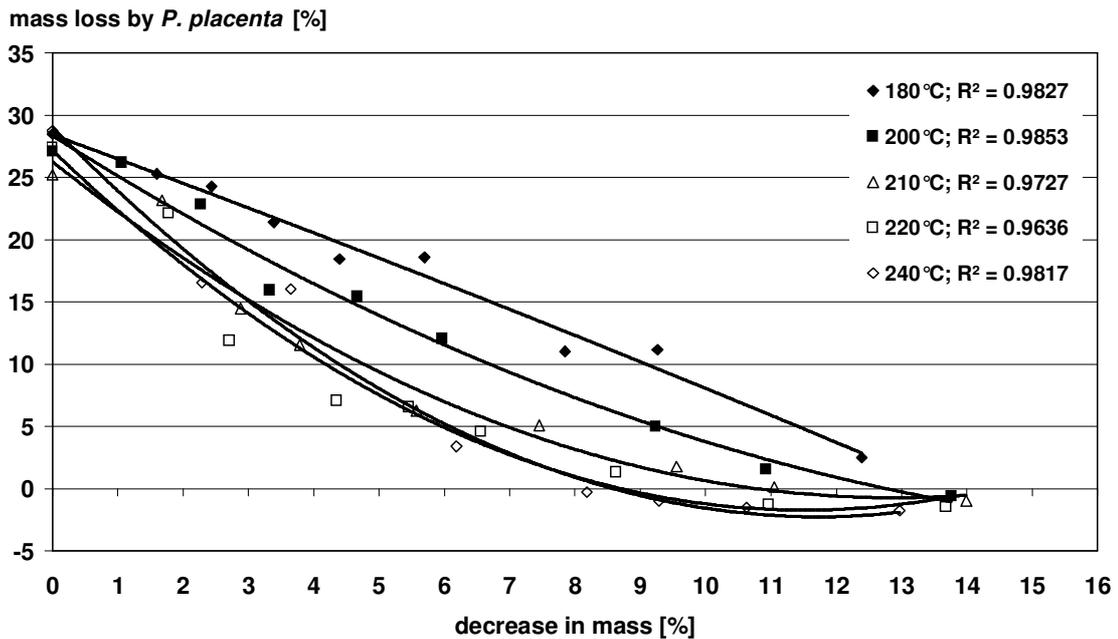


Figure 7.9-2. Correlation between mass loss by *Poria placenta* and the decrease in mass (dm) for different heat treatment temperatures; each dot represents the mean value of 20 specimens.

However, the impact of treatment temperature on mass loss was stronger than the impact of treatment time: For the same decrease in mass, higher temperatures lead to lower mass loss by fungal decay compared to lower temperatures. This coincides with results from Paul et al. (2006a) and Mazela et al. (2004), who reported on limited improvement of resistance to fungal decay for heat treatment temperatures below 200 °C. A minimum heat treatment temperature of 220 °C for a sufficient increase of the resistance to fungal decay is also recommended by Jämsä and Viitaniemi (2001) and Syrjänen and Kangas (2000), which also points to the significant impact of the treatment temperature on the resulting treatment intensity.

The classes of natural durability according to EN 350-1 (1994), calculated on the basis of the mass loss caused by *Poria placenta*, are shown in Table 7.9-2.

Table 7.9-2. Durability class of specimens heat treated at five different treatment temperatures and different ascending treatment times after tests against *Poria placenta*. The decrease in mass of specimens required to constantly obtain durability class 1 (dm_{DC1}) is indicated (*) at the corresponding treatment time for each treatment temperature.

treatment time [h]	treatment temperature [°C]				
	180	200	210	220	240
0.00	4	4	4	4	4
0.25	-	-	-	-	3
0.50	-	-	-	4	3
0.75	-	-	4	-	-
1.00	-	4	-	2	1*
1.50	-	-	3	-	1
1.75	-	-	-	-	1
2.00	-	4	-	1	-
2.25	-	-	-	-	1
2.50	-	-	2	2	-
3.00	-	-	-	-	1
3.50	-	3	-	1*	-
4.00	4	-	2	-	1
5.00	-	-	-	1	-
6.00	-	3	1*	-	-
8.00	4	-	-	1	-
9.00	-	-	1	1	-
10.00	-	3	-	-	-
12.00	4	-	-	-	-
13.50	-	-	1	-	-
15.00	-	1*	-	-	-
15.50	-	-	1	-	-
16.00	3	-	-	-	-
16.75	-	1	-	-	-
24.00	3	-	-	-	-
24.75	-	1	-	-	-
34.00	3	-	-	-	-
48.50	2	-	-	-	-
72.00	1*	-	-	-	-

* dm_{DC1} : 13% 10% 7% 7% 6%

Durability class 1 (very durable) was met by the specimens at all treatment temperatures, if the treatment time was as much extended as the required decrease in mass (dm_{DC1}) was achieved. The higher the treatment temperature, the minor was the dm_{DC1} needed for a significant improvement of the resistance against fungal decay. At a treatment temperature of 180 °C a treatment duration of 72 h and a dm_{DC1} of 13% were needed, whereas only 1 h treatment at 240 °C

produced a dm_{DC1} of 6% and a resulting classification of the specimens as “very durable” (DC 1).

Resistance to impact milling (RIM)

The resistance to impact milling (RIM) was highly correlated with the decrease in mass due to heat treatments, as shown in Figure 7.9-3. With rising decrease in mass, RIM was reduced significantly. This interrelationship was not unanticipated since the strong correlation of RIM with decrease in mass was described in recent studies (Brischke et al., 2006; Rapp et al., 2006).

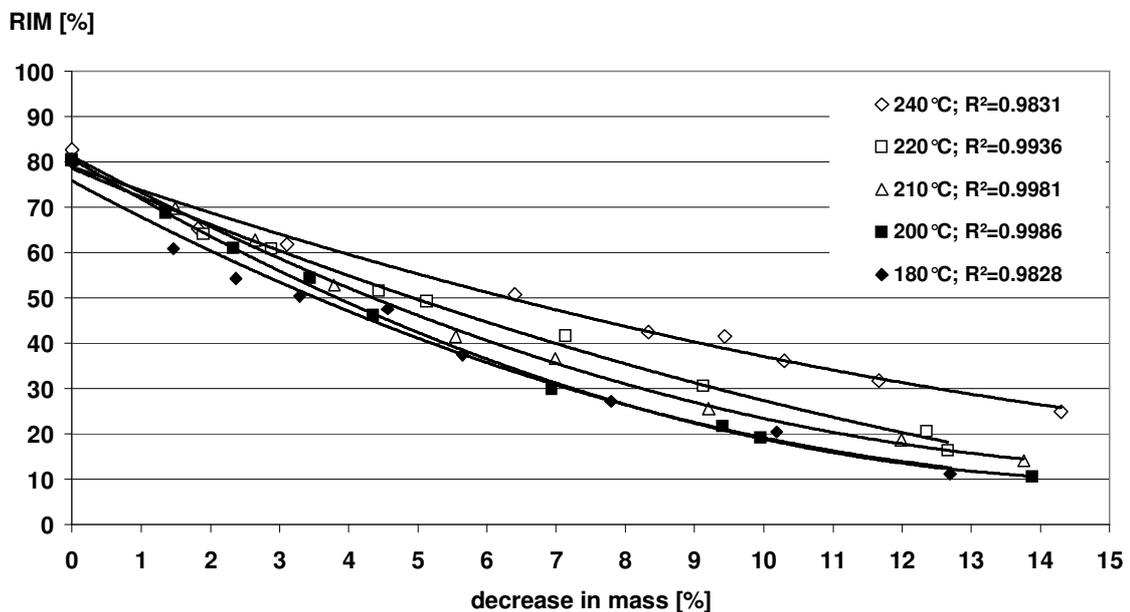


Figure 7.9-3. Correlation between decrease in mass (dm) by heat treatments at different temperatures and resistance to impact milling (RIM).

On the other hand, the results also showed that RIM is strongly influenced by the treatment temperature. The graph for 240 °C showed the slightest gradient and therefore the least reduction of RIM with rising decrease in mass compared to lower treatment temperatures. Considering the correlations between decrease in mass and treatment duration of the different temperatures (Figure 7.9-1), it becomes obvious, that a reduction of the initial RIM value of untreated specimens (RIM = 80%) by approximately half to an absolute value of RIM = 40% was the consequence of different treatment durations and different resulting values of decrease in mass: 2.0 h at 240 °C ($dm = 9\%$), 3.5 h at 220 °C

(dm = 7%), 5.5 h at 210 °C (dm = 6%), 7.5 h at 200 °C (dm = 5%), and 22 h at 180 °C (dm = 5%). Thus, a practical application of the HEMI method for a post-production quality control requires detailed process information to determine the actual decrease in mass.

Color measurements

An excellent correlation between the lightness (L^*) and the decrease in mass was found for all specimens, independent from the treatment temperature applied (Figure 7.9-4). The L^* -value decreased from 80 to 38 with rising decrease in mass by thermal modification, whereas a^* and b^* showed a slight increase with a maximum at approximately 5% and 3% decrease in mass, respectively, before slightly decreasing again.

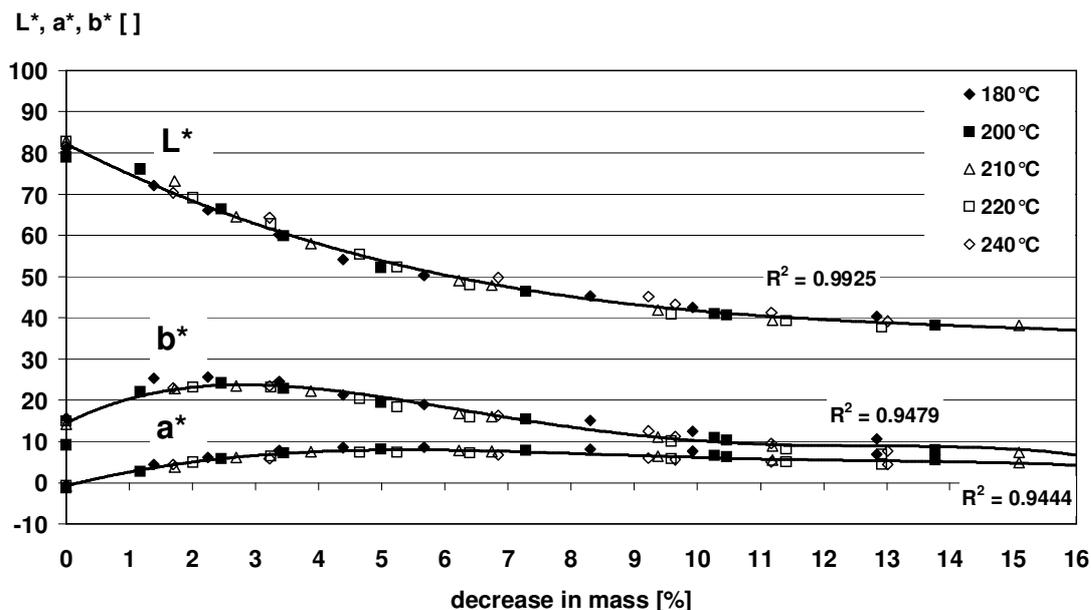


Figure 7.9-4. Relation between the decrease in mass (dm) by an air heat treatment at different temperatures and color values L^* , a^* , and b^* of milled wood samples.

The very sensible response of the L^* value due to a heat treatment was already reported in earlier studies (Bourgois et al., 1991; Mitsui et al., 2001; Sundquist, 2004; Johansson & Morén, 2005; Brischke et al., 2006), and was therefore not unexpected. However, it is remarkable, that the different heat treatment temperatures, representing different heat treatment intensities, did not affect the results of the color measurements: All different treatment temperatures could

significantly be represented in one common correlation of the color values with the decrease in mass. The independency of the color values from further process parameters, such as heat treatment temperature, in conjunction with the independency from initial values of the thermally modified material, e.g. the origin of the specimens, as demonstrated in earlier studies by Brischke et al. (2006), documents the high potential of color measurements as a tool to characterize the treatment intensity of heat treated timber.

Equilibrium moisture content

The equilibrium moisture content (EMC) of the different heat treated specimens at 20°C/75%RH is presented in Figure 7.9-5. The EMC is correlated with the decrease in mass of specimen depending on the treatment temperature applied. With rising decrease in mass, EMC was reduced. This is explained by less moisture accessible hydroxyl groups of the thermally modified specimens compared to untreated controls (Boonstra & Tjeerdsma, 2006; Del Menezzi & Tomaselli, 2006).

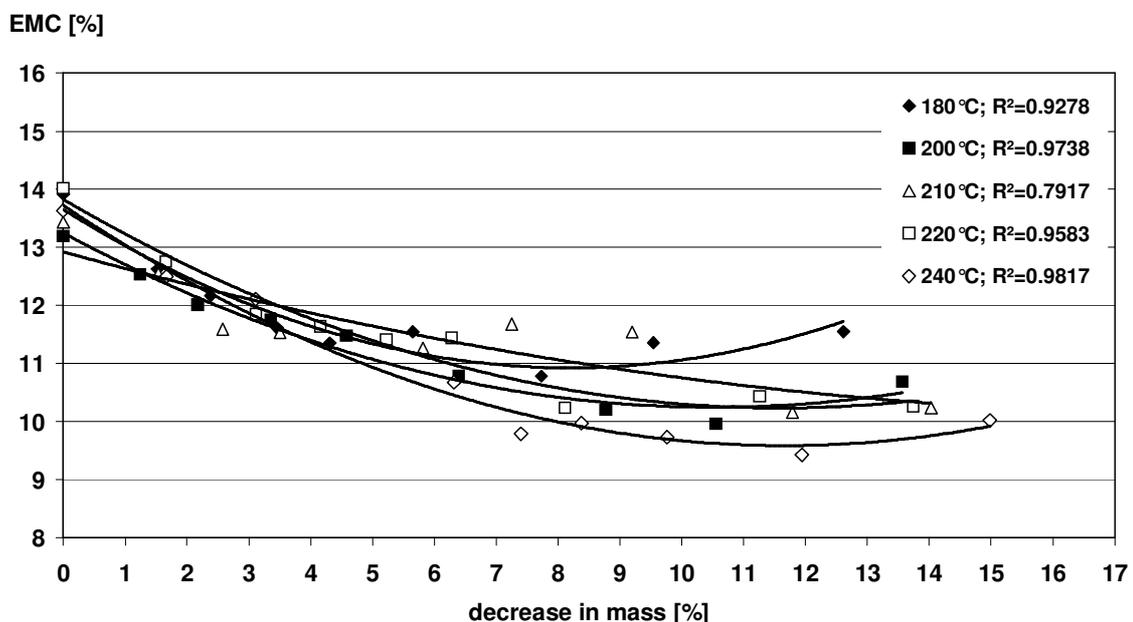


Figure 7.9-5. Correlation between the equilibrium moisture content (EMC) at 20°C and 75% RH and decrease in mass of specimens heat treated at different temperatures.

However, the EMC remained stable beyond a limit value of approximately 9% decrease in mass at all treatment temperatures applied, even if the decrease in

mass was increased by extending the treatment time. This limit value of decrease in mass indicates the completion of decomposition of moisture accessible hydroxyl groups by the heat treatment and thus a prolongation of the treatment time does not affect the EMC significantly any further. These findings emphasize the superior impact of the treatment temperature on the treatment intensity. Similar findings of a nearly unaffected equilibrium moisture content (EMC) above a certain limit of decrease in mass (about 6%) were reported by Paul et al. (2006), stating that the degradation of polyoses, which is responsible for the reduction of the EMC, is more affected by the treatment temperature than by the treatment time.

