

# Untersuchungen thermomechanischer Eigenschaften des trockenen Holzes

## Journal Article

**Author(s):**

Popper, Rudolf; Eberle, Gerhild

**Publication date:**

1993

**Permanent link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-006104727>

**Rights / license:**

In Copyright - Non-Commercial Use Permitted

**Originally published in:**

Drevársky Výskum(2)

## UNTERSUCHUNGEN THERMOMECHANISCHER EIGENSCHAFTEN DES TROCKENEN HOLZES

RUDOLF POPPER—GERHILD EBERLE

ETH Zürich, Dept. Wald- und Holzforschung, Professur für Holztechnologie

SCHLÜSSELWÖRTER: Holz; Umwandlungstemperatur; Dehnungszahlen; Strukturordnung

### EINLEITUNG

Änderungen mechanischer Eigenschaften des Holzes bei einer dynamischen oder konstanten thermischen Belastung sind in Hinsicht auf die Standfestigkeit des Holzes von praktischer Bedeutung.

Bei einer thermischen Belastung von Holz spielt nicht nur die Höhe der Temperatur, sondern auch die Dauer der Wärmeeinwirkung eine bedeutende Rolle. Temperatur, Zeit und die Materialfeuchte stehen in einem engen Zusammenhang zueinander. Eine zeitlich begrenzte Wärmebelastung bei hoher Temperatur schadet der Holzsubstanz weniger als lange Belastung bei niedriger Temperatur. Temperatureinwirkung bei hoher Materialfeuchte begünstigt den hydrolytischen Abbau der Holzsubstanz.

In der Praxis wird die Wärmebehandlung des Holzes von einer Erhöhung der Formstabilität (SEBORG 1953, ORMAN 1955, SCHNEIDER 1973, BURMESTER 1973, KININMONTH 1976) bis zu dessen Plastifizierung (SCHUERCH 1964, BARISKA et al. 1969) genutzt. Bei diesen Vorgängen spielen Phasenübergänge und Ordnungszustände eine entscheidende Rolle. Die vorliegenden Untersuchungen befassen sich mit der thermomechanischen Analyse des Holzes, insbesondere in bezug auf den Einfluß der Wärme auf Dehnungszahlen.

In bezug auf die Strukturordnung können Polymere in kristallinem, amorphem, gummielastischem oder flüssigem Zustand vorkommen. Von der chemischen Struktur her ist das Holz teilkristallin. Ein Teil der Zellulose liegt in einem Kristallgitter geordnet vor, der Rest der Zellulose sowie das Lignin ungeordnet amorph.

Ursachen für temperaturbedingte Zustandsänderungen eines Materials sind molekulare Vorgänge. Sie äußern sich durch meist sprunghafte Änderun-

gen vieler physikalischer Eigenschaften (E-Modul, spezifische Wärme, Ausdehnungskoeffizient, Dielektrizitätskonstante, mechanischer und dielektrischer Verlustfaktor usw.) Die Temperaturen, bei denen sich solche Änderungen bemerkbar machen, nennt man Umwandlungstemperaturen. Sie werden als diejenigen Temperaturen definiert, bei denen das Material diskontinuierlich in einen Zustand mit veränderter molekularer Ordnung übergeht.

## MATERIAL

Für die Wärmedilatationsmessungen dienten Würfeln von 5 mm Seitenlänge aus Fichtensplintholz (*Picea albis Karst.*) als Proben. Das Material stammt aus schweizerischem Mittelwald. Das luftgetrocknete Holz wurde im Normal-klima (Luftfeuchtigkeit  $65 \pm 3\%$ , Temperatur  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ ) klimatisiert und daraus Proben so zugeschnitten, daß alle Kanten parallel zu den anatomischen Haupt-richtungen des Holzes verliefen. Die Probenflächen wurden glatt geschliffen, wobei auf die Rechtwinkligkeit benachbarter Flächen geachtet wurde. Für die eigentlichen Wärmeausdehnungsmessungen wurde darrtrockenes Holz verwen-det. Durch die Verwendung von darrtrockenem Holz sollte der Einfluß unter-schiedlicher Holzfeuchtigkeiten auf die physikalischen Eigenschaften ausge-schlossen werden. Der Temperaturgradient im Probenkörper ist einerseits von den inhärenten Eigenschaften der Holzsubstanz, von der Rohdichte, von der spezifischen Wärme und der Wärmeleitfähigkeit, und andererseits von den Umgebungsbedingungen wie Form und Dimensionen des Festkörpers und der Wärmeübermittlungsart usw. abhängig. Um die Vielfalt dieser Abhängigkeiten tief zu halten, sind die Untersuchungsbedingungen konstant und die Beschaffen-heit des Probenmaterials durch Anwendung von Holz gleicher Herkunft in engem Streubereich zu halten. Die Probenabmessungen wurden apparaturbe-dingt so gewählt, daß der empfindlichste Messebereich genutzt werden konnte. Für die Auswertung der Kurvenknickpunkte wurden zwei Neigungen verwen-det:

- die Neigung zwischen der Temperaturachse und der vorwärts verlängerten Hilfsgerade vor der Umwandlung (Neigung  $k_1$ ),
- die Neigung zwischen der Temperaturachse und der rückwärts verlängerten Hilfsgerade nach der Umwandlung (Neigung  $k_2$ ).

