

Abschlussbericht

Automatische Bestimmung des prozentualen Faserbruchanteils bei der industriellen Klebfestigkeitsprüfung

Dipl. Ing. Tina Künniger
Abteilung Holz

Empa Dübendorf, Oktober 2007

PROJEKT 2006.05: RAHMENBEDINGUNGEN	5
1 ZUSAMMENFASSUNG	7
2 AUFGABENSTELLUNG UND ZIELSETZUNG	10
2.1 EINFÜHRUNG	10
2.2 BEDEUTUNG FÜR INDUSTRIE UND FORSCHUNG	10
2.3 ZIEL	10
3 BRETTSCHICHTHOLZHERSTELLUNG IN DER SCHWEIZ	12
3.1 VERWENDETE HOLZARTEN	12
3.2 EINGESETZTE KLEBSTOFFE	13
3.3 IMPRÄGNIERTES HOLZ	14
4 KLEBFESTIGKEITSPRÜFUNG	15
4.1 SCHERPRÜFUNG DER LEIMFUGEN – BRETTSCHICHTHOLZ – NACH EN 392	15
4.1.1 HERSTELLUNG VON VERSUCHSPROBEN AN DER EMPA	16
4.2 BESTIMMUNG DER LÄNGSZUGSCHERFESTIGKEIT NACH EN 302-1	18
5 MÖGLICHE FÄRBEMETHODEN	19
5.1 FARBSTOFFE – GRUNDLAGEN	19
5.2 BEKANNTE FÄRBEVERFAHREN FÜR HOLZVERKLEBUNGEN	22
5.2.1 FARBENTWICKLUNG AUF HOLZ	24
5.2.2 FARBENTWICKLUNG AUF LUFTGEHÄRTETEN KLEBSTOFFOBERFLÄCHEN	32
5.2.2.1 PUR – Klebstoffe	33
5.2.2.2 UF / MUF / MF – Klebstoffe	38
5.2.2.3 EPI – Klebstoffe	44
5.2.3 FARBENTWICKLUNG AUF BRUCHFLÄCHEN VON KLEBFUGEN	45
5.2.3.1 PUR – Klebstoffe	45
5.2.3.2 MUF / MF – Klebstoffe	49
5.2.3.3 UF – Klebstoffe	51
5.2.3.4 EPI – Klebstoffe	53
5.2.3.5 RPF – Klebstoffe	54
5.3 FÄRBETECHNIKEN FÜR KUPFER- UND FLUORHALTIGE HOLZSCHUTZMITTEL	55
5.3.1 FARBENTWICKLUNG AUF FICHTE DRUCKIMPRÄGNIERT MIT CKB-SALZ	56
6 BILDVERARBEITUNGSSOFTWARE	58
6.1 AUSWAHL DER SOFTWARE , <i>DATINF® SCIENTIFIC COLOR</i> '	58
6.2 BESTIMMUNG DES HOLZFASERBRUCHANTEILS	60
7 DISKUSSION DER MESSERGEBNISSE INKLUSIVE FEHLERBETRACHTUNG	65

7.1	AUTOMATISCHE AUSWERTUNG JA / NEIN?	65
7.2	VERGLEICH DER NEUEN METHODE MIT DER HERKÖMMLICHEN ABSCHÄTZUNG	67
7.3	ZUSAMMENHANG ZWISCHEN FARBMUSTER UND ART DES BRUCHES	75
7.3.1	KOHÄSIONSBRUCH IM HOLZ	75
7.3.2	KOHÄSIONSBRUCH IM KLEBSTOFF	76
7.3.3	ADHÄSIONSBRUCH IN DER GRENZFLÄCHE (INTERFACE) ZWISCHEN KLEBSTOFF UND HOLZ	76
7.3.4	BRUCH NAHE DER GRENZFLÄCHE ZWISCHEN KLEBSTOFF UND HOLZ	77
7.3.5	BRUCH IM RANDBEREICH DER VERKLEBUNG (INTERPHASE)	79
8	<u>MERKBLATT: AUSWERTUNGSROUTINE ZUR BESTIMMUNG DES FASERBRUCHANTEILS RESP. LEIMBRUCHANTEILS</u>	80
8.1	ANSETZEN DER FARBLÖSUNG	81
8.1.1	UNIVERSALINDIKATOR-LÖSUNG NACH (DIBUZ AND SHELTON 1967)	81
8.1.2	DACA-LÖSUNG	81
8.1.3	MALACHITGRÜN-LÖSUNG	81
8.2	FÄRBEN DER BRUCHFLÄCHEN	81
8.3	SCANNEN DER PROBEN	82
8.4	ANWENDUNG DER SOFTWARE	83
8.4.1	VOREINSTELLUNGEN	83
8.4.2	MESSUNG	84
9	<u>AUSBLICK</u>	85
10	<u>LITERATUR</u>	86

Projekt 2006.05: Rahmenbedingungen

Rahmenbedingungen

Das Projekt „Automatische Bestimmung des prozentualen Holzfaserbruchanteils bei der industriellen Klebfestigkeitsprüfung“ wurde vom Fonds zur Förderung der Wald- und Holzforschung finanziell unterstützt (Projektnummer 2006.05) und während des Zeitraumes vom Januar 2007 bis August 2007 an der Abteilung Holz der EMPA bearbeitet.

Zusammenstellung der durchgeführten Arbeiten

Die im Folgenden aufgeführten Arbeiten sind durchgeführt worden:

- Literaturrecherche über Färbemethoden für Holz, Klebstoff und Holzschutzmittel
- Eignung der Färbetechniken für die Bildverarbeitung an
 - Laborproben
 - Industrieproben
- Auswahl einer Bildverarbeitungssoftware
- Auswertung von Proben mit der Bildverarbeitungssoftware / Vergleich mit visuell-mikroskopisch ausgewerteten Proben
- Erstellung einer Auswertungsroutine

Beteiligte Personen an der Empa

Personen	Arbeiten
Arnold Martin	Beratung Statistik
Bordeanu Nico, Eyholzer Christian	Beratung Chemie
Conradin Margrit	Administration
Fischer Anja	Visuelle Beurteilung der Bruchflächen
Heer Daniel	Probenzuschnitt
Künniger Tina	Projektleitung, Färbetechniken, Software, Bericht
Richter Klaus	Antragstellung, Fachliche Beratung
Risi Walter	Technische Beratung
Strub Esther	Chemie Labor
Weiss Kurt	Klebfestigkeitsprüfung

Beteiligte Firmen und Verbände

Firmen	Arbeiten / Produkte
Astorit AG (Dynea), Einsiedeln	Prefere 4535/5046, Prefere 4103/5510, Prefere 4720/5020, Prefere 6151/ 6651, Aerodux 185/ HRP 155
Casanin AG (Jowat), Buchrain-Luzern	Jowapur 686.60, Casadox 500/551
Klebchemie M.G. Becker + Co.KG, Weingarten (D)	Kleiberit PUR 510 FibreBond
Purbond AG, Sempach-Station	Purbond HB 440, Purbond HB 181
Türmerleim AG, Basel	Kauramin 683/688, Kaurit-Leim 270
Schweiz. Fachgemeinschaft Holzleimbau	Beratung

Ein Dank gilt allen Personen, die durch Ihre kompetente Unterstützung sowie die Bereitstellung von Probenmaterial zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben.

Aufgrund der Datenvertraulichkeit werden die beteiligten Holzleimbaubetriebe nicht namentlich genannt. Auch ihnen gebührt an dieser Stelle ein Dankeschön für die gelieferten Informationen und das bereitgestellte Probenmaterial.

1 Zusammenfassung

Für die Sicherstellung der Verleimungsqualität (Gütesicherung) müssen die Hersteller von Brett-schichtholz Proben aus der laufenden Produktion entnehmen, an denen die Scherfestigkeit ge-testet sowie der Holzfaserbruchanteil visuell bestimmt wird. Beide Parameter, sowohl die Fes-tigkeit als auch der prozentuale Holzfaserbruchanteil werden zur Beurteilung der Verleimungs-qualität herangezogen. Problematisch ist, dass das Ergebnis der visuellen Abschätzung des Holzfaserbruchanteils sehr von der Erfahrung der durchführenden Person abhängt. Zudem ist die Durchführung insbesondere bei transparenten Klebstoffen zunehmend aufwendiger.

Ziel dieses Projektes war es, eine standardisierte Methode zur Quantifizierung des Holzfaser-bruchanteils, bestehend aus einer Kombination von Färbetechnik (zur besseren Erkennung der Bruchart) und Bildverarbeitung (zur reproduzierbaren Erfassung der Flächenanteile), zu entwi-ckeln. Eine Umsetzung der Methode in die Praxis soll innerhalb der Holzleimbau-Branche eine vergleichbare Qualitätssicherung mit reproduzierbaren Ergebnissen ermöglichen.

In einer ersten Phase wurden die aus der Holzverklebung (zumeist Holzwerkstoffindustrie) be-kannten Anfärbetechniken zusammengetragen und deren Eignung an diversen künstlich erzeug-ten Bruchflächen getestet. Es wurden die für die Holzleimbau-Branche relevanten Holz-Klebstoff-Kombinationen berücksichtigt und die hierfür geeigneten Farblösungen identifiziert.

Je nach Holzart und Klebstofftyp brachten der Säure-Base-Mischindikator nach (Dibuz and Shelton 1967) und/oder das Nachweisreagenz DACA (Paulitsch 1986) gute Ergebnisse mit ei-nem klaren Farbkontrast zwischen Holz und Klebstoff. Lediglich für mit Melamin-Formaldehyd-Klebstoff (MF) verklebte Esche erwiesen sich alle getesteten Methoden als ungeeignet. Dieses Ergebnis ist auch für Holzarten mit pH-Wert 5.8 oder grösser zu erwarten, die mit MF verklebt wurden.

Im nächsten Schritt wurde eine geeignete Bildverarbeitungssoftware zur Erfassung der Flä-chenanteile evaluiert und deren Eignung für den vorgesehenen Verwendungszweck überprüft. Für die weiteren Arbeiten wurde die *DatInt[®] Scientific Color* Software ausgewählt, welche sich zur Größenbestimmung von farblich differenzierbaren Objekten oder Flächen in digitalen Bil-dern eignet.

Eine Auswertungsroutine zur prozentualen Bestimmung des Holzfaserbruchanteils nach der neuen Methode, bestehend aus Färbetechnik und Bildverarbeitung, wurde erstellt und kam an diversen Bruchproben (100 Proben aus der Industrie und 450 an der Empa hergestellte Proben) zur Anwendung.

Abschliessend wurden die Ergebnisse der herkömmlichen Abschätzung mit denen der neuen Methode verglichen, Unterschiede aufgezeigt und Vor- und Nachteile der jeweiligen Methode zusammengestellt.

Die Holzfaserbruchanteile, abgeschätzt mit der visuellen und mit der neuen Methode, unterscheiden sich im Durchschnitt leicht voneinander. Mit der neuen Methode wurden an den Testproben im Mittel ca. 8% weniger Holzfaserbruchanteil ausgewiesen, als mit der herkömmlichen Methode abgeschätzt wurde. Die Differenz zwischen herkömmlicher und neuer Methode liegt bei den Einzelwerten erheblich höher und schwankt zwischen -68 % bis +61 % Holzfaserbruchanteil.

Die statistische Auswertung der Einzeldaten hat gezeigt, dass die Höhe der Differenz zwischen dem mit der herkömmlichen und mit der neuen Methode abgeschätzten Holzfaserbruchanteil von verschiedenen Faktoren abhängig ist. Einen signifikanten Einfluss haben die Holzart als auch der Klebstofftyp. Die grössten Abweichungen zwischen herkömmlicher und neuer Methode traten bei den mit MF und MUF verklebten Fichtenproben auf, bei denen mit der herkömmlichen Methode ein durchschnittlich um 30% bzw. 22% höherer Holzfaserbruchanteil abgeschätzt wurde, als mit der neuen Methode ermittelt. Keine signifikanten Unterschiede zwischen den mit der herkömmlichen und der neuen Methode ermittelten Faserbruchanteilen gab es dagegen bei den RPF verklebten Proben, da aufgrund des dunklen Klebstoffs auch eine relativ objektive visuelle Auswertung möglich ist.

Bei der Abschätzung des Faserbruchanteils nach der herkömmlichen Methode bestätigte sich, dass die jeweilige Person einen Einfluss auf das Ergebnis hat. Als grösste Unsicherheit erwies sich hier das nicht korrekte Erkennen der Bereiche mit Holzfaserbruch oder Versagen der Verklebung. Hier spielt die Schwierigkeit der Zuordnung, ob ein Bereich noch als Holzfaserbruch oder schon als Versagen der Verklebung gewertet wird, eine wichtige Rolle. Der zufällige Fehler kann dadurch im Einzelfall relativ hoch sein.

Wurden die Bereiche jedoch korrekt erkannt, war die Genauigkeit der Flächenschätzung bei allen beteiligten Personen sehr hoch.

Aus den vorliegenden Ergebnissen lässt sich ableiten, dass vor allem das Anfärben der Bruchflächen und die damit verbundene bessere visuelle Erkennung von Bereichen mit Holzfaserbruch oder Versagen der Verklebung zu einer objektiveren Abschätzung des Holzfaserbruchanteils führen.

Die wesentlichen Unterschiede der neuen Methode im Vergleich zur herkömmlichen Abschätzung des Faserbruchanteils sind:

- Die Abschätzung des Faserbruchanteils ist objektiver.
- Der prozentuale Holzfaserbruchanteil ist im Durchschnitt etwas geringer.
- Brüche nahe der Grenzfläche werden immer als Versagen der Verklebung gewertet.

Die wesentlichen Vorteile der neuen Methode sind:

- Objektivere Ergebnisse
- Zuordnung der Bruchart aufgrund des Farbmusters einfacher möglich
- Visuelle Dokumentation des prozentualen Holzfaserbruchanteils; dadurch bessere Nachvollziehbarkeit der Ergebnisse im Rahmen der Gütekontrolle

In einer ersten Überschlagsrechnung wurden die zusätzlichen Kosten für erforderliche Ausrüstung und Verbrauchsmaterial wie z.B. Chemikalien mit maximal 0.10 CHF pro Einzelprobe ermittelt. Zudem ist eine einmalige Investition in Höhe von ca. 400.- € für die Software erforderlich.

Die neue Methode, bestehend aus einer Kombination von Färbetechnik und Bildverarbeitung hat sich an den Laborproben als auch an Industrieproben bewährt. Sie eignet sich zur Bestimmung des Holzfaserbruchanteils bei der industriellen Klebfestigkeitsprüfung von Brettschichtholz als auch zur Bestimmung des Holzfaserbruchanteils an entsprechenden Bruchproben, die im Rahmen der Forschung entstehen.

Die vorgeschlagene Methode wird zur Umsetzung in die Praxis empfohlen.

2 Aufgabenstellung und Zielsetzung

2.1 Einführung

In der Schweiz produzieren derzeit ca. 20 Hersteller 120'000 bis 150'000 m³ Brettschichtholz (BSH) pro Jahr (lt. SFH – Schweiz. Fachgemeinschaft Holzleimbau). Zur Sicherstellung der Verleimungsqualität müssen die Hersteller pro Holzart-Klebstoff-Kombination täglich eine Probe der laufenden Produktion entnehmen (Anonymous 2005). An diesen Proben sollen die Scherfestigkeit und die Delamination nach Wasserlagerung getestet und der Holzfaserbelag in 10% Stufen visuell bestimmt werden. Beide Parameter, sowohl die Festigkeit als auch der prozentuale Holzfaserbruchanteil werden zur Beurteilung der Verleimungsqualität herangezogen.

Bei hellen Klebfugen (z.B. MUF, PUR, EPI) ist die visuelle Ansprache des Holzaustrisses schwierig. Schwankungen grösser 20% bei der Beurteilung des prozentualen Holzfaserbruchanteils sind lt. Angaben der Hersteller und Prüfer keine Seltenheit. Ein standardisiertes, industriell einfach zu handhabendes Verfahren zur Bestimmung des Anteils an Holzaustriss kommt derzeit nicht zur Anwendung.

Eine Bestimmung des Holzfaserbruchanteils bei der industriellen Klebfestigkeitsprüfung, wie die in diesem Projekt beschriebene Auswertungsroutine, bestehend aus einer Kombination von Färbetechnik (zur besseren Erkennung der Bruchart) und Bildverarbeitung (zur reproduzierbaren Erfassung der Flächenanteile), wird durch die Holzleimbau-Industrie gewünscht.

2.2 Bedeutung für Industrie und Forschung

Durch eine standardisierte Methode zur Quantifizierung des Holzaustrisses können Prüfkörper sowohl in der industriellen Klebfestigkeitsprüfung als auch in der Forschung reproduzierbarer, dass heisst weniger abhängig von der Erfahrung und des visuellen Beurteilungsvermögens einer Person, beurteilt werden. Dies trägt wesentlich zur Verbesserung der Qualitätssicherung bei der Brettschichtholzproduktion bei. Zudem könnte eine geeignete Auswertungsroutine auch in anderen Bereichen der Vollholzverklebung zum Einsatz kommen.

2.3 Ziel

Um eine vergleichbare Qualitätssicherung durch die verschiedenen BSH Hersteller zu gewährleisten, verfolgt das geplante Projekt folgende Ziele:

- Literaturrecherche über Färbemethoden für Holz, Klebstoffe und Holzschutzmittel (die bei der Produktion von BSH zum Einsatz kommen können)
- Beurteilung von bekannten Färbemethoden auf ihre Eignung für den hier beschriebenen Einsatzzweck, ggf. einsatzorientierte Optimierung
- Übersichtliche Darstellung der geeigneten Färbemethoden inkl. Arbeitsanleitung

- Recherche über existierende Software zur Bildverarbeitung/-auswertung, die auf herkömmlichen PCs läuft, preiswert und einfach zu handhaben ist
- Auswahl einer geeigneten Software sowie deren Anpassung an die Aufgabenstellung
- Erarbeitung einer Auswertungsroutine
- Merkblatt zur Quantifizierung des Holzfaserbruchanteils in der Praxis der BSH Herstellung

An Bruchflächen wie beispielhaft in Abb. 1 und Abb. 2 dargestellt, soll mit der erarbeiteten Auswertungsroutine der prozentuale Holzfaserbruchanteil automatisch bestimmt werden.



Abb. 1 Bruchfläche einer mit 1P-PUR verklebten Europäischen Lärche



Abb. 2 Bruchfläche einer mit MUF verklebten Fichte

3 Brettschichtholzherstellung in der Schweiz

Die Leistungsanforderungen und Mindestanforderungen an die Herstellung von BSH und Bauteile für tragende Zwecke entsprechen der Schweizerischen Norm SIA 265 als auch der entsprechenden Norm SN EN 386:2001. Umfangreiche ‚Richtlinien für die Herstellung von Brettschichtholz‘ werden auch durch die Schweizerische Fachgemeinschaft Holzleimbau (SFH) herausgegeben, die wiederum auf SIA, DIN oder EN Normen verweisen.

3.1 Verwendete Holzarten

In den meisten europäischen Ländern kommen folgende Nadelhölzer zur Herstellung von Brettschichtholz zum Einsatz.

- **Fichte** (*Picea abies*) (**mind. 80% in der Schweiz¹**)
- **Tanne** (*Abies alba*)
- Kiefer (*Pinus sylvestris*)
- **Lärche** (*Larix decidua*)
- Douglasie (*Pseudotsuga menziesii*)

Es kommen gelegentlich auch Laubholzarten zum Einsatz, wie zum Beispiel:

- Eiche (*Quercus robur*)
- **Esche** (*Fraxinus excelsior*) (**Sonderanwendungen**)
- Pappel (*Populus robusta*, *Populus alba*)
- Buche (*Fagus sylvatica*)

Fett hervorgehoben sind die in der Schweiz hauptsächlich verwendeten Holzarten (Visuelle Übersicht siehe Abb. 7).

Entsprechende Anforderungen an die Brettlamellen werden in der SIA 265, EN 386:2001, DIN 4074-1 sowie den Richtlinien des SFH beschrieben.

¹ Persönl. Mitteilung Hr. A. Lüthi, Schweiz. Fachgemeinschaft Holzleimbau

3.2 Eingesetzte Klebstoffe

Klebstoffe für tragende Verbindungen müssen erhöhte Anforderungen an Festigkeit und Dauerhaftigkeit erfüllen, damit ihre Funktionsfähigkeit unter der vorgesehenen Nutzung und während der geplanten Nutzungsdauer voll erhalten bleibt. Laut SIA 265 Ziffer 6.11.2.3 können die in Tabelle 1 aufgeführten Klebstofftypen für den tragenden Holzbau zum Einsatz kommen.

Tabelle 1 Leimtypen und empfohlene Einsatzbereiche. Dabei bedeuten: g = geeignet, bg = beschränkt geeignet (in Abhängigkeit der Produkteigenschaften) und ng = nicht geeignet (SIA 265 Ziffer 6.11.2.3)

Leimtyp	Kurzzeichen	Feuchteklasse			Hinweise
		1	2	3	
Phenolformaldehyd ^{1) 5)}	PF	g ¹⁾	g ¹⁾	g ¹⁾	
Resorcin-Phenolformaldehyd ⁵⁾	RPF	g	g	g	Leimfugen im Brandfall beständig Leimfugen im Brandfall beständig
Resorcinformaldehyd ⁵⁾	RF	g	g	g	
Melamin-Harnstoffformaldehyd ^{2) 5)}	MUF	g	g	bg	
Harnstoffformaldehyd ⁵⁾	UF	g	bg ³⁾	ng	
Polyurethan ⁵⁾	PUR	g	g	g	beschränkt fugenfüllend Brandfall: Nachweis der Leimfugenbeständigkeit durch Produzenten zu erbringen
Epoxyd ^{4) 6)}	EP	g	g	g	unempfindlich gegen dicke Fugen geringer Pressdruck
Kasein ⁶⁾		g	bg	ng	fungizide Wirkstoffe notwendig
¹⁾ Nur bei Heissverleimung (110°...140 °C) anwenden; zur Herstellung von Holzwerkstoffen geeignet. ²⁾ Verleimung bei Temperaturen über 30 °C anstreben. ³⁾ Ungeeignet bei höherer relativer Luftfeuchte und gleichzeitiger Temperatur über 50 °C. ⁴⁾ Ungeeignet bei Temperaturen über 50 °C. ⁵⁾ Leimfuge dunkelbraun. ⁶⁾ Leimfuge transparent.					

Die Anforderungen an die Klebstoffe sind in der Europäischen Norm EN 301 festgelegt.

In der Brettschichtholzproduktion der Schweiz kommen hauptsächlich PUR- und MUF-Klebstoffe, gelegentlich auch RPF-, UF-, MF- und neu auch EPI-Klebstoffe (Emulsion Polymer Isocyanate) zum Einsatz. Für diese Klebstofftypen wurden gängige Produkte aus der Praxis ausgewählt und getestet:

- 1K-PUR (ca. 70% Marktanteil²⁾
 - Purbond HB 440
 - Purbond HB 181
 - Kleiberit PUR 510 FibreBond
 - Jowapur 686.60

²⁾ Persönl. Mitteilung Hr. A. Lüthi, Schweiz. Fachgemeinschaft Holzleimbau

- MUF (ca. 25% Marktanteil²) - Prefere 4535 / Härter 5046
- Kauramin Leim 683 / Härter 688
- UF - Prefere 4103 / Härter 5510
- Kaurit-Leim 234 Pulver / Härter 70
- RPF - Aerodux 185 / HRP 155
- Casadox 500 / Härter 551
- MF - Prefere 4720 / Härter 5020
- 2K-EPI - Prefere 6151 / Härter 6651

3.3 Imprägniertes Holz

Nach DIN 86800-3 "Vorbeugender chemischer Holzschutz" wird Brettschichtholz in die Gefährdungsklasse 0 eingestuft. Damit darf auf chemischen Holzschutz verzichtet werden.

Für spezielle Anwendungen wird jedoch gelegentlich der chemische Holzschutz eingesetzt, wobei die Lamellen vor der Verklebung druckimprägniert werden. Dafür kommen in der Schweiz fast ausschliesslich Chrom-Kupfer-Salze, teilweise auch chromfreie Kupferverbindungen zum Einsatz. Aufgrund des derzeit sehr geringen Produktionsumfanges an druckimprägniertem Brettschichtholz werden in dieser Studie lediglich die Farbreaktionen auf CKB-Salz (Impralit-CCO) imprägniertem Fichtenholz dargestellt.

4 Klebfestigkeitsprüfung

Zur Bestimmung der Verklebungsqualität von Brettschichtholz kommen verschiedene Prüfungen zum Einsatz. Die Qualität der Keilverzinkung der Lamellen wird entsprechend EN 385 und EN 408 getestet.

Nach der flächigen Verklebung der Lamellen zu Brettschichtholz wird die Scherfestigkeit der Leimfuge parallel zur Faserrichtung nach EN 392 geprüft. Diese Prüfung wird im Kapitel 4.1 näher beschrieben. Ebenfalls zur laufenden Überwachung der Klebstoffugengüte bei Brettschichtholz wird die Delaminierungsprüfung nach EN 391 durchgeführt, welche hier nicht weiter diskutiert wird.

Bei tragenden Holzbauteilen kommt zudem ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Längsscherfestigkeit von Klebeverbindungen zum Einsatz, welches in der Norm EN 302-1 festgelegt wurde und in Kapitel 4.2 näher erläutert wird.

Der Faserbruchanteil spielt bei den beiden letztgenannten Prüfverfahren, genau wie die ermittelte Scherfestigkeit, eine wesentliche Rolle bei der Bewertung der Verklebungsqualität.

Die Bruchfläche kann dabei je nach Qualität der Klebeverbindung einen reinen Holzbruch (Faserbruchanteil 100%) als auch ein komplettes Versagen der Klebeverbindung (Faserbruchanteil 0%) aufweisen. Häufig tritt der Bruch jedoch zum Teil im Holz selbst und zum Teil in der Klebstofffuge oder in der Grenzfläche zwischen Klebstoff und Holz auf. In diesem Fall ist die Bestimmung der prozentualen Anteile bezogen auf die gesamte Bruchfläche schwierig.

Eine objektive visuelle Beurteilung der Bruchflächen wird vor allem erschwert durch die:

- Jahrringstruktur
- Holzfärbung
- Rauigkeit /Zerklüftung der Bruchfläche
- Farbe /Transparenz des Klebstoffes
- Subjektive Wahrnehmung des Betrachters

4.1 Scherprüfung der Leimfugen – Brettschichtholz – nach EN 392

Diese Prüfung wird sowohl an neu produziertem Brettschichtholz als Güteüberwachung, als auch an gealtertem Brettschichtholz zur Bestimmung der Qualität der Klebeverbindung nach einer zeitlichen und /oder einer klimatischen Beanspruchung durchgeführt.

Zur Güteüberwachung des hergestellten Brettschichtholzes werden Proben der laufenden Produktion entnommen und einer Prüfung der Scherfestigkeit der Leimfuge parallel zur Faserrichtung

tung (EN 392) unterzogen. Dabei wird die Leimfuge einer Scherbeanspruchung bis zum Bruch ausgesetzt.

Neben der Ermittlung der Scherfestigkeit wird der prozentuale Faserbruchanteil bestimmt. Dies geschieht durch eine visuelle Begutachtung der Bruchfläche und Schätzung des Faserbruchanteils auf 5% Genauigkeit.

Die Bewertung der Ergebnisse erfolgt entsprechend EN 386. Dabei müssen abhängig von den geprüften Scherfestigkeiten folgende Mindestfaserbruchanteile erreicht werden:

Tabelle 2 Mindestfaserbruchanteile bezogen auf die Scherfestigkeit $f_{v,a}$ lt. EN 386

	Durchschnittswerte			Einzelwerte		
Scherfestigkeit $f_{v,a}$ [N/mm ²]	6	8	$f_{v,a} \geq 11$	$4 \leq f_{v,a} < 6$	6	$f_{v,a} \geq 10$
Mindestfaserbruchanteil [%] ^a	90	72	45	100	74	20
^a Bei Durchschnittswerten ist der Mindestfaserbruchanteil in %: $144 - (9 f_{v,a})$. Bei der Scherfestigkeit $f_{v,a} \geq 6.0$ N/mm ² betragen die Einzelwerte der Mindestfaserbruchanteile in %: $153.3 - (13.3 f_{v,a})$.						

4.1.1 Herstellung von Versuchsproben an der Empa

Für diverse Färbeversuche als auch Versuche mit der Bildverarbeitungssoftware wurden Verklebungsproben an der Empa hergestellt.

Es wurden gehobelte Bretter verklebt und nach der Aushärtung in Probenkörper von 50 mm x 50mm x 50 mm zugeschnitten (entsprechend Abb. 3). Die einzelnen Probenkörper wurden vor der Festigkeitsprüfung teilweise einer künstlichen Alterung unterzogen, um möglichst Bruchflächen mit einem hohen Anteil an Leimbruch zu erzeugen, respektive den gesamten Bereich 0% bis 100% Holzfaserverbruchanteil abdecken zu können. Der Umfang der künstlichen Alterung als auch die Prüfbedingungen variierte dabei je nach Holz-Klebstoff-Kombination. Insgesamt wurden etwa 450 Proben an der Empa hergestellt und getestet, wovon ca. eine Hälfte nur für Färbeversuche und die andere Hälfte für Anfärbung und Auswertung mit der Software genutzt wurden.

Die bei der Prüfung erhaltenen Festigkeitswerte werden bewusst nicht ausgewertet, da Rückschlüsse auf die tatsächliche Qualität der Klebverbindung der Versuchsproben aufgrund der unterschiedlichen Behandlung der Proben nicht möglich und auch nicht Gegenstand dieser Studie sind.