Dimensional stability

The anti swelling efficiency (ASE) as a measurand for the increased dimensional stability of the heat treated specimens showed a strong dependency on the decrease in mass and the treatment temperature (Figure 7.9-6). An increased ASE corresponded with rising decrease in mass.

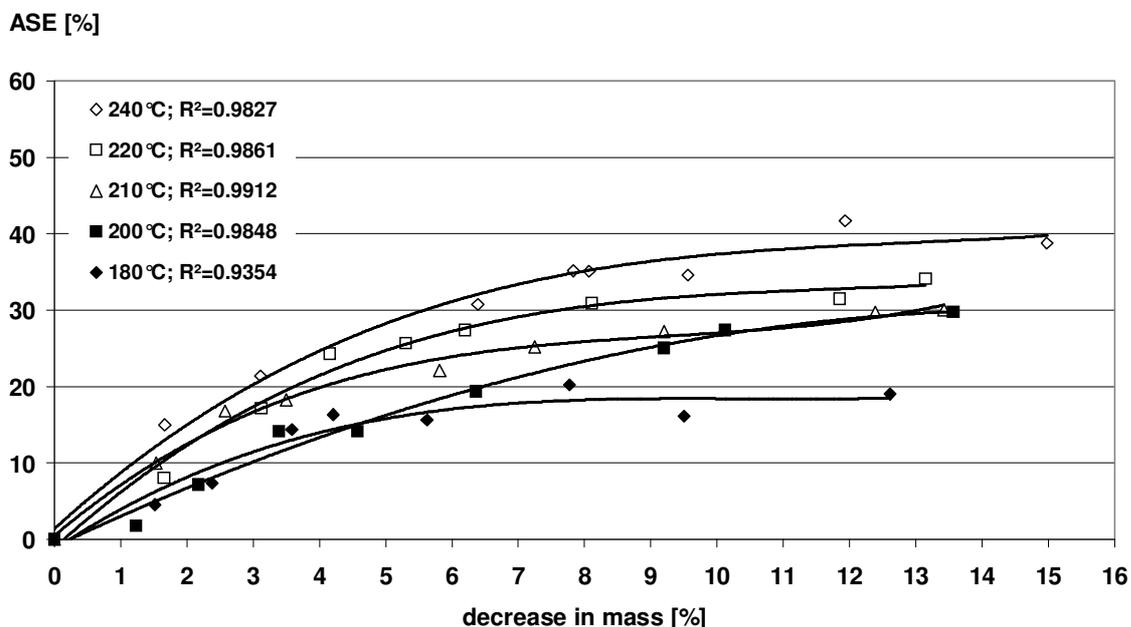


Figure 7.9-6. Correlation between anti swelling efficiency (ASE) and decrease in mass of specimens heat treated at different temperatures.

The highest ASE of approximately 40% was achieved with a treatment temperature of 240°C and a resulting decrease in mass greater than 12%.

Comparably lower maximum ASE values of the other treatment temperatures were found at the same level of decrease in mass: 34% ASE at 220 °C, 30% ASE at 210 and 200 °C, and 20% ASE at 180 °C.

In general, a higher heat treatment temperature caused a higher ASE. This is supported by the results of several authors: Among others, Syrjänen and Kangas (2000), Rapp and Sailer (2001), Goroyias and Hale (2002) and Popper et al. (2005) also found a correlation of increased ASE with increasing treatment temperature. In the same way a prolongation of the heat treatment time at a given temperature leads to an increase in ASE (Dirol & Guyonnet, 1993; Paul et al., 2006). However, the correlation between decrease in mass and ASE for all single treatment temperatures showed, that increasing the treatment intensity by extending the treatment time does no longer increase the ASE significantly beyond a certain point of decrease in mass (approx. 8% at 180 °C, 12-13% at 200, 210, 220, and 240 °C).

By comparing the obtained ASE values of the different treatment temperatures at a certain treatment intensity, indicated by the same decrease in mass, it becomes obvious, that the determination of ASE without specifications of the treatment temperature is an unsuitable tool to characterize the treatment intensity of thermally modified material. This seems to be contradictory to findings of Repellin and Guyonnet (2005), who stated that a long term exposure at low temperatures (600 min at 200 °C) had the same effect on the fibre saturation point (FSP) as a short term exposure at high temperatures (5 min at 260 °C). This is explained by the fact, that the FSP in their study was only correlated with single treatment parameter combinations (out of temperature and time) not necessarily representing same treatment intensities.

Estimation of improved fungal resistance

All examined properties showed a strong dependency on the decrease in mass by heat treatments ($ML_{P,p} = f(dm)$, $RIM = f(dm)$, $L^* = f(dm)$, $EMC = f(dm)$, $ASE = f(dm)$). Consequently, correlations between the target property of TMT (biological durability, represented by mass loss by *Poria placenta* ($ML_{P,p}$)) and the indicator measurands, i.e. RIM, lightness L^* , EMC, and ASE were established. Therefore, values of the indicator measurand and $ML_{P,p}$ at a

certain decrease in mass were correlated to describe $ML_{P,p.}$ in dependence of the measurand, e.g. $ML_{P,p.} = f(RIM)$. Because the decrease in mass of specimens used in tests against *Poria placenta* and for instance in HEMI tests, did not exhibit exactly same values, regression functions of RIM and $ML_{P,p.}$ with decrease in mass (cf. Figure 7.9-2 and Figure 7.9-3) were applied to calculate the corresponding values. This is exemplarily shown for the correlation between $ML_{P,p.}$ and RIM with specimens heat treated at 180 °C (Table 7.9-3).

Table 7.9-3. Values of mass loss by *P. placenta* ($ML_{P,p.}$) and values of resistance to impact milling (RIM) at a certain decrease in mass (dm) after a heat treatment at 180 °C (corresponding values underlined) as well as calculated values to create pairs of values at the same dm for correlation of RIM and $ML_{P,p.}$.

dm	$ML_{P,p.}$	RIM
<u>0.0</u>	<u>28.5</u>	<u>80.0</u>
<u>1.5</u>	25.6*	<u>60.8</u>
<u>1.6</u>	<u>25.3</u>	63.4**
<u>2.4</u>	23.8*	<u>54.3</u>
<u>2.4</u>	<u>24.3</u>	57.3**
<u>3.3</u>	22.0*	<u>50.4</u>
<u>3.4</u>	<u>21.4</u>	50.9**
<u>4.4</u>	<u>18.4</u>	44.7**
<u>4.6</u>	19.4*	<u>47.6</u>
<u>5.6</u>	17.2*	<u>37.4</u>
<u>5.7</u>	<u>18.6</u>	37.7**
<u>7.8</u>	12.7*	<u>27.2</u>
<u>7.8</u>	<u>11.0</u>	27.1**
<u>9.3</u>	<u>11.2</u>	21.6**
<u>10.2</u>	7.7*	<u>20.5</u>
<u>12.4</u>	<u>2.5</u>	13.1**
<u>12.7</u>	2.2*	<u>11.2</u>

* missing values of $ML_{P,p.}$ for the corresponding certain dm of the RIM values were calculated based on the function $f(dm) = ML_{P,p.}$: $y1 = -0.0112dm^2 - 1.9254dm + 28.427$, as determined from the correlation between $ML_{P,p.}$ and dm in Figure 7.9-2

** missing values of RIM for the corresponding certain dm of the $ML_{P,p.}$ values were calculated with the function $f(dm) = RIM$: $y2 = 0.2540dm^2 - 8.2075dm + 75.838$, as determined from the correlation between RIM and dm in Figure 7.9-3

This method of correlating $ML_{P,p.}$ with RIM at certain values of decrease in mass was further on applied for the other treatment temperatures used and also for the other indicator measurands (L*, EMC, and ASE). The graphs in Figure

7.9-7 and Figure 7.9-8 show, that $ML_{P.p.}$ is highly correlated with the particular indicator measurand.

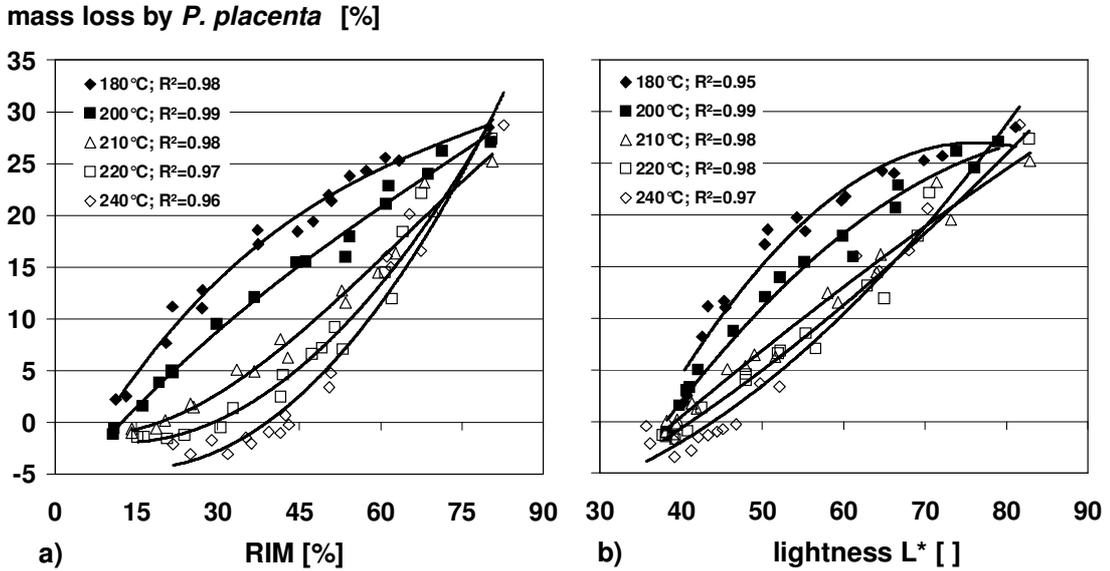


Figure 7.9-7. Correlation between mass loss by *Poria placenta* ($ML_{P.p.}$) and RIM (a) as well as lightness L^* (b) for the different heat treatment temperatures.

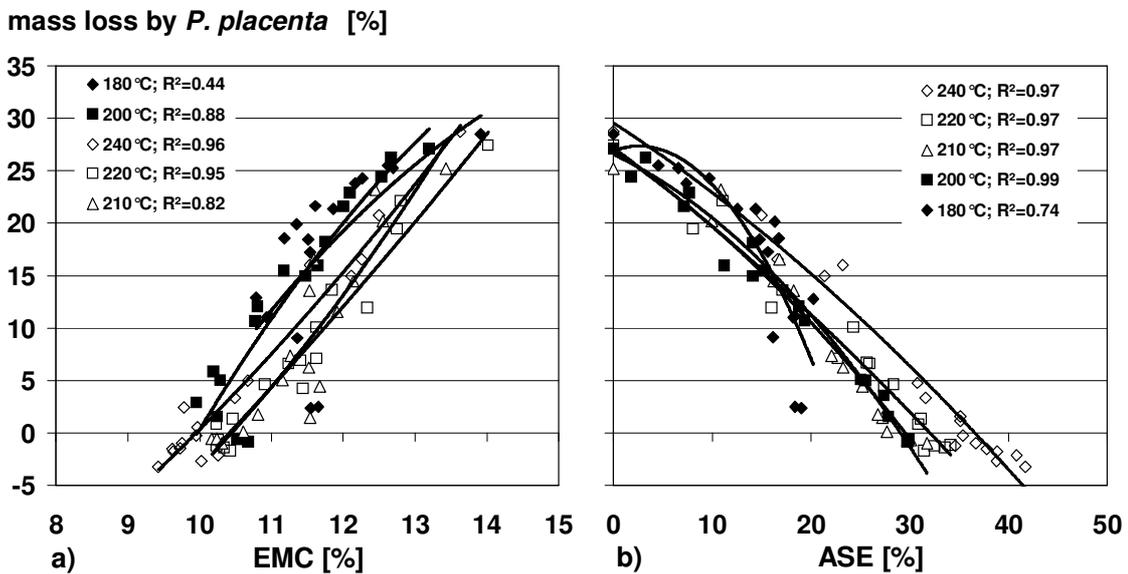


Figure 7.9-8. Correlation between mass loss by *Poria placenta* ($ML_{P.p.}$) and EMC (a) as well as ASE (b) for the different heat treatment temperatures.

$ML_{P.p.}$ increased with rising RIM values (Figure 7.9-7a), but differences were found for the various treatment temperatures. The course of the graphs based on heat treatments at 180°C and 200°C (group 1) were approximately opposite

to the course of the graphs of treatments above 200 °C (group 2), but within both groups the courses of the graphs were nearly concurrent. The lower the treatment temperature was, the slighter were the gradients of the graph, emphasizing the superior impact of the heat treatment temperature on the improved resistance against *Poria placenta*. Furthermore, $ML_{P,p.}$ was plotted against the lightness L^* , revealing a strong correlation with differences due to the treatment temperature: A decrement of the lightness L^* corresponded with decreased mass loss by *Poria placenta* (Figure 7.9-7b). Again, differences for the diverse treatment temperatures became obvious and the same two groups of graphs were found as well.

A reduction of EMC due to thermal modification resulted in a decrease of $ML_{P,p.}$ (Figure 7.9-8a). Here, the differences between the various treatment temperatures were less pronounced compared to the correlations between $ML_{P,p.}$ and RIM, and lightness L^* respectively (Figure 7.9-7a, b). A rising ASE corresponded with a decrease in $ML_{P,p.}$ (Figure 7.9-8b). ASE values greater than 25% matched up with a $ML_{P,p.}$ below 5% in the case of specimens heat treated at 200 °C, 210 °C, and 220 °C, whereas ASE values greater than 32% were necessary to reduce the $ML_{P,p.}$ to the same extend in the case of 240 °C treatment temperature. The different course of the graph based on the 180 °C treatment compared to the concurrent and almost linear course of graphs based on treatment temperatures above 180 °C was remarkable. In contrast to the correlations of $ML_{P,p.}$ with RIM, lightness L^* , and EMC, the courses of all ASE-graphs were concurrent. The scattering of the 180 °C treatment temperature values was very strong, leading to a weak correlation, which limits the suitability of ASE as an accurate measurand to estimate the $ML_{P,p.}$ of TMT treated at temperatures below 200 °C.

However, the results demonstrate the aptitude of RIM, color values, EMC, and ASE to estimate the resistance of thermally modified timber against fungal decay by *Poria placenta*, if the treatment temperature is known. In the case of EMC and ASE, the estimation of biological durability is limited to TMT treated above 200 °C, but nevertheless both methods are suitable for a basic assessment of improved resistance to fungal decay.

7.9.4 Conclusions

The decrease in mass by a heat treatment was found to be a reliable and accurate measurand to characterise the treatment intensity, which is a product out of treatment temperature and duration, where the impact of temperature is predominating the impact of time. However, all properties examined in this study showed a strong reciprocally proportional relationship with the decrease in mass. Thus, different correlations were found for the various treatment temperatures: The higher the temperature applied, the lower was the decrease in mass required for an equivalent improvement of certain wood properties, i.e. biological durability, EMC, and dimensional stability.

Nevertheless, for each of the mechanical, physical, and optical parameters examined in this study, minimum limit values (depending on the treatment temperature) were identified, which act as indicators for a sufficiently high durability of TMT. Therefore, biological properties of TMT can reliably be estimated, if treatment details in terms of the treatment temperature are known. Particularly with regard to an industrial quality control it appears necessary, that every single batch of industrially produced TMT has to be judged as a different material, not only with material-inherent but also with batch-inherent properties. This is an effect of naturally varying treatment conditions of even two consecutive treatments due to numerous influencing factors, either caused by the heterogeneous character of wood (e.g. initial MC and density of the different units to be thermally modified) or generated by process variables, such as total volume of wood to be heat treated, accessibility of wood to the heating medium, or distribution and location of measuring points for process steering. Therefore a sufficient quality control system for TMT needs to include and record every single batch produced instead of indiscriminately and discontinuously comprehending single random samples.

