



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 603 05 678 T2** 2007.05.31

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 492 653 B1**

(51) Int Cl.⁸: **B27K 1/00** (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: **603 05 678.4**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/FR03/01110**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **03 738 219.9**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2003/084723**

(86) PCT-Anmeldetag: **09.04.2003**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **16.10.2003**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **05.01.2005**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **31.05.2006**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **31.05.2007**

(30) Unionspriorität:

0204448 10.04.2002 FR

(73) Patentinhaber:

Lapeyre, Courbevoie, FR

(74) Vertreter:

Grosse, Bockhorni, Schumacher, 81476 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,
GR, HU, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,
TR**

(72) Erfinder:

**MAGNE, Michel, F-51530 Moussy, FR; EL KASMI,
Silham, F-51460 L Epine, FR; DUPIRE, Maxime,
F-31400 Toulouse, FR; MORARD, Marie, F-31100
Toulouse, FR; VACA-GARCIA, Carlos, F-31500
Toulouse, FR; THIEBAUD-ROUX, Sophie, F-31240
L'Union, FR; PEYDECASTAING, Jérôme, F-31200
Toulouse, FR; BORREDON, Elisabeth, F-31170
Tournepuile, FR; GASET, Antoine, F-31000
Toulouse, FR**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Behandlung von lignocellulosischen Materialien, insbesondere für Holz**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

- [0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von Holzcellulose-Materialien, speziell von Holz.
- [0002]** Sie ist insbesondere auf ein Verfahren zum Schutz von Holz gerichtet, das es erlaubt, diesem einen hydrophoben Charakter zu verleihen, um seine Beständigkeit und Dimensionsstabilität zu erhöhen.
- [0003]** Es ist bekannt, dass Holz im Naturzustand oder genauer die Holzfasern, die sich mit einer feuchten Atmosphäre in Berührung befinden, die Neigung haben, sich mit Wasser vollzusaugen. Diese Wasseraufnahme geht mit einem Quellvorgang einher.
- [0004]** Zur Entfernung dieses Wassers kann ein Trocknungsvorgang durchgeführt werden. Doch obwohl es die Trocknungsstufe erlaubt, das Wasser aus dem Holz zu entfernen, wird dadurch dessen natürlicher hydrophiler Charakter nicht verändert, sodass das Holzstück erneut in der Lage ist, wieder das Wasser zu absorbieren, das während des Trocknungsvorgangs entfernt worden ist, wenn dieses Holzstück erneut einer feuchten Umgebung ausgesetzt wird.
- [0005]** Um den hydrophilen Charakter des Holzes abzuschwächen oder sogar aufzuheben und diesem somit eine Langzeit-Dimensionsstabilität (herkömmlicherweise etwa 10 Jahre) zu verleihen, ist nach Behandlungsverfahren gesucht worden.
- [0006]** Von diesen lassen sich zwei große Familien erkennen, die sich in physikalische Wärmebehandlungsverfahren (im Allgemeinen bei Temperaturen von über 150°C) und physikochemische Behandlungsverfahren, im Allgemeinen bei Temperaturen von unter 120°C, unterscheiden.
- [0007]** Die Erfindung ist auf die physikochemischen Behandlungsverfahren gerichtet.
- [0008]** Von diesen physikochemischen Behandlungen sind insbesondere aus mehreren Veröffentlichungen von Ami et al. (Ami, 1961) und Matsuzaki et al. Verfahren bekannt, die es erlauben, Mischester ausgehend von einem Trifluoressigsäuremedium zu synthetisieren. Diese Verfahren sind aufgrund der Verwendung eines toxischen Lösungsmittels und Katalysators industriell nicht verwertbar.
- [0009]** An Sägespänen durchgeführte ergänzende Untersuchungen haben gezeigt, dass die Veresterung in Gegenwart einer stark sauren Katalyse (die zu der dem Medium eigenen Azidität hinzukommt) es erlaubt, den Sägespänen einen hydrophoben Charakter zu verleihen. Diese Untersuchungen sind Gegenstand der Veröffentlichung Vaca-Garcia, C. und Borredon, M.E., 1999, Solvent-free fatty acylation of cellulose and lignocellulosic wastes, Part 2: reactions with fatty acids, Bioresource Technology, 70, 135–142.
- [0010]** Die Hauptnachteile dieses Verfahrens in Gegenwart einer sauren Katalyse bestehen im Masseverlust der Sägespäne, der aus einem Abbau der die Sägespäne bildenden Biopolymeren resultiert. Weiterhin lässt sich eine Farbveränderung der Sägespäne nach der Behandlung feststellen.
- [0011]** Ein dem vorhergehenden ähnliches Verfahren lässt sich nicht auf ein Holzstück übertragen. Es ist festgestellt worden, dass die Hemicellulose- und Cellulosemoleküle teilweise hydrolysiert sind, was zu einer Senkung des Molekulargewichts durch die Bildung von Oligomeren, einer Schwächung der mechanischen Eigenschaften und einer ästhetischen Verschlechterung des behandelten Holzstücks führt.
- [0012]** Die Erfindung ist darauf gerichtet, diese Nachteile zu beheben, indem sie ein Verfahren vorschlägt, das massivem Holz einen hydrophoben Charakter verleiht, wobei eine langanhaltende Dimensionsstabilität gewährleistet wird, ohne dabei die Bildung von Schrumpf-, Haar- und Oberflächenrissen oder einer Farbveränderung zu verursachen.
- [0013]** Die Erfindung hat somit ein Verfahren zum chemischen Behandeln von Holzcellulose-Materialien, insbesondere mindestens eines Stückes Holz, zum Gegenstand, das dadurch gekennzeichnet ist, dass diese Materialien einer Tränkung durch einen chemischen, Kohlenwasserstoffketten enthaltenden Wirkstoff unterzogen werden, wobei dieser Wirkstoff aus Mischanhydriden, außer dem Mischanhydrid aus Essig-/Benzoesäure ausgewählt wird, wobei dieser Wirkstoff dazu geeignet ist, auf diese Materialien eine Mehrzahl von Kohlenwasserstoffketten durch Kovalenzbindung aufzupropfen.
- [0014]** Durch diese Maßnahmen wird der Schutz auf der Oberfläche und bis in den Kern des Holzcellulo-