Die Umwandlungstemperatur  $T_r$  entspricht dem Schnittpunkt der Hilfsgeraden (Regressionsgeraden).

## METHODE

Für die Bestimmung der Wärmedehnung des Holzes bei einer thermischen Belastung wurde die Versuchsprobe unter konstanter Last in einem bestimmten

Temperaturbereich einer linear ansteigenden Temperatur ausgesetzt und die daraus resultierende Dimensionsänderung gemessen.

Im thermomechanischen Analysator (TMA 40, Mettler Instrumente AG, Schweiz) wurde die Versuchsprobe in tangentialer Richtung auf den Probenträger gelegt und der Druckmessfühler (Auflagefläche  $1 \text{ mm}^2$ ) mit einer Auflagekraft von  $0,02 \text{ N}$  abgesenkt. Der Messfühler ist mit dem Kern eines induktiven Weggebers verbunden, so daß sich jede Längenänderung der Probe in einer Verlagerung des Weggeberkerns widerspiegelt. Das Ausgangssignal des Weggebers ist der Längenänderung der Probe  $\Delta L$  proportional. Der ganze Messbereich des Weggebers beträgt  $\pm 5 \text{ mm}$  und weist eine Auflösung von  $10^5$  Punkten auf, was einer Empfindlichkeit von etwa  $100 \text{ nm}$  entspricht. Der gesamte Bereich ist in zwei weitere Bereiche von  $\pm 1 \text{ mm}$  und  $\pm 0,2 \text{ mm}$  unterteilt. Daraus ergibt sich bei gleicher Auflösung für den  $\pm 1 \text{ mm}$  Bereich eine Empfindlichkeit von  $20 \text{ nm}$  und für den  $\pm 0,2 \text{ mm}$  Bereich eine Empfindlichkeit von  $4 \text{ nm}$ . Die Umschaltung zwischen diesen Messbereichen geschieht automatisch.

Die bei  $100^\circ\text{C}$  vortemperierte (getrocknete) Probe wurde mit einem mikroprozessorgesteuerten Ofen, der über die Messeinrichtung abgesenkt wurde, einer linear ansteigenden Temperatur ausgesetzt. Dieser Ofen ermöglicht nicht nur den Temperaturbereich für die linear ansteigende Temperatur, sondern auch die Heizrate zu programmieren. Die Heizrate betrug  $5^\circ\text{K}/\text{min}$ . Die Luftumwälzung im Proberaum wurde durch einen im Ofen eingebauten Ventilator gewährleistet.

## VERSUCHSERGEBNISSE UND DISKUSSION

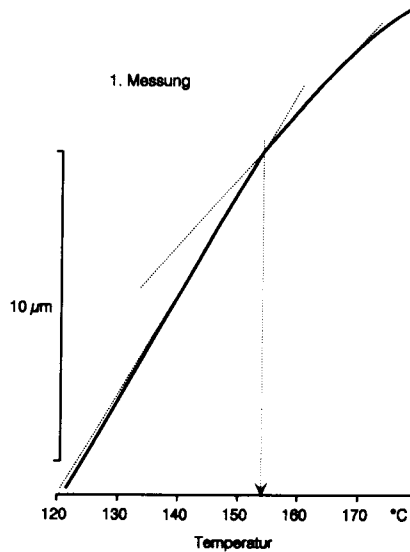
Eine physikalische Umwandlung eines Stoffes tritt dann auf, wenn im Verlauf einer Zustandsänderung wie z.B. Temperaturerhöhung eine physikalische Eigenschaft sich diskontinuierlich ändert, beispielsweise also die Ausdehnungskurve einen Knick aufweist.

Wie aus *Bild 1* hervorgeht macht sich auf der ersten thermomechanischen Kurve des Fichtenholzes bei etwa  $150^\circ\text{C}$  eine Diskontinuität bemerkbar. Die Bestimmung der genauen Umwandlungstemperatur erfolgte durch Errechnen des Schnittpunktes zweier Regressionsgeraden: einer Geraden vor dem Auftreten und einer Geraden nach dem Auftreten des Kurven-Knickpunktes. Für die Regressionsberechnungen wurden je 10 Meßwerte beim Anfang und beim Ende der Umwandlung verwendet.