7.9.5 References

Bourgois, P.J., Janin, G. & Guyonnet, R. (1991). La mesure de couleur. Une methode d`etude et d`optimisation des transformations chimiques du bois thermolyse. *Holzforschung* 45: 377 – 382.

- Boonstra, M.J. & Tjeerdsma, B. (2006). Chemical analysis of heat treated softwoods. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 204 – 211.
- Boonstra, M.J., Pizzi, A., Zomers, F., Ohlmeyer, M. & Paul, W. (2006). The effects of a two stage heat treatment process on the properties of particleboard. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 157–164.
- Brischke, C. (2003). Untersuchung der Eignung von Tannenholz für die thermische Modifikation. Diplomarbeit, Universität Hamburg, Fachbereich Biologie, 132 p.
- Brischke, C., Welzbacher, C.R., Brandt, K. & Rapp, A.O. (2006). Quality control of thermally modified timber: Interrelationship between heat treatment intensities and CIE L*a*b* color data on homogenized wood samples. *Holzforschung*. In press.
- Burmester, A. (1970). Formbeständigkeit von Holz gegenüber Feuchtigkeit – Grundlagen und Vergütungsverfahren. BAM Berichte Nr. 4.
- Burmester, A. (1981). Dimensional stabilisation of wood. Document No. IRG/WP/3171. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Del Menezzi, C. H. S. & Tomaselli, I. (2006). Contact thermal post-treatment of oriented strandboard to improve dimensional stability: A preliminary study. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 212 – 217.
- DIN 52 183 (1977) Prüfung von Holz. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes.
- DIN 52 184 (1979) Prüfung von Holz. Bestimmung der Quellung und Schwindung.
- Dirol, D. & Guyonnet, R. (1993). The improvement of wood durability by retification process. Document No. IRG/WP/93-40015. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- European Committee for Standardization (1996) EN 113. Wood preservatives – Determination of toxic values of wood preservatives against wood destroying Basidiomycetes cultures on agar medium.
- European Committee for Standardization (1994) EN 350-1. Durability of wood and wood-based products - Natural durability of solid wood - Part 1: guide to the principles of testing and classification of the natural durability of wood.

- Goroyias, G. J. & Hale, M. D. (2002). Heat treatment of wood strands for OSB production: Effect on the mechanical properties, water absorption and dimensional stability. Document No. IRG/WP/02-40238. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Jämsä, S. & Viitaniemi, P. (2001). Heat treatment of wood. Better durability without chemicals. In: Review on heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar on heat treatments, 09.02.2001 in Antibes, France. Ed. Rapp, A.O. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg. pp. 17-22.
- Johansson, D. & Morén, T. (2005). The potential of colour measurements for strength prediction of thermally treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff*. Online first, DOI 10.1007/s00107-005-0082-8.
- Leithoff, H. & Peek, R.-D. (1998). Hitzebehandlung – eine Alternative zum chemischen Holzschutz. Tagungsband zur 21. Holzschutz-Tagung der DGfH in Rosenheim: 97-108.
- Mazela, B., Zakrzewski, R., Grzeškowiak, W., Cofta, G. & M. Bartkowiak, M. (2003). Preliminary research on the biological resistance of thermally modified wood. In: Proceedings of the first European Conference on Wood Modification. 03.-04.04.2003 in Ghent. Eds. Van Acker, J., Hill, C. Ghent University (RUG). pp. 113-120.
- Mazela, B., Zakrzewski, R., Grzeškowiak, W., Cofta, G. & Bartkowiak, M. (2004). Resistance of thermally modified wood to basidiomycetes. <http://www.ejpau.media.pl>, ISSN 1505-0297; EJPAU, Wood Technology 7 (1): 7 p.
- Metsä-Kortelainen, S., Antikainen, T. & Viitaniemi, P. (2006). The water absorption of sapwood and heartwood of Scots pine and Norway spruce heat-treated at 170°C, 190°C, 210°C and 230°C. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 192 – 197.
- Mitsui, K., Takada, H., Sugiyama, M. & Hasegawa, R. (2001). Changes in the properties of light-irradiated wood with heat treatment. Part 1. Effect of treatment conditions on the change in color. *Holzforschung* 55: 601 – 605.

- Nuopponen, M., Vuorinen, T., Jämsä, S. & Viitaniemi, P. (2003). The effect of a heat treatment on the behaviour of extractives in softwood studied by FTIR spectroscopic methods. *Wood Science and Technology* 37: 109 – 115.
- Obataya, E., Higashihara, T. & Tomita, B. (2002). Hygroscopicity of heat treated wood III. Effect of steaming on the hygroscopicity of wood. *Mokuzai Gakkaishi* 48 (5) 358 – 355.
- Paul, W., Ohlmeyer, M., Leithoff, H., Boonstra, M.J. & Pizzi, A. (2006). Optimising the properties of OSB by a one-step heat pre-treatment process. *Holz als Roh- und Werkstoff* 64: 227 – 234.
- Paul, W., Ohlmeyer, M. & Leithoff, H. (2006a). Thermal modification of OSB-strands by a one-step heat pre-treatment – Influence of temperature on weight loss, hygroscopicity and improved resistance. *Holz als Roh- und Werkstoff*. Online first, DOI 10.1007/s00107-006-0146-4.
- Popper, R., Niemz, P. & Eberle, G. (2005). Untersuchungen zum Sorptions- und Quellungsverhalten von thermisch behandeltem Holz. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63: 135 – 148.
- Pöhlmann, R. (2001). Untersuchungen zur Bewitterungsbeanspruchung an einem Objekt in ökologischer Holzbauweise. Diplomarbeit, Fachhochschule Eberswalde, Fachbereich Holztechnik, 95 p.
- Rapp, A.O. & Sailer, M. (2001). Oil-Heat treatment of wood in Germany – State of the art. European Commission, Directorate-General for Research, EUR 19885. Proceedings of the Special Seminar held in Antibes/France, 9 February 2001, 47-64.
- Rapp, A.O., Sailer, M. & Brand, K. (2003). Umweltfreundliche Konservierung von Massivholz und Massivholzprodukten für den Außenbereich. Schlussbericht für das BMBF-Projekt 0339862. Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft (BFH), Hamburg.
- Rapp, A.O., Brischke, C. & Welzbacher, C. R. (2006). Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood. *Holzforschung* 60: 64-70.
- Repellin, V. & Guyonnet, R. (2003). Evaluation of heat treated beech by non-destructive testing. In: Proceedings of the first European Conference on

- Wood Modification. 03.-04.04.2003 in Ghent. Eds. Van Acker, J., Hill, C. Ghent University (RUG). pp. 73-82.
- Repellin, V. & Guyonnet, R. (2005). Evaluation of heat-treated wood swelling by differential scanning calorimetry in relation to chemical composition. *Holzforschung* 59: 28 – 34.
- Sailer, M., Rapp, A.O., Leithoff, H. & Peek R.-D. (2000). Vergütung von Holz durch Anwendung einer Öl-Hitze-Behandlung. *Holz als Roh- und Werkstoff* 58: 15-22.
- Stamm, A.J., Burr, H.K. & Kline, A.A. (1946). Heat stabilized wood (Staybwood). *Industrial and Engineering Chemistry* 38: 630 – 634.
- Sundqvist, B. (2004). Colour changes and acid formation in wood during heating. Doctoral thesis, Luleå University of Technology, Sweden. 154 pp.
- Syrjänen, T. & Kangas, E. (2000). Heat treated timber in Finland. Document No. IRG/WP/00-40158. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Tjeerdsma, B.F., Stevens, M., Militz, H. & Van Acker, J. (2002). Effect of process conditions on moisture content and decay-resistance of hydrothermally treated wood. *Holzforschung und –verwertung* 5:94-99.
- Wang, J.Y. & Cooper, P.A. (2005). Effect of oil type, temperature and time on moisture properties of hot oil-treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63: 417 – 422.
- Weiland, J.J. & Guyonnet, R. (2003). Study of chemical modifications and fungi degradation of thermally modified wood using DRIFT spectroscopy. *Holz als Roh- und Werkstoff* 61: 216 – 220.
- Wienhaus, O. (1999). Modifizierung des Holzes durch eine milde Pyrolyse – abgeleitet aus den allgemeinen Prinzipien der Thermolyse des Holzes. *Wissenschaftliche Zeitschrift der Technischen Universität Dresden* 48 (1999) Heft 2, 17-22.

Submitted February 19th 2007, accepted August 8th 2007

8 PUBLIKATIONEN OHNE REVIEW-VERFAHREN

Publikation X **Welzbacher CR**, Brischke C, Rapp AO (2006) High-energy multiple impact (HEMI) -test - Part 2: A mechanical test for the detection of fungal decay. Document No. IRG/WP/06-20339. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden

Publikation XI Nunes L, Nobre T, **Welzbacher CR**, Rapp AO (2006) Termite response to oil-heat-treated Norway spruce, Scots pine and Eucalyptus wood. Document No. IRG/WP/06-20325. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden

8.1 Publikation X: High-energy multiple impact (HEMI) –test – Part2: A mechanical test for the detection of fungal decay

Document No: IRG/WP/06- 20339, Paper prepared for the 37th Annual Meeting
Tromsø, Norway, 18-22 June, 2006



Document No: IRG/WP/06-20339

THE INTERNATIONAL RESEARCH GROUP ON WOOD PRESERVATION

Section 2
Assessment

Test Methodology and

High-energy multiple impact (HEMI) –test – Part2: A mechanical test for the detection of fungal decay

by

Welzbacher, C.R.; Brischke, C.; Rapp, A.O.

Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH), Hamburg, Germany

Paper prepared for the 37th Annual Meeting

Tromsø, Norway
18-22 June, 2006

IRG Secretariat
Box 5609
SE-114 86 Stockholm
Sweden

www.irg-wp.com

Welzbacher, C.R.; Brischke, C.; Rapp, A.O.

Federal Research Centre for Forestry and Forest Products (BFH),
Hamburg, Germany

Abstract

The suitability of the high-energy multiple impact (HEMI)-test for detection of early fungal decay was examined. The HEMI – test characterizes the treatment quality of thermally modified wood by stressing the treated material by thousands of impacts of pounding steel balls. This method differentiates between heat treatment intensities, which are expressed by structural changes of the wood. Similar changes of the wood structure are known for wood decayed by fungi. Pine (*Pinus sylvestris* L.) decayed by brown rot and beech (*Fagus sylvatica* L.) decayed by white rot were tested. Mass loss caused by fungal decay and the resistance to impact milling (RIM) determined in HEMI-tests were found to be highly correlated. Testing of non-degraded pine, beech, and ash (*Fraxinus excelsior* L.) showed only marginal effects of wood density on RIM. Furthermore, annual ring angles and RIM of spruce (*Picea abies* Karst.) were found to be not correlated. Accordingly, the detection of strength reduction of decayed wood is not masked by variations in density and orientation of the annual rings.

Previous results showed no adverse effects of weathering on RIM. Thus, the detection of fungal decay with HEMI-tests is feasible, not only for laboratory purposes, but also for wood in outdoor applications, which was already weathered.

Keywords: Brown rot, crushing, dynamic strength properties, early decay, test method, thermal modification, treatment intensity, white rot

8.1.1 Introduction

Diverse methods of greatly varying sensitivity have been investigated for the detection of incipient decay (Wilcox 1978; Emerson *et al.* 1998; Curling *et al.* 2001; Clausen and Kartal 2003). Besides promising methods like immunodiagnostic detection and ultrasonic inspection (Emerson *et al.* 1998), early fungal decay can also be sensitively detected by the determination of strength loss (Wilcox 1978; Curling *et al.* 2001). Several authors have reported drastic strength losses, in particular dynamic strength loss, in the case of even minimal mass losses caused by fungi (Kollmann 1951; Toole 1971; Wilcox 1978; Ruddick 1986; Nicholas *et al.* 1991; Winandy and Morrell 1993; Kim *et al.* 1994; Curling *et al.* 2002; Clausen and Kartal 2003). Similarly to the mass and strength loss caused by wood destroying fungi (Buro 1954), wood loses weight and consequently strength as a result of partial gasification during heat treatment (Viitaniemi 1997; Kubojima *et al.* 2000; Tjeerdsma *et al.* 2002). The weakening of wood by heat treatment can be quantitatively detected using the HEMI test (Rapp *et al.* 2006). Consequently, the suitability of the HEMI test, which was originally designed for the differentiation of heat treatment intensities, was further developed and investigated regarding its suitability for detection of early decay in wood. For this purpose, wood samples with different grades of brown and white rot were submitted to a HEMI test series. The wood specimens were crushed under defined conditions and the fragments were sieved and separated. The resistance to impact milling (RIM) was then calculated from the relative yields of the fractions. The determination of wood decay based on strength properties is very challenging. Density, for example, affects all the strength properties of wood (Ghelmeziu 1938; Karkkainen and Dumell 1983; Grammel 1990). Furthermore, the strength properties need to be determined on specimens without defects, as knots, grain deviations, reaction wood and other irregularities mask the influence of early fungal decay (Kim *et al.* 1994). Consequently, absolute strength values of slightly decayed wood are not useful without knowing the corresponding initial values of the samples for comparison. In particular, for investigations on objects in service, such initial values are not available. The influence of density on RIM was investigated for softwoods, diffuse-porous hardwoods, and ring-porous hardwoods. In addition, the

influence of the orientation of the annual rings to the non-axial cutting edges on RIM was examined for spruce (*Picea abies* Karst.) as an example.

8.1.2 Material and methods

HEMI-test

The development and optimization of the HEMI-test have been described by Rapp *et al.* (2006). In the present study the following procedure was applied: five specimens of 10x20x20 mm³ (longitudinal x radial x tangential) with a total volume of 20 cm³ were placed in the bowl (140 mm in diameter) of a heavy-impact ball mill, together with one steel ball of 35-mm diameter, three of 12-mm diameter, and three of 6-mm diameter. The bowl was shaken for 60 s at a rotary frequency of 23.3 s⁻¹ and a stroke of 12 mm. This crushing procedure was repeated on another five specimens. The fragments of the 10 specimens were fractionated on a slit screen (slit width 1 mm) using an orbital shaker at an amplitude of 25 mm and a rotary frequency of 250 min⁻¹ for 10 min.

The following values were calculated: the degree of integrity I, which is the ratio of the mass of the 10 biggest fragments to the mass of all fractions m_{all} after crushing:

$$I = \frac{m_{10 \text{ biggest fragments}}}{m_{all}} \cdot 100 [\%]$$

The fine fraction F5 is the ratio of the mass of fraction 5 (<1 mm) to the mass of all fractions m_{all} multiplied by 100. Finally, RIM was calculated from I and F5 as follows:

$$RIM = (I - 3 \cdot F5 + 300) / 4 [\%]$$

Influence of density on RIM

The influence of density on RIM was determined for three wood species: Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) as a softwood, beech (*Fagus sylvatica* L.) as a diffuse-porous hardwood and ash (*Fraxinus excelsior* L.) as a ring-porous hardwood. Specimens of 10x20x20 mm³ (longitudinal x radial x tangential) were cut from a

minimum of 20 planks for each species. The oven-dry density was determined by drying at $103 \pm 2^\circ\text{C}$, weighing to the nearest 0.001 g, and measuring to the nearest 0.01 mm of the specimens. The number of specimens used was 170 for Scots pine, 210 for beech, and 230 for ash. For the HEMI tests the specimens were sorted according to their oven-dry density and divided into density classes.

