

Gefördert mit Mitteln des Bundesamtes für Bauwesen und Raumordnung

FORSCHUNGSINITIATIVE  
**Zukunft BAU**

Holger Miltz, Philipp Sauerbier

# **FiRetWood – Entwicklung innovativer Brandschutzmittel unter Verwendung von Textilvernetzungschemikalien für Bauprodukte aus Holz für den Außenbereich**



Bundesinstitut  
für Bau-, Stadt- und  
Raumforschung

im Bundesamt für Bauwesen  
und Raumordnung



**Fraunhofer IRB** ■ Verlag

Holger Miltz, Philipp Sauerbier

# **FiRetWood – Entwicklung innovativer Brandschutzmittel unter Verwendung von Textilvernetzungschemikalien für Bauprodukte aus Holz für den Außenbereich**

F 3229

Bei dieser Veröffentlichung handelt es sich um die Kopie des Abschlussberichtes einer vom Bundesinstitut für Bau-, Stadt- und Raumforschung (BBSR) im Bundesamt für Bauwesen und Raumordnung (BBR) im Rahmen der Forschungsinitiative »Zukunft Bau« geförderten Forschungsarbeit. Die in dieser Forschungsarbeit enthaltenen Darstellungen und Empfehlungen geben die fachlichen Auffassungen der Verfasser wieder. Diese werden hier unverändert wiedergegeben, sie geben nicht unbedingt die Meinung des Zuwendungsgebers oder des Herausgebers wieder.

Dieser Forschungsbericht wurde mit modernsten Hochleistungskopierern auf Einzelanfrage hergestellt.

Die Originalmanuskripte wurden reprotechnisch, jedoch nicht inhaltlich überarbeitet. Die Druckqualität hängt von der reprotechnischen Eignung des Originalmanuskriptes ab, das uns vom Autor bzw. von der Forschungsstelle zur Verfügung gestellt wurde.

© by Fraunhofer IRB Verlag

2021

ISBN 978-3-7388-0653-3

Vervielfältigung, auch auszugsweise,  
nur mit ausdrücklicher Zustimmung des Verlages.

**Fraunhofer IRB Verlag**

Fraunhofer-Informationszentrum Raum und Bau

Postfach 80 04 69  
70504 Stuttgart

Nobelstraße 12  
70569 Stuttgart

Telefon 07 11 9 70 - 25 00  
Telefax 07 11 9 70 - 25 08

E-Mail [irb@irb.fraunhofer.de](mailto:irb@irb.fraunhofer.de)

[www.baufachinformation.de](http://www.baufachinformation.de)

[www.irb.fraunhofer.de/tauforschung](http://www.irb.fraunhofer.de/tauforschung)

FiRetWood - Entwicklung innovativer Brandschutzmittel unter  
Verwendung von Textilvernetzungschemikalien für Bauprodukte aus  
Holz für den Außenbereich

**Endbericht**

**Zukunft Bau Forschungsförderung**

Einrichtung: Georg-August-Universität Göttingen  
Holzbiologie und Holzprodukte  
Büsgenweg 4  
37077 Göttingen

Bewilligungszeitraum: 01.01.2019 – 31.12.2020

Projektleitung: Prof. Dr. Holger Militz

Projektbearbeitung: Philipp Sauerbier

Datum: 31.12.2020

Der Forschungsbericht wurde mit Mitteln der Zukunft Bau Forschungsförderung des Bundesinstitutes für Bau-, Stadt- und Raumforschung gefördert.

(Aktenzeichen: SWD-10.08.18.7-18.26)

Die Verantwortung für den Inhalt des Berichtes liegt beim Autor.

## Inhalt

1. Allgemeines .....	3
1.1 Anlass / Ausgangslage .....	3
1.2 Gegenstand des Forschungsvorhabens .....	3
2. Ergebnisse.....	4
2.1 Arbeitspaket 1: Chemikalienauswahl / Prozessentwicklung im Labormaßstab .....	4
2.2 Arbeitspaket 2: Untersuchung des Brandverhaltens im Labormaßstab .....	10
2.3 Arbeitspaket 3: Ermittlung veränderter Holzeigenschaften .....	20
2.4 Arbeitspaket 4: Behandlungsprozess im Pilot-/Prozessmaßstab .....	25
2.5 Arbeitspaket 5: Brandverhalten in Gebrauchsabmessungen .....	28
2.6 End-of-life Nutzung in Spanplatten / Kaskadennutzung .....	32
3. Fazit .....	34
4. Anhang.....	37

# 1. Allgemeines

## 1.1 Anlass / Ausgangslage

Das Brandverhalten von Holz erfordert vorbeugende Schutzmaßnahmen in der Bauanwendung. Derzeitig verfügbare Flammschutzsysteme basieren teils auf gesundheitlich bedenklichen Stoffen und sind nicht resistent gegenüber Witterungseinflüssen, sodass es bei Außenanwendung von Holzprodukten zu Auswaschungen der wirksamen Flammschutzkomponenten kommt. Dies stellt gesundheitliche Risiken dar, als auch eine Einschränkung für einen permanenten Flammschutz von Holzprodukten im Außenbereich, was Forschungsbedarf aufwirft.

## 1.2 Gegenstand des Forschungsvorhabens

Ziel des Forschungsvorhabens ist es, durch in der Textilindustrie sowie anderen Anwendungsfeldern bereits etablierte Flammschutzprodukte, das Brandverhalten von Holz in einer baulichen Anwendung im Außenbereich zu verbessern. Der Fragestellung gesundheitlicher Risiken wird mit Chemikalien begegnet, die frei von Halogenen und Boraten sind. Eine Auswaschung soll durch Vernetzung bzw. Reaktion der Chemikalien innerhalb der Holzmatrix (Zellwände, Zelllumen) erreicht werden, sodass eine Anwendung sowie ein permanenter Flammschutz im Außenbereich ermöglicht werden.

Der Forschungsplan folgt einem konsekutiven Aufbau. Das erste Arbeitspaket dient der Identifikation vielversprechender Chemikalien ebenso werden generelle Fragestellungen der Imprägnierbarkeit von Holz betrachtet. Das zweite Arbeitspaket beschäftigt sich mit orientierenden Brandversuchen im Labormaßstab, während drauf folgend in Arbeitspaket 3 durch eine Behandlung von Holz mit Flammschutzchemikalien veränderte Holzeigenschaften (physikalisch, mechanisch, biologische Eigenschaften) abseits des Brandverhaltens betrachtet werden. Es folgt ein ‚Upscaling‘ vielversprechender Technologien auf den Pilot-/Projektmaßstab in Arbeitspaket 4 und schließlich wird das Brandverhalten in Gebrauchsabmessungen in Arbeitspaket 5 untersucht.

## 2. Ergebnisse

### 2.1 Arbeitspaket 1: Chemikalienauswahl / Prozessentwicklung im Labormaßstab

Ein signifikanter Punkt des ersten Arbeitspakets ist das Screening von möglichen Brandschutzchemikalien und die Festlegung des zu untersuchenden Holzmaterials. Beim Rohmaterial ‚Holz‘ wurde sich für Kiefer Splintholz (*Pinus sylvestris* L.) entschieden. Dies ermöglicht zum Einen die Analyse an Hand eines in Deutschland häufig zur Anwendung kommenden, heimischen Holzes und lässt sich zusätzlich, wie vorrangegangene Projekte im Bereich der Holzmodifizierung zeigten, gut in einem Vakuum-Druck Kesselverfahren imprägnieren.

Für die Bereitstellung von Chemikalien, die an Holz erprobt werden sollen, konnten Firmen aus verschiedensten Branchen gewonnen werden. Diese Branchen sind u.a. die Holzwerkstoff- und Polymerindustrie sowie die die Branche der Veredelung technischer Textilien. Entsprechende Formulierungen wurden als experimentelle Muster von der Huntsman Corporation, Clariant AG, Archroma GmbH und Metadynea Austria GmbH bereitgestellt. Um aktuellen Ergebnissen der Risikobewertung Rechnung zu tragen, wurde auf den Einsatz von Boraten verzichtet, da Borsäure auf der Liste für Kandidaten besonders besorgniserregender Stoffe der EU (List of Substances of Very High Concern; SVHS) gesetzt wurde. Weiterhin wird auf den Einsatz von halogenierten Chemikalien verzichtet aufgrund der bereits seit den 1970ern bekannten gesundheitlichen Risiken. Alle zur Verfügung gestellten und eingesetzten Chemikalien basieren wirkmechanisch auf stickstoffhaltigen Phosphorverbindungen (u.a. Phosphorsäureester, organische Phosphonate darunter Ammoniumphosphat).

Um einen permanenten Flammschutz von Holzprodukten im Außenbereich zu garantieren, ist eine Fixierung der Flammschutzchemikalien erforderlich. Diese soll in diesem Projekt über eine Kombination der Flammschutzchemikalie mit vernetzenden Chemikalien erreicht werden – und entsprechend mit einkomponentigen Flammschutzsystemen, also ohne reaktiver, vernetzender Komponente, verglichen werden. Diese zweikomponentigen Formulierungen basieren ebenfalls auf einer brandschutzaktiven stickstoffhaltigen Phosphorverbindung, die über eine reaktive Komponente (u.a. Polyamin-Derivate und Harnstoff-Formaldehyd-Derivate) in der Holzmatrix stabilisiert wird.

Tabelle 1: Im Bericht verwendete Abkürzungen der Brandschutzchemikalien. A steht im Folgenden für unbehandelte Referenz Prüfkörper aus Kiefernspineholz (*Pinus sylvestris* L.).

Abkürzung	# Komponenten	
<b>B</b>	1	Polyphosphorsäure/Phosphorsäureester
<b>C</b>	1	Ammoniumpolyphosphat
<b>D</b>	1	Organisches stickstoffhaltiges Phosphorsäuresalz
<b>E</b>	1	Ammoniumpolyphosphat
<b>F</b>	1	Stickstoffhaltiges Phosphorsäuresalz
<b>G</b>	1	Organisches Phosphat
<b>H</b>	1	modifiziertes Ammoniumpolyphosphat
<b>I</b>	2	Phosphonat mit Polyamin Derivat
<b>J</b>	2	Organische Phosphorverbindung mit Melamin/Formaldehyd Derivat
<b>K</b>	2	Organisches stickstoffhaltiges Phosphorsäuresalz mit Harnstoff-Formaldehyd Derivat

Zunächst und im ersten Schritt war die Imprägnierbarkeit zu untersuchen und evaluieren. Also die Frage, ob sich die Chemikalien überhaupt ins Holz einbringen lassen. Hier wurde bei den Prozessparametern auf Erfahrungswerte vergangener Projekte zurückgegriffen: Zunächst wird für eine Stunde ein Vakuum mit 50 mbar Druck appliziert und anschließend durch den Aufbau eines Überdrucks von 12 bar über 2 Stunden eine vollständige Tränkung des Holzes gewährleistet. Die anschließende Trocknung und Aushärtung der Chemikalien erfolgt nach einer einwöchigen Standzeit imprägnierter Prüfkörper im Raumklima (ca. 20 °C) über eine Temperaturrampe: für jeweils 24 h bei 40 °C, 60 °C, 80 °C, 103 °C und schließlich für 48 h bei 120 °C. Dies soll sicherstellen, dass die Probekörper nicht nur wasserfrei sind, sondern zugleich eine vollständige Reaktion der via Imprägnierung in die Holzmatrix eingebrachte reaktiven Chemikalienkomponenten erfolgt. Wichtig ist an dieser Stelle, dass die Trocknung unter ‚trockenen‘ Bedingungen in einem Umlufttrockenschrank sich lediglich auf den kleinen Maßstab bezieht – im späteren Verlauf des Experiments, wenn größere Prüfkörper getrocknet werden, kommt ein großtechnischer Trocknungsprozess in einer Trockenkammer zum Einsatz, der unter gezielter Steuerung der Feuchtebedingungen abläuft.

Die Lösungsmittelaufnahme während der Imprägnierung berechnet sich in Relation zum atrogewicht (komplett wasserfreie Probekörper – typischerweise bestimmt nach einer Trocknung bei 103 °C) der Prüfkörper vor der Imprägnierung. Sie dient als Kontrollmaß des Imprägnierprozesses und als Indikator für die Aufnahme an Flammschutzmittel. Im vorliegenden Fall werden Lösungsmittelaufnahmen von 150 - 200 % bezogen auf das initiale atrogewicht erreicht, wodurch für Kiefernspiltholz erfahrungsgemäß von einer vollständigen Durchtränkung der Holzmatrix ausgegangen werden kann.

Bei der Auswertung zeigen sich deutlich die Aufnahme der Brandschutzchemikalien im Holz: Nach Trocknung und Curing imprägnierter Prüfkörper zeigt sich durch Berechnung des WPG (weight percent gain [prozentuale Massenzunahme]), dass Holz gezielt mit einem gewissen, und insbesondere ausreichend hohem Massenprozentsatz mit Brandschutzchemikalien behandelt werden kann. Eine exemplarische Auftragung für einen Behandlungsprozess mit 15 % Feststoffgehalt Flammschutzmittel in der Imprägnierlösung ist in Abbildung 1 zu sehen.

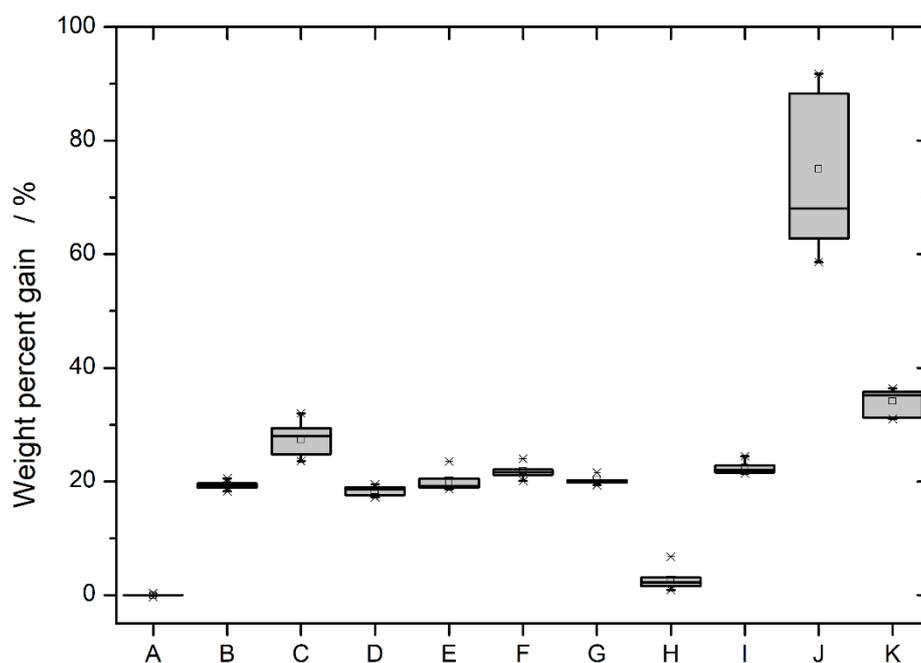


Abbildung 1: Gewichtszunahme der Probekörper nach Imprägnierung mit 15 % Feststoffgehalt Flammschutzchemikalie in der Imprägnierlösung. A Referenz, B – H 1-Komponenten Flammschutzmittel, I – K 2-Komponenten Flammschutzmittel.

Bereits hier zeigen sich deutliche Unterschiede in den Aufnahmemengen der Flammschutzchemikalien. Insbesondere fallen an dieser Stelle das 1-Komponenten Flammschutzmittel H auf, das quasi nicht vom Holz aufgenommen wurde und die 2-Komponenten Variante J, welches eine hohe Aufnahme erreichte. Der Grund für die geringe Aufnahme liegt in

der Chemikalie selbst begründet, da sie hydrophob modifiziert und so eine Imprägnierung erschwert bzw. verhindert wird.

Eine weitere wichtige Kenngröße zur Betrachtung der Behandlungsqualität ist das Bulking. Hierbei wird der Flächen- bzw. Volumenzuwachs der Probekörper nach Imprägnierung und Trocknung/Curing (atro) berechnet. Bei einem positiven Bulking (permanente Zellwandquellung) ist davon auszugehen, dass die Chemikalie in die Zellwand eingedrungen ist und diese im gequollenen Zustand „eingefroren“ hat. Würde bei positivem WPG kein Bulking vorliegen, wäre davon auszugehen, dass keine Eindringung der Aktivkomponenten in die Zellwand erfolgt ist und somit nur bereits bestehende Hohlräume des Holzes (Lumen) gefüllt wurden. Entsprechende Ergebnisse sind in Abbildung 2 dargestellt. Aufgrund eines Datenpanne sind die Daten für das Behandlungskollektiv K nicht auswertbar.

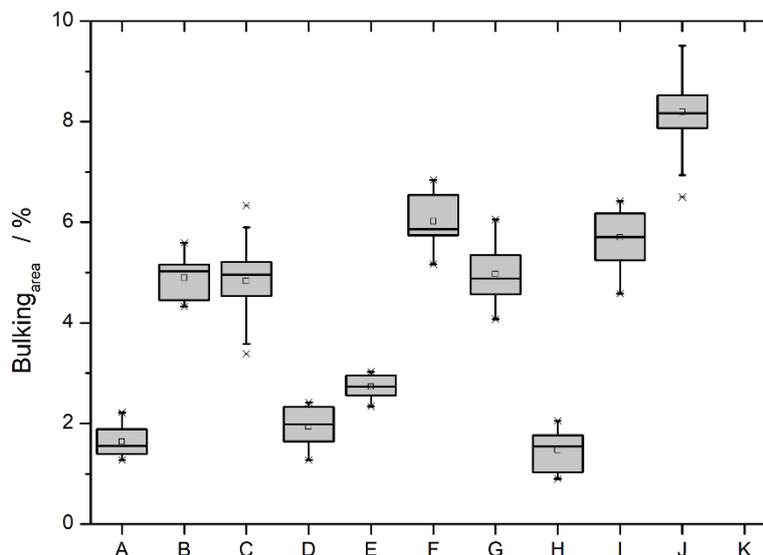


Abbildung 2: Flächenzunahme der Probekörper nach Imprägnierung mit 15 % Feststoffgehalt Flammschutzchemikalie in der Imprägnierlösung. A Referenz, B – H 1-Komponenten Flammschutzmittel, I – K 2-Komponenten Flammschutzmittel.

Die Ergebnisse von Versuchen, bei welchen die Auswaschbarkeit (engl: ‚leaching‘) nach EN 84 untersucht wurde, finden sich in Abbildung 3. Hierbei werden die behandelten Probekörper zunächst für 20 Minuten in einem Vakuum-Wasserbad getränkt und anschließend ein beschleunigter Alterungsprozess durch zyklischen Wasserwechsel über 14 Tage simuliert. Dies soll eine Auswaschung in der Holzmatrix simulieren, die einem längeren Außeneinsatz entsprechen würde.

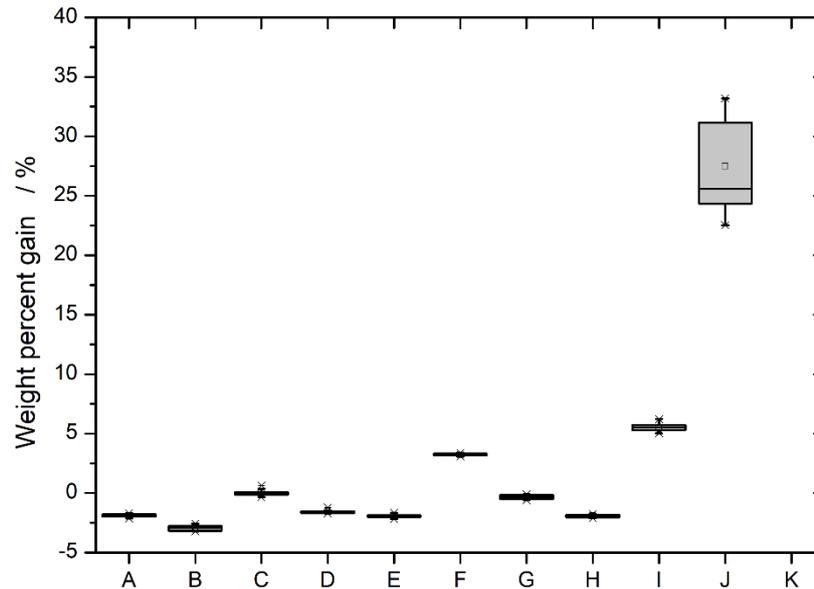


Abbildung 3: WPG nach Auswaschung (EN 84) im Anschluss an die Imprägnierung mit 15 % Feststoffgehalt Flammschutzchemikalie in der Imprägnierlösung. A Referenz, B – H 1-Komponenten Flammschutzmittel, I – K 2-Komponenten Flammschutzmittel.