se-Materials, insbesondere von Holz, durch Modifizierung seiner Hydroxylfunktionen verbessert.

[0015] In den bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsformen kann (können) gegebenenfalls außerdem die eine und/oder andere der folgenden Maßnahmen ergriffen werden:

- das Aufpfropfen erfolgt durch eine Veresterung der Holzcellulose-Materialien mit einem chemischen Mittel, das aus organischen Anhydriden ausgewählt wird,
- die Behandlung erfolgt bei einer Temperatur von Umgebungstemperatur bis 150 °C und vorzugsweise zwischen 100 und 140°C,
- das organische Anhydrid ist ein Mischanhydrid,
- das Mischanhydrid enthält eine erste Kohlenwasserstoffkette R und eine zweite Kohlenwasserstoffkette R₁,
- RCOOH bedeutet eine C₂- bis C₄-Carbonsäure und R₁COOH bedeutet eine gesättigte oder ungesättigte C₆- bis C₂₄-Fettsäure,
- R₁COOH bedeutet eine C₂- bis C₄-Carbonsäure und RCOOH bedeutet eine gesättigte oder ungesättigte C₆- bis C₂₄-Fettsäure,
- das Mischanhydrid ist das Essigsäure-/Octansäure-Mischanhydrid
- die Tränkung erfolgt in Gegenwart eines basischen Katalysators,
- die Tränkung erfolgt in Gegenwart eines neutralen Katalysators,
- die Tränkung erfolgt in Gegenwart eines schwach sauren Katalysators,
- die Tränkung erfolgt ohne Katalysator,
- die Tränkung der Holzcellulose-Materialien erfolgt durch ein Tauchverfahren,
- die Tränkung der Holzcellulose-Materialien erfolgt durch ein Sprühverfahren,
- die Tränkung der Holzcellulose-Materialien erfolgt in einem Autoklaven und
- das Behandlungsverfahren wird mit einem Holzstück durchgeführt, dessen Art insbesondere aus Eiche, Kiefer, Tanne, Curupixa und Eukalyptus ausgewählt ist.

[0016] Ein gemäß dem zuvor vorgesehenen Verfahren behandeltes Holzstück ist dadurch gekennzeichnet, dass die Holzcellulosefasern homogen sind und ein glattes Aussehen aufweisen.