Influence of the annual ring angle on RIM

A total of 400 specimens of 10 (longitudinal) x 20 x 20 mm³ were cut from 20 planks of adult spruce wood. The average angle of the annual rings to the non-axial cutting edges of each specimen was measured. Samples were classified into angle groups of 5° intervals from 0° to 45°. The oven-dry density was determined by drying at $103 \pm 2^\circ\text{C}$ as above. The specimens were first sorted according to their annual ring orientation and then according to their oven-dry density before the HEMI tests were carried out.

Influence of zones of degradation in specimens on RIM

Fungal decay in means of degraded wood substance is usually not evenly distributed within wood specimen. Therefore the ability of the HEMI-test to detect unevenly distributed degraded wood substance was investigated. Because it is difficult to provoke certain mass loss of a specimen by fungal decay, thermal modification was applied to generate defined decrease in mass. An uneven distribution of degradation zones was simulated by combining differently intensive treated specimen sections. The average decrease in mass of spruce samples, obtained by thermal modification and combination of specimen sections is given in Table 8.1-1.

Table 8.1-1. Average decrease in mass after heat treatment at 250°C and combination of specimen sections to achieve differently distributed degradation zones in the specimens; 30 replicates were used for each combination and treatment

ID	combination	section dimension	description	average decrease in mass [%]
A		1x 10x20x20mm ³	untreated	0,0
			250°C 1h	3,8
			250°C 3h	10,7
			250°C 8h	18,5
B		2x 10x10x20mm ³	untreated + untreated	0,0
			250°C 1h + 250°C 1h	4,1
			250°C 8h + 250°C 8h	13,6
			250°C 1h + 250°C 8h	13,6
C		2x 10x10x20mm ³	untreated + 250°C 3h	5,2
			untreated + 250°C 8h	7,2

The decrease in mass (dm) as a measure of the thermal modification intensity was determined by oven-drying and weighing to the nearest 0.001 g of each specimen before and after the heat treatment.

Additional 440 spruce specimens of 10 (longitudinal) x 20 x 20 mm³ were heat treated at 250°C for 11 ascending time-intervals as references (Table 8.1-2), to create a reference correlation of decrease in mass and RIM.

Table 8.1-2. Average decrease in mass (dm) of reference spruce samples, gained by thermal modification at 250°C for the particular treatment time; For each interval 40 replicates were used

time [min]	45	90	135	180	225	270	315	350	395	440	495
dm [%]	0,6	2,0	3,3	4,6	5,4	6,9	8,5	10,6	13,9	16,0	19,4

Detection of fungal decay with HEMI

A HEMI test series was combined with a laboratory test using wood-destroying basidiomycetes, i.e., *Coniophora puteana* (Schum.:Fr.) P. Karsten Ebw. 15; BAM 1/1995 against Scots pine sapwood and *Coriolus versicolor* (L.:Fr.) Pilat CTB 863A; 1969 against beech. Untreated, matched HEMI specimens of beech and pine were steam-sterilised and incubated in Kolle flasks for different periods of up to 97 days. The initial and final dry masses after incubation were

determined by oven drying at $103 \pm 2^\circ\text{C}$ as above. The mass loss for each specimen was calculated by expressing the loss as a percentage of the initial dry mass. The specimens were then used for HEMI tests. Table 8.1-3 shows the number of HEMI specimens for the different incubation periods.

Table 8.1-3. Number of wood specimens incubated for different periods in Kolle flasks with *Coniophora puteana*, and *Coriolus versicolor*, respectively. The specimens were subjected to HEMI-tests.

incubation period [d]	0	6	7	8	9	10	13	14	15	19	20	21	22	23	24
<i>C. puteana</i> /pine	60	30	30	30	60	60	90	60	30	30	30	30	-	30	-
<i>C. versicolor</i> /beech	30	30	-	-	30	-	-	-	30	-	30	-	30	-	30
incubation period [d]	26	29	33	34	35	37	41	42	48	55	68	69	80	97	
<i>C. puteana</i> /pine	30	30	30	-	30	30	30	-	30	-	30	-	-	-	
<i>C. versicolor</i> /beech	-	-	-	30	-	-	-	30	-	30	-	30	30	30	

8.1.3 Results and discussion

Influence of wood density and annual ring angle on RIM

Wood density had no significant effect on RIM for the wood species tested (Figure 8.1-1).

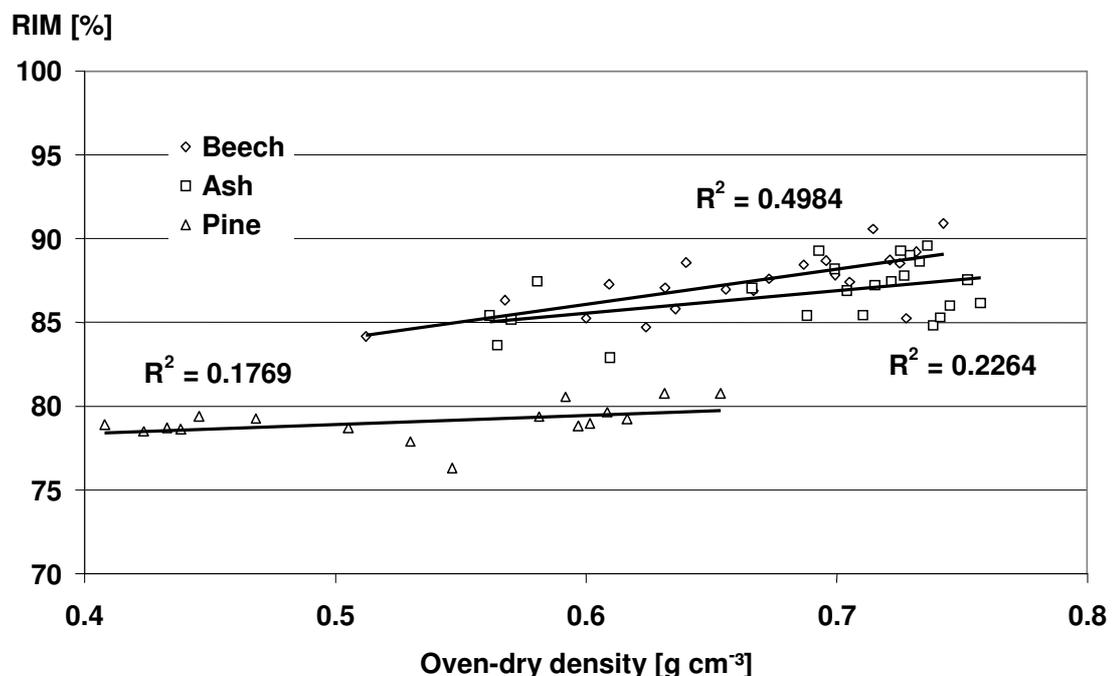


Figure 8.1-1. Correlation between the resistance to impact milling (RIM) and the oven-dry density of beech, ash, and pine (R², coefficient of determination). One RIM value was obtained by 10 crushed specimens.

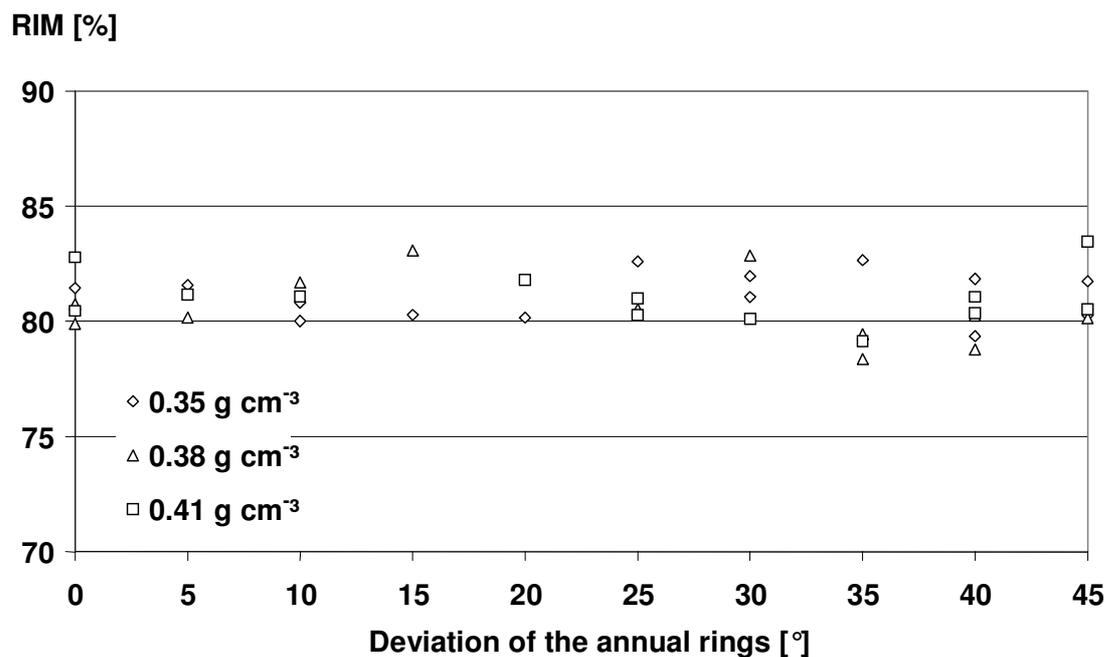


Figure 8.1-2. Relationship between the resistance to impact milling (RIM) and the orientation of annual rings for three density classes of non-decayed spruce. One RIM value was obtained by 10 crushed specimens.

Furthermore, no relationship was found between the orientation of the annual rings and the RIM for all three density classes of the spruce samples (Figure 8.1-2).

Besides moisture content, density is the most important wood property. Almost all wood properties are affected by its density (Kollmann 1951). Variations in the density of non-decayed wood decrease the discriminatory power of methods to detect early decay. For all three wood species tested, RIM was slightly, but not significantly increased at higher densities. RIM showed coefficients of variation (COVs) of less than 2.2% for pine, ash, and beech over the whole density range, whereas COVs of 9–16% were found for their densities (Table 8.1-4).

These variations in RIM are extremely low compared to the COVs given for the modulus of elasticity (MOE), modulus of rupture (MOR), compressive strength, and shear strength in DIN 68 364 (2003): 19–21% for pine, 9–16% for beech, and 14–18% for ash. Furthermore, dynamic strength properties, which are invariably involved in the HEMI test, usually vary significantly more than static strength properties (Kollmann 1951). In addition, the anatomical direction and orientation of the annual rings have a strong influence on the strength properties of wood (Markwardt and Wilson 1935; Seeger 1937; Ghelmeziu

1938). As shown for spruce, these parameters do not influence RIM. These results suggest that there is no need to know the initial RIM values for sound wood for the detection of fungal decay. Furthermore, previous results (Rapp *et al.* 2006) showed that weathering also had no significant influence in terms of microcracks on RIM. Thus, samples can be taken from wood in service regardless of density, orientation of the annual rings, and time of outdoor exposure.

Table 8.1-4. Mean, standard deviation (SD), and coefficient of variation (COV) for the measurands of the HEMI test and the oven dry density.

	F5 (%)	I (%)	RIM (%)	Oven-dry density
Pine				
Mean	3.0	25.4	79.1	0.5 gcm ⁻³
S.D.	1.1	2.0	1.1	0.1 gcm ⁻³
COV	37.9	7.8	1.4	15.6%
Beech				
Mean	0.8	52.3	87.4	0.7 gcm ⁻³
S.D.	0.2	7.1	1.8	0.1 gcm ⁻³
COV	19.9	13.5	2.0	9.1%
Ash				
Mean	1.3	51.0	86.8	0.7 gcm ⁻³
S.D.	1.2	6.2	1.8	0.1 gcm ⁻³
COV	89.3	12.2	2.1	9.4%

Influence of zones of degradation in specimens on RIM

For both sets of samples, specimens according to the combination A, B, and C (uneven distribution of degradation) as well as the reference samples (even distribution of degradation), RIM decreased linearly with rising decrease in mass (Figure 8.1-3)

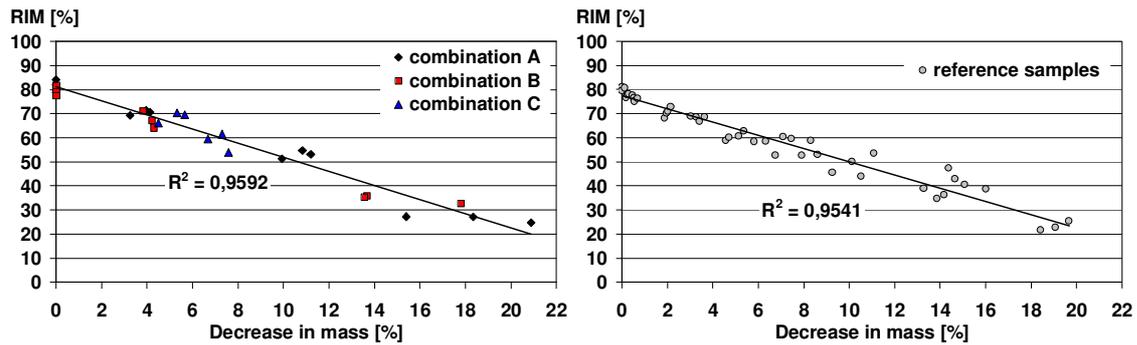


Figure 8.1-3. Correlation between RIM and decrease in mass of spruce specimens according to combination A, B, and C (left) and of reference spruce specimens (right). Each RIM value was obtained by 10 crushed specimens.

If the decrease in mass and the corresponding RIM value of samples according to combination A, B, and C was plotted additionally on the graph of the reference samples, a similar correlation between RIM and decrease in mass was found (Figure 8.1-4).

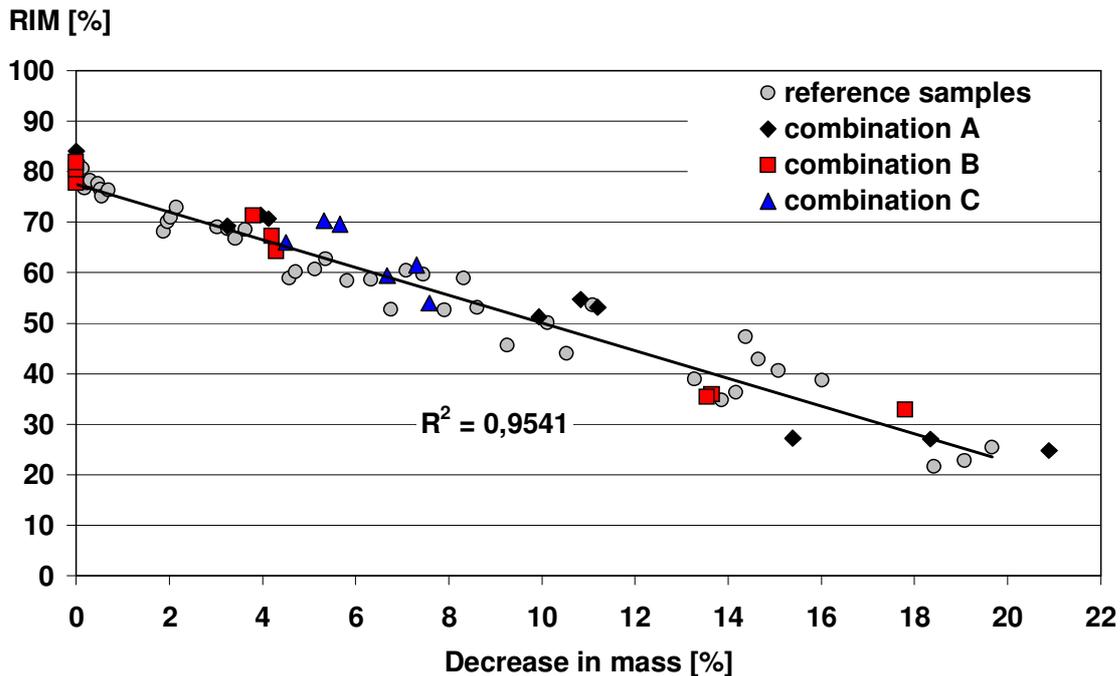


Figure 8.1-4. Reference correlation between RIM and decrease in mass of reference spruce samples (even distribution of degradation) and additionally plotted values of samples according to combination A, B, and C (uneven distribution of degradation). Each RIM value was obtained by 10 crushed specimens.