Die ermittelten Neigungen  $k_1$  und  $k_2$  deuten darauf hin, daß es sich hier um eine 'Verfestigung' des Holzes handeln dürfte. Das Abflachen der thermomechanischen Kurve nach der Umwandlung ( $k_1 > k_2$ ) läßt die Vermutung zu, daß die Strukturordnung des Materials durch die Wärmebehandlung erhöht wurde.

Physikalische Umwandlungen verlaufen ohne Gewichtsveränderung. Es kann angenommen werden, daß die Diskontinuität auf eine physikalische Um-

wandlung zurückzuführen ist. Diese Annahme wird auch durch die Tatsache unterstützt, daß die TG-Kurven im untersuchten Temperaturbereich keine Diskontinuität zeigen (TOMEK et al. 1968). Dieser 'Materialverfestigung' kann die Vernetzung der Zellulose bei einer raschen Erwärmung (ROFFAEL und SCHALLER 1971) zugrunde liegen. KOLLMANN (1960) stellte fest, daß im Temperaturbereich zwischen 150°C und 160°C die Temperatur im Holzinnein schneller anstieg als die Tiegeltemperatur. Er benannte diesen Temperaturanstieg 'mikroexothermer Punkt' und postulierte, daß dieser Punkt auf die physikalisch-chemischen Vorgänge in der Mikrostruktur des Holzes zurückzuführen ist.



*Bild 1.* Diskontinuität auf der thermomechanischen Kurve des Fichtenholzes  
*Figure 1.* Diskontinuity of the thermomechanical curve of spruce wood

Nach thermischer Behandlung des Holzes bei 150°C und anschließendem Abkühlen fand BARISKA (1980) einen höheren Torsionsmodul als den Ausgangswert. Er begründet diese 'hochgradige' Verfestigung mit der Bildung halbchemischer und van-der-Waalsscher Bindungen unter den holzeigenen Substanzen.

Eine Reversibilitätsprüfung der Diskontinuität wurde vorgenommen, indem die Versuchsprobe nach der ersten Messung rasch bis auf 100°C abgekühlt und die thermomechanische Kurve im Temperaturbereich zwischen 120°C und 250°C mit der gleichen Probe erneut aufgenommen wurde (2. Messung, siehe *Bild 2*).

Wie aus *Bild 2* hervorgeht, läßt sich aus der zweiten Messung keine Diskontinuität der thermomechanischen Kurve mehr erkennen. Dies führt zu der

Annahme, daß die physikalische Umwandlung des Holzes im untersuchten Temperaturbereich ein irreversibler Vorgang ist.

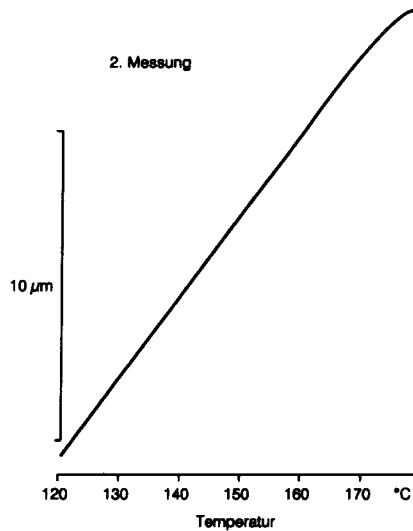


Bild 2. Reversibilitätsprüfung der physikalischen Umwandlung des Fichtenholzes  
 Figure 2. Reversibility test of the physical transition of spruce wood

Die quantitativen Belange für das Fichtenholz gehen aus *Tabelle 1* hervor. Das Verflachen der ersten thermomechanischen Kurve (*1. Messung*) nach der Umwandlung kann als bewiesen betrachtet werden, da sich die beiden Neigungen  $k_1$  und  $k_2$  mit 99% Wahrscheinlichkeit voneinander relevant unterscheiden lassen (Kolonne 6 bis 11). Damit kann auch die Umwandlungstemperatur von 154°C mit der in *Tabelle 1* aufgeführten Wahrscheinlichkeit (Kolonne 3 bis 5) angenommen werden.

Tabelle 1

UMWANDLUNGSTEMPERATUR UND NEIGUNGEN  $k_1$  UND  $k_2$  DES FICHTENHOLZES

Messung Nr.	Anzahl Beob.	Umwandlungstemp. °C			Neigung $k_1$ $\mu\text{m}/^\circ\text{C}$			Neigung $k_2$ $\mu\text{m}/^\circ\text{C}$		
		Mittw.	99% Variationsint.		Mittw.	99% Variationsint.		Mittw.	99% Variationsint.	
		3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	20	154	152	157	0,300	0,294	0,308	0,216	0,202	0,229
2	20	135	129	140	0,262	0,253	0,272	0,268	0,252	0,285

Die beiden Neigungen  $k_1$  und  $k_2$  lassen sich bei der zweiten Messung nicht voneinander unterscheiden. Demnach ist auch der, als Umwandlungstemperatur aufgeführte Wert der zweiten Messung als irrelevant zu betrachten und somit die thermische 'Verfestigung' des Fichtenholzes als ein irreversibler Vorgang anzunehmen.

## SCHLUSSFOLGERUNGEN

Bei einer schnellen, linear ansteigenden Erwärmung des trockenen Fichtenholzes zwischen 120°C und 170°C wurde auf der thermomechanischen Kurve eine irreversible Umwandlungstemperatur von 154°C festgestellt. Der Verlauf der thermomechanischen Kurve deutet auf eine Erhöhung der Strukturordnung des Materials hin, was einer Vergütung des Holzes gleich kommt.

## LITERATUR

1. BARISKA, M.—SKAAR, C.—DAVIDSON, R. W.: Studies of the wood-anhydrous ammonia system. *Wood Sci* 2 (2): 65, 1969.
2. BARISKA, M.: Erweichung und Wiederverfestigung des Holzes im Temperaturbereich bis 300°C — gemessen mit Hilfe der Torsions-Schwingung-Technik. *SAH-Bulletin* (1): 1—13, 1980.
3. BURMESTER, A.: Einfluß einer Wärme-Druck-Behandlung halbtrockenen Holzes auf seine Formbeständigkeit. *Holz Roh- Werkstoff* 31: 237—243, 1973.
4. KOLLMANN, F. Zur Frage des Auftretens exothermer Reaktionen bei Holz. *Holz Roh- Werkstoff* 18 (6): 193—200, 1960.
5. MCLEAN, J. D.: Rate of disintegration of wood under different heating conditions. *Proc. Am. Wood Pres. Ass.* 47: 155—168, 1951.
6. ORMAN, H. R.: The response of New Zealand timbers to fluctuations in atmospheric moisture conditions. *Tech. Pap. Forest Res. Inst. N. Z. Forest Ser. No. 8*, 1955.
7. ROFFAEL, E.—SCHALLER, K.: Einfluß thermischer Behandlung auf Cellulose. *Holz Roh- Werkstoff* 29 (7): 275—278, 1971.
8. SCHNEIDER, A.: Investigation on the conversion drying of lumber at extremely high temperatures. Part II. *Holz Roh- Werkstoff* 31: 198—206, 1973.
9. SCHUERCH, C.: Wood Plasticization. *Forest Prod. J.* 16 (9): 377, 1964.
10. SEBORG, R. M.—TARKOW, H.—STAMM A. J.: Effect of heat upon the dimensional stabilization of wood. *J. Forest Prod. Res. Soc.* 3: 59—67, 1953.
11. TOMEK, A.—LIPTAY, G.—SIMON, J.—ERDEY, L.: Thermische Eigenschaften von Eichenholz. *Holz, Roh- Werkstoff* 26 (2): 45—50, 1968.

## VÝSKUM TERMOMECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ SUCHÉHO DREVA

R. POPPER—G. EBERLE

Irreverzibilná teplota prechodu 154°C bola určená z termomechanickej krivky pri rýchlom lineárne stúpajúcom zahrievaní suchého smrekového dreva (*Picea albis* Karst.) medzi 120°C

a 170 °C. Charakter termomechanickej krivky naznačuje zvýšenie štruktúrného usporiadania materiálu. Toto usporiadanie možno kvalifikovať ako zlepšenie vlastnosti dreva.

KLÚČOVÉ SLOVÁ: drevo, teplota prechodu, koeficient predĺženia, štruktúra

## INVESTIGATIONS OF THERMOMECHANICAL PROPERTIES OF DRY WOOD

R. POPPER—G. EBERLE

An irreversible transition temperature of 154 °C was determined from the thermomechanical curve at a highspeed, linear ascending of dry spruce wood (*Picea albis* Karst.) between 120 °C and 170 °C. The character of the thermomechanical curve indicates an increase in structure order of the material. This can be qualified as an improvement in property of the wood.

KEY WORDS: wood, transition temperature; coefficient of elongation; structure

## ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СУХОЙ ДРЕВЕСИНЫ

Р. ПОППЕР—Г. ЭБЕРЛЕ

Ирреверсильная температура перехода 154 °C была определена по термомеханической кривой при быстром линейно возрастающем нагревании сухой еловой древесины (*Picea albis* Karst.) в интервале между 120 °C и 170 °C. Характер термомеханической кривой показывает повышение структурной организации материала. Это обстоятельство можно квалифицировать как улучшение свойств древесины.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: древесина, температура перехода, коэффициент удлинения, структура

Dipl. Ing. RUDOLF POPPER

GERHILD EBERLE

ETH Zürich, Department Wald- und Holzforschung

Professur für Holztechnologie

ETN — Hönggerberg

8093 ZÜRICH

SCHWEIZ