Es ist deutlich zu sehen, dass insbesondere bei der 2-Komponenten Formulierung J eine große Menge Flammschutzmittel im Holz verbleibt, auch bei I ist diese signifikant höher als im Vergleich zu den übrigen Behandlungskollektiven. Die 1-Komponenten Flammschutzmittel zeigen grundsätzlich eine stärkere Auswaschung als entsprechende 2-Komponenten Systeme. Diese höhere Restmenge (nach ‚leaching‘) Chemikalie im Holz ist ein Indikator, dass von einer kontinuierlichen brandhemmenden Wirkung nach entsprechender Behandlung auszugehen sein könnte. Viele der 1-Komponentenlösungen werden bemessen anhand des WPG nahezu vollständig ausgewaschen.

Abschließend bleibt in diesem Arbeitspaket noch festzuhalten, dass die beschriebenen Imprägnierungen mit 15 % Feststoffgehalt des Flammschutzmittel in der Lösung als Ergebnis eines iterativen Prozesses zu verstehen ist. Versuche wurden für einige Chemikalien mit Lösungen zwischen 2,5 % und 30 % Feststoffgehalt durchgeführt – die 15 % Feststoffgehalt haben sich als guten Vergleichswert für die unterschiedlichen Flammschutzchemikalien herausgestellt, da dieser Feststoffgehalt mittles allen getesteten Flammschutzchemikalien ins Holz imprägnierbar ist und gute Brandschutzeigenschaften hervorruft, was sich im späteren Verlauf des Berichts noch zeigen wird. Die Experimente mit verschiedenen Konzentrationen haben deutlich gezeigt, dass über den Feststoffgehalt der Imprägnierlösung das WPG der Holzproben eingestellt werden kann, wie Abbildung 4 exemplarisch für die Flammschutzchemikalie C zeigt.

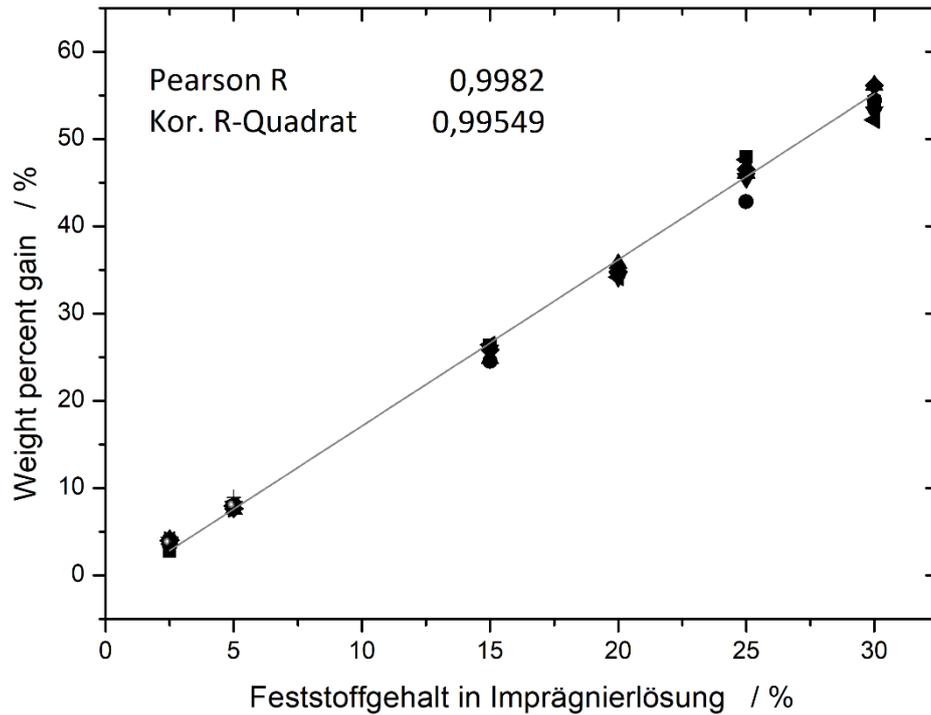


Abbildung 4: Exemplarische Auftragung des WPG nach Imprägnierung mit verschiedenen Feststoffgehalten der Brandschutzchemikalie C. Deutlich ist der lineare Zusammenhang über die Regressionsgerade zu sehen.

Es soll jedoch auch festgehalten werden, dass viel nicht immer viel hilft. Der Prozess stößt ab einer gewissen applizierten Konzentration an Flammschutzmittel auf holzphysiologische, bzw. physikalische, Grenzen. Bei entsprechender Behandlungskonzentration kommt es zu einem Ausschwitzen der Chemikalie, wenn die Probekörper nach Trocknung rekonditionieren und wieder Wasser aus der Umgebungsluft aufnehmen. Eine entsprechende Erscheinung ist exemplarisch in Abbildung 5 zu sehen.

Abbildung 5: Imprägnierter Prüfkörper mit zu hoher Aufnahme bzw. Beladung mittels Flammschutzmittel.



## 2.2 Arbeitspaket 2: Untersuchung des Brandverhaltens im Labormaßstab

Erste orientierende Versuche laufen nach einem unnormierten Experiment ab, welches jedoch schnell durchführbar ist, geringe Probekörperabmessungen erfordert und auch mit einfachem Laborequipment durchgeführt werden kann. Betrachtet man die hohen Unterhalts- und Anschaffungskosten von Analysegeräten, bietet dieser Screening-Test einen guten Start in die Versuchsreihen. Beschrieben wird der Aufbau von Pries et al.<sup>1</sup> wie folgt: Ein Probekörper mit  $13 \times 4 \times 125 \text{ mm}^3$  wird im  $45^\circ$  Winkel über einer rauschenden Brennerflamme montiert. Der Probekörper wird für 30 Sekunden beflammt und falls zutreffend die Zeit bis zur Entzündung notiert, sowie der Masseverlust



Abbildung 6: Versuchsaufbau nach Pries et al..

im Abstand von 10 Sekunden. Wichtig an dieser Stelle ist, dass die imprägnierten Probekörper für eine zuverlässige Aussage nach dem Trocknungs-/Curingprozess bis zur Massenkonstanz (in der Regel 2-3 Wochen) im normierten Klima bei  $20^\circ\text{C}$  und 65 % relativer Luftfeuchte konditionieren wurden.

Bereits durch diesen Versuchsaufbau können verwertbare Aussagen hinsichtlich der Flammenschutzwirkung entsprechender Agenzien im Holz getroffen werden. So lässt sich deutlich ein Unterschied zu einer unbehandelten Referenz messen. Aber auch ein Vergleich der verschiedenen Flammenschutzchemikalien ist sichtbar. Zwar unterscheiden sich die meisten Brandschutzchemikalien nicht signifikant, die schlechte erwartete Brandschutzwirkung von Chemikalie H lässt sich hier jedoch bereits zeigen. Der geringe WPG (vgl. Abbildung 1) lässt auf eine geringe Wirkung schließen, die sich im Vergleich zu den übrigen im Test stehenden Formulierungen auch zeigt. Alle gemessenen Ergebnisse sind in Abbildungen 28 – 37 im Anhang zu finden.

<sup>1</sup> Pries et al., Fire resistance of wood treated with a cationic silica sol, Eur. J. Wood Prod. (2013) 71:237–244.

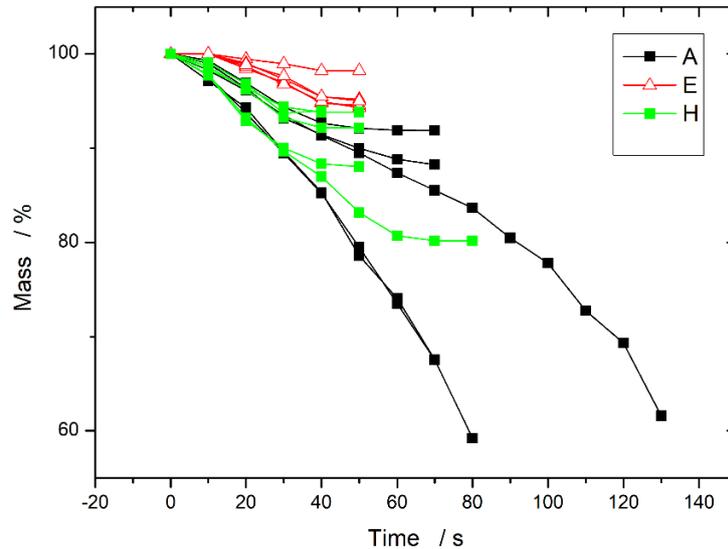


Abbildung 7: Ergebnisse des Brandschutztest nach Pries et al. Vergleich zwischen Referenzmessungen A und zwei verschiedenen 1-Komponenten Flammschutzchemikalien E & H.

Aufgrund der schlechten Löslichkeit in Wasser sowie respektive schlechten Imprägnierbarkeit, als auch den ersten Brandschutzexperimenten, wird auf eine weitere Analyse der Brandschutzchemikalie H ab diesem Punkt verzichtet.

Die erste normierte Versuchsreihe zum Brandverhalten von behandelten Holz finden in einem Kleinbrennkasten (KBK), einer Prüfeinrichtung zur Entzündbarkeit von Produkten bei direkter Flammeneinwirkung mit Einzelflamme gemäß Standard DIN EN ISO 11925-2 zur Bestimmung der Europäischen Brandklassen B, C, D und E, statt. Hierbei wird ein Prüfkörper ( $90 \times 250 \times 18 \text{ mm}^3$ ) vertikal eingespannt und mit einer definierten Flamme im  $45^\circ$  Winkel beflammt. Laut Norm gilt der Test als bestanden, wenn sich die Flamme nicht höher als 150 mm ausbreitet, sie innerhalb von 30 Sekunden (bei 30 Sekunden Beflammdauer) selbstständig erlischt und während der Brandzeit kein brennendes Material vom Prüfkörper heruntertropft und ein darunter befindliches Filterpapier entzündet. Auch hier wurden die Prüfkörper vor einer Analyse konditioniert, laut Norm bei  $23^\circ\text{C}$  und 50 % relativer Luftfeuchte. Die KBK Experimente wurden mit Prüfkörpern durchgeführt, die zuvor mit 15 % Feststoffgehalt der Brandschutzchemikalie in der Imprägnierlösung behandelt wurden.



Abbildung 8: Exemplarische Fotos von Kleinbrennkasten Messungen nach DIN EN ISO 11925-2. Links unbehandelte Referenz, Rechts mit Flammschutzmittel C behandelt.

Das Experiment gewährt nur eine qualitative Analyse der Ergebnisse. Es zeigte sich jedoch, dass unabhängig von der imprägnierten Brandschutzchemikalie der Test bestanden wurde. Abbildung 8 beinhaltet exemplarische Fotos, die den deutlichen optischen Unterschied zwischen einer unbehandelten Referenzprobe und eines typischen Ergebnisses einer mit Brandschutzchemikalien behandelten Probe zeigen. Eine quantitative Auswertung des Experiments erfolgte, indem die Höhe und Fläche der verkohlten Flächen berechnet wurden. Es zeigte sich jedoch, dass anhand dieser quantitativen Auswertungsmethode keine belastbaren Ergebnisse erzielt werden konnten – zwar war immer ein signifikanter Unterschied zur unbehandelten Referenz messbar, eine Unterscheidung der Brandschutzchemikalien war allerdings nicht möglich. Diese Versuche wurden bei einer Beflammdauer von 15 und 30 Sekunden durchgeführt – die Ergebnisse finden sich im Anhang in den Abbildungen 38 und 39.

Eine quantitativere Auswertung des Brandverhaltens entsprechend behandelte Probekörper ermöglicht das Massenverlustkalorimeter (MLC) bzw. das Cone-Kalorimeter (CC). Durch diesen Test ließen sich, so Kollegen aus der Brandschutzforschung, Vorhersagen über das Verhalten im Single Burning Item Test (SBI) EN 13823 zur Bestimmung der Europäischen Brandklassen A2, B, C und D treffen<sup>2</sup>. Da der SBI notwendig, aber sehr aufwendig und kostspielig ist, kann eine Vorauswahl von Behandlungsformulierungen durch Ergebnisse des MLC bzw. CC getroffen werden.

<sup>2</sup> Vgl. <http://virtual.vtt.fi/virtual/innofirewood/stateofheart/database/estimating/estimate.html>

Die folgenden Ergebnisse wurden an verschiedenen Geräten, sowohl Massenverlustkalorimetern, als auch Cone-Kalorimetern, durchgeführt. Diese nutzten verschiedene Messsysteme und Methoden zur Bestimmung der Messdaten und Basislinie (auch wenn die aufgenommenen Datentypen generell identisch sind). Hierdurch ergeben sich Unterschiede in den numerischen Werten – wichtige Aussagen zum Brandverhalten lassen sich jedoch dennoch treffen.

Bei dieser Messmethode wird der imprägnierte, getrocknete und im festgelegten Klima (23 °C & 50 % rel. Luftfeuchte) konditionierte Probekörper (100 x 100 x 18 mm<sup>3</sup>) mit einem konischen Heizstrahler mit 50 kW/m<sup>2</sup> Heizleistung in einem Abstand von 20 mm (zur besseren Einordnung: dies entspricht einer Temperatur des Heizstrahlers zwischen 700 °C und 800 °C) bestrahlt. Eine Zündquelle wird über dem Probekörper platziert und entzündet ggf. das aus dem Probekörper freiwerdende Gas – die Zeit bis zur ersten auftretenden Flamme wird bestimmt, ebenso die freigesetzte Wärme durch die Verbrennung und der Massenverlust. Je nach Messaufbau ist es auch möglich die Sauerstoff-, Kohlenstoffmonoxid- und Kohlenstoffdioxidkonzentration während der Verbrennung zu analysieren.

Bei geringen Konzentrationen an Brandschutzmittel lässt sich lediglich eine geringe Verbesserung des Brandverhaltens beobachten: Die Zeit des Entzündens bleibt unverändert und die freigesetzte Wärmemenge verändert sich nur in einem Maße, das es für die geplante Anwendung ungeeignet wäre – dies gilt für alle drei verwendeten Chemikalien. Abbildung 9 a) zeigt den Verlauf der aufgenommenen Messkurven, gemittelt über alle gemessenen Referenzen (N = 10). Deutlich wird, dass zwei Peaks auftauchen – der erste Peak ist der Brand der Oberfläche, der zweite, höhere Peak der freiwerdenden Wärmemenge (Heat Release Rate (HRR)) ist der Brand im Volumen – diese höhere freigesetzte Wärmemenge korreliert entsprechend auch mit der in grau aufgetragenen Masse: so fällt diese im Bereich des Volumenbrandpeaks deutlich stärker ab (Masseverlust durch Verbrennung).

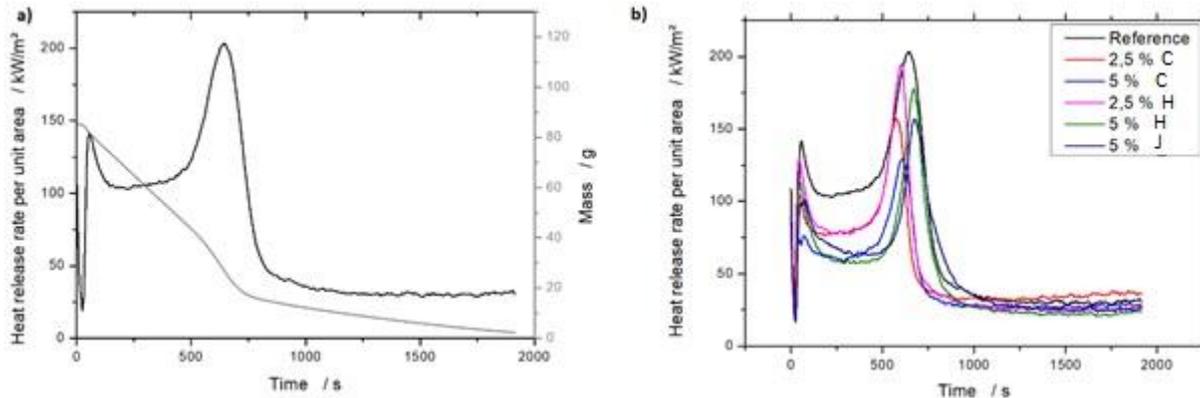


Abbildung 9: MLC Messungen. a) unbehandelte Referenz b) verschiedene Behandlungen unterschiedlicher Konzentrationen in der Imprägnierlösung.

Die geringen eingesetzten Brandschutzchemikalienmengen in der Imprägnierlösung führen zwar im Vergleich zur unbehandelten Referenz signifikant unterschiedlichen Ergebnissen, aber der generelle Verlauf ist sehr ähnlich. Weiterhin kommt es zur ungefähr gleichen Zeit - nach 20 – 30 Sekunden - zu einer Entflammung der Probe. Auch sind weiterhin beide Peaks in der Heat release rate (HRR) zu sehen, die mit dem Flächen- und Volumenbrand korrelieren. Lediglich die Peakhöhe wurde etwas reduziert – eine leicht geringe Wärmemenge also freigesetzt.

Bei Applikation höherer Konzentrationen an Brandschutzmitteln kann die Wirkung verbessert werden. Die folgende Grafik (Abbildung 10) zeigt die HRR für die K 2-Komponenten Chemikalienkombination von 15 % (links) und 20 % (rechts) Feststoffgehalt in den Imprägnierlösungen. Es ist deutlich zu sehen, dass die Peaks später auftauchen als bei geringeren Konzentrationen (verzögerte Entflammung) – insbesondere wird jedoch deutlich, dass ab 20 % Feststoffgehalt Flammschutzmittel in der Imprägnierlösung der Volumenpeak nicht mehr auftaucht und die Flamme nach der Flächenbrandphase selbst erlischt. Auffallend ist, dass dennoch ein erhöhter Masseverlust in der Phase festgestellt werden kann, in der von einem Volumenbrand ausgegangen wird. Höhere Konzentrationen zeigen ein vergleichbares Verhalten wie 20 %.

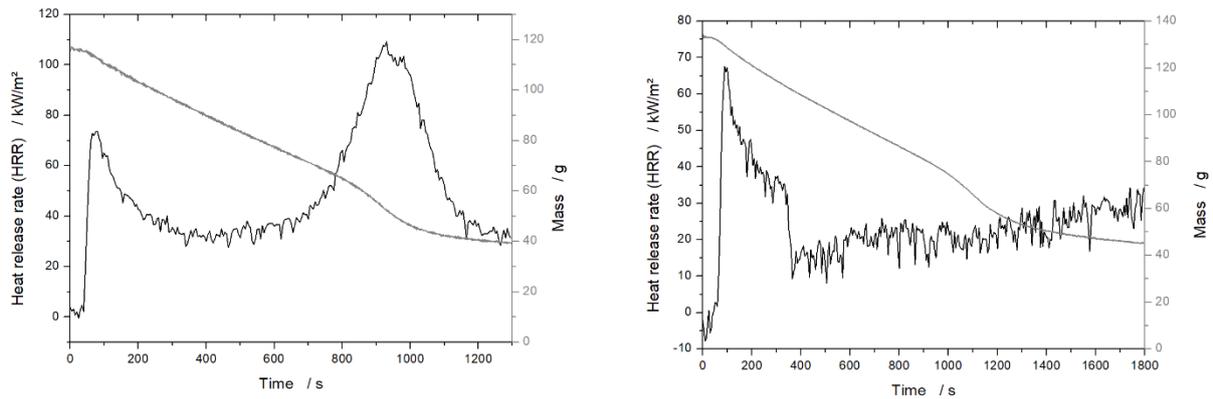


Abbildung 10: Cone-Kalorimeter Messungen von mit der 2-Komponentenvariante K behandelten Prüfkörpern. Links 15 % Feststoffgehalt der Imprägnierlösung, rechts 20 %.

Ökologisch und ökonomisch profitiert ein Imprägnierprozess von möglichst geringen Konzentrationen. Es wird im Folgenden deutlich, dass die K Variante weniger als andere Brandschutzchemikalien leistet. Gleiches gilt für die 1-Komponentenvariante G, wie Abbildung 11 zeigt.

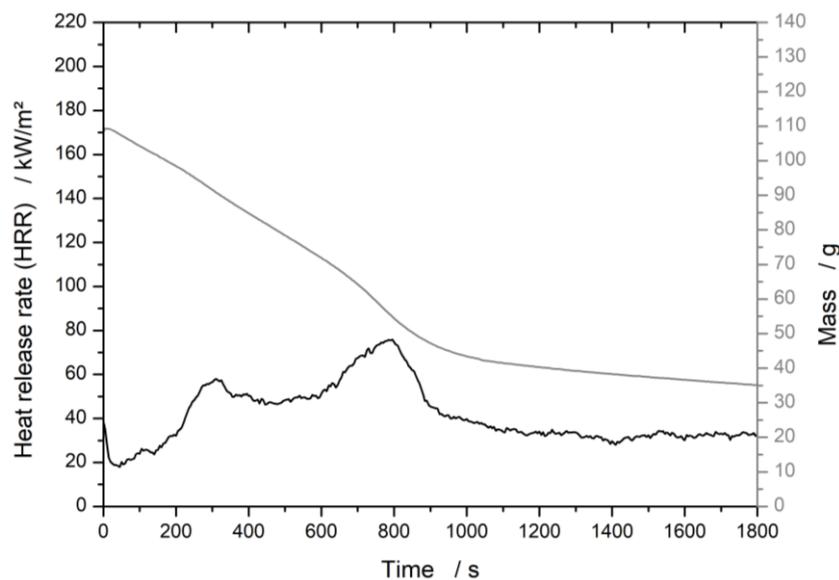


Abbildung 11: Cone-Kalorimeter Messungen von mit 15 % Feststoffgehalt der Imprägnierlösung 1-Komponentenvariante G behandelten Prüfkörpern.

Alle anderen Varianten, unabhängig ob 1-Komponenten- oder 2-Komponenten-Formulierung zeigen ein ausgesprochen positives Bild. Ab einer Behandlungskonzentration von 15 % Feststoffgehalt des Brandschutzmittels entsteht keine Flamme mehr. Auch nach einer maximalen Messzeit (und somit Heizzeit bei 50 kW/m<sup>2</sup>) von 30 Minuten kommt es zu keiner Flammbildung. Besonders hervorzuheben ist ebenfalls die sehr geringe freiwerdende Wärmemenge (HRR) – Ergebnisse von C und J mit jeweils 15 % Feststoffgehaltlösungen des Flammenschutzmittels sind in

Abbildung 12 dargestellt. Höhere Konzentrationen (bis 30 %) zeigen ein vergleichbares Verhalten und keine weiteren, signifikanten Verbesserungen im Brandschutz. Auch hier zeigt sich, dass bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung ein guter Kompromiss aus geringem Chemikalieneinsatz und Brandschutzwirkung gefunden zu sein scheint.

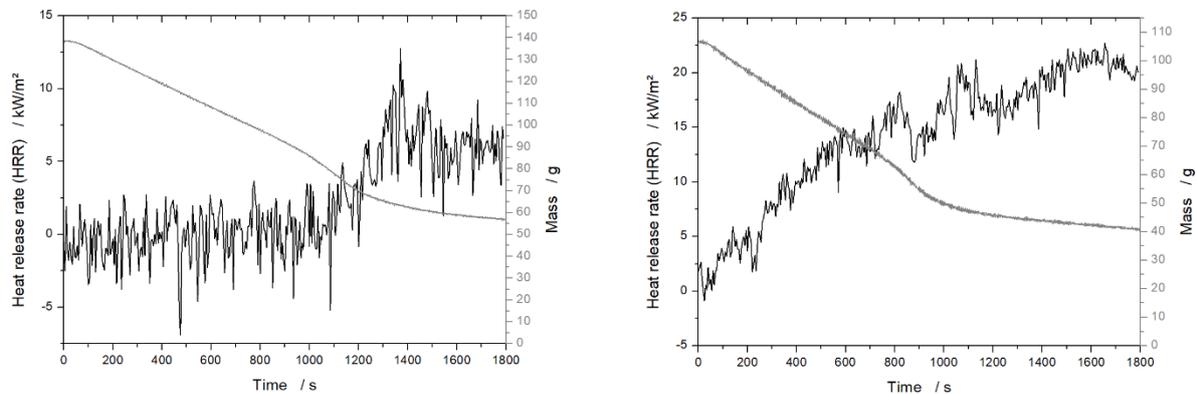


Abbildung 12: Cone-Kalorimeter Messungen von links C (1-Komponente) und rechts J (2-Komponente) behandelten Prüfkörpern mit 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung.

Für einige Formulierungen wurde eine Gasanalyse während der Cone-Kalorimeter Messungen durchgeführt. Die Gaskonzentrationskurve verläuft für gut funktionierende Flammschutzmittel ohne signifikanten Anstieg in der Kohlenstoffmonoxid (CO) und Kohlenstoffdioxid (CO<sub>2</sub>) Konzentration (vgl. Abbildung 13, rechts die Ergebnisse von mit Variante C behandelten Prüfkörpern). Deutlich zeigt sich jedoch der Unterschied zu weniger gut wirkenden Chemikalien, bei welchen es zu einer Entflammung der Probe kommt (Abbildung 13 links). Die dargestellten Ergebnisse der Messung von mit Variante K behandelten Prüfkörpern zeigen deutlich wie aufgrund der Flammentstehung die Sauerstoffkonzentration ab und die Kohlenstoffdioxidkonzentration zu nimmt. Für die mit exemplarisch für ein bei der gegebenen Konzentration von 15 % Feststoffgehalt besser wirkende Brandschutzchemikalie C imprägnierten Probekörper ist dieser Anstieg entsprechend weniger stark ausgeprägt, da es zu keiner Flambildung kommt. In beiden Fällen ist nach Ansicht der Autoren und auch internationaler Kollegen der Anstieg des toxischen Kohlenstoffmonoxidgehaltes vernachlässigbar klein und liegt im bei einer normalen Verbrennung zu erwartenden Rahmen.

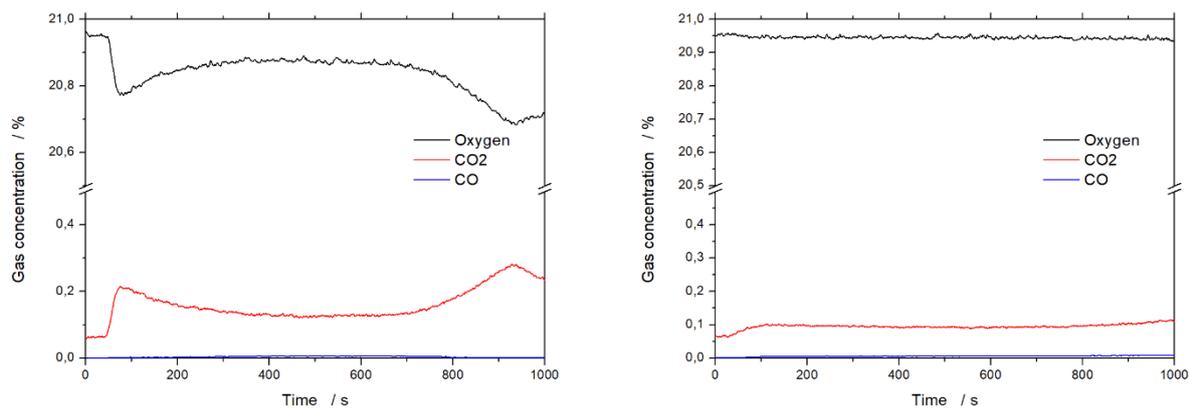


Abbildung 13: Gasanalyse während einer Cone-Kalorimetermessung. Links mit K behandelt, rechts C behandelt. Feststoffgehalt der Imprägnierlösung = 15 %.

Eine weitere Analyse erfolgte in einem Pyrolyse Gaschromatographen mit Massenspektrometrie-Kopplung (Pyr-GC-MS). Hierbei werden kleine Probemengen bei hohen Temperaturen ( $> 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) pyrolysiert und anschließend analysiert. Zwar ist die Pyrolyse nicht gleichzusetzen mit den exakten Vorgängen während einer Verbrennung, sie erlaubt aber wichtige Schritte zu analysieren bei welchen die Brenngase freigesetzt werden, welche letztlich brennen und zu einer Entzündung einer Probe führen. Eine erschöpfende Darstellung ist für den Ausgang des Projekts von keiner essentiellen Bedeutung. Die Ergebnisse verdeutlichen aber den Wirkmechanismus der brandschutzaktiven, stickstoffhaltigen Phosphorverbindung. Um diesen zu beleuchten und auch zu verifizieren, dass die Chemikalien wie theoretisch vorhergesagt funktionieren, werden im Folgenden die Ergebnisse der Messung einer unbehandelten Referenzprobe und eines mit Variante C behandelten Probekörpers exemplarisch besprochen. In der folgenden Tabelle sind die durch die Pyr-GC-MS Analyse erhaltenen fünf Hauptkomponenten aufgelistet.

Tabelle 2: Ergebnisse der Messung an einem Pyrolyse Gaschromatographen mit Massenspektrometrie-Kopplung (Pyr-GC-MS) von un behandelter Referenz und mit C behandelten Prüfkörpern.

Referenz		C 30 % Feststoffgehaltlösung	
Atom %	Komponente	Atom %	Komponente
14,316	Levoglucosan	30,503	Levoglucosan
8,305	Hydroxy Acetaldehyd	11,778	Levoglucosenon
5,7	Aceton	9,254	Kohlenstoffdioxid
5,175	Essigsäure	4,397	2-Butanon
4,561	1-Hydroxy-Propanon	2,97	1,4,6-dianhydro- $\alpha$ -d-glucopyranose

An Hand dieser Ergebnisse lässt sich gut zeigen, warum die Brandschutzmittel in Holz eine so gute Wirkung entfalten. Von besonderer Relevanz sind die Pyrolyseprodukte, welche für dehydrierte Zellulose stehen. In der Referenz, wie auch der behandelten Probe ist durch die Pyrolyse umgelagerte (isomere) Zellulose (Levoglucosan) das nach atom% größte Pyrolyseprodukt – wichtig ist jedoch die weit höhere Konzentration für die behandelte Probe: die Konzentration verdoppelt sich. Zusätzlich tauchen mit Levoglucosenon und 1,4,6-dianhydro- $\alpha$ -d-glucopyranose weitere Produkte der Dehydration von Zellulose bzw. artverwandten Zuckern bei den mit Brandschutzmittel behandelten Varianten auf. Dies entspricht einem erwarteten Wirkmechanismus der eingesetzten, phosphorhaltigen Brandschutzchemikalien: Die Dehydrierung vor allem der Zellulose wird katalysiert und somit eine stark verkohlte Oberfläche der Probe geschaffen. Diese verhindert zum einen als Sperrschicht einen Transport von Luftsauerstoff ins Innere der Holzprobe und zum anderen, dass brennbare Gase aus der Pyrolyse daran gehindert werden nach außen zu gelangen. Weiterhin wird durch die Dehydrierung, wie der Name vermuten lässt, Wasser freigesetzt. Dieses kann in der GC-MS nicht gemessen werden, verdünnt aber die bereits reduziert freigesetzten brennbaren Gase weiter, sodass es nicht zu einer Flammbildung kommen kann.

Abschließend lassen sich die Ergebnisse der Pyr-GC-MS und Cone-Kalorimeter Messungen auch über das freigesetzte Kohlenstoffdioxid gut gegenseitig verifizieren. Der in Abbildung 13 (rechts) gut sichtbare Anstieg der Kohlenstoffdioxidkonzentration beim mit C behandelten Prüfkörper wird nicht durch eine Verbrennung hervorgerufen, dann müsste der Sauerstoffgehalt ebenfalls sinken, wie bei dem mit K behandelten Prüfkörper. Der Kohlenstoffdioxidanstieg lässt sich ausschließlich durch die Pyrolyse erklären, wie die obige Tabelle zeigt.

Von besonderer Relevanz für die Außenanwendung ist die Fixierung der Flammenschutzchemikalien auch unter Kontakt mit Feuchte bzw. flüssigem Wasser (z.B. Regenwasser). Bereits im Labormaßstab konnte gezeigt werden, dass die 2-Komponenten Variante J auch nach einer Kaltwasser-Auswaschung gemäß EN84 im Holz verbleibt, während sich für 1-Komponentenvarianten nur ein sehr geringer, bzw. kein Massenzuwachs im Vergleich zum Initialgewicht bestimmen lässt. Der Effekt einer Auswaschung bzw. reduzierten Auswaschung zeigen sich auch in den Messungen der HRR im Massenverlustkalorimeter.

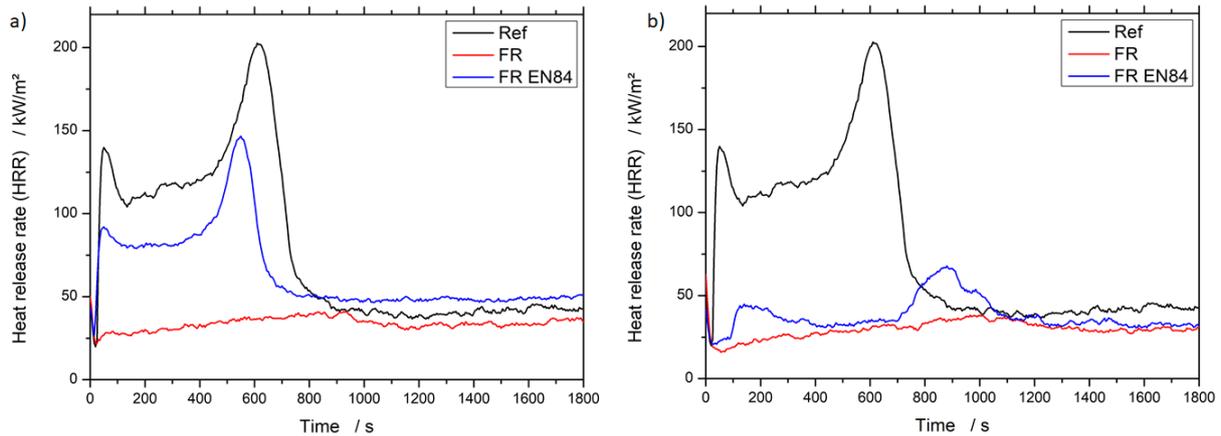


Abbildung 14: Massenverlust-Kalorimeter Messungen von C und J behandelten Prüfkörpern mit 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung. Schwarz zeigt eine unbehandelte Kieferreferenz; rot zeigt imprägnierte Prüfkörper; blau zeigt imprägnierte und anschließend nach EN84 ausgewaschene Prüfkörper. a) C b) J.

Es wird deutlich, dass sich die freigesetzte Wärmemenge auch nach 30-minütiger Hitzebestrahlung sehr gering ist und sich die Proben nicht entzünden, wenn sie mit Variante C oder J mit 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung behandelt wurden. Nach der Auswaschung zeigt sich für die C Variante, dass es wieder zu einer Entzündung des Holzes kommt, diese auch weniger Wärme freisetzt, aber den Entzündzeitpunkt weitestgehend unverändert lässt. Dies deckt sich mit den Ergebnissen aus den Messungen im kleinen Labormaßstab zur Auswaschung (siehe Abbildung 3), bei der für die C Variante eine vollständige Auswaschung gezeigt wurde. Anders verhält es sich für die J Variante: Hier verblieb bereits im Labortest ein signifikanter Anteil Chemikalie nach Auswaschung im Holz (Bemessen anhand des WPG). Dieses Ergebnis zeigt sich nun ebenfalls in den HRR Messungen, so ist der Entzündzeitpunkt auch nach Auswaschung weiterhin signifikant verzögert und die entstehenden Flammen liefern nur eine stark reduzierte Wärmemenge. Laut den Vorhersagen des technischen Forschungszentrums Finnland (VTT)<sup>3</sup> sollte für die entsprechende Behandlungsformulierung somit auch nach einer längeren Bewitterung eine B Klassifizierung nach EN 13501-1 wahrscheinlich sein.

Wie besonders dieses Ergebnis ist, wird im Vergleich der Ergebnisse aus dem MLC bzw. CC nach Auswaschung (Flüssigwasserkontakt) gemäß EN84 deutlich. Abbildung 15 vergleicht alle in diesem Versuchsabschnitt untersuchten Brandschutzchemikalien (ohne Variante H und K), welche mit 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung imprägniert wurden. Entsprechend wurden die Prüfkörper ausgewaschen und im Massenverlust-Kalorimeter analysiert. Mit Ausnahme der mit J imprägnierten Prüfkörper zeigen alle anderen Brandschutzchemikalien ein ähnliches Bild, dass

<sup>3</sup> <http://virtual.vtt.fi/virtual/innofirewood/stateofheart/database/estimating/estimate.html>

zwar die HRR reduziert wird, es jedoch zu einer Entflammung kommt. Einzig die Behandlung mit J verzögert die Entzündezeit signifikant und reduziert zusätzlich die freigesetzte Wärmemenge um ein Vielfaches stärker.

Weitere Ergebnisse der MLC Messungen finden sich im Anhang in den Abbildungen 40 – 48.

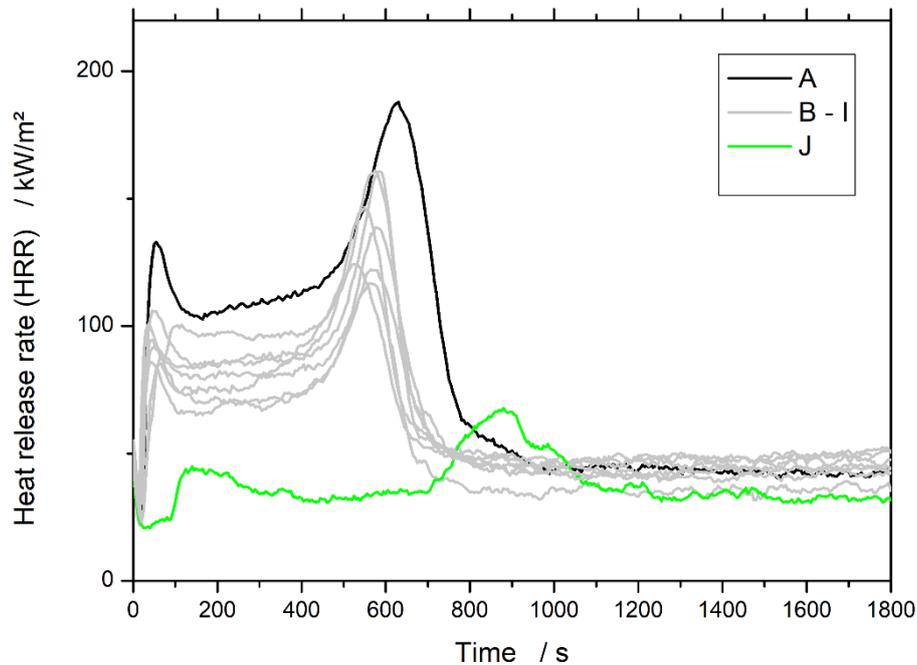


Abbildung 15: Massenverlust-Kalorimeter Messungen nach Auswaschung (EN84) von einer unbehandelten Referenz (schwarz) und sieben verschiedenen Brandschutzchemikalien (1-Komponente und 2-Komponente) (B - I). Mit J behandelte Messungen (grün) zeigen eine signifikant verbesserte Brandschutzwirkung als andere Brandschutzchemikalien.

### 2.3 Arbeitspaket 3: Ermittlung veränderter Holzeigenschaften

Die Imprägnierung mit Brandschutzchemikalien kann auch einen Effekt auf weitere Materialeigenschaften des Holzes haben. In Arbeitspaket 3 wurden deshalb die mechanischen Eigenschaften, als auch die biologische Dauerhaftigkeit (Resistenz gegen Pilze) untersucht.

Für die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften wurden gemäß DIN 52186 in einem Dreipunkt-Biegeversuch statische Festigkeitswerte ermittelt. Hierzu wurden Prüfkörper der Größe  $10 \times 10 \times 180 \text{ mm}^3$  entsprechend des in 2.1 beschriebenen Vorgehens mit einer 15 % Feststoffgehalt Lösung imprägniert, getrocknet bzw. ausreagiert und im Anschluss darauf bis zur Massenkonstanz über mehrere Wochen im Normklima bei  $20 \text{ °C}$  und 65 % rel. Luftfeuchte konditioniert. Die dynamische Bruchschlagarbeit wurde entsprechend und in Anlehnung an die DIN 52189 an einem Pendelschlagwerk bestimmt – die Prüfkörper gleicher Größe wurden nach

gleichen Vorgaben imprägniert und konditioniert. Die Ergebnisse sind in Abbildung 16 – 18 grafisch dargestellt.

Die Bruchschlagarbeit hat sich durch das Imprägnieren mit Brandschutzformulierungen im besten Fall im Vergleich zur unbehandelten Referenz nicht verändert – oft leicht reduziert. Für die meisten Anwendungen von Holzprodukten wird jedoch kein kritisches Maß erreicht. Insbesondere die 1-Komponentenchemikalien F und G liefern hier gute Ergebnisse.

Im Bereich der für den baulichen Sektor relevanteren statischen Daten der Biegespannung und des Elastizitätsmoduls zeigen sich ebenfalls deutliche Unterschiede zwischen den Formulierungen.

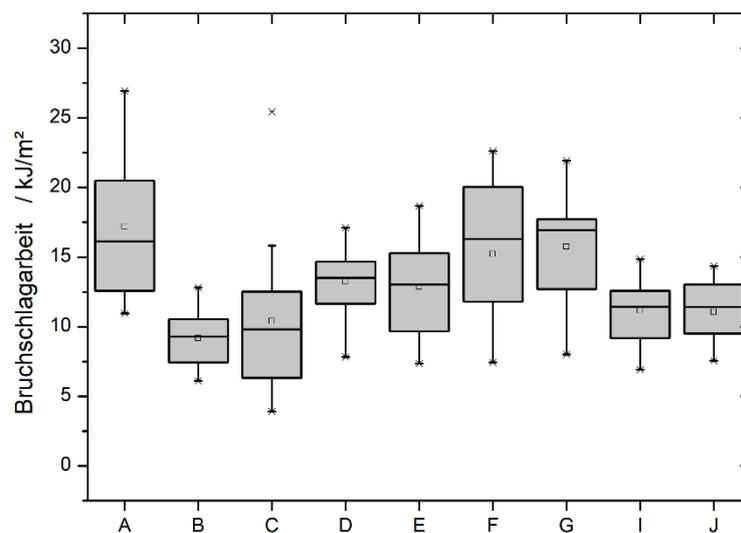


Abbildung 16: Ermittelte Bruchschlagarbeit in Anlehnung an DIN 52189 von einer Referenz A und verschiedenen Brandschutzchemikalien, die mit 15 % Feststoffgehalt in der Lösung imprägniert wurde.

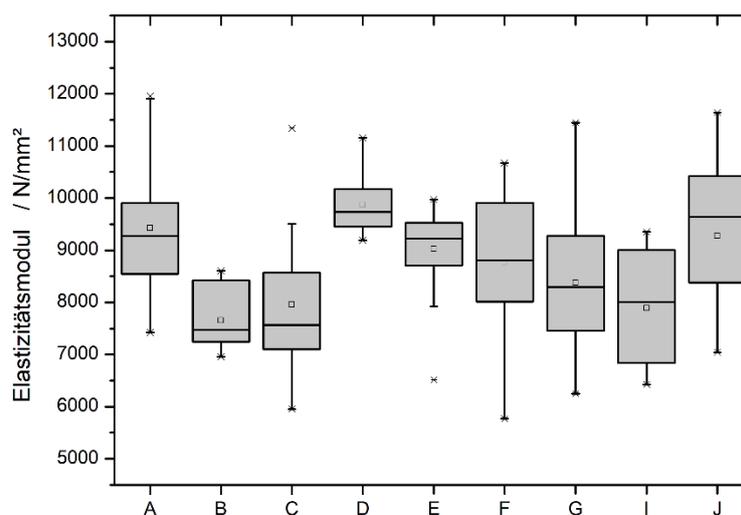


Abbildung 17: Ermitteltes Elastizitätsmodul in Anlehnung an DIN 52186 von einer Referenz A und verschiedenen Brandschutzchemikalien, die mit 15 % Feststoffgehalt in der Lösung imprägniert wurde.

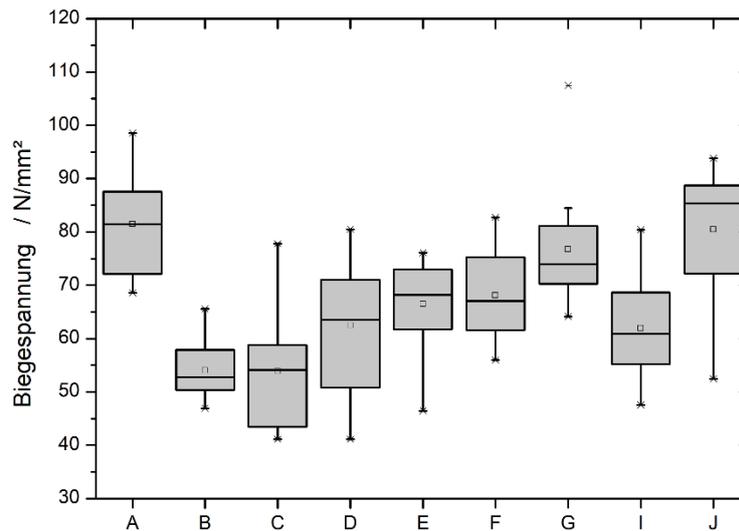


Abbildung 18: Ermittelte Biegespannung in Anlehnung an DIN 52186 von einer Referenz A und verschiedenen Brandschutzchemikalien, die mit 15 % Feststoffgehalt in der Lösung imprägniert wurde.

Hier zeigen einige imprägnierte Prüfkörper sehr gute Eigenschaften, die sich nicht, bzw. nur sehr wenig von der unbehandelten Referenz unterscheiden. Insbesondere sind hier aus den 1-Komponentensystemen die Flamschutzchemikalien D, F und G zu nennen. Bei den beiden 2-Komponentensystemen mit Textilvernetzern zeigt Variante J sehr gute statische Eigenschaften. Um die Ergebnisse in einen praktischen Kontext zu setzen, ist bei jetzigem Stand davon auszugehen, dass die erreichten mechanischen Eigenschaften die notwendigen Voraussetzungen erfüllen, um z.B. ein Haus verkleiden zu können.

Auch wurde in Anlehnung an EN 113-2 die Dauerhaftigkeit (Resistenz von Holz gegenüber holzerstörenden Pilzen) der imprägnierten Prüfkörper in einem Laborversuch untersucht. Hierzu wurden je 30 Probekörper je Behandlungsvariante und Prüfpilz untersucht. Die Prüfkörper werden gemäß der in 2.1 beschriebenen Vorgehensweise imprägniert – die Lösungen beinhalten 15 % Feststoffgehalt der Brandschutzchemikalien. Anschließend erfolgt der bewährte Trocknungszyklus von einer Woche Raumklima und einer Woche Heizrampe (siehe ...). Da bei dem Experiment der durch pilzlichen Abbau bedingte Masseverlust erfasst wird, wurden die Probekörper vor dem Experiment nach EN 84 ausgewaschen, sodass ein etwaiges Auswaschen der Chemikalien während des eigentlichen Versuchs keinen Einfluss auf die Masse hat, sondern diese lediglich durch den Abbau von Holzsubstanz durch die Pilze verursacht sein sollte. Behandelte Prüfkörper werden mit einem Weißfäulepilz (*Trametes versicolor*) sowie zwei Braunfäuleerregern inkubiert (*Coniophora puteana*, *Rhodonia placenta*). Hierbei wird eine Nährlösung in Inkubationsschalen gegossen und die Prüfkörper, sowie die Schalen im Überdruck im Autoklaven erhitzt – so soll sichergestellt sein, dass in den Schalen nur die Pilze wachsen, die auch zugegeben werden und es zu keiner

Verunreinigung durch Pilzsporen in der normalen Umgebungsluft kommen kann. Alle nachgelagerten Arbeitsschritte finden aus diesem Grund unter einer speziellen Arbeitsbank unter stetem Luftfluss und regelmäßiger Reinigung mit Ethanol statt. Die Nährlösungen werden mit Pilzsporen überimpft, für zwei Wochen wachsen lassen und schließlich immer zwei Probekörper auf ihm platziert. Nach 16 Wochen Inkubationszeit bei für den Pilz guten Wachstumsbedingungen werden die Prüfkörper ausgebaut und der Masseverlust entsprechend ihres wasserfreien (atro) Gewichts bestimmt. Um eine Aktivität der eingesetzten Pilze zu gewährleisten, werden unbehandelte Laub- und Nadelholzprobekörper dem Versuchsumfang hinzugefügt und analysiert. Für Nadelholz wird dies mit den Probekörpern A gewährleistet, beim Laubholz wurde Buche verwendet.

Aufgrund der langen Vorlauf- sowie Inkubationszeit, der großen Probekörperanzahl (90 je



Brandschutzbehandlung, zzgl. Unbehandelten Referenzen und Virulenzen) und des limitierten Raumangebots in den Inkubationsräumen mit genormten Klima, können nicht alle Chemikalienvarianten getestet werden. Exemplarisch wurde hier beschlossen zwei 1-Komponentensysteme, sowie beide 2-Komponentensysteme experimentell zu untersuchen. Bei der Auswahl der 1-Komponentensysteme wurde sich für zwei

Varianten entschieden, die bei den Brandtests im Massenverlustkalorimeter, bzw. Cone-Kalorimeter sehr gute Ergebnisse erzielten (C und F). Da sich nur noch zwei 2-Komponenten Chemikalien in der

*Abbildung 19:* Exemplarisches Bild von zwei ausgebauten EN 113 Prüfkörpern nach 16 Wochen.

Analysenkohorte befinden, musste an dieser Stelle keine Auswahl erfolgen; untersucht werden in diesem Fall Variante I und J. Die entsprechenden Ergebnisse finden sich in den folgenden drei Abbildung 20 – 22.

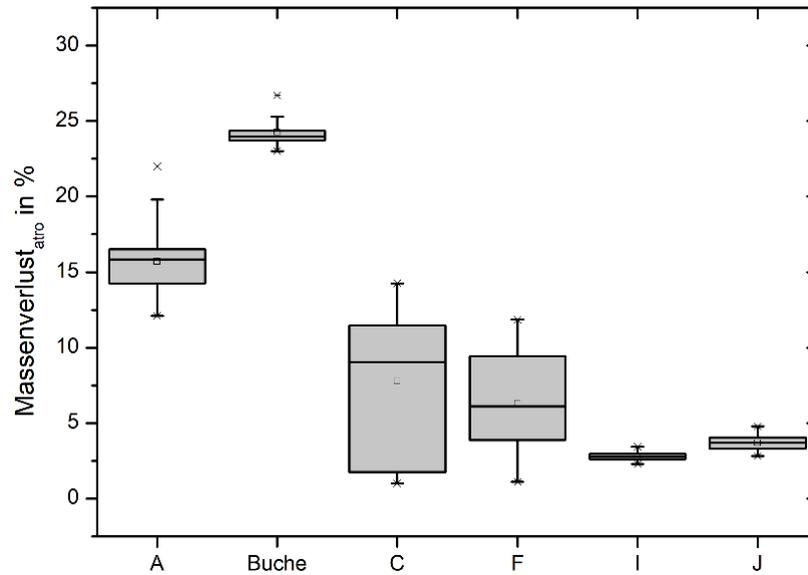


Abbildung 20: Ergebnisse des prozentualen Massenverlusts von mit 15 % Feststoffgehalt der Brandschutzchemikalie behandelten Probekörpern nach Auswaschung gemäß EN 84 und 16-wöchiger Inkubation mit *Trametes versicolor* in Anlehnung an die EN 113-2 nach Auswaschung (EN 84).

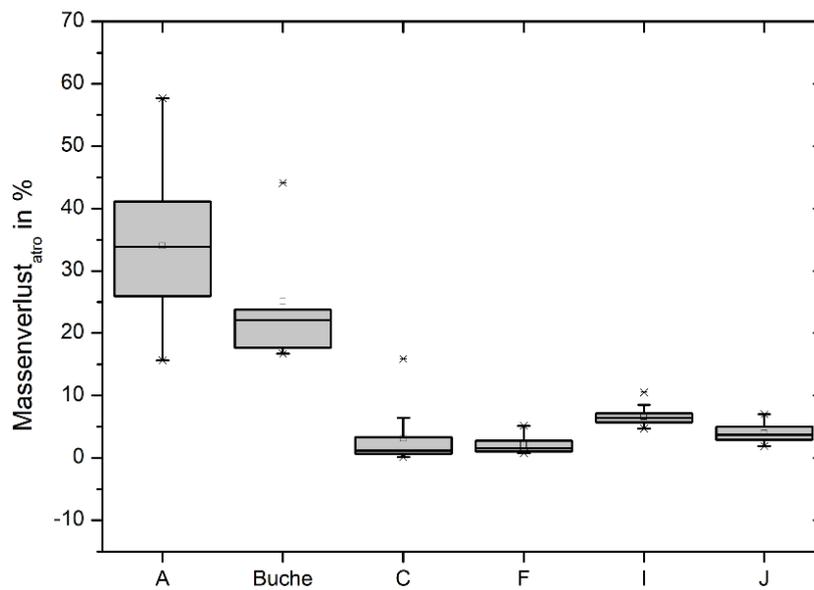


Abbildung 21: Ergebnisse des prozentualen Massenverlusts nach EN 113-2 von mit 15 % Feststoffgehalt der Brandschutzchemikalie imprägnierten Probekörpern nach 16 wöchiger Inkubation mit *Rhodonia placenta* nach Auswaschung (EN84)

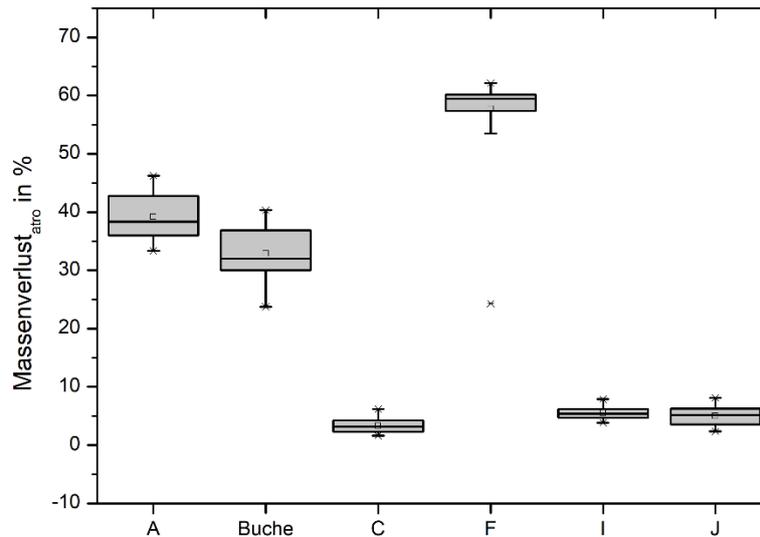


Abbildung 22: Ergebnisse des prozentualen Massenverlusts nach EN 113-2 von mit 15 % Feststoffgehalt der Brandschutzchemikalie imprägnierten Probekörpern nach 16 wöchiger Inkubation mit *Coniophora puteana* nach Auswaschung (EN84).

Zunächst lässt sich sagen, dass die drei Pilze wie erhofft über die 16 Wochen aktiv waren, wie der Abbau bemessen anhand des prozentualen Massenverlustes an den unbehandelten Buche Referenzen und Kiefer Referenzen (A) zeigen. Die Behandlungen mit C, I und J reduzieren für alle drei eingesetzten Pilze die Abbaurate signifikant. Die einzige Ausnahme bildet Variante F, im Falle der Braunfäule *Rhodonía placenta*. Man sieht deutlich die stark erhöhte Abbaurate, die sogar die der Virulenzen / unbehandelten Referenzen übersteigt. Gründe dafür könnten darin liegen, dass die 1-Komponenten Brandschutzchemikalie die im Holz als Lignocellulose-Material zu einem großen Teil vorliegenden Polysacharide (Cellulose, Hemicellulose) spaltet und eine Verwertung und somit den Abbau der bestehenden Holzmatrix durch den Pilz beschleunigt. Der Unterschied zwischen *Coniophora puteana*, *Rhodonía placenta* und *Trametes versicolor* könnte hierbei auf eine selektive Wirkung der Chemikalie auf den Pilz selbst verstanden werden.

#### 2.4 Arbeitspaket 4: Behandlungsprozess im Pilot-/Prozessmaßstab

Aufgrund der guten brandhemmenden Wirkung, insbesondere nach Auswaschung, und der guten Ergebnisse aus dem Dauerhaftigkeitstest, konzentrieren sich die folgenden Versuche zur Prozessentwicklung auf die mit Variante J imprägnierten Holzproben..

Die Probekörperabmessungen sind auf den im späteren Verlauf angestrebten Single Burning Item Test nach DIN EN 13823 ausgelegt. Aus den imprägnierten Brettdimensionen können und werden

typische Fassadencladdings / Wandvertäfelungen gefräst. Für den SBI wird ein L-förmiger Prüfkörper verwendet mit 1 m hohen sowie 1 m und 0,5 m breiten Seitenwänden.

Vor Imprägnierung wurden die Hirnflächen der Bretter in mehreren Lagen mit einer Polyesterformulierung versiegelt. Durch die Versiegelung der Hirnflächen wurde eine laterale Eindringung der Lösungsformulierung bedingt und ein erhöhter Flüssigkeitstransport über die Hirnflächen unterbunden. Letzteres diente der Prüfung der Prozessparameter zur Behandlung von längeren Prüfkörperdimensionen mit Blick auf eine Behandlung von Holzproben im industriellen Maßstab. Die Materialstärke wurde der großtechnischen Anwendung entsprechend gewählt.



*Abbildung 23:* Symbolbild der bereits imprägnierten Bretter mit 1 m und 0,5 m Länge. Deutlich zu erkennen sind die versiegelten Kanten, um ein Eindringen der Lösung in axialer Richtung zu unterbinden.

Im Gegensatz zum Labormaßstab erfolgt keine vorherige Trocknung auf 0 % Holzfeuchte der zu imprägnierenden Hölzer – im industriellen Maßstab wäre dies finanziell und zeitlich nur schwer umsetzbar. Entsprechend werden die technisch-getrockneten Bretter mit einer Holzfeuchte von etwa 10 % imprägniert. Bei der Imprägnierlösung wird auf die sich in den Laborversuchen bewährte Formulierung von 15 % Feststoffgehalt des Brandschutzmittels, und 20 % Feststoffgehalt des Kondensationsharzes zurückgegriffen.

Unmittelbar nach der Imprägnierung wurde das imprägnierte Holz in einer Pilot-Trocknungsanlage getrocknet und die Modifizierungschemikalien ausreagiert. Abbildung 24 zeigt schematisch den Ablauf des sog. ‚Curing-Prozesses‘, der sich durch vorangegangene Versuche, welche auf die Prozessoptimierung ausgerichtet waren, als zielführend erwiesen hat. Diese Prozessoptimierung ist zwar aufwendig, aber von zentraler Bedeutung für die Trocknung, da von den Experimenten

mit Kleinproben im Labormaßstab nicht auf das Vorgehen in praxisrelevanten Probendimensionen geschlossen werden kann. Eine Prozessoptimierung kann nur iterativ in empirischen Experimenten erfolgen, da wichtige Prozessergebnisse, wie z.B. das Ausbleiben von Verformungen, Rissen und Verfärbungen, von kleinen Probekörpern ausgehend nicht zielführend eruiert werden kann.

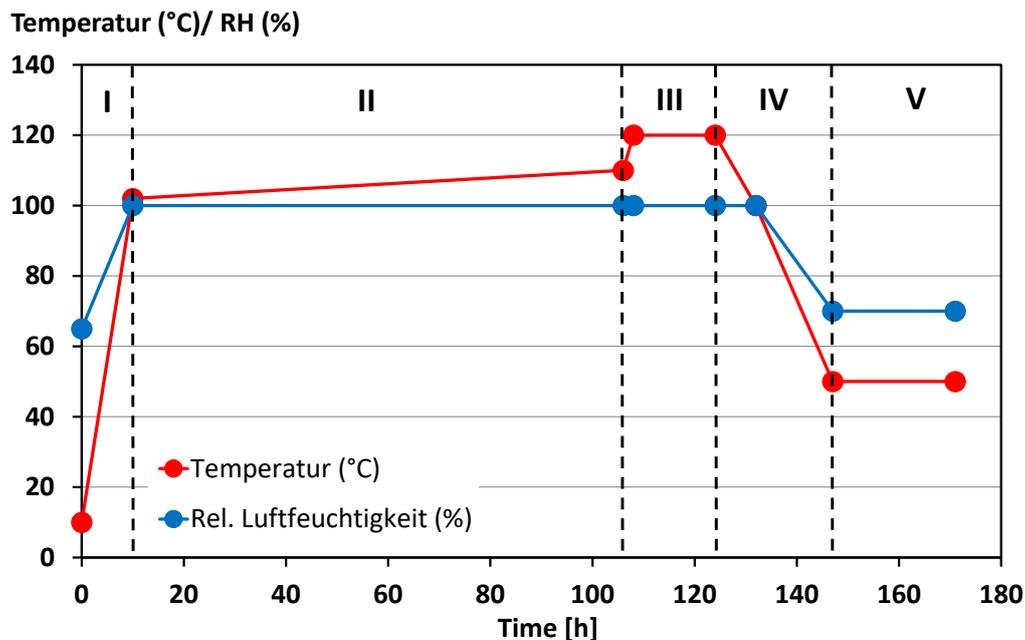


Abbildung 24: Prozessschema – Trocknung imprägnierten Holzes bei zeitgleich ablaufender Aushärtung (Reaktion) der Modifizierungschemikalie unter Heißdampfatmosfera bei 120 °C.

Technisch erfordert der Prozess einerseits die Trocknung (Entfernung des Wassers) der imprägnierten Probekörper (Holzfeuchten weit über Fasersättigung nach Imprägnierung; flüssiges Wasser) unter Vermeidung von Trocknungsfehlern (Risse, Verformungen, Zellkollaps etc.) sowie zugleich die Aushärtung (vollständige Reaktion) der Modifizierungschemikalien unter Vermeidung einer Migration der Moleküle mit Wasser (Trocknungsbewegungen), was zu einer ungleichmäßigen Verteilung der ausreagierten Chemikalie und Spannungsunterschieden im Holzkörper führen würde. Maßgeblich sind im vorliegenden Falle Temperaturen im Bereich von 120 °C, die für eine vollständige Aushärtung der Chemikalie erforderlich sind, zugleich jedoch ein hohes Risiko für das Entstehen von Trocknungsfehlern darstellen. Ein dahingehender Kompromiss wurde in einer Hochtemperaturtrocknung unter Heißdampfatmosfera gefunden, die sich in 5 Phasen gliedert:

- I. Aufheizen auf 102 °C (Heizrata ca. 10 °C/h) und Einstellung einer Heißdampfatmosfera (Sauerstoff in der Trocknungskammer wird vollständig durch Wasserdampf ausgetauscht).

- II. Aufheizen auf 110 °C unter Heißdampfatmosphäre (Wasserdampf der in der Trocknungskammer auf > 100 °C ‚überhitzt‘ wird) mit Heizraten von ca. 0,1 °C/h.
- III. Aushärtungsphase bei 120 °C unter Heißdampfatmosphäre.
- IV. Kühlphase (> 100 °C unter Heißdampfatmosphäre; < 100 °C ca. 70 – 80 % RH).
- V. Konditionierungsphase bei 50 °C, 70 % RH.

Der dargestellte Prozess ermöglichte eine homogene Verteilung und Aushärtung der Modifizierungschemikalien. An behandelten Holzproben waren keine Trocknungsfehler (Risse, Verformungen) zu erkennen und es zeigten sich keine negativen Einflüsse (bspw. Spannungsunterschiede) während einer mechanischen Weiterverarbeitung.

Auch im größeren Maßstab konnte das Holz vollständig durchtränkt und somit imprägniert werden. Im Mittel wurde ein WPG von 37 % erreicht. Nach Trocknung, bzw. Curing, wurde eine für den sofortigen Gebrauch befähigende Holzfeuchte von 11,7 % erreicht.

## 2.5 Arbeitspaket 5: Brandverhalten in Gebrauchsabmessungen

Die brandschützenden Eigenschaften der im Pilotmaßstab imprägnierten Bretter sollten in einem Single Burning Item Test (SBI) nach DIN EN ISO 13823 ermittelt werden. Die behandelten Prüfkörper, sowie unbehandelte Referenzen, wurden entsprechend einer später möglichen Anwendung als Fassadencladding mechanisch bearbeitet und mit einer Nut und Feder versehen.

Die aktuell (Herbst 2020) zweite Welle der Covid-19 Pandemie in Deutschland macht eine Versuchsdurchführung nach Norm noch in der angesetzten Projektlaufzeit unmöglich – eine kurzfristige Absage der Tests konnte nicht vermieden werden. Um dennoch eine Aussage über die Brandschutzwirkung in Gebrauchsabmessung zu erhalten, wurde ein an die Norm angelehnter Testaufbau designt, gebaut und entsprechend verwendet. Hierzu wurden die Prüfkörper auf ein Gestell geschraubt und für eine Beflammung der Fläche, als auch in L-Form für eine Beflammung der Ecke, vorbereitet. Die eigentliche Versuchsdurchführung geschah in einem provisorisch umgebauten und mit einer Waage ausgestatteten Trockenkammer, um eine windstille und gleichzeitig brandsichere Umgebung zu schaffen. Alle Prüfkörper wurden mit einer Propangasflamme eines entsprechenden Brenners im Abstand von 12 cm für 15 Minuten beflammt. Bei der Flamme handelt es sich um eine leuchtende (also nicht rauschende Flamme),

welche am ehesten einem natürlichen Brand entspricht und so auch in der Norm DIN EN ISO 13823 Anwendung findet.

Während des Experiments zeigten sich deutliche Unterschiede zwischen den behandelten und unbehandelten Prüfkörpern. Unbehandelte Prüfkörper entzündeten sich sowohl bei der Flächen-, als auch Eckbeflammung nach kurzer Zeit (75 Sekunden, bzw. 90 Sekunden) und brannten auch nur für wenige Minuten weiter, als die Brennerflamme entfernt wurde. Ganz anders verhielten sich die mit J imprägnierten Prüfkörper: Hier kam es auch nach der gesamten Beflammungszeit von 15 Minuten nicht zu einer Entzündung der Holzverkleidung. Das Holz wurde nur oberflächlich verkoht (was zum Wirkmechanismus von Brandschutzchemikalien gehört), allerdings nicht in der Tiefe angegriffen.



Abbildung 25: Flächenbeflammung einer gebauten Holzverkleidung. Links unbehandelte Kiefer; rechts mit J imprägniert.

Abbildung 25 zeigt deutlich im oberen Teil bereits den optischen Unterschied während der eigentlichen Beflammung einer unbehandelten und mit Flammenschutzchemikalien ausgerüsteten Fassadenkonstruktion. Die Flammen schlagen höher, die verkohlten Stellen werden größer. Auch beim Bild nach der Beflammung sind die Unterschiede deutlich, jedoch auf dem Bild nicht so deutlich wie in der Realität, wahrnehmbar. Man sieht zum einen an den grauen Stellen, dass Holz komplett verbrannt ist, und zum anderen bei genauerem Hinsehen, dass die Holzfläche der unbehandelten Referenz nach dem Brandtest konkav ist. Hier kam es zu einem größeren Holzabbau durch die Flammen.

In Abbildung 26 ist das Vorgehen und Endergebnis der Eckbeflammung zu sehen. Deutlich sind für die Referenzmessung die hoch aufschlagenden Flammen zu sehen, die zu einer weiter nach oben überschlagenden Flamme beigetragen hätten, wenn die Prüfkörper noch höher gewesen wären. Der komplette Prüfkörper brennt in der Ecke und der Brand bleibt auch nach Wegnahme der Flamme für wenige Minuten erhalten. Bei den behandelten Prüfkörpern ist das nicht zu erkennen. Es kommt zu keiner Entzündung des Prüfkörpers. Auch im wird dies sehr deutlich. Während die Referenz im Bereich über der Beflammung komplett gebrannt hat und so auch bereits veraschte Bereiche und signifikanter Materialverlust erkennbar sind, zeigt die behandelte Probe lediglich eine konische Form der Verkohlung auf der Probekörperoberfläche. Dies liegt daran, dass es keinen eigenen Beitrag des Holzes zum Brandgeschehen gab und lediglich eine gewünschte Karbonisierung stattfindet, die als Schutzschirm für das darunterliegende Holz fungiert.



Abbildung 26: Eckbeflammung einer gebauten Holzverkleidung. Links unbehandelte Kiefer; rechts mit J imprägniert.

## 2.6 End-of-life Nutzung in Spanplatten / Kaskadennutzung

Altholz kann und wird bei der Spanplattenproduktion verwendet. Dieses End-of-life Szenario wäre generell auch für das mit den hier verwendeten Brandschutzchemikalien behandelte Holz von Bedeutung. Eine wichtige Frage ist jedoch in diesem Zusammenhang, ob die in der Holzwerkstoffindustrie eingesetzten Kleber in der Lage sind auch mit der Brandschutzchemikalie behandeltes Holz zu verkleben. Nur dann wäre eine solche Kaskadennutzung sinnvoll.

Da kein altes Material in ausreichender Menge zur Verfügung stand, wurde stattdessen in einem proof-of-concept Experiment mit unbehandelten Holzspänen aus der Holzwerkstoffindustrie gearbeitet. Diese wurden wie auch die anderen Probekörper nach den in 2.1 beschriebenen Prozessparametern in einem Vakuum-Druck Verfahren exemplarisch mit einer 15 % Feststoffgehalt des Brandschutzmittels C beinhaltenden Lösung imprägniert. Durch die chemische Ähnlichkeit aller verwendeten Produkte, ist von einem sehr vergleichbaren Ergebnisse auszugehen. Die Späne wurden im Anschluss auf etwa 7 % Holzfeuchte (im Verlauf des Pressens wird durch gezieltes Besprühen mit Wasser der Gehalt auf etwa 9 % erhöht) getrocknet und Spanplatten wie folgt gepresst: Als Bindemittel wurde Polymeres Diphenylmethandiisocyanat (PMDI) verwendet: in den Oberflächenlagen 5 % und in der Mittellage 3 %, bezogen jeweils auf die Trockenmasse der Holzspäne. Die 17 mm starken Platten wurde bei 200 °C für 255 Sekunden (15 Sekunden pro mm Dicke) mit einem Druck von 6 N/mm<sup>2</sup> heißgepresst.

Die hergestellten Spanplatten machen einen sehr guten optischen Eindruck. Dieser konnte durch Messungen bestätigt werden: Die Biegefestigkeit wurde nach DIN EN 310 in einem Dreipunktbiege-Versuch untersucht und die Querkzugfestigkeit nach DIN EN 319. Bei einer Dichte von 749 kg/m<sup>3</sup> erreichte die Platte praktikable Werte: Das Elastizitätsmodul beträgt 1987 N/mm<sup>2</sup>, die Biegefestigkeit 11,6 N/mm<sup>2</sup> und die Querkzugfestigkeit 0,8 N/mm<sup>2</sup>.

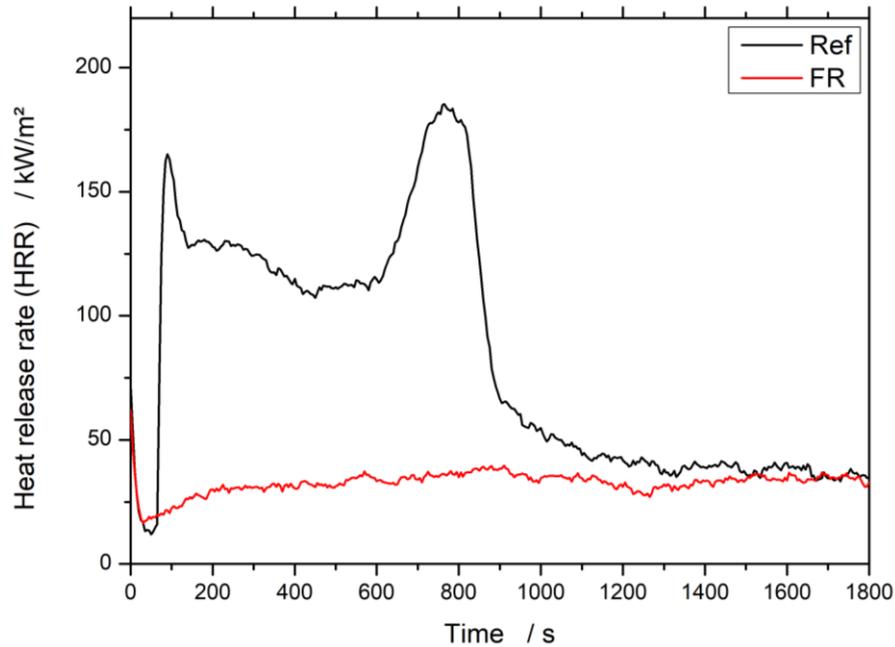


Abbildung 27: Massenverlustkalorimetrische Messung von einer Spanplattenreferenz (schwarz) und einer aus mit C imprägnierten Spänen hergestellten Spanplatte (rot).

Auch die Brandeigenschaften wurden mittels des Massenverlustkalorimeters bestimmt. Wie die Messungen (Abbildung 27) zeigen ist es nicht nur möglich mit in der Industrie verwendeten Bindemitteln mechanisch belastbare Platten herzustellen. Zusätzlich können so auch für den Brandschutz ertüchtigte Platten hergestellt werden. Legt man wieder die Veröffentlichung der finnischen Kollegen als Maßstab an, sollte eine Bewertung nach EN 13501-1 eine B Klassifizierung wahrscheinlich sein.

### 3. Fazit

Ziel des Projektes war es mit Hilfe von halogen- und boratfreien Brandschutzchemikalien einen erhöhten und auswaschungsresistenten Brandschutz in Holzprodukten zu erbringen, indem die Wirkung von Textilvernetzern im Einsatz in Holz erprobt wird. Im Verlauf des Forschungsprojektes konnten über verschiedene Größenskalen vom kleinen Labormaßstab bis hin zu Gebrauchsabmessungen gezeigt werden, dass sich die verwendeten Chemikalien dazu eignen, Holz zu imprägnieren und mit diesen eine entsprechende Brandschutzwirkung zu erzielen.

Besonders hervorzuheben ist, dass durch den Einsatz von Textilvernetzern eine bewitterungsbeständige Brandschutzausrüstung erzielt werden konnte. Die behandelten Probekörper zeigten auch nach zweiwöchiger Auswaschung gemäß EN84 (beschleunigter Alterungszyklus) im Massenverlustkalorimeter Ergebnisse, die eine B Klassifizierung nach EN 13501-1 prognostizieren. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass bei dieser Behandlung keine für die angedachte Verwendung relevante Veränderung des Elastizitätsmoduls oder der maximalen Biegespannung auftritt. Zusätzlich konnte ein signifikant verringerter Masseverlust bei der Überprüfung der biologischen Dauerhaftigkeit gezeigt werden. Dieses Experiment wird durchgeführt, nachdem die Prüfkörper über 14 Tage ausgewaschen wurden (EN 84) – es konnte also mittels entsprechender Behandlung eine erhöhte Pilzresistenz und Brandschutzwirkung in Vollholzprüfkörpern erzeugt werden. Dies ermöglicht eine Anwendung des imprägnierten Holzes in zahlreichen Produkten für die Außenanwendung, da der natürliche Holzabbau durch holzerstörende Organismen gehemmt wird.

Um die Möglichkeit einer Kaskadennutzung zu eruieren, wurde eine Spanplatte aus mit Flammschutzmitteln imprägnierten Spänen produziert. Diese zeigte bereits in ersten Versuchen für die praktische Anwendung geeignete mechanische Eigenschaften, sowie sehr gute brandschutztechnische Eigenschaften – welche wieder eine B Klassifizierung prognostizierten. Von größerer Bedeutung als die Eigenschaften der Platte selbst war allerdings die Tatsache, dass das untersuchte und in der Industrie üblicherweise verwendete Bindemittel in der Lage war, die imprägnierten Späne zu verkleben. Dies eröffnet zahlreiche Möglichkeiten, nicht nur für ein End-of-life Szenario des imprägnierten Vollholzes, sondern vor allem für die Anwendung der untersuchten Technologie und Lösungsformulierung in zahlreichen weiteren Holzwerkstoffen neben der Spanplatte, z.B. Dämmplatten oder furnierbasierten Werkstoffen.

Das Projekt konnte erfolgreich den veranschlagten Arbeitsplan bearbeiten und trägt durch seine Ergebnisse dazu bei, die Bedeutung und Wertschöpfung des Werkstoffes Holz zu erhöhen, in dem es die Anwendungsmöglichkeiten durch die Imprägnierung mit Brandschutzformulierungen maßgeblich erweitert. Eine Erweiterung der Anwendungsmöglichkeiten betrifft sowohl Anwendungen im Innen- sowie Außenbereich.

Unternehmen, welche Holzmodifizierung im Bereich der Brandschutzchemikalien betreiben (möchten), profitieren signifikant von den vorgestellten Ergebnissen sowie der vorgestellten Technologien, die maßgebliche Fortschritte im Vergleich zum Stand der Technik hervorbringen. Die Wirkung der untersuchten Formulierungen auf die Brandeigenschaften von Holz wurden im Labormaßstab umfassend analysiert – ebenfalls relevante, sekundäre Eigenschaften wie die Resistenz gegenüber holzabbauenden Pilzen und mechanische Eigenschaften. Durch die gleichzeitige Anwendung von Massenverlustkalorimetrie und dem sehr einfach durchzuführenden Brandtest nach Pries et al. (2013), wurde eine Methode vorgestellt, die eine Einschätzung der brandhemmenden Wirkung von modifiziertem Holz auch mit vergleichsweise geringem technischen Aufwand sowie Materialeinsatz erlaubt. Der Aufbau von Pries et al. (2013) lässt sich mit einfachsten Mitteln auch außerhalb von spezialisierten Laboren direkt bei einem etwaigen Hersteller/Produzenten durchführen – die Ergebnisse liefern, wie der Vergleich mit dem teureren und aufwendigeren Massenverlustkalorimeter zeigen, gute erste Einschätzungen hinsichtlich der Brandschutzeigenschaften, die durch eine entsprechende Imprägniermodifizierung erreicht werden kann.

Mittels eines ersten Prozess-Upscalings konnte ein Parametersatz ermittelt werden, der auch in der industriellen Anwendung eine Imprägnierung, als auch zeitgleich eine fehlerfreie Trocknung sowie Aushärtung der Wirkkomponenten in imprägnierten Vollholzprüfkörpern ermöglicht. Eine Qualitätskontrolle erfolgte an dieser Stelle zunächst rein optisch mit Blick auf die Trocknungsqualitäten, während die Brandschutzwirkung entsprechende behandelten Holzes mittels eines Beflammungstestes in Gebrauchsabmessungen (Anlehnung an den SBI-Test) beurteilt wurde. Zusätzlich konnte bei diesem Experiment gezeigt werden, dass das imprägnierte Holz auch nach Behandlung ohne signifikante Unterschiede zu unbehandeltem Holz maschinell bearbeitet werden kann – in dem hier vorgestellten Versuch wurden Nut und Feder für eine Wandverkleidung in den rechteckigen Brettquerschnitt hineingefräst und die Bretter entsprechend gehobelt sowie zugeschnitten. Diese Elemente zur Verkleidung von Fassaden im Außenbereich, sog. Fassadencladdings, stellen zugleich ein potentielles Anwendungsfeld für die vorgestellte Technologie dar. Als Produkt ohne tragende Funktion, kann eine Markteinführung

relativ schnell und einfach erfolgen. Nach zahlreichen Gesprächen mit Vertretern der Holzbranche ist eine Nachfrage nach auswaschresistenten Brandschutztechnologien für Holzprodukte national sowie international als ‚hoch‘ einzustufen – insbesondere seit der tragische Brand des Londoner Hochhauses ‚Grenfell‘ den fatalen Einfluss brennender Fassadenverkleidungen in den Fokus der Aufmerksamkeit von Bauherren lenkte.

Nachdem ein etwaiger industrieller Hersteller sich der Modifizierung angenommen hat bzw. diese umsetzen will, gilt es im nächsten Schritt zunächst an behandeltem Holz in Gebrauchsdimensionen (z.B. Fassadencladdings) die Brandklasse nach EN 13501-1 in einem SBI-Test (EN 13823) zu bestimmen. Dies kann nach Rücksprache mit einer Materialprüfanstalt auch nur Hersteller- bzw. Anlagenspezifisch erfolgen. Eine Messung von an der Universität Göttingen modifizierten Hölzern könne nicht für die Einstufung des durch einen potentiellen, industriellen Produzenten hergestellten Materials herangezogen werden. Weiterhin gilt es gleichzeitig und im unmittelbaren Anschluss an diesen Schritt, Bauingenieure und Architekten über dieses mit auswaschresistenten Brandschutzchemikalien modifiziertes Holz zu informieren, sie aufmerksam zu machen und von den Produkteigenschaften zu überzeugen sowie letztlich den Weg in die praktische Anwendung zu begleiten.

#### 4. Anhang

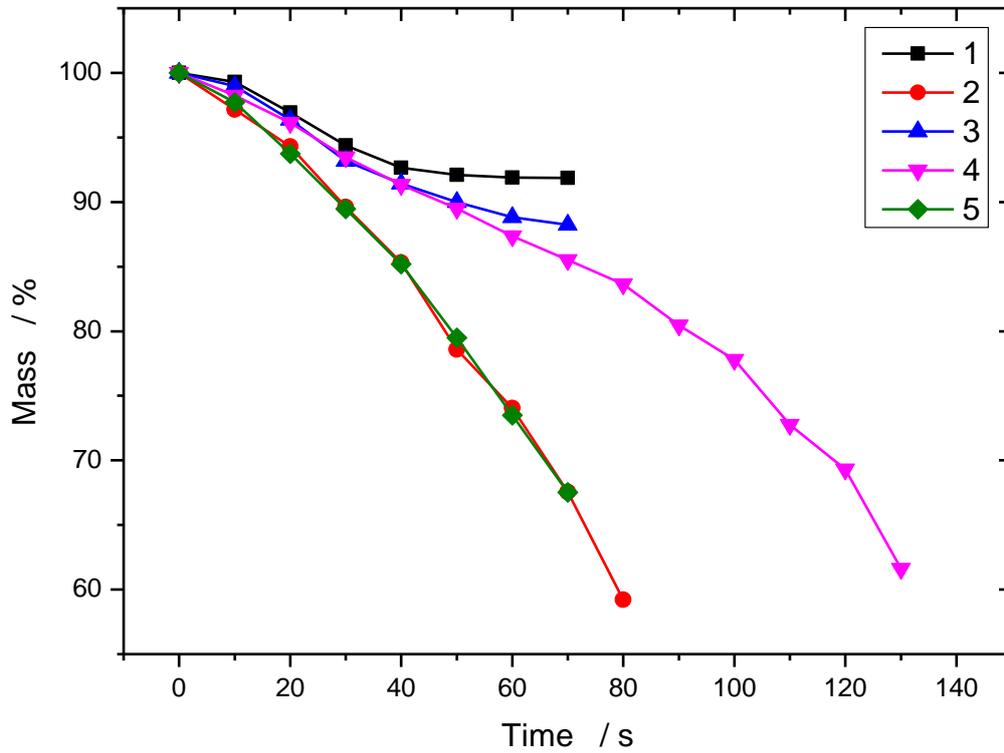


Abbildung 28: Entflammbarkeits / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) der unbehandelten Referenz. Es zeigt sich ein kontinuierlicher Masseverlust durch den Brand der Probekörper.

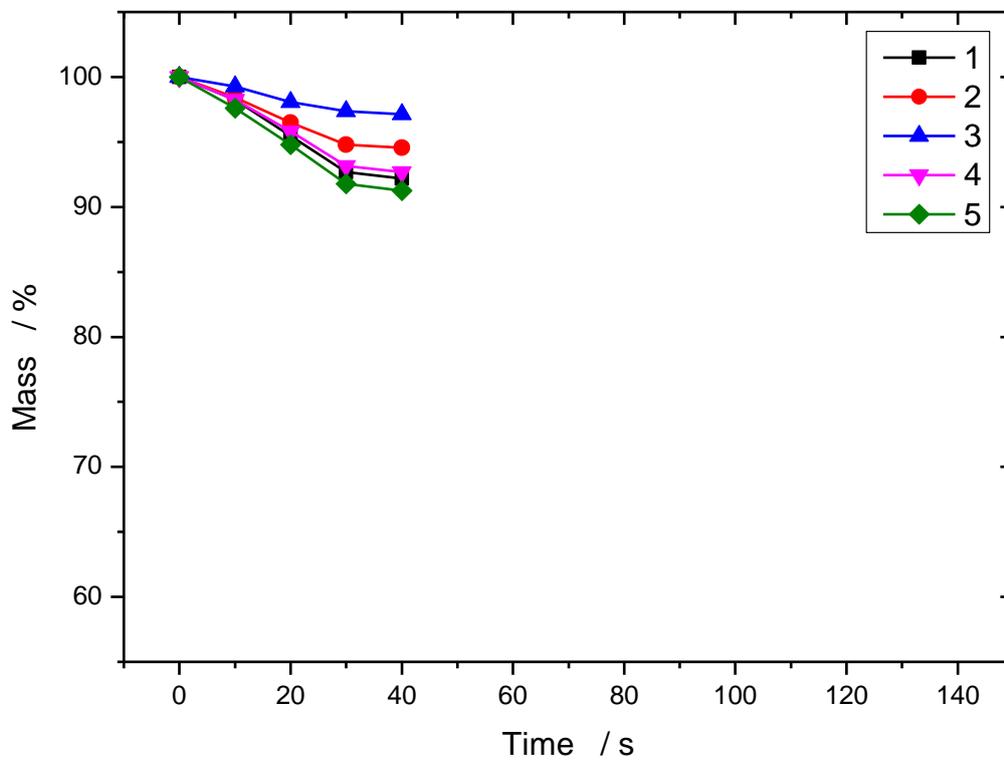


Abbildung 29: Entflammbarkeits- / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) von mit B behandelten Prüfkörpern bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung. Es zeigt sich ein leichter Masseverlust durch die Beflammung der Probekörper. Nachdem die Flamme entfernt wird (30 s) stoppt dieser Masseverlust augenblicklich.

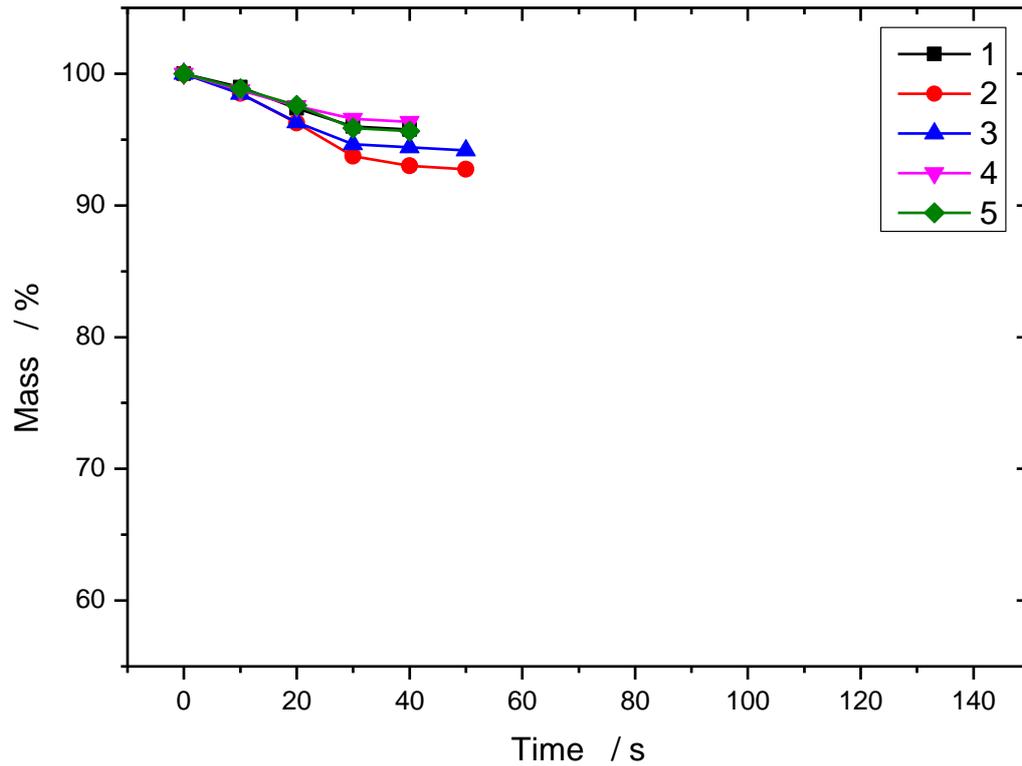


Abbildung 30: Entflammbarkeits- / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) von mit D behandelten Prüfkörpern bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung. Es zeigt sich ein leichter Masseverlust durch die Beflammung der Probekörper. Nachdem die Flamme entfernt wird (30 s) stoppt dieser Masseverlust augenblicklich.

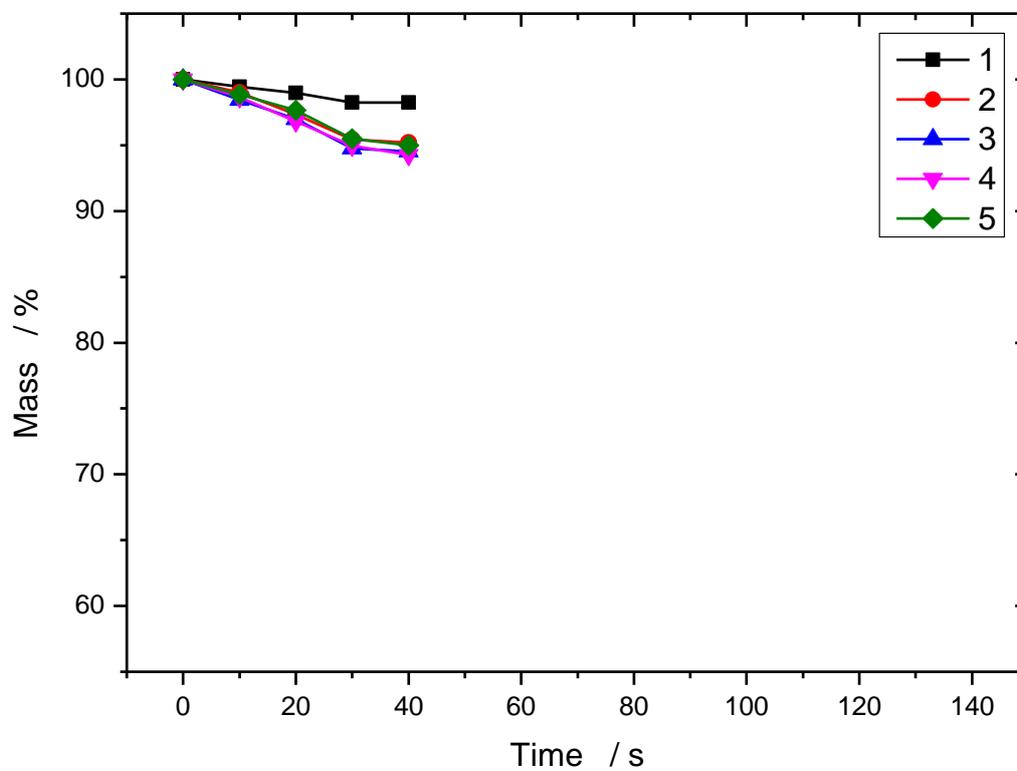


Abbildung 31: Entflammbarkeits- / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) von mit E behandelten Prüfkörpern bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung. Es zeigt sich ein leichter Masseverlust durch die Beflammung der Probekörper. Nachdem die Flamme entfernt wird (30 s) stoppt dieser Masseverlust augenblicklich.

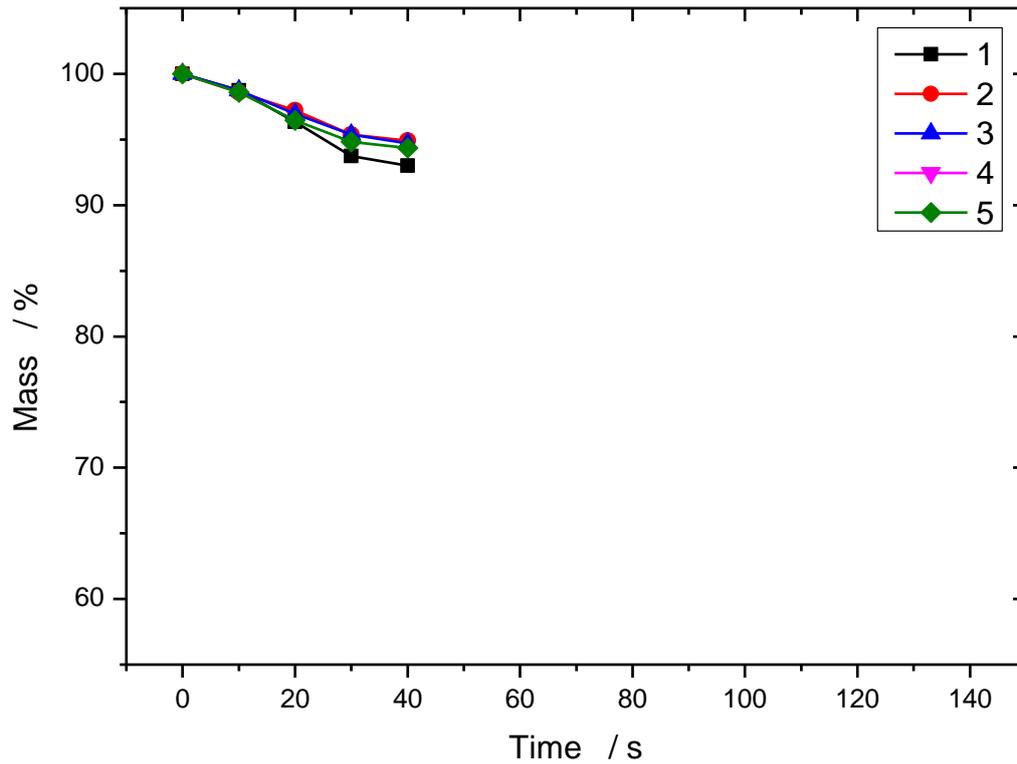


Abbildung 32: Entflammbarkeits- / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) von mit F behandelten Prüfkörpern bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung. Es zeigt sich ein leichter Masseverlust durch die Beflammung der Probekörper. Nachdem die Flamme entfernt wird (30 s) stoppt dieser Masseverlust augenblicklich.

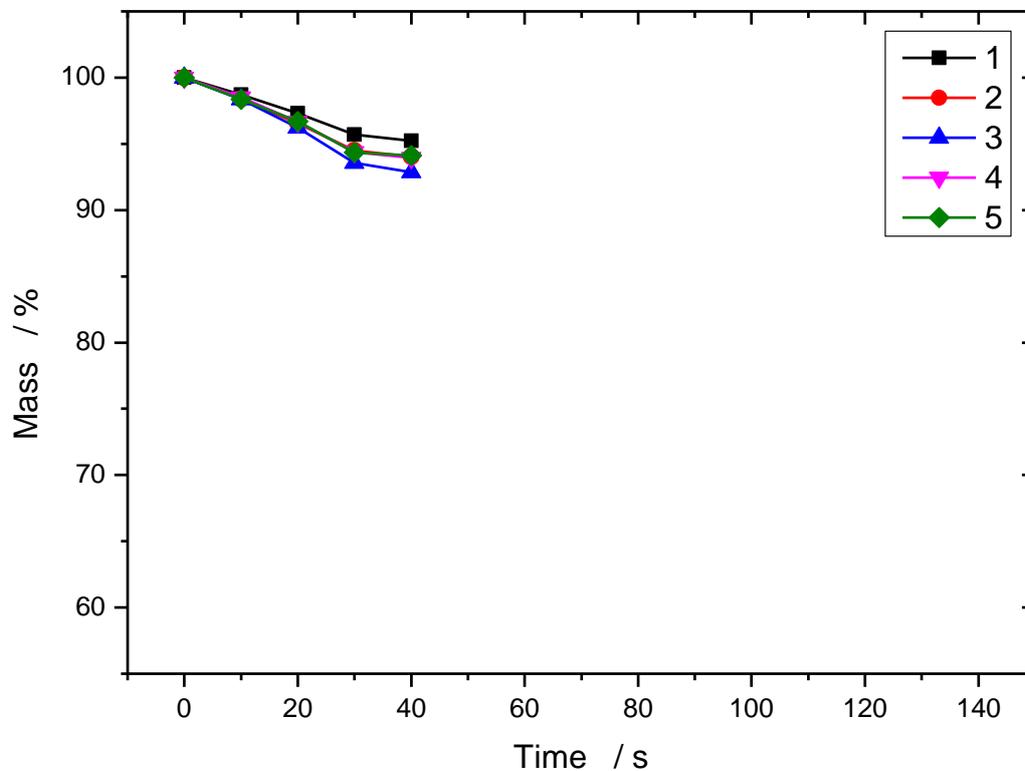


Abbildung 33: Entflammbarkeits- / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) von mit G behandelten Prüfkörpern bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung. Es zeigt sich ein leichter Masseverlust durch die Beflammung der Probekörper. Nachdem die Flamme entfernt wird (30 s) stoppt dieser Masseverlust augenblicklich.

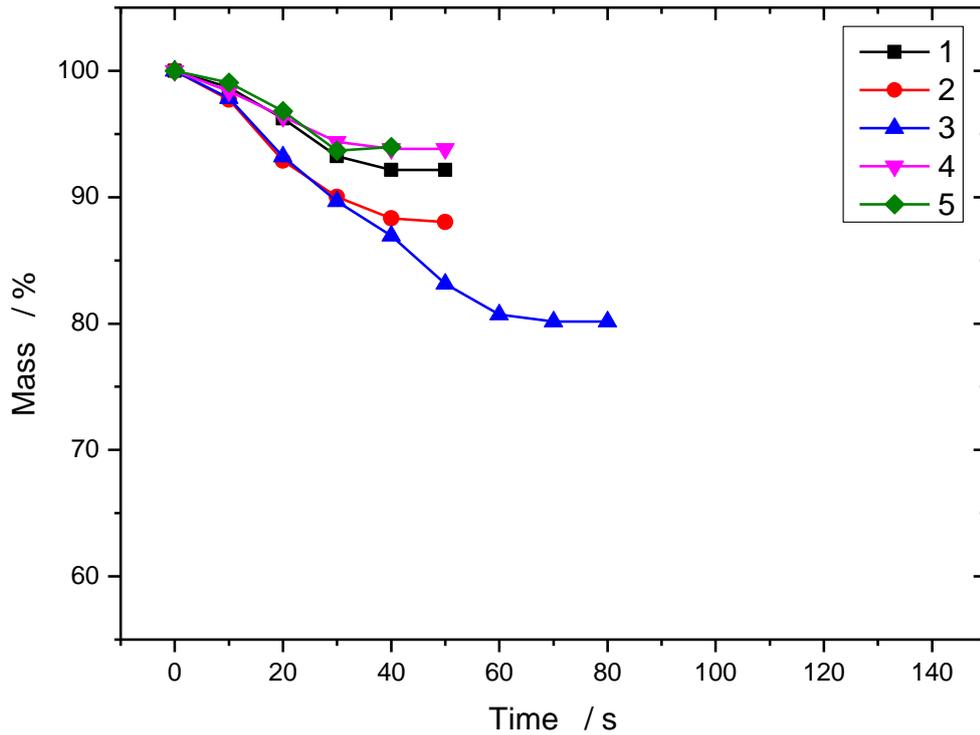


Abbildung 34: Entflammbarkeits- / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) von mit H behandelten Prüfkörpern bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung. Es zeigt sich ein stärkerer Masseverlust durch die Beflammung der Probekörper als bei anderen imprägnierten Chemikalien. Auch kommt es teilweise nicht zur Erlöschung der Flamme nachdem die Zündflamme nach 30 s entfernt wird.

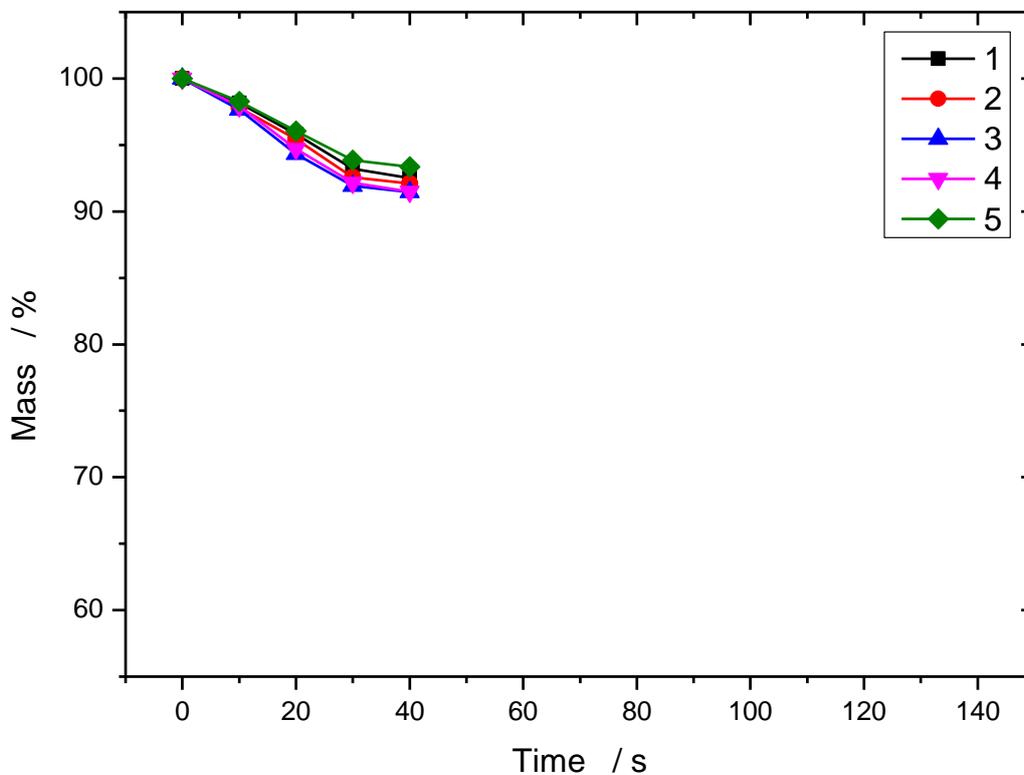


Abbildung 35: Entflammbarkeits- / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) von mit I behandelten Prüfkörpern bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung. Es zeigt sich ein leichter Masseverlust durch die Beflammung der Probekörper. Nachdem die Flamme entfernt wird (30 s) stoppt dieser Masseverlust augenblicklich.

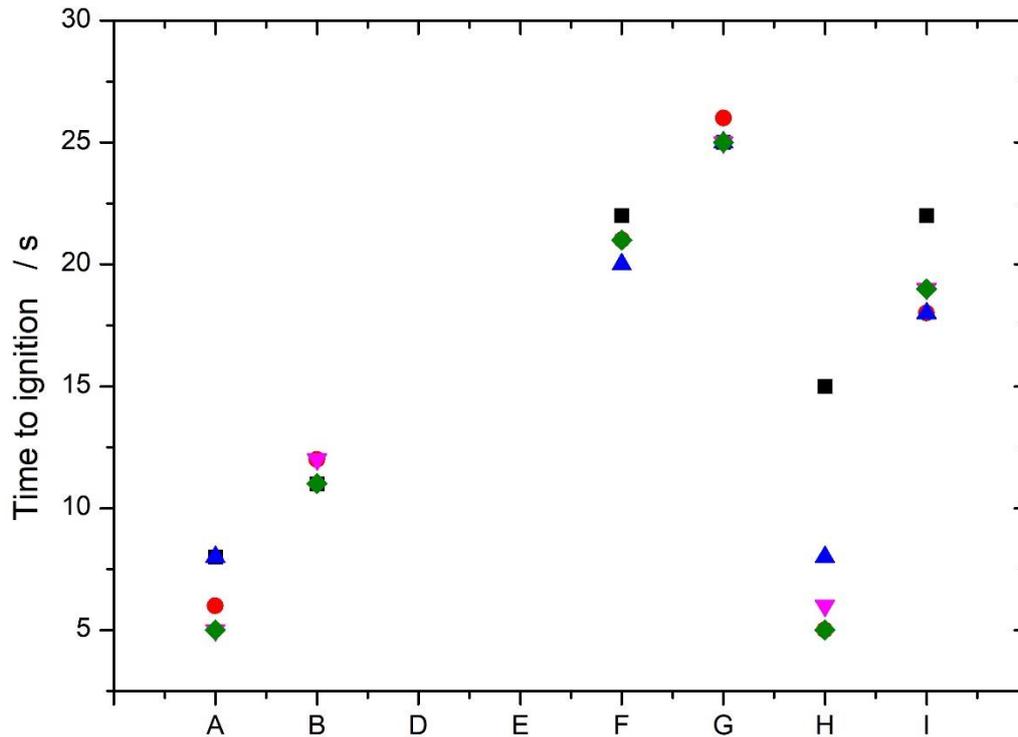


Abbildung 36: Entflammbarkeits- / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) von mit H behandelten Prüfkörpern bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung und einer unbehandelten Referenz bei 30 s Beflammung. Aufgetragen ist die Zeit bis zum Entzünden. Während H den Entzündzeitpunkt der Probekörper im Vergleich zur Referenz nicht signifikant verlängert, ist dies bei anderen Probekörpern der Fall. Insbesondere bei D und E, die auch nach 30 Sekunden nicht Feuer fangen.

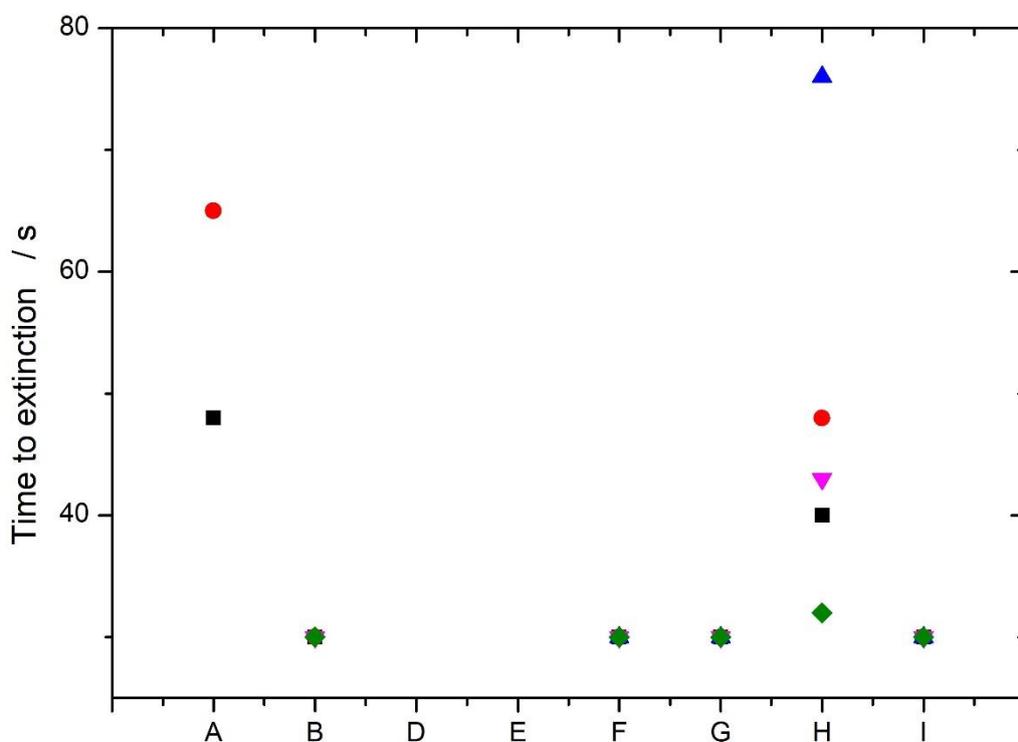


Abbildung 37: Entflammbarkeits- / Brennbarkeitstest nach Pries et al. (2013) von mit H behandelten Prüfkörpern bei 15 % Feststoffgehalt in der Imprägnierlösung und einer unbehandelten Referenz bei 30 s Beflammung. Aufgetragen ist die Zeit bis die Flammen erloschen. Bei B, F, G, H und I erlischt die Flamme in dem Moment, in dem die Beflammung beendet wird. H und die Referenz brennen noch einige Sekunden länger. D und E haben keine Zeit bis zu Erlöschung, da sie nie brannten.

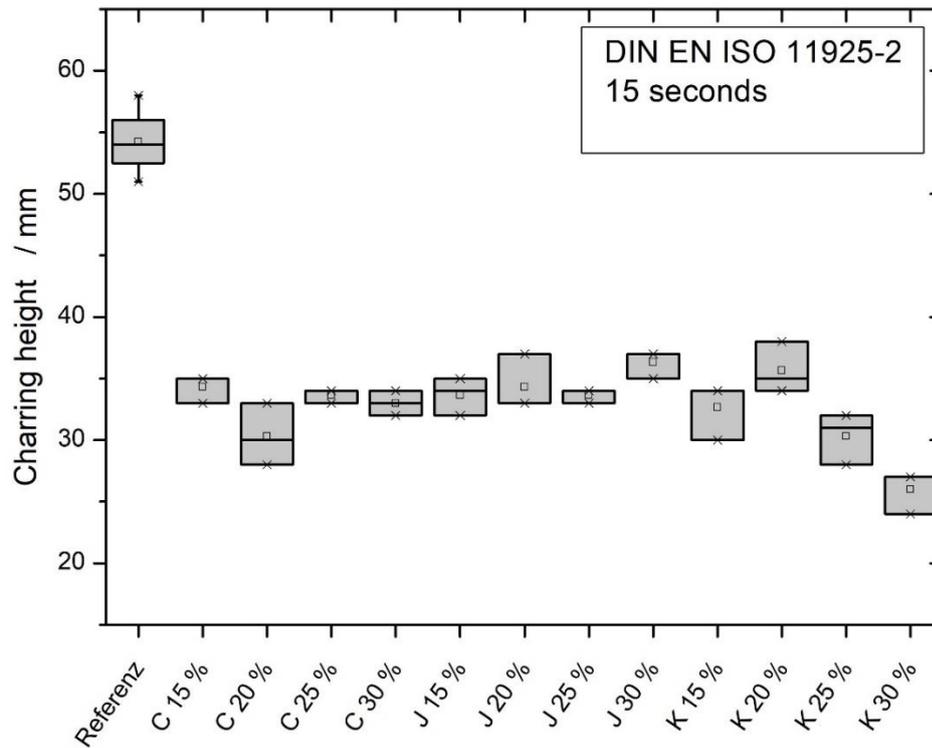


Abbildung 38: Versuch zur quantitativen Auswertung des Einzelflammentests nach DIN EN ISO 11925-2 bei einer Beflammungsdauer von 15 s. Eine statistisch validierte Auswertung und somit Unterscheidung der verschiedenen Chemikalien und Konzentrationen ist mit diesem Test nicht möglich gewesen.

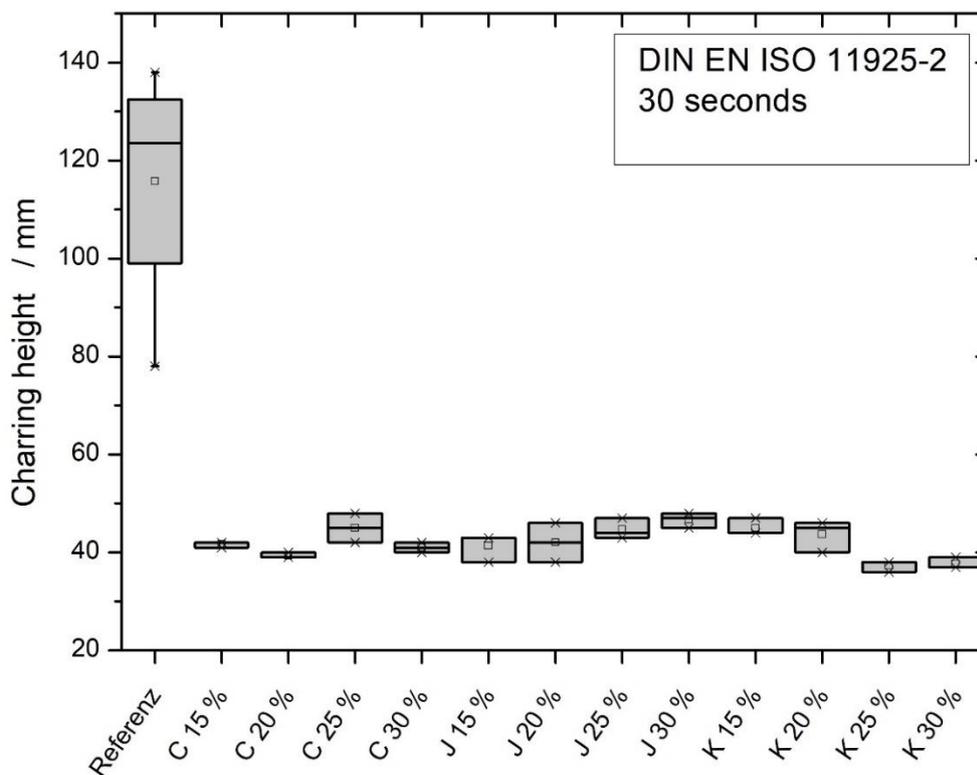


Abbildung 39: Versuch zur quantitativen Auswertung des Einzelflammentests nach DIN EN ISO 11925-2 bei einer Beflammungsdauer von 30 s. Eine statistisch validierte Auswertung und somit Unterscheidung der verschiedenen Chemikalien und Konzentrationen ist mit diesem Test nicht möglich gewesen.

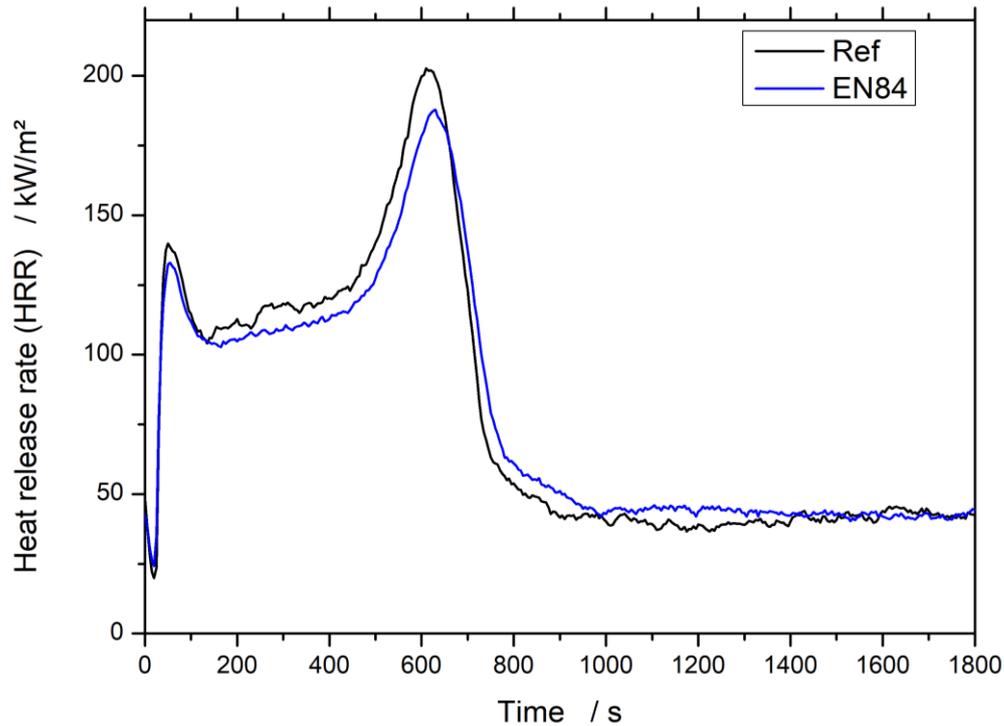


Abbildung 40: Gemittelte Massenverlustkalorimeter-Messungen. Aufgetragen ist die Wärmefreisetzungsrate der unbehandelten Referenzen (schwarz), sowie der Referenzen nach Auswaschung (EN 84) (Blau). Es zeigt sich, dass die Auswaschung wie erwartete keinen signifikanten Einfluss auf die Brandeigenschaften der Referenz hat.

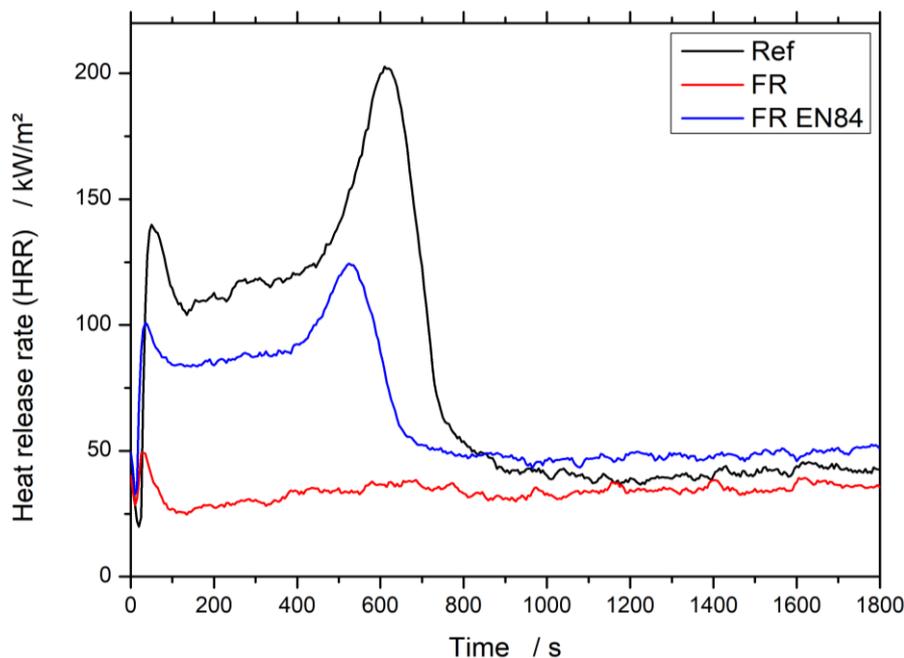


Abbildung 41: Gemittelte Massenverlustkalorimeter-Messungen. Aufgetragen ist die Wärmefreisetzungsrate (HRR) der unbehandelten Referenzen (schwarz), der mit 15 % Feststoffgehalt von B in der Imprägnierlösung (rot), sowie der imprägnierten Prüfkörper nach Auswaschung (EN 84) (Blau). Deutlich ist die starke Reduzierung der HRR nach Imprägnierung zu sehen. Es zeigt sich jedoch auch, dass sich die Wärmefreisetzungsrate nach Auswaschung wieder der Referenz annähert. Es kommt zu keiner Verzögerung des Entzündzeitpunkts und lediglich die freigesetzte Wärmemenge wird reduziert.

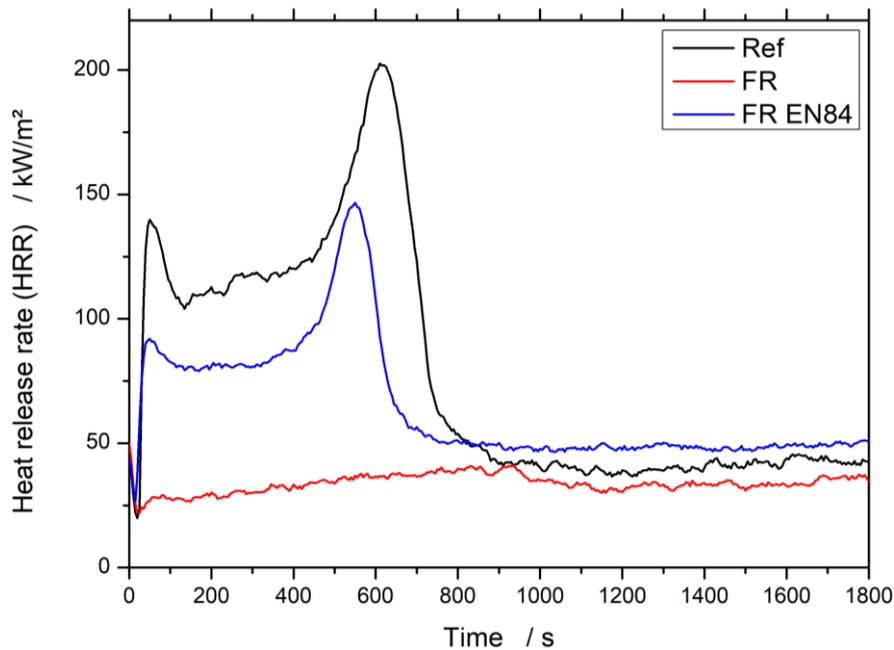


Abbildung 42: Gemittelte Massenverlustkalorimeter-Messungen. Aufgetragen ist die Wärmefreisetzungsrate (HRR) der unbehandelten Referenzen (schwarz), der mit 15 % Feststoffgehalt von C in der Imprägnierlösung (rot), sowie der imprägnierten Prüfkörper nach Auswaschung (EN 84) (Blau). Deutlich ist die starke Reduzierung der HRR nach Imprägnierung zu sehen – es kommt zu keiner Entzündung des Prüfkörpers. Es zeigt sich jedoch auch, dass sich die Wärmefreisetzungsrate nach Auswaschung wieder der Referenz annähert. Es kommt zu keiner Verzögerung des Entzündzeitpunkts und lediglich die freigesetzte Wärmemenge wird reduziert.

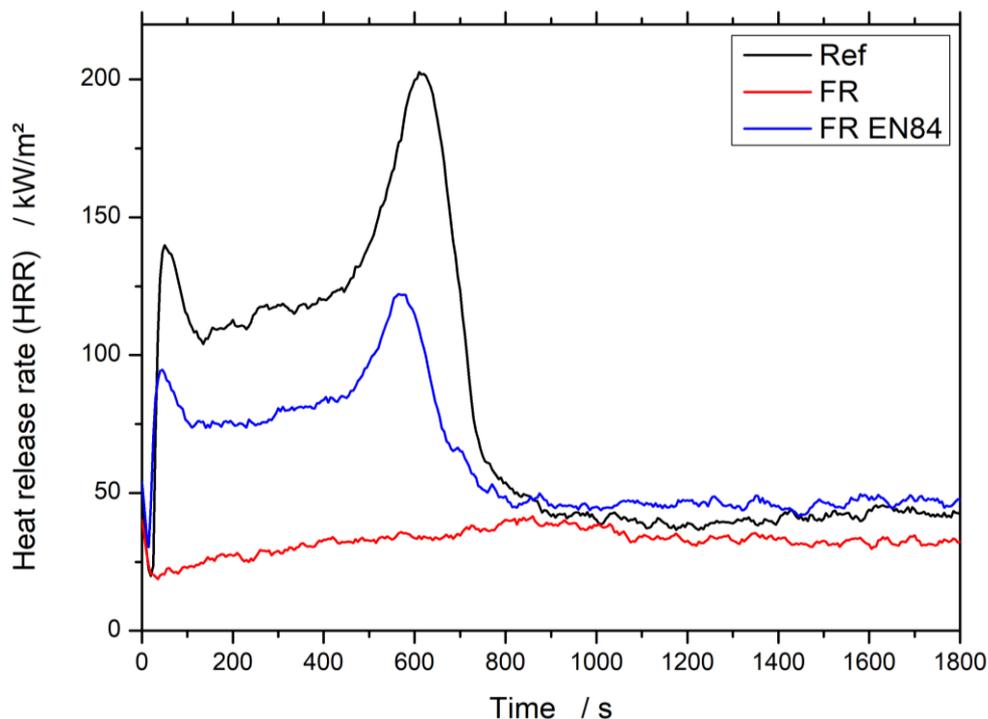


Abbildung 43: Gemittelte Massenverlustkalorimeter-Messungen. Aufgetragen ist die Wärmefreisetzungsrate (HRR) der unbehandelten Referenzen (schwarz), der mit 15 % Feststoffgehalt von D in der Imprägnierlösung (rot), sowie der imprägnierten Prüfkörper nach Auswaschung (EN 84) (Blau). Deutlich ist die starke Reduzierung der HRR nach Imprägnierung zu sehen – es kommt zu keiner Entzündung des Prüfkörpers. Es zeigt sich jedoch auch, dass sich die Wärmefreisetzungsrate nach Auswaschung wieder der Referenz annähert. Es kommt zu keiner Verzögerung des Entzündzeitpunkts und lediglich die freigesetzte Wärmemenge wird reduziert.

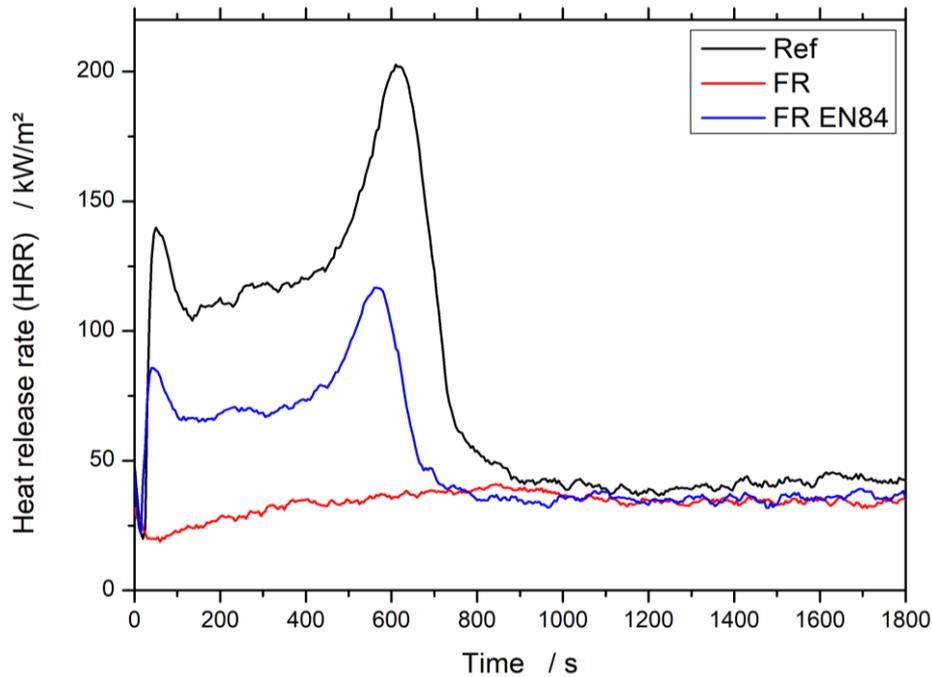


Abbildung 44: Gemittelte Massenverlustkalorimeter-Messungen. Aufgetragen ist die Wärmefreisetzungsrate (HRR) der unbehandelten Referenzen (schwarz), der mit 15 % Feststoffgehalt von E in der Imprägnierlösung (rot), sowie der imprägnierten Prüfkörper nach Auswaschung (EN 84) (Blau). Deutlich ist die starke Reduzierung der HRR nach Imprägnierung zu sehen – es kommt zu keiner Entzündung des Prüfkörpers. Es zeigt sich jedoch auch, dass sich die Wärmefreisetzungsrate nach Auswaschung wieder der Referenz annähert. Es kommt zu keiner Verzögerung des Entzündzeitpunkts und lediglich die freigesetzte Wärmemenge wird reduziert.

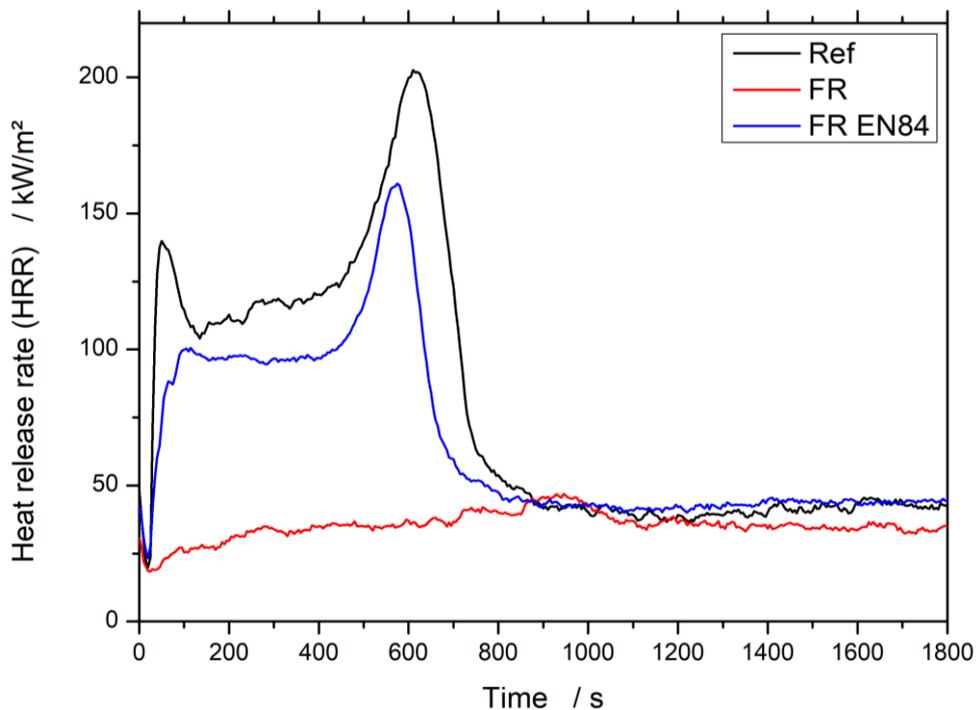


Abbildung 45: Gemittelte Massenverlustkalorimeter-Messungen. Aufgetragen ist die Wärmefreisetzungsrate (HRR) der unbehandelten Referenzen (schwarz), der mit 15 % Feststoffgehalt von F in der Imprägnierlösung (rot), sowie der imprägnierten Prüfkörper nach Auswaschung (EN 84) (Blau). Deutlich ist die starke Reduzierung der HRR nach Imprägnierung zu sehen – es kommt zu keiner Entzündung des Prüfkörpers. Es zeigt sich jedoch auch, dass sich die Wärmefreisetzungsrate nach Auswaschung wieder der Referenz annähert. Es kommt zu keiner Verzögerung des Entzündzeitpunkts und lediglich die freigesetzte Wärmemenge wird reduziert.

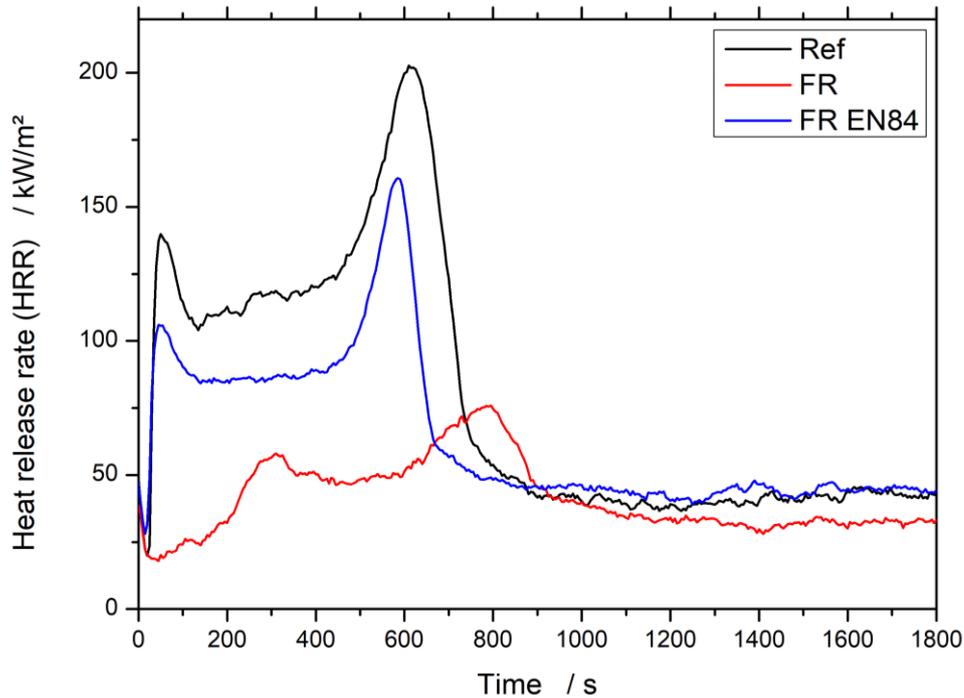


Abbildung 46: Gemittelte Massenverlustkalorimeter-Messungen. Aufgetragen ist die Wärmefreisetzungsrate (HRR) der unbehandelten Referenzen (schwarz), der mit 15 % Feststoffgehalt von G in der Imprägnierlösung (rot), sowie der imprägnierten Prüfkörper nach Auswaschung (EN 84) (Blau). Zwar wird die HRR nach Imprägnierung reduziert, es kommt jedoch zu einer Entflammung der Probe, die allerdings im Vergleich zur Referenz um fast 5 Minuten reduziert wird. Es zeigt sich jedoch auch, dass sich die Wärmefreisetzungsrate nach Auswaschung wieder der Referenz annähert. Es kommt zu keiner Verzögerung des Entzündzeitpunkts und lediglich die freigesetzte Wärmemenge wird reduziert.

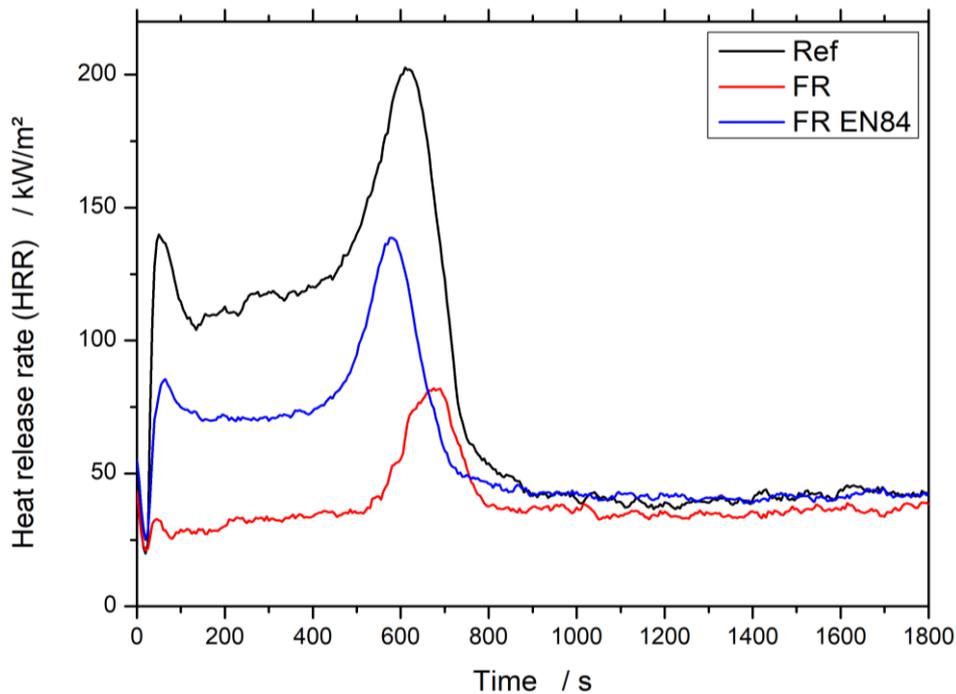


Abbildung 47: Gemittelte Massenverlustkalorimeter-Messungen. Aufgetragen ist die Wärmefreisetzungsrate (HRR) der unbehandelten Referenzen (schwarz), der mit 15 % Feststoffgehalt von I in der Imprägnierlösung (rot), sowie der imprägnierten Prüfkörper nach Auswaschung (EN 84) (Blau). Zwar wird die HRR nach Imprägnierung reduziert, es kommt jedoch zu einer Entflammung der Probe. Insbesondere nach etwa 700 Sekunden brennt die Probe stark und die HRR erhöht sich dadurch signifikant. Es zeigt sich jedoch auch, dass sich die HRR nach Auswaschung wieder der Referenz annähert. Es kommt zu keiner Verzögerung des Entzündzeitpunkts und lediglich die freigesetzte Wärmemenge wird reduziert.

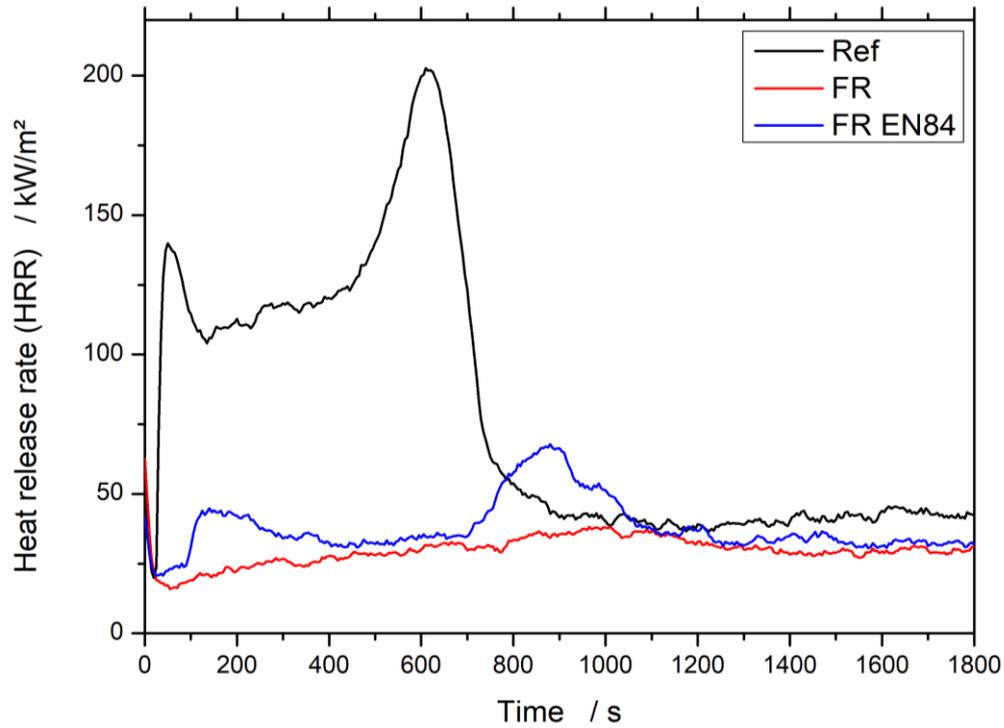


Abbildung 48: Gemittelte Massenverlustkalorimeter-Messungen. Aufgetragen ist die Wärmefreisetzungsrate (HRR) der unbehandelten Referenzen (schwarz), der mit 15 % Feststoffgehalt von J in der Imprägnierlösung (rot), sowie der imprägnierten Prüfkörper nach Auswaschung (EN 84) (Blau). Deutlich ist die starke Reduzierung der HRR nach Imprägnierung zu sehen – es kommt zu keiner Entzündung des Prüfkörpers. Auch nach Auswaschung kommt es lediglich verzögert und mit signifikant reduzierter HRR zur Entflammung der Probekörper.