The results of this test indicated, that the distribution of degradation zones in the specimens did not affect the RIM significantly. The correlation of RIM with

decrease in mass of the samples with unevenly distributed degraded wood was very similar to the correlation of RIM with decrease in mass of reference samples (even distribution of degradation). Thus, the influence of the distribution of degraded wood seems to be negligible for HEMI-tests, which is an important requirement if applying mechanical tests for the assessment of fungal decay.

Detection of fungal decay

Mass loss of up to 40% caused by the white-rot fungus *C. versicolor* was found for beech after 97 days of incubation. The brown-rot fungus *C. puteana* caused up to 50% mass loss in pine sapwood after 68 days of incubation. RIM decreased by up to 28% for beech exposed to white-rot decay corresponding to the highest mass loss. A RIM reduction of up to 96% was found for pine decayed by brown rot (Figure 5).

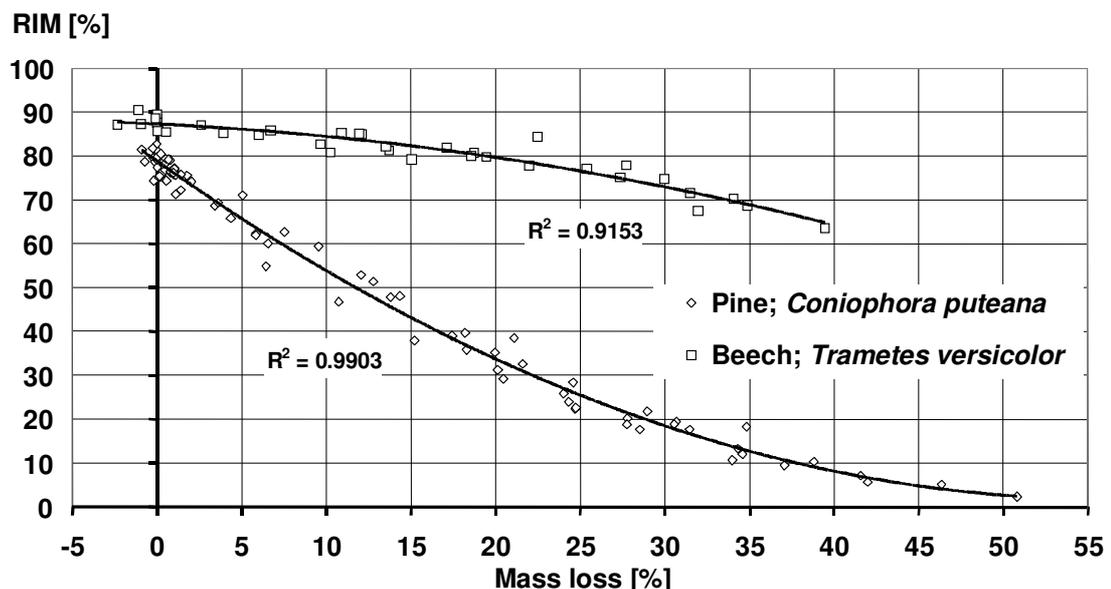


Figure 8.1-5. Correlation between the resistance to impact milling (RIM) and mass loss by fungal attack of *C. puteana* on pine and *C. versicolor* on beech. One RIM value was obtained by 10 crushed specimens.

RIM exponentially decreased with increasing mass loss caused by brown rot; the ratio of decrease in RIM to increase in mass loss was approximately 3:1 for incipient decay of up to 5% mass loss. In contrast, white rot caused by *C. versicolor* only led to a decrease in RIM corresponding to a ratio of 1:2 for the

first 5% of mass loss; however, the decrease in RIM became more pronounced with increasing mass loss.

The results of this study show that fungal decay is detectable by HEMI tests, with its suitability for detection depending on the type of decay. Early decay caused by the brown-rot fungus *C. puteana* was detectable even for mass loss below 5%. Curling *et al.* (2001) found higher loss ratios for mechanical properties compared to mass loss, i.e., 9:1 for the work to maximum load in a four point bending test and 4:1 for MOR, but only 1.5:1 for MOE. However, these high ratios for static mechanical properties need to be put into perspective. Curling *et al.* (2001) used stakes of 250 x 25 x 10 mm³ exposed to *Gloeophyllum trabeum* (Pers.:Fr) Murill (Mad 617) in a lidded aluminum pan. After fungal exposure, the specimens were allowed to equilibrate to constant weight at 23°C and 65% RH before they were tested. In our study, HEMI tests were carried out on oven-dried specimens. Thus, the influence of increased moisture content because of the increased sorption of decayed wood, which leads to decreased static strength properties, no longer has any effect. In addition, structural failures affect small and cuboid HEMI specimens to a lesser extent than beams used in bending tests.

In contrast to strength loss caused by brown rot, white rot caused a progressive decrease in RIM as a function of mass loss. This is also supported by earlier studies. Curling *et al.* (2001) found MOR loss/mass loss ratios of 5:1 for the brown-rot fungi *G. trabeum* and *Poria placenta* up to 10% mass loss, but a ratio of only 3.5:1 for the white-rot fungus *C. versicolor*. Most standard tests use mass loss for the characterization and quantification of fungal decay (DIN EN 113 1996; ASTM D 2017-94 1998). Thus, most studies on detection of early decay, including the present study, correlate the results of new detection methods with mass loss (Toole 1971; Ruddick 1986; Nicholas *et al.* 1991; Winandy and Morell 1993; Kim *et al.* 1994; Curling *et al.* 2002; Clausen and Kartal 2003). Strength properties are affected by decay to a greater extent than wood mass (Wilcox 1978; Clausen and Kartal 2003), but the significance of standard mechanical testing is limited because of extreme variations in mechanical wood properties (Kollmann 1951; DIN 68 364 2003). Therefore, the suitability of a testing method has to be evaluated based on its discriminatory

power for different grades of decay, i.e., a combination of the influence of decay on the measured property and the variation of the measured value itself. RIM determined by HEMI tests is less affected by initial material values, but is as sensitive to fungal decay as other mechanical strength properties. Furthermore, the distribution of fungal decay in stake-shaped specimens is very inhomogeneous and the mass loss is not measurable at the site of fracture. For this reason, the incubation period, instead of mass loss, is often used to correlate fungal decay with strength loss when applying standard mechanical tests. In contrast, the small and cuboid HEMI specimens showed a very homogenous distribution of decay and were tested over their total volume by multiple fractures. Even if an inhomogeneous distribution of degradation occurs, the RIM is not affected. Similar to the effect of brown-rot decay on RIM, a correlation was found between the decrease in mass by heat treatment and the decrease in RIM, as presented by Rapp *et al.* (2006). To draw a direct comparison, both correlations are shown in Figure 8.1-6 and are nearly identical, indicating similar degradation mechanisms for heat treatments and brown rot.

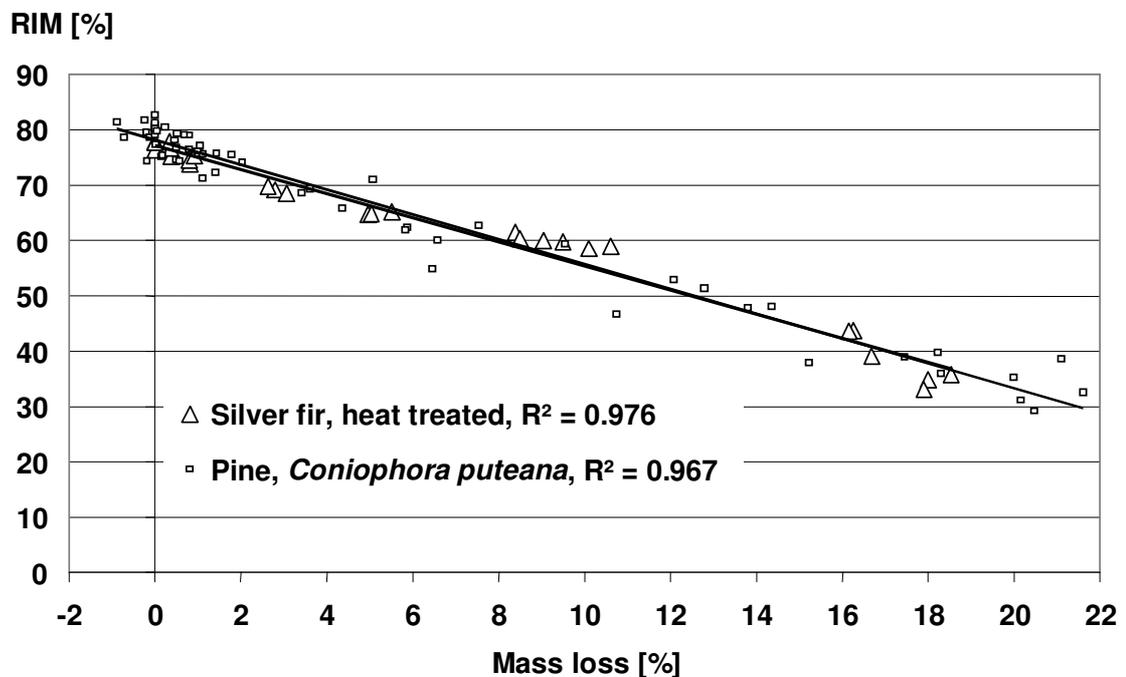


Figure 8.1-6. Correlation between the resistance to impact milling (RIM) and mass loss of pine, caused by the brown-rot fungus *C. puteana*, and mass changes for heat-treated silver fir (*Abies alba* Mill.). Results for HEMI tests of heat-treated silver fir taken from Rapp *et al.* (2006). One RIM value was obtained by 10 crushed specimens.

8.1.4 Conclusions

RIM is highly correlated with mass loss caused by fungi, whereby the type of decay has a significant influence on the results of HEMI tests because of the mechanisms involved in wood degradation. The HEMI test was found to be suitable for the detection of fungal decay, particularly of early brown-rot decay. The density and orientation of the annual rings of non-decayed raw material do not affect the interpretation of strength losses measured with HEMI tests, which was proved for spruce as an example. This is in contrast to nearly all other mechanical wood properties determined in standard tests. Because there is also no adverse effect of weathering on RIM, this parameter is independent from the initial values for non-decayed wood. Consequently, the HEMI method is promising for the detection of (incipient) fungal decay in laboratory and field tests without the need for matched non-decayed controls. Research on the influence of further wood species and test fungi on the reduction of RIM is in progress.

8.1.5 Literature

- ASTM standard (1998) D 2017-94. Standard method for accelerated laboratory testing of natural decay resistance of woods.
- Buro, A. (1954) Die Wirkungen von Hitzebehandlungen auf die Pilzresistenz von Kiefern- und Buchenholz. *Holz Roh Werkstoff* 12:297–304.
- Clausen, C.A., Kartal, S.N. (2003) Accelerated detection of brown-rot decay: comparison of soil block test, chemical analysis, mechanical properties, and immunodetection. *For. Prod. J.* 53:90–94.
- Curling, S.F., Clausen, C.A., Winandy, J.E. (2001) The effect of hemicellulose degradation on the mechanical properties of wood during brown-rot decay. Document No. IRG/WP 01-20219. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Curling, S.F., Clausen, C.A., Winandy, J.E. (2002) Relationships between mechanical properties, weight loss, and chemical composition of wood during incipient brown-rot decay. *For. Prod. J.* 52:34–39.

- Deutsche Industrie-Norm (1996) DIN EN 113. Prüfverfahren zur Bestimmung der vorbeugenden Wirksamkeit gegen holzerstörende Basidiomyceten: Bestimmung der Grenze der Wirksamkeit.
- Deutsche Industrie-Norm (2003) DIN 68 364. Kennwerte von Holzarten – Rohdichte, Elastizitätsmodul und Festigkeiten.
- Emerson, R.N., Pollock, D.G., Kainz, J.A., Fridley, K.J., McLean, D.I., Ross, R.J. (1998) Nondestructive evaluation techniques for timber bridges. In: Proceedings of the World Conference on Timber Engineering (WCTE), 17–20 August 1998, Montreaux, Switzerland, Vol. 1. Eds. Natterer, J., Sandoz, J.-L. pp. 670–677.
- Ghelmeziu, N. (1938) Untersuchungen über die Schlagfestigkeit von Bauhölzern. Holz Roh Werkstoff 1:585–601.
- Grammel, R. (1990) Zusammenhänge zwischen Wachstumsbedingungen und holz-technologischen Eigenschaften der Fichte. Forstwissenschaftliches Centralblatt 109:119-129.
- Kaarkainen, M., Dumell, O. (1983) Kuusipuun taivutuslujuuden riippuvuus tiheydestä ja vuosiluston leveydestä Etela-ja Phojis-Suomessa. Silva Fennica 17:125–135.
- Kim, G.-H., Barnes, H.M., Lyon, D.E. (1994) Effect of decay on the mechanical properties of full-sized lumber. Holzforschung 48:145–149.
- Kollmann, F. Technologie des Holzes und der Holzwerkstoffe. Springer, Berlin, 1951.
- Kubojima, Y., Okano, T., Ohta, M. (2000) Bending strength and toughness of heat treated wood. Jpn. Wood Res. Soc. 46:8y15.
- Markwardt, L.J., Wilson, T.R.C. (1935) Strength and related properties of woods grown in the United States. Technical Bulletin No. 479. US Department of Agriculture, Washington, DC.
- Nicholas, D.D., Wilson, J., Vasishth, R.C. (1991) Effect of softrot decay on the static bending strength of wood. Document No. IRG/WP/2361. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Rapp, A.O., Brischke, C., Welzbacher, C.R. (2006) Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball

- milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood. *Holzforschung* 60:64–70.
- Ruddick, J.N.R. (1986) Application of a novel strength evaluation technique during screening of wood preservatives. Document No. IRG/WP/2262. International Research Group on Wood Protection, Stockholm, Sweden.
- Seeger, R. (1937) Untersuchungen über den Gütevergleich von Holz nach der Druckfestigkeit in Faserrichtung und nach der Schlagfestigkeit. In: *Forschungsberichte Holz*, Heft 4. VDI Buchhandlung, Berlin, 1937.
- Tjeerdsma, B.F., Stevens, M., Militz, H., Van Acker, J. (2002) Effect of process conditions on moisture content and decay resistance of hydro-thermally treated wood. *Holzforschung Holzverwertung* 54:94–99.
- Toole, E.R. (1971) Reduction in crushing strength and weight associated with decay by rot fungi. *Wood Sci.* 3:172–178.
- Viitaniemi, P. (1997) Thermowood – modified wood for improved performance. In: *WOOD – The Ecological Material*, 4th Eurowood Symposium, September 22–23, 1997, Stockholm. pp. 67-69.
- Wilcox, W.W. (1978) Review of literature on the effects of early stages of decay on wood strength. *Wood Fiber* 9:252–257.
- Winandy, J.E., Morrell, J.J. (1993) Relationship between incipient decay, strength, and chemical composition of Douglas-fir heartwood. *Wood Fiber* 25:278–288.

8.2 Publikation XI: Termite response to Oil-Heat-Treated Norway spruce, Scots pine, and Eucalyptus wood

Document No: IRG/WP 06-20325, Paper prepared for the 37th Annual Meeting Tromsø, Norway, 18-22 June 2006



Document No: IRG/WP/06-20325

THE INTERNATIONAL RESEARCH GROUP ON WOOD PRESERVATION

Section 2

Test Methodology and Assessment

Termite response to oil-heat treated Norway spruce, Scots pine and Eucalyptus wood

by

L. Nunes¹, T. Nobre¹, C. Weizbacher², A. O. Rapp²

¹Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Av. Brasil 101, 1700-066 Lisboa, Portugal

²BFH - Federal Research Centre for Forestry and Forest Products - Institute of Wood Biology and Wood Protection, Hamburg, Germany

Paper prepared for the 37th Annual Meeting

Tromsø, Norway

18-22 June, 2006

IRG Secretariat
Box 5808
SE-114 86 Stockholm
Sweden

www.irg-wp.com

L. Nunes¹, T. Nobre¹, C. Welzbacher², A. O. Rapp²

¹Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Av. Brasil 101, 1700-066 Lisboa, Portugal (linanunes@lnec.pt, tiananobre@lnec.pt)

²BFH - Federal Research Centre for Forestry and Forest Products - Institute of Wood Biology and Wood Protection, Hamburg, Germany (a.rapp@holz.uni-hamburg.de, c.welzbacher@holz.uni-hamburg.de)

Abstract

The work here presented focused on the behaviour of subterranean termites (*Reticulitermes grassei* Clément) towards Oil-Heat-Treated (OHT) Norway spruce (*Picea abies* L.), Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) and eucalyptus (*Eucalyptus globulus* Labill) wood, with a particular interest in the development of simple methods adequate to study the resistance of these materials to termite attack. Small test specimens (30 x 10 x 10 mm) were exposed to the termites in a no-choice test adapted from the European Standard EN117 and in, developed for the purpose, choice and repellence tests, with maritime pine (*Pinus pinaster* Ait.) as virulence control in all tests. The OHT Norway spruce, Scots pine and eucalyptus wood proved to be non-toxic and non-repellent to termites but exhibit an increase in durability when higher oil retentions were achieved, as in the case of Scots pine treatments.

8.2.1 Background and objectives

Thermal modification of wood has been exploited for nearly one century for upgrading wood durability and stability though negatively affecting the strength properties of the material (Rapp *et al.* 2006). Recent reviews on the scientific issues of heat treatments of wood are given by COST Action E22 (2001) and Homan (2004). Oil-Heat-Treatment (OHT) is one of four major European heat treatment processes (Dutch, Finish, French and German) that have gained, in the last few years, considerable interest both from the industry and from the research community (Wang and Copper 2005, Andersson *et al.* 2005).

One question that is still under debate is the durability against biological agents of the treated material, although several reports were already presented on the subject, particularly in what respects the activity of fungi. For instance Kamdem and co-workers (2002) exposed heat treated wood from what is known as the French retification process in agar block and soil block tests and were able to demonstrate an increase in durability against three decay fungi though with a reduction in modulus of elasticity (MOR) and deflection from 10 to 50%. Nevertheless, the mass losses would not be acceptable for wood to be used in ground contact.

This conclusion was in some disagreement with earlier work by Ruyter (1989) that had defined as the major advantages of the method, the increased resistance to fungal decay without the need to use wood preservatives, together with the improved water repellence and the improved dimensional stability in relation to moisture variations.

Welzbacher and Rapp (2002) compared the durability of four heat treatment processes against three common wood-rotting fungi and noted an increase in resistance to biological attack of all heat treated materials when compared to untreated controls, enabling the treated wood to be placed in the “durable” or “moderately durable” classes as defined by the European Standard EN350-1 (1994).

On the other hand, Palanti and Susco (2004) tested a vegetable-mineral oil mixture combined with two triazole fungicides in Scots pine and attributed the increase in durability they found against four decay fungi to the water repellence added by the oil. A point was also made on the limitations of traditional methods to evaluate newer forms of protection.

In terms of resistance of heat-treated wood to insects, Smith *et al.* (2003) tested in laboratory the efficacy of high temperature treatments in rapeseed oil with and without a second phase of oil impregnation in Scots pine sapwood and Norway spruce and showed that for Scots pine a combination of hot oil treatment followed by vacuum pressure treated hot oil was promising as concerning the wood resistance to an attack by the Formosan subterranean termite (*Coptotermes formosanus* Shiraki).

Doi and co workers (2004) tested the resistance of Plato-treated (Dutch process) alder and birch in laboratory and field tests against *Reticulitermes speratus* (Kolbe) and *Coptotermes formosanus* Shiraki and found an increase in feeding by the termites in the treated samples suggesting that the high temperature treatment significantly alters the palatability of the wood to the termites. This result was in agreement with previous work on the effect of short period steam and dry-heat treatments of different woods on the feeding behaviour of the same subterranean termites (Doi *et al.* 1999).

Nevertheless, many questions are still un-answered, including the best test methodology to be used, and were the motivation of the work here presented. Simple laboratory methods were developed in an attempt to characterize the subterranean termite response to OHT Norway spruce, Scots pine and eucalyptus and therefore to contribute to the future definition of the durability of modified wood.

8.2.2 Materials and methods

Oil-heat-treatment of the material

Specimens in the dimensions 30 x 10 x 10 mm, with longitudinal face parallel to the direction of the grain, were cut from kiln dried boards of Norway spruce (*Picea abies* L.), sapwood of Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) and heartwood of eucalyptus (*Eucalyptus globulus* Labill) and oven dried for 103°C for 24 hr. Half of the material was used for untreated controls, whereas the other half of each species was submerged for 240 min in a bath of preheated rape seed oil. During the whole OHT-process the temperature of the oil was kept at 220°C with an accuracy of $\pm 3^\circ\text{C}$ by an automatic controller. After 4 hr the samples were taken out of the oil bath. OHT-treated Norway spruce and eucalyptus, which have impregnability characteristics that would not allow any further treatment were put on filter paper, whereas the OHT-pine specimens were vacuum pressure treated (15 min vacuum of 0,025 bar followed by 60 min at 8 bar) with oil from the OHT-process at 80°C to maximize levels of oil penetration. For drying, all OHT treated samples were put on a glass plate and kept for 24 hr at 120°C in an oven. The specimens were weighted before and after the OHT

treatment and after drying. Table 8.2-1 shows the density of all tested materials before and after OHT-treatment.

Table 8.2-1. Density of tested material in kg/m³ before and after the Oil-Heat-Treatment (OHT), vacuum-pressure impregnation with oil, and after drying in hot air

Material	Wood species	before OHT	after OHT	after impreg.	after drying
untreated Norway spruce	<i>Picea abies</i>	363	-	-	-
untreated Scots pine	<i>Pinus sylvestris</i> sapwood	503	-	-	-
untreated eucalyptus	<i>Eucalyptus globulus</i> heartwood	725	-	-	-
OHT Norway spruce	<i>Picea abies</i> heartwood	363	394	-	391
OHT Scots pine	<i>Pinus sylvestris</i> sapwood	503	569	975	821
OHT eucalyptus	<i>Eucalyptus globulus</i> heartwood	725	660	-	654

8.2.3 Testing procedures

No-choice test

To assess the durability of the OHT materials and a possible toxic effect on termites an adaptation of the European Standard EN117 (1989) was used as in Nunes (1997).

Colonies of 150 workers of *Reticulitermes grassei* Clément, collected from broken trees and stubs in a forest of *Pinus pinaster* Ait. situated 12.8 km east of Lisbon, Portugal (geographic co-ordinates: N = 38.73865°, W = 9.28601°, Alt = 35 m above sea level), were established in 200 ml glass conical flasks with moisturised sand (Fontainebleau sand and water; 4:1 v/v) as substrate (Figure 8.2-1).



Figure 8.2-1. Methods of test with *Reticulitermes grassei* - durability test

Six replicates per variable were then placed in contact with the termites and the test run for four weeks at $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ and $80\% \pm 5\%$ relative humidity of the air. Maritime pine (*Pinus pinaster* Ait.) test specimens with the same dimensions were also included as virulence controls.

The initial moisture content of the specimens was measured in sets of four extra replicates (Table 8.2-2) and these values were used to determine the theoretical initial dry mass of the exposed specimens (in all tests conducted).

At the end of the trial the final moisture content was recorded and the mass loss (percentage) was obtained using the expression: $\% \text{ mass loss} = (\text{fdm} - \text{idm}) / \text{idm} \times 100$ where fdm is the oven dry mass of the block at the end of the test (blocks were cooled in a desiccator before weighing) and idm is the wet mass at the beginning of the test multiplied by the average initial moisture content of wood. The survival of the termites was recorded and percent survival obtained by dividing the number of termites counted at the end of the trial by 150, the number of termites used in the test. All specimens were graded according to the scale:

- 0 = no damage;
- 1 = attempted attack;
- 2 = slight damage;
- 3 = superficial and inner damage;
- 4 = heavy inner damage.

Mass loss, survival and grade of attack data were submitted to an analysis of variance (ANOVA or Kruskal-Wallis as a non-parametric equivalent).

Table 8.2-2. Initial moisture content Oil-Heat Treated and untreated wood (average±standard deviation; n = 4)

Material	Initial moisture content (%)
untreated Norway spruce	13.8 ± 0.3
untreated Scots pine	11.5 ± 0.1
untreated maritime pine	13.4 ± 0.2
untreated eucalyptus	11.9 ± 0.5
OHT Norway spruce	5.8 ± 0.1
OHT Scots pine	4.7 ± 0.2
OHT eucalyptus	5.6 ± 0.3

Choice-test

To further evaluate the durability characteristics of the materials, a choice test was devised in which two plastic boxes (500 ml of capacity) were connected by a glass tube with a diameter of 20 mm and 60 mm long. Moisturised sand (as previously described) was placed at the bottom of both boxes in a way that the tube could be easily reached by the termites (Figure 8.2-2).



Figure 8.2-2. Methods of test with *Reticulitermes grassei* - choice test

Groups of 150 workers (obtained as described above) were established in the test device (75 workers in each plastic box) and one treated and one untreated specimens were placed in opposite sides of the test device.

Six replicates per variable were prepared this way, plus six extra sets with untreated maritime pine test specimens in both sides that were used as controls.

The trial run for four weeks at $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ and $80\% \pm 5\%$ relative humidity of the air and at the end of the trial final moisture content, mass loss, survival, grade of attack and location of the termites were registered and when relevant, the results were submitted to an analysis of variance (ANOVA or Kruskal-Wallis as a non-parametric equivalent).

Repellence test

To evaluate the existence of a possible repellence effect of the OHT wood a test method was developed. Colonies were established as described for no-choice test but instead of one test specimen, two blocks, one treated and one untreated, were joined by means of an elastic band and placed together in the glass vessel where the colonies had been installed (Figure 8.2-3). The number of replicates, time and conditions of exposure were kept unchanged.



Figure 8.2-3. Methods of test with *Reticulitermes grassei* - repellence test.

At the end of the trial mass loss, survival, grade of attack and final moisture content of the wood were recorded and data were submitted to an analysis of variance (ANOVA or Kruskal-Wallis as a non-parametric equivalent).

8.2.4 Results and discussion

No-choice test

Table 8.2-3 presents a summary of the data obtained in the no-choice test, that is the means and standard deviation of the percent survival, percent weight loss and grade of attack.

Table 8.2-3. No-choice test with *Reticulitermes grassei*. Results (average±standard deviation; n = 6) of mass loss, survival, grade of attack and final moisture content (NT = not treated; OHT = oil heat treated; fmc = final moisture content)

		N. spruce	Scots pine	Eucalyptus	Control (maritime pine)
Mass loss (%)	NT	7.40±3.51	9.42±4.51	4.23±1.19	11.72±5.24
	OHT	11.36±6.81	2.88±3.31	6.47±2.38	-
Survival (%)	NT	92.11±6.41	91.00±6.99	90.00±6.50	90.33±5.85
	OHT	88.44±8.43	84.89±5.96	85.67±5.97	-
Attack level	NT	4	4	3.83±0.41	4
	OHT	4	3.17±0.41	4	-
fmc (%)	NT	113±30	68±7	137±14	125±10
	OHT	53±15	20±3	24±4	-

Taking into account the results obtained with maritime pine only, the test was considered valid. No significant differences were found in terms of survival, that was higher than 85% in all tests. Average mass loss was higher in OHT Norway spruce and eucalyptus than in the untreated specimens of the same species though not significantly different. In the case of Scots pine the average mass loss of the OHT specimens was significantly lower ($p < 0.05$) than the one obtained with untreated wood suggesting that the material, though not toxic, was deterring termite feeding. The average attack level confirms this tendency and also a significantly lower value ($p < 0.05$) was registered for the OHT Scots pine, although in this case, an average of 3.17 still indicates a clear attack of the specimens.

The final moisture content of the specimens was always significantly different ($p < 0.001$) stressing the water repellent characteristics of the OHT wood but this does not seem to influence the attack by subterranean termites.

Choice-test

The results obtained in the choice-test for mass loss and final moisture content are summarized in Table 8.2-4. Figure 8.2-4 gives details on the survival, grade of attack and location of the termites at the end of the trial.

Table 8.2-4. Choice test with *Reticulitermes grassei*. Results (average \pm standard deviation; n = 6) of mass loss and final moisture content (NT = not treated; OHT = oil heat treated; fmc = final moisture content)

		N. spruce	Scots pine	Eucalyptus	Control (maritime pine)
Mass loss (%)	NT	19.03 \pm 6.08	7.61 \pm 2.96	5.38 \pm 1.42	9.84 \pm 1.95 / 9.54 \pm 1.57
	OHT	0.95 \pm 0.56	0.72 \pm 1.52	1.18 \pm 0.73	-
fmc (%)	NT	162 \pm 37	145 \pm 7	86 \pm 5	152 \pm 10 / 139 \pm 10
	OHT	72 \pm 31	23 \pm 3	24 \pm 4	-

Once again taking into account the results obtained with maritime pine only, the test was considered valid. In the control boxes termites were found dwelling on both sides of the test device and no distribution pattern could be proposed. The grade of attack was always four and mass loss was similar in both sides. The average survival in all groups was always above 82% and not significantly different between groups.

When termites had a choice of treated or untreated material it was still difficult to define a pattern of distribution as the insects were found dwelling in both sides of the set-up. Nevertheless, in the case of Scots pine and eucalyptus the presence of termites was considerably higher in the untreated side.

Significantly ($p < 0.001$) different mass losses were registered for Norway spruce, Scots pine and eucalyptus and this confirmed the qualitative measure of the grade of attack that was significantly ($p < 0.001$) lower for Norway spruce and

Scots pine. OHT eucalyptus was an exception as the specimens showed considerable superficial damage.

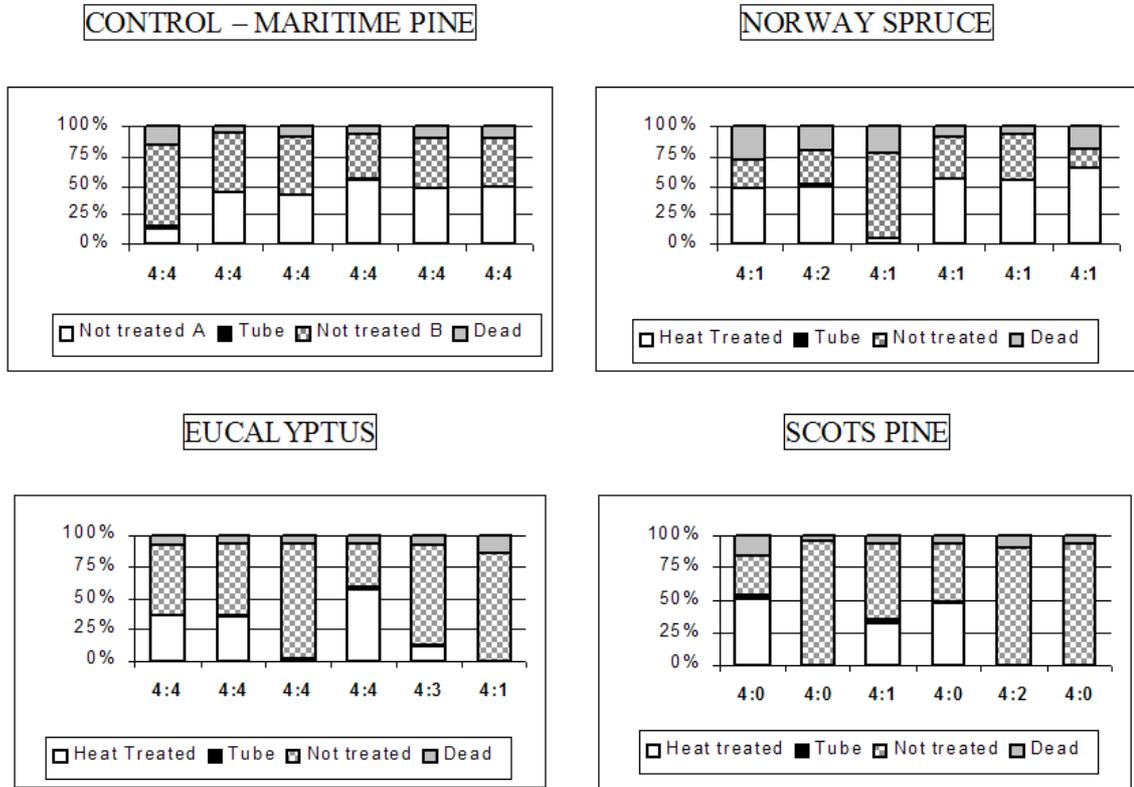


Figure 8.2-4. Choice test with *Reticulitermes grassei*. Results of survival, grade of attack (presented under the respective column of survival, grade on untreated specimen: grade of OHT specimen) and location of the termites at the end of the trial

The water repellent effect of the treatment was again verified with the final moisture content always significantly ($p < 0.01$) lower in the OHT specimens but, considering the previous results, this fact does not seem to be the reason for the avoidance of the treated material.

Repellence test

Table 8.2-5 summarizes the results obtained in the repellence test for mass loss, survival, grade of attack and final moisture content.

Considering only the control flasks with maritime pine, the survival was high and no significant differences were found between the pairs of exposed specimens for mass loss, grade of attack and final moisture content.

As before, the survival of the termites showed no difference when OHT material was tested together with maritime pine, confirming once more the notion that the treated wood is not toxic to the termites for the periods of exposure used in this trial.

Table 8.2-5. Repellence test with *Reticulitermes grassei*. Results (average±standard deviation; n = 6) of mass loss, survival, grade of attack and final moisture content (NT = not treated; OHT: oil heat treated; MP = maritime pine; fmc = final moisture content)

	Mass loss (%)	Survival (%)	Grade of attack	fmc (%)
MP	7.60±2.75	86.56±8.66	4	119±18
OHT N. spruce	0.95±0.33	-	3.00±1.55	46±5
MP	6.84±1.86	90.89±5.00	4	109±42
OHT Scots pine	0.21±0.17	-	0.83±0.98	21±4
MP	7.99±2.50	87.56±4.33	4	116±23
OHT eucalyptus	2.48±2.19	-	3.83±0.41	28±7
control MP	7.59±3.85	89.78±6.26	4	95±21
control MP	4.13±2.21	-	4	82±32

The water repellent effect of the treatment was evident on the final moisture contents recorded though the effect on spruce was always significantly lower ($p < 0.001$) than on the other species tested. Mass loss was significantly lower in eucalyptus ($p < 0.01$) and in Norway spruce and Scots pine ($p < 0.001$). The grade of attack was also significantly lower ($p < 0.001$) in OHT Scots pine but not in OHT eucalyptus or OHT Norway spruce. Termites seem to avoid OHT Scots pine when a convenient alternative source of nutrients is available.

The existence of a possible repellence effect of the OHT wood was not verified as the levels of degradation present on the paired maritime pine blocks were always similar between each other and the control.

8.2.5 Conclusions

As an attempt to characterize the subterranean termite response to OHT Norway spruce, Scots pine and eucalyptus, choice and no choice laboratory methods were developed and the combination of methods used allowed a better understanding of the material properties.

Oil-Heat-Treated wood does not seem to be toxic to termites or to show any repellence effect independently of the species used. Nevertheless, an increase in durability against *Reticulitermes grassei* was verified for Scots pine with a combination of hot oil treatment followed by vacuum pressure impregnation in hot oil. This became obvious in particular in the choice test. A clear effect on the moisture uptake of the specimens was registered though the lower moisture content of the specimens was not a limiting factor for termite establishment.

8.2.6 References

- Andersson, S., Serimaa, R., Väänänen, T., Paakkari, T., Jämsä, S and Viitaniemi, P. 2005. X-ray scattering studies of thermally modified Scots pine (*Pinus sylvestris* L.). *Holzforschung* 59: 422-427.
- COST ACTION E22. 2001. Review of heat treatments of wood. Proceedings of the special seminar held in Antibes, France on 9 February 2001. Edited by A. O. Rapp. Brussels: European Commission.
- Doi, S., Hanata, K., Kamonji, E. and Miyazaki, Y. 2004. Decay and termite durabilities of heat treated wood. International Research Group on Wood Protection, Document IRG/WP 04-40272.
- Doi, S., Kurimoto, Y., Ohmura, W., Ohara, S., Aoyama, M. and Yoshimura, T. 1999. Effects of heat treatments of wood on the feeding behaviour of two subterranean termites. *Holzforschung* 53: 225-229.
- EN117. 1989. Wood preservatives. Determination of toxic values against *Reticulitermes santonensis* de Feytaud (Laboratory method). Brussels: European Committee for Standardization.
- EN350-1. 1994. Durability of wood and wood-based products. Natural durability of solid wood. Part 1: Guide to the principles of the natural durability of wood. Brussels: European Committee for Standardization.
- Homan, W. J. 2004. Wood modification, state of the art 2004 [online]. VTT, Cost E18 Final Seminar. Available from: <http://www.vtt.fi/rte/bp/coste18/homanmodificationpaper.pdf> [Accessed 11 December 2004].
- Kamdem, D. P., Pizzi, A. and Jermannaud, A. 2002. Durability of heat-treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff* 60: 1-6.

- Nunes, L. 1997. The effect of boron-based wood preservatives on subterranean termites. Thesis (PhD). University of London.
- Palanti, S. and Susco, D. 2004. A new wood preservative based on heated oil treatment combined with triazole fungicides developed for above-ground condition. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 54, 337-342.
- Rapp, A. O., Brischke, C. and Welzbacher, C. R. 2006. Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood. *Holzforschung* 60: 64-70.
- Ruyter, H. P. 1989. Cellulosic fibrous aggregate and a process for its preparation. European Patent Application n° 89-203170.9.
- Smith, W. R., Rapp, A. O., Welzbacher, C. and Winandy, J. E. 2003. Formosan subterranean termite resistance to heat treatments of Scots pine and Norway spruce. International Research Group on Wood Protection Doc. N° 03-40264. Stockholm.
- Wang, J. Y. and Cooper, P. A. 2005. Effect of oil type, temperature and time on moisture properties of hot oil-treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63 (6): 417-422.
- Welzbacher, C. R. and Rapp, O. A., 2002. Comparison of thermally modified wood originating from four industrial scale processes – durability. International Research Group on Wood Protection Doc. N° 02-40229. Stockholm.

9 ANHANG

Künstliche Beschattung eines Doppellagen-Testsets durch ein wasserdurchlässiges Gewebe

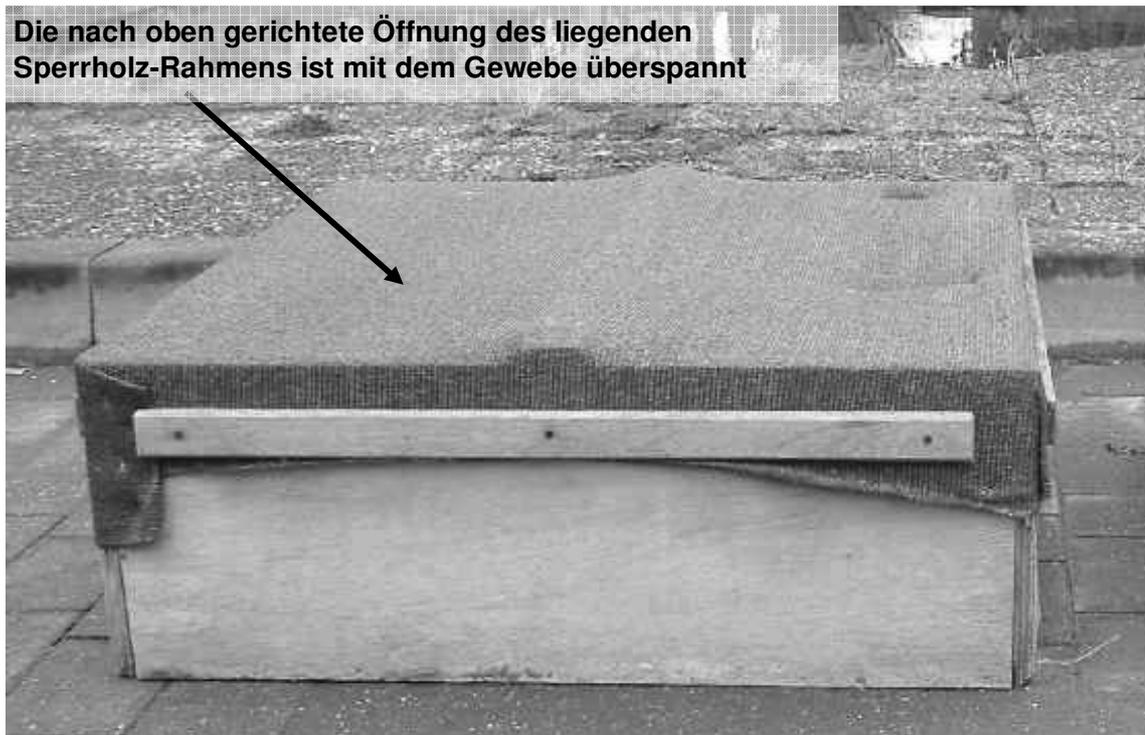


Abb. 47. Mit wasserdurchlässigem Kunststoffgewebe überspannter Sperrholzrahmen zur künstlichen Beschattung eines Doppellagen-Testsets. Für die Beschattung wird der bespannte Rahmen über das Test-Set gesetzt.

Holzfeuchteverlauf von TMT-Prüfkörpern und Kontrollen während der MRI-Bestimmung

Holzfeuchte [%]

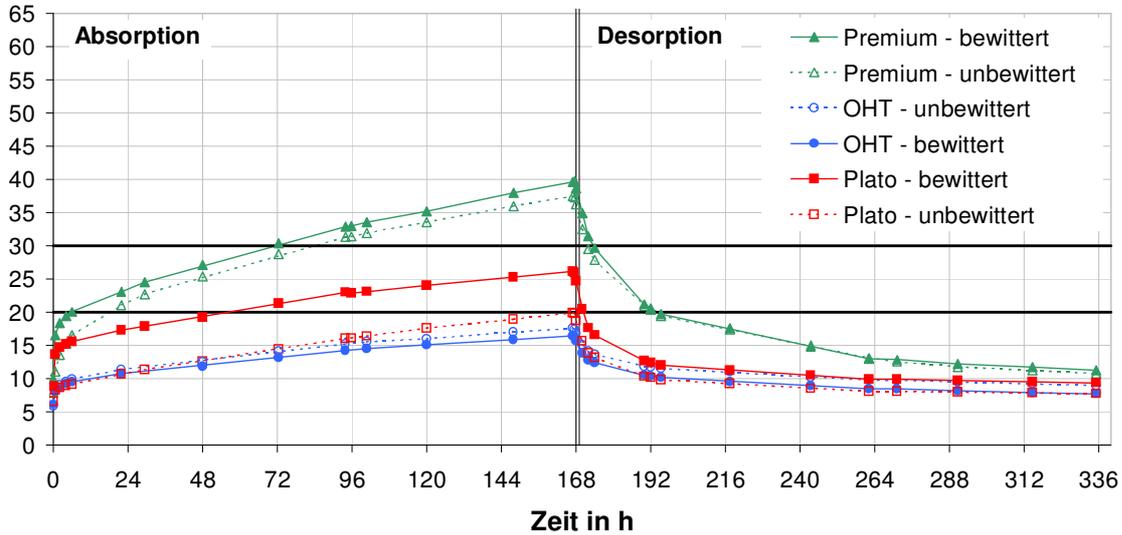


Abb. 48. Holzfeuchteverlauf von 18 Monate natürlich bewitterten sowie unbewitterten thermisch modifizierten Materialien während sieben Tagen Flüssigwasserabsorption und sieben Tagen Desorption im Normklima 20°C/65% rLF in kalibrierten Windkanälen.

Holzfeuchte [%]

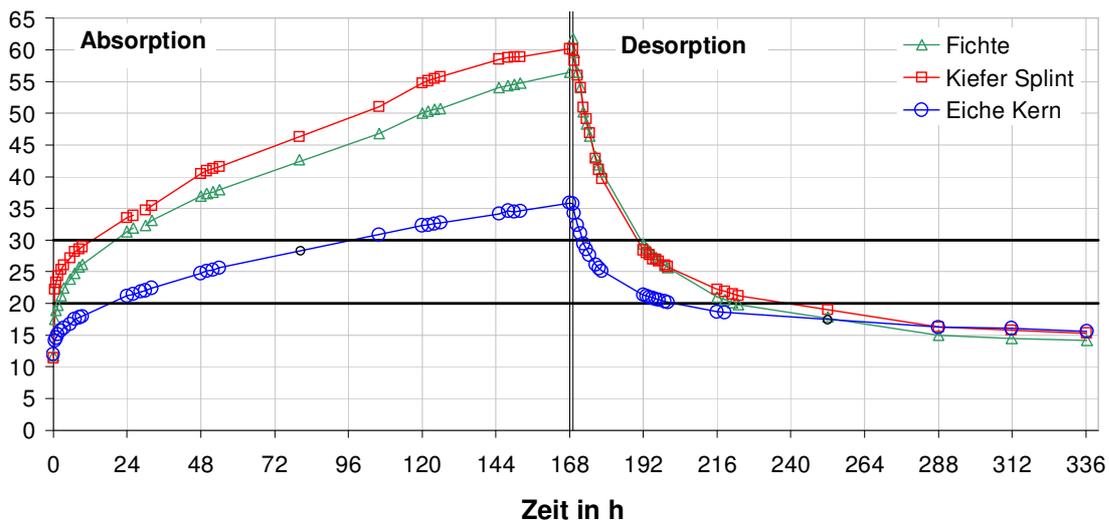


Abb. 49. Holzfeuchteverlauf Fichten-, Kiefern- und Eichenkernholz-Kontrollen während sieben Tagen Flüssigwasserabsorption und sieben Tagen Desorption im Normklima 20°C/65% rLF in kalibrierten Windkanälen.

Mittlere Abbaubewertungen von Prüfkörpern in beschatteten und unbeschatteten Test-Sets in Gebrauchsklasse 3

Mittlere Abbaubewertung

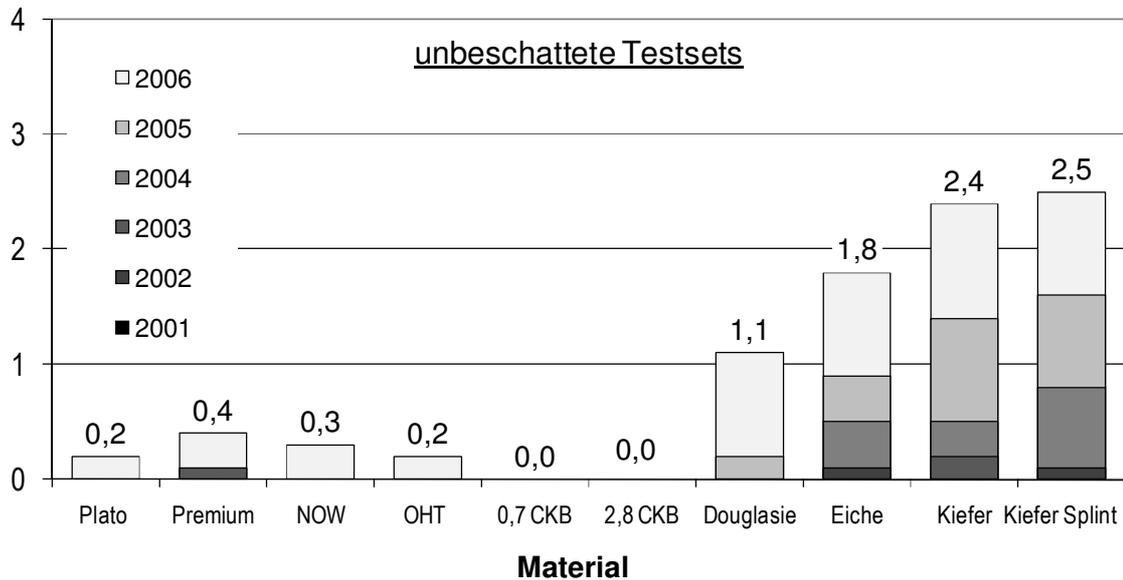


Abb. 50. Mittlere Abbaubewertung nach 5,5 Jahren Bewitterung in Doppellage ohne Erdkontakt und ohne künstliche Beschattung. NOW = New Option Wood; OHT = Öl-Hitzebehandeltes Holz; CKB = Chrom Kupfer Bor.

Mittlere Abbaubewertung

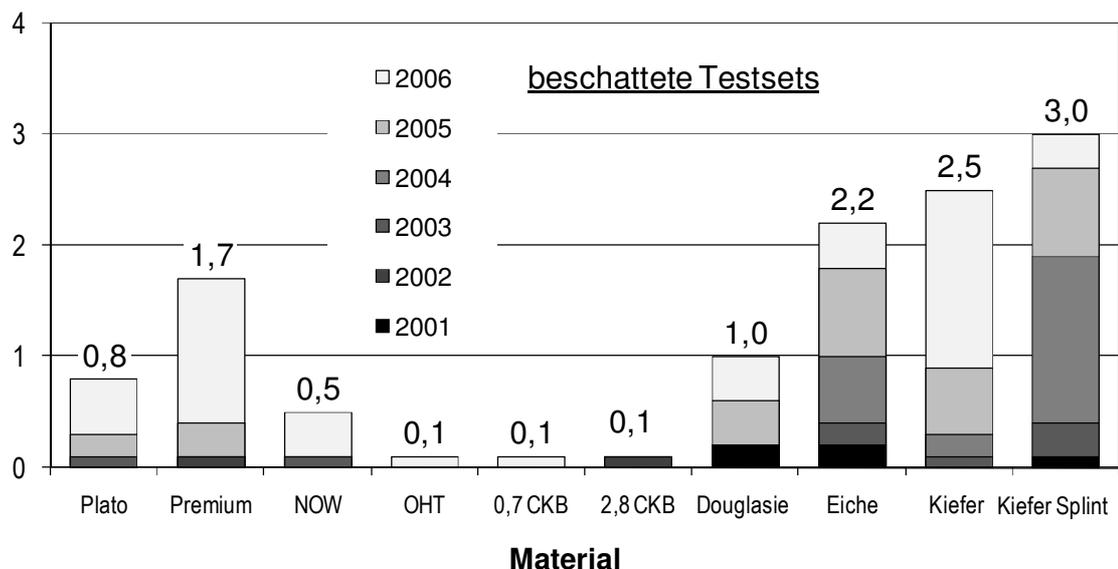


Abb. 51. Mittlere Abbaubewertung nach 5,5 Jahren Bewitterung in Doppellage ohne Erdkontakt und mit künstlicher Beschattung. NOW = New Option Wood; OHT = Öl-Hitzebehandeltes Holz; CKB = Chrom Kupfer Bor.

Eigene Veröffentlichungen in chronologischer Reihenfolge

- Welzbacher CR, Rapp AO (2002) Comparison of thermally modified wood originating from four industrial scale processes – durability. Document No. IRG/WP 02-40229. International Research Group on Wood Protection, Stockholm
- Welzbacher CR, Rapp AO (2003) Thermische Verfahren: Verfahrensübergreifender Vergleich. *Beiträge der 23. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 97–112
- Smith WR, Rapp AO, Welzbacher CR, Winandy JE (2003) Formosan subterranean termite resistance to heat treatment of Scots pine and Norway spruce. Document No. IRG/WP 03-40264. International Research Group on Wood Protection, Stockholm
- Welzbacher CR, Heger F, Girardet F, Navi P, Rapp AO (2004) Decay resistance of Thermo-Hydro-Mechanically densified wood. *Proceedings of COST Action E22 Final workshop*, Estoril
- Heger F, Groux M, Girardet F, Welzbacher CR, Rapp AO, Navi P (2004) Mechanical and durability performance of THM-densified wood. *Proceedings of COST Action E22 Final Workshop*, Estoril
- Welzbacher CR, Rapp AO, Brischke C (2004) Arten und Eigenschaften von Thermoholz. In: Erler K (Ed.) *Bauen im Bestand - mit Holz*, 4. *Holzbauforum Leipzig*. Huss-Medien GmbH, Berlin: 138–163
- Welzbacher CR, Rapp AO (2004) Determination of the water sorption properties and preliminary results from field tests above ground of thermally modified material from industrial scale processes. Document No. IRG/WP 04-40279. International Research Group on Wood Protection, Stockholm
- Brischke C, Welzbacher CR, Rapp AO (2004) A new method for testing the abrasion resistance of thermally modified wood. *Proceedings of COST Action E 37 Workshop*, Reinbek
- Wladyka-Przybylak M, Helwig M, Welzbacher CR (2004) The influence of chemical treatments and modification processes on the flammability of wood. *Proceedings of COST Action E 37 Workshop*, Reinbek

-
- Rapp AO, Welzbacher CR, Haller P, Wehsener J (2004) Thermisch vergütete und verdichtete Fichte für tragende Anwendungen im Ingenieurholzbau. AiF Forschungsbericht 63 ZBR 1/2
- Welzbacher CR, Rapp AO (2005) Hitzebehandelte Hölzer im Erdkontakt - Ergebnisse nach vierjähriger Freilandbewitterung. *Beiträge der 24. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 171–178
- Rapp AO, Berninghausen C, Bollmus S, Brischke C, Frick T, Haas T, Sailer M, Welzbacher CR (2005) Hydrophobierung von Holz – Erfahrungen nach 7 Jahren Freilandtests. *Beiträge der 24. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 157–170
- Welzbacher CR, Rapp AO (2005) Durability of thermally modified wood in soil contact. In: Jambreković V (Ed.) *Wood in Construction Industry – Durability and quality of structural wood products*. University of Zagreb, Faculty of Forestry, Zagreb: 27–34
- Welzbacher CR, Rapp AO (2005) Trajnost termički modificiranog drva u doticaju s tlom. In: Jambreković V (Ed.) *Drvo u graditeljstvu – Postojanost i kakvoća građevnih proizvoda od drva*. University of Zagreb, Faculty of Forestry, Zagreb: 37–45
- Welzbacher CR, Rapp AO (2005) Durability of different heat treated materials from industrial processes in ground contact. Document No. IRG/WP 05-40312. International Research Group on Wood Protection, Stockholm
- Rapp AO, Welzbacher CR, Berninghausen C (2005) Holzschutzverfahren. Deutsche Patentanmeldung, Dokument No. DE000010341883A1, Deutsches Patentamt, München
- Augusta U, Rapp AO, Welzbacher CR, Brischke C (2005) Dauerhaftigkeit heimischer Holzarten in verschiedenen Gebrauchsklassen ohne und mit Imprägnierung durch Öle. In: Erler K (Ed.) *Holzhaus-Bauweisen im Vergleich und Neues vom Holzschutz*, 5. Holzbauforum Leipzig. Huss-Medien GmbH, Berlin: 82–104
- Brischke C, Koch S, Rapp AO, Welzbacher CR (2005) Surface properties of thermally treated wood – wear, abrasion and hardness. Militz H, Hill C (Eds.) *Wood Modification: Processes, properties and commercialization*.

- The second European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Göttingen: 371–375
- Welzbacher CR, Rapp AO, Haller P, Wehsener J (2005) Biological and mechanical properties of densified and thermally modified Norway spruce. Militz H, Hill C (Eds.) *Wood Modification: Processes, properties and commercialization. The second European Conference on Wood Modification (ECWM)*, Göttingen: 19–27
- Rapp AO, Brischke C, Welzbacher CR (2006) Interrelationship between the severity of heat treatments and sieve fractions after impact ball milling: a mechanical test for quality control of thermally modified wood. *Holzforschung* 60: 64–70
- Brischke C, Welzbacher CR, Rapp AO (2006) Detection of fungal decay by high-energy multiple impact (HEMI) testing. *Holzforschung* 60: 217–222
- Welzbacher CR, Wehsener J, Haller P, Rapp AO (2006) Biologische und mechanische Eigenschaften von verdichteter und thermisch behandelte Fichte (*Picea abies*). *Holztechnologie* 3: 13–18
- Nunes L, Nobre T, Welzbacher CR, Rapp AO (2006) Termite response to oil-heat-treated Norway spruce, Scots pine and Eucalyptus wood. Document No. IRG/WP 06-20325. International Research Group on Wood Protection, Stockholm
- Brischke C, Rapp AO, Welzbacher CR (2006) High-energy multiple impact (HEMI) -test - Part 1: A new tool for quality control of thermally modified timber. Document No. IRG/WP 06-20346. International Research Group on Wood Protection, Stockholm
- Welzbacher CR, Brischke C, Rapp AO (2006) High-energy multiple impact (HEMI) -test - Part 2: A mechanical test for the detection of fungal decay. Document No. IRG/WP 06-20339. International Research Group on Wood Protection, Stockholm
- Berninghausen C, Rapp AO, Welzbacher CR (2006) Imprägniermittel, Verfahren zur Imprägnierung von fertig getrocknetem und profiliertem Holz und damit versehenes Holzprodukt [EN: Impregnating agent, process for impregnating of dried and profiled wood, and wood product

-
- impregnated therewith]. Europäische Patentanmeldung, Dokument No. EP000001681143A1, Deutsches Patentamt, München
- Rapp AO, Welzbacher CR, Berninghausen C (2006) Verwendung eines Imprägniermittels zur Holzschutzbehandlung. Deutsche Patentanmeldung, Dokument No. DE000010341883B4, Deutsches Patentamt, München
- Berninghausen C, Rapp AO, Welzbacher CR (2006) Imprägniermittel zur Imprägnierung von fertig getrocknetem und profiliertem Holz und Verwendung des Imprägniermittels. Deutsche Patentanmeldung, Dokument No. DE102005002096B3, Deutsches Patentamt, München
- Brischke C, Welzbacher CR, Rapp AO, Bollmus S (2006) Biozidfreier Holzschutz mit Ölen und Wachsen: Erfahrungen aus sieben Jahren Freilandversuchen zum Feuchteschutz durch Hydrophobierung. *Holz-Zentralblatt* 132: 206–208
- Hasan M, Despot R, Rapp AO, Brischke C, Welzbacher CR (2006) Some physical and mechanical properties of gamma radiation sterilized wood. *Proceedings of the 5th International Symposium: Wood Structure and Properties 06*, Technical University in Zvolen
- Despot R; Hasan M; Brischke C; Welzbacher CR; Rapp AO (2006) Changes in physical, mechanical and chemical properties of wood during sterilization by gamma irradiation. *Holzforschung* 61: 267–271
- Rapp AO, Brischke C, Welzbacher CR (2007) The influence of different soil substrates on the service life of Scots pine sapwood and oak heartwood in ground contact. *Wood Material Science and Engineering* 2: 15 – 21
- Brischke C, Welzbacher CR, Brandt K, Rapp AO (2007) Quality control of thermally modified timber: Interrelationship between heat treatment intensities and CIE L*a*b* color data on homogenized wood samples. *Holzforschung* 61: 19–22
- Welzbacher CR, Rapp AO (2007) Durability of thermally modified timber (TMT) from industrial scale processes in different use classes: Results from laboratory and field tests. *Wood material Science and Engineering* 2: 4–14

-
- Petrič M, Knehtl B, Krause A, Militz H, Pavlič M, Pétrissans M, Rapp AO, Tomažič M, Welzbacher CR, Gerardin P (2007) Wettability of waterborne coatings on chemically and thermally modified pine wood. *Journal of Coating Technology Research* 4: 203–206
- Brischke C, Welzbacher CR, Rapp AO, Augusta U (2007) Dauerhaftigkeit heimischer Holzarten in verschiedenen Gebrauchsklassen & Feuchteschutz durch Hydrophobierung mit vegetabilen Ölen. *Beiträge der 13. Quedlinburger Holzbautagung*, Fachverband Holzbau und Holzschutz Sachsen-Anhalt, Quedlinburg
- Hofer S, Welzbacher CR, Rapp AO, Brischke C (2007) Erfahrungen mit Thermoholz (TMT) im Fassaden- und Gartenbereich. *Beiträge der 25. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 143–162
- Rapp AO, Augusta U, Brischke C, Welzbacher CR (2007) Natürliche Dauerhaftigkeit wichtiger heimischer Holzarten unter bautypischen Bedingungen. *Beiträge der 25. Holzschutz-Tagung der DGfH*, DGfH, München: 7–20
- Welzbacher CR, Rapp AO, Wehsener J, Haller P (2007) Thermo-mechanical densification combined with thermal modification of Norway spruce (*Picea abies* Karst) in industrial scale – Dimensional stability and durability aspects *Holz als Roh- und Werkstoff*, Online First DOI 10.1007/s00107-007-0198-0
- Welzbacher CR, Brischke C, Rapp AO (2007) Influence of treatment temperature and duration on selected biological, mechanical, physical, and optical properties of thermally modified timber (TMT). *Wood Material Science and Engineering*, in press
- Welzbacher CR, Jazayeri L, Rapp AO, Brischke C (2007) Increased resistance of thermally modified timber (TMT) against brown rot decay – Study on the mode of protective action. *Wood Research*, in press
- Brischke C, Rapp AO, Bayerbach R, Morsing N, Fynholm P, Welzbacher CR (2007) Monitoring the „Material climate“ of wood to predict the potential for decay. Part 2: Results from in-situ measurements on buildings. *Building and environment*, submitted

ERKLÄRUNG

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die von mir angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und die den verwendeten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Ich erkläre, dass ich mich weder an einer anderen Universität um eine Promotion beworben habe, noch die Dissertation an einer anderen Universität eingereicht habe.

Hamburg, Oktober 2007



Christian Robert Welzbacher