[0017] In den erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsformen kann (können) gegebenenfalls außerdem die eine und/oder andere der folgenden Maßnahmen ergriffen werden:

- der Absorptionsgrad der behandelten Holzcellulosefasern beträgt im Wesentlichen etwa 3,5% und
- der Quellungsgrad der behandelten Holzcellulosefasern beträgt im Wesentlichen etwa 3,5%.

[0018] Weitere erfindungsgemäße Merkmale und Vorteile werden anhand der folgenden Beschreibung einer beispielhaften Ausführungsform unter Bezugnahme auf die im Anhang befindlichen Zeichnungen näher erläutert, wobei

[0019] [Fig. 1](#) eine rasterelektronenmikroskopische (REM-)Aufnahme eines unbehandelten Holzprobekörpers, der als Referenz dienen kann,

[0020] [Fig. 2](#) eine rasterelektronenmikroskopische (REM-)Aufnahme eines Holzprobekörpers, der dem erfindungsgemäßen Verfahren in Gegenwart eines stark sauren Katalysators unterworfen worden ist, und

[0021] [Fig. 3](#) eine weitere rasterelektronenmikroskopische (REM-) Aufnahme eines Holzprobekörpers, der dem erfindungsgemäßen Verfahren in Gegenwart eines stark sauren Katalysators unterworfen worden ist, zeigt.

[0022] Entsprechend einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht dieses darin, Holzcellulose-Materialien, wie insbesondere mindestens ein Holzstück, mit einem Kohlenwasserstoffketten enthaltenden chemischen Mittel zu tränken, das geeignet ist, durch kovalente Bindung eine Vielzahl von Kohlenwasserstoffketten auf diese Materialien aufzupfropfen.

[0023] Dabei ist unter einer Kohlenwasserstoffkette eine beliebige heteroaliphatische, heteroaromatische, aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffkette zu verstehen.

[0024] Die Tränkung wird bei einer Temperatur von Umgebungstemperatur bis 150°C und vorzugsweise zwischen 100 und 140°C durchgeführt.

[0025] Das chemische Mittel wird aus organischen Anhydriden und vorzugsweise aus Mischanhydriden aus-

gewählt.

[0026] Vor der Stufe der Tränkung der Holzcellulose-Materialien (beispielsweise mindestens eines Holzstücks) mit dem chemischen Mittel wird eine Stufe zur Herstellung des Mischanhydrids durchgeführt.

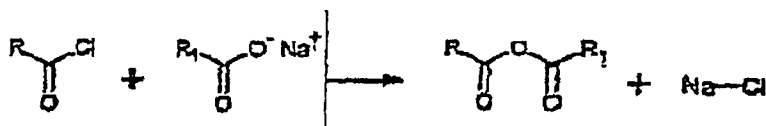
[0027] Gemäß einem ersten Verfahren: aus einem Säurechlorid und einer Carbonsäure entsprechend folgender Reaktion:



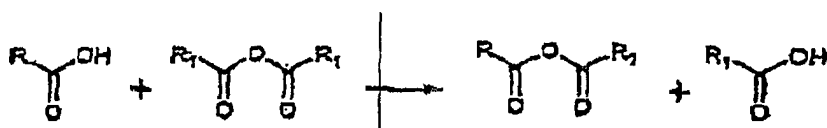
[0028] Gemäß einer Abwandlung des ersten Verfahrens, die darin besteht, die Positionen von R und R₁ auszutauschen:



[0029] Gemäß einem zweiten Verfahren: aus einem Säurechlorid und einem Carbonsäuresalz entsprechend folgender Reaktion:



[0030] Gemäß einem dritten Verfahren: aus einem geradkettigen Carbonsäureanhydrid und einer Fettsäure entsprechend folgender Reaktion:

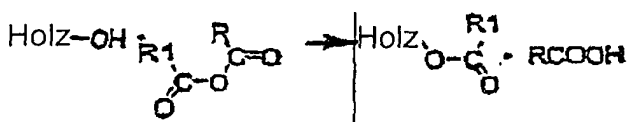


[0031] Dabei sind die Reste R, R₁ aliphatische Ketten mit unterschiedlicher Länge. Beispielhaft ist festzustellen, dass R kürzer als R₁ ist.

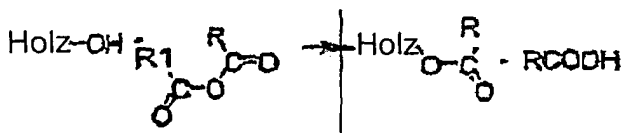
[0032] RCOOH bedeutet beispielsweise eine C₂- bis C₄-Carbonsäure (Essig-, Propion- oder Buttersäure), während R₁COOH eine gesättigte oder ungesättigte C₆- bis C₂₄-Fettsäure (beispielsweise Hexan-, Octan- oder Ölsäure) bedeutet.

[0033] Die Mischanhydride können rein oder im Gemisch verwendet werden, wobei sie in diesem Fall aus einem Gemisch aus verschiedenen Carbonsäuren entstanden sind, mit welchen die Synthese des gewünschten Mischanhydrids durchgeführt wurde.

[0034] Ausgehend von dem Mischanhydrid, das durch mindestens eins der zuvor beschriebenen Verfahren erhalten worden ist, wird dann derart die Tränkung eines Holzstücks durchgeführt, dass das Mischanhydrid (beispielsweise Essigsäure-/Octansäureanhydrid) auf das Holzstück aufgepfropft wird, wobei dieser Pfropfvorgang aus einer Veresterung des Holzes gemäß folgender Reaktion besteht:

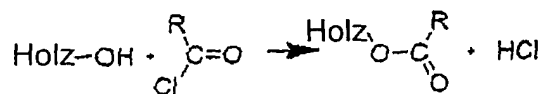


[0035] Es kann auch die Aufgabe von R und R₁ vertauscht werden:



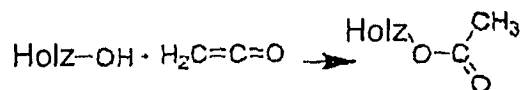
[0036] Es können weitere Veresterungsverfahren gemäß den anschließend beschriebenen Reaktionsgleichungen durchgeführt werden.

[0037] Ausgehend von einem Säurechlorid verläuft diese Reaktion schnell, wobei aber die Freisetzung von HCl einen großen Nachteil bedeutet:



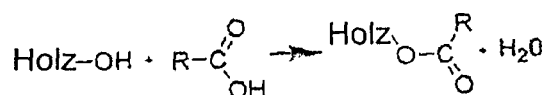
[0038] Beispielhaft wird das Säurechlorid aus Octanoylchlorid oder Acetylchlorid ausgewählt.

[0039] Ausgehend von einem Keten, wobei die Reaktanten jedoch teuer sind, wodurch das industrielle Interesse begrenzt ist:



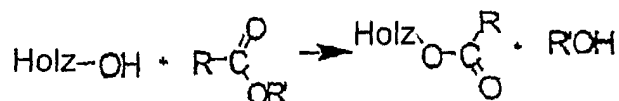
[0040] Beispielhaft kann diese Reaktion mit beispielsweise Octanoylchlorid verknüpft werden.

[0041] Ausgehend von Carbonsäuren, wobei diese Reaktion jedoch eine geringe Reaktivität besitzt und die Verwendung von Coreaktanten erfordert: Pyridin, DCC, TsCl, TFAA (DCC: N,N-Dicyclohexylcarbodiimid, TsCl: p-Toluolsulfonylchlorid und TFAA: Trifluoressigsäureanhydrid):



[0042] Beispielhaft werden die verwendeten Carbonsäuren aus Essigsäure und Octansäure ausgewählt.

[0043] Ausgehend von Carbonsäureestern (beispielsweise Methyloctanoat und Methylacetat), wobei jedoch festzustellen ist, dass, wenn R CH₃ bedeutet, (toxisches) Methanol freigesetzt wird:



[0044] Die Holzmischester können erhalten werden entweder

- in einer einzigen Stufe durch ein Gemisch aus Reaktanten, die aus den zuvor genannten ausgewählt sind, oder
- in zwei Stufen, und dies
- entweder, indem zweimal derselbe Reaktionstyp durchgeführt wird, oder
- mit zwei Reaktionen aus zwei unterschiedlichen Familien.

[0045] Außerdem können entsprechend einem erfindungsgemäßen Merkmal diese Veresterungen ohne Katalysator, mit einem basischen oder neutralen Katalysator (beispielsweise Calciumcarbonat, Natriumcarbonat, Kaliumcarbonat und Fettsäuresalz), mit einem schwach sauren Katalysator oder mit einem stark sauren Katalysator, dessen störende Einflüsse auf das Holz durch Einhaltung einer sehr verdünnten Konzentration minimiert werden, durchgeführt werden.

[0046] Anschließend wird ein Ausführungsbeispiel des erfindungsgemässen Verfahrens gegeben.

Beispiel 1

[0047] Ein Mol Essigsäureanhydrid wurde zu einem Mol Octansäure zugegeben. Das Gemisch wurde 30 Minuten lang unter Rühren bei 140°C erhitzt. Ein 10 cm × 10 cm × 10 cm großes Holzstück wurde in das Reaktionsgemisch getaucht und das Ganze 1 Stunde lang bei 140°C erhitzt. Das Holzstück wurde anschließend abtropfen gelassen und in einem Umluftofen getrocknet.

Beispiel 2

[0048] Ein Mol Essigsäureanhydrid wurde zu einem Mol Octansäure gegeben. Das Gemisch wurde 60 Minuten lang bei Umgebungstemperatur gerührt. Danach wurde ein 10 cm × 10 cm × 10 cm großes Holzstück 5 Minuten lang in das Reaktionsgemisch getaucht und anschließend abtropfen gelassen. Das Holzstück wurde 1 Stunde lang in einem 120°C heißen Ofen gelegt.

[0049] Ein großer Vorteil der Erfindung besteht darin, dass ein nichttoxisches Mischanhydrid pflanzlichen Ursprungs, im Gegensatz zu Verbindungen petrochemischen Ursprungs, verwendet wird.

[0050] Von dieser speziellen Wahl wird die industrielle Durchführung der Erfindung begünstigt, da sie die Behandlungen vereinfacht, die darauf gerichtet sind, die Umwelt zu schonen.

[0051] Unabhängig von dem angewendeten Behandlungsverfahren ist es günstig, dass sich erfahrungsgemäß das Kennzeichnende dieser Behandlung auf dem Holzcellulose-Material (in unserem speziellen Fall dem Holzstück) wiederfinden lässt.

[0052] Es sind verschiedene Methoden vorgesehen, die es erlauben, die Behandlung, der das Holzcellulose-Material unterworfen worden ist, zu charakterisieren, nämlich die Bestimmung des Vorhandenseins von verschiedenen Kohlenwasserstoffketten, die mit den Esterfunktionen verbunden sind, sowie gegebenenfalls des Vorhandenseins eines Katalysators (und dessen Typs).

[0053] Eine Methode, die es erlaubt, das Vorhandensein von Kohlenwasserstoffketten zu bestimmen, besteht in der Behandlung eines Probekörpers, der aus dem Holzstück stammt, mit einer NaOH-Lösung, um die Esterfunktionen zu hydrolysieren und die Kohlenwasserstoffketten in Carbonsäure umzuwandeln. Diese werden anschließend durch herkömmliche chromatographische Verfahren wie HPLC und GC identifiziert.

[0054] Ein Beispiel für diese Methoden besteht darin, aus einem Holzstück oder einem Holzcellulose-Material, dessen Hydroxylfunktionen durch mindestens zwei verschiedene Kohlenwasserstoffagentien acyliert worden sind, Estergemische, beispielsweise Holzcellulosematerialacetate und -octanoate, entstehen zu lassen.

[0055] Dieses Estergemisch kann auf folgende Art und Weise charakterisiert werden: Eine Probe aus Holz oder Holzcellulose-Material, das durch das erfindungsgemäße Verfahren behandelt worden ist, wird bis auf eine Korngröße von mindestens 80 mesh zermahlen und anschließend in einen Kolben gefüllt, der eine (70%ige) wässrige EthanolLösung enthält. Nach mindestens eine Stunde langem Rühren wird eine ausreichende Menge einer wässrigen NaOH-Lösung (0,5 M) zugegeben und das Rühren 72 Stunden lang fortgesetzt, um eine totale Verseifung der Esterfunktionen zu erhalten. Nach Filtration und Abtrennung des festen Rückstandes wird die Flüssigkeit auf pH 3 mit einer wässrigen HC1-Lösung (1 M) angesäuert, um die Kohlenwasserstoffverbindungen in die entsprechenden Carbonsäuren umzuwandeln. Danach kann die Flüssigkeit durch Gaschromatographie (CPG) oder Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) analysiert werden, um die verschiedenen Carbonsäuren abzutrennen und zu identifizieren, die den in dem behandelten Holz oder Holzcellulose-Material vorhandenen Esterfunktionen entsprechen.

[0056] Anschließend werden Methoden beschrieben, die es erlauben, den Katalysatortyp zu identifizieren.

[0057] Eine erste Methode besteht darin, die Menge der extrahierbaren Stoffe zu bestimmen. Diese Methode erlaubt es, den Einfluss verschiedener Behandlungen auf die extrahierbaren Stoffe des Holzes (von Anfang an vorhanden oder durch den Abbau des Holzes entstanden) zu beobachten. Das behandelte und anschließend mikronisierte Holz wird Extraktionen mit mehreren Lösungsmitteln mit unterschiedlicher Polarität unterzogen: Wasser, Ethanol, Aceton und Cyclohexan. Die Extraktionsvorgänge werden in einer Soxhlet-Apparatur durchgeführt.

[0058] In der folgenden Tabelle sind die Mengen an extrahierbaren Stoffen aus den behandelten Holzproben nach Soxhlet-Extraktion mit verschiedenen Lösungsmitteln zusammengefasst.

	Masseverlust (%) nach Extraktion			
	Wasser	Ethanol	Aceton	Cyclohexan
ohne Katalyse	14,8	11,9	12,2	6,3
basische Katalyse	17,1	16,2	10,6	1,8
stark saure Katalyse	25,3	21,7	19,0	4,8

[0059] Wie zu entnehmen ist, bestätigen diese Ergebnisse unabhängig vom Extraktionslösungsmittel die visuellen Eindrücke: Die Behandlung mit stark saurer Katalyse (0,3 Mol-% H_2SO_4) ist diejenige, die am meisten abbaut und zur Bildung der größten Menge an extrahierbaren Verbindungen am Ende der Reaktion führt. Bei großen Mengen an starker Säure (0,3 Mol-%) wurde das Holzstück geschwärzt und hatte die Neigung, auseinanderzufallen und Aussehensfehler aufzuweisen.

[0060] Im mikroskopischen Maßstab ist die Zellwand der Fasern aufgrund der sauren Katalyse beschädigt.

[0061] So ist gegenüber [Fig. 1](#) und qualitativ hinsichtlich [Fig. 2](#) festzustellen, dass die Holzoberfläche durch die Behandlung geglättet worden zu sein scheint und homogen ist. Die Holzfasern (Holzcellulosefasern), die im Mikroskop sichtbar sind, scheinen, verglichen mit denjenigen von [Fig. 1](#), intakt zu sein. Das Mittel scheint einerseits eine Art die Oberfläche abbeizende Wirkung zu haben, erlaubt aber auch eine Vergleichmäßigung der Oberfläche aufgrund des Pfropfvorgangs. Die aufgepfropften Ketten sind in der Lage, die Fasern zu schützen, was diese im Mikroskop ununterscheidbar macht.

[0062] Dasselbe gilt für [Fig. 3](#), die Holzcellulosefasern scheinen unbeschichtet zu sein. Das Vorhandensein des Mittels ist viel weniger deutlich als zuvor ([Fig. 2](#)), was logisch ist, da die Photographie das Innere eines durch das erfindungsgemäße Verfahren behandelten Blocks zeigt. Das Zerreißen ist entweder auf die Behandlung oder wahrscheinlich auf das Herausreißen von Fasern während des Zuschneidens zurückzuführen.

[0063] In quantitativer Hinsicht wird anschließend eine Tabelle mitgeteilt, in welcher die Absorptions- und Quellungswerte für behandelte und unbehandelte Holzcellulosefasern angegeben werden.

	unbehandelte Fasern	behandelte Fasern
Absorption in %	16	3,5
Quellung in %	6,5	3,5

[0064] Eine zweite Methode besteht in einer Analyse der Holzbestandteile. Entsprechend dem Typ des Mediums, in welchem das Holz behandelt wird, erleiden nicht alle Biopolymeren des Holzes denselben Abbau. Die Zusammensetzung des behandelten Holzes kann deshalb in Abhängigkeit von der Behandlung variieren. Die Methode wird als ADF-NDF bezeichnet und erlaubt es, die Anteile von Cellulose C, Hemicellulosen H, Ligninen L und anorganischen Stoffen MM zu bestimmen.

[0065] In der folgenden Tabelle sind die Werte zusammengefasst, welche die Analyse der Zusammensetzung des Eichenholzes betreffen, das mit Essigsäure-/Octansäure-Mischanhydrid mit verschiedenen Katalysatortypen behandelt worden ist. Die veresterten Probekörper wurden entsprechend der Vorschrift zur Analyse von Holzmischestern verseift, durch Extraktion mit Wasser mittels einer Soxhlet-Apparatur gewaschen und anschließend durch das ADF-NDF-Verfahren analysiert. Dieses Verfahren ist in der Bezugnahme (Acid Detergent Fiber, Neutral Detergent Fiber), Van Soest, P.J. und Wine, R.H., Determination of lignin and cellulose in aciddetergent fiber with permanganat, J. Ass. Offic. Anal. Chem., 51 (4), 780–785 (1968)) beschrieben.

Charakter der Be- handlung	Katalysator (%)	extrahier- bare Stoffe (%)	Cellulose (%)	Hemi- cellulose (%)	Lignin (%)	diverse (%)	Asche (%)
unbehan- deltes Holz	–	5,0	50,9	17,6	20,5	5,4	0,6
stark saure Katalyse	H ₂ SO ₄ , 0,3 Mol-%	22,4	49,7	14,7	8,5	4,4	0,3
basische Katalyse	Na ₂ CO ₃ , 0,3 Mol-%	16,9	40,6	16,4	20,1	5,7	0,3
ohne Katalyse	–	12,5	41,4	17,5	17,1	10,8	0,7

[0066] Diese Analyse erlaubt es somit, eine Behandlung mit stark saurer Analyse der erfindungsgemäßen Behandlungen herauszufinden. Es ist eine große und signifikante Verringerung der Lignin- und Hemicellulosemenge festzustellen. Außerdem war die Menge der in der Soxhlet-Apparatur mit Wasser extrahierbaren Stoffe die größte.

Patentansprüche

1. Verfahren zum chemischen Behandeln von Holzzellulose-Materialien, insbesondere mindestens eines Stückes Holz, **dadurch gekennzeichnet**, dass die besagten Materialien einer Tränkung durch einen chemischen, Kohlenwasserstoffketten enthaltenden Wirkstoff unterzogen werden, wobei dieser Wirkstoff aus Mischanhydriden, außer dem Mischanhydrid aus Essig-/Benzoessäure, ausgewählt wird, wobei der besagte Wirkstoff dazu geeignet ist, auf diese Materialien eine Mehrzahl von Kohlenwasserstoffketten durch Kovalenzbindung aufzupropfen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Pfropfung durch einen Prozess der Veresterung der besagten Holzzellulose-Materialien mittels eines chemischen Wirkstoffs abläuft, der aus organischen Anhydriden ausgewählt ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Behandlung bei einer zwischen der Umgebungstemperatur und 150°C liegenden Temperatur abläuft, und vorzugsweise zwischen 100 und 140°C.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Mischanhydrid eine erste Kohlenwasserstoffkette RCOOH und eine zweite Kohlenwasserstoffkette R₁COOH enthält.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass RCOOH eine Karboxylsäure von C2 bis C4 repräsentiert, und dass R₁COOH eine gesättigte oder ungesättigte Fettsäure von C6 bis C24 ist.

6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass R₁COOH eine Karboxylsäure von C2 bis C4 repräsentiert, und dass RCOOH eine gesättigte oder ungesättigte Fettsäure von C6 bis C24 ist.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Mischanhydrid das Mischanhydrid von Essig- und Oktansäure ist.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Tränkung in Anwesenheit eines basischen Katalysators ausgeführt wird.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Tränkung in Anwesenheit eines neutralen Katalysators ausgeführt wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Tränkung in Anwesenheit eines schwach sauren Katalysators ausgeführt wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Tränkung ohne Anwesenheit eines Katalysators ausgeführt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Tränkung der Holzzellulose-Materialien durch ein Tauchverfahren ausgeführt wird.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Tränkung der Holzzellulose-Materialien durch ein Sprühverfahren ausgeführt wird.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Tränkung der Holzzellulose-Materialien in einem Autoklaven ausgeführt wird.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass es mit einem Stück Holz ausgeführt wird, dessen Art insbesondere aus Eiche, Kiefer, Tanne, Curupixa oder Eukalyptus ausgewählt ist.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

Figur 1



Figur 2



Figur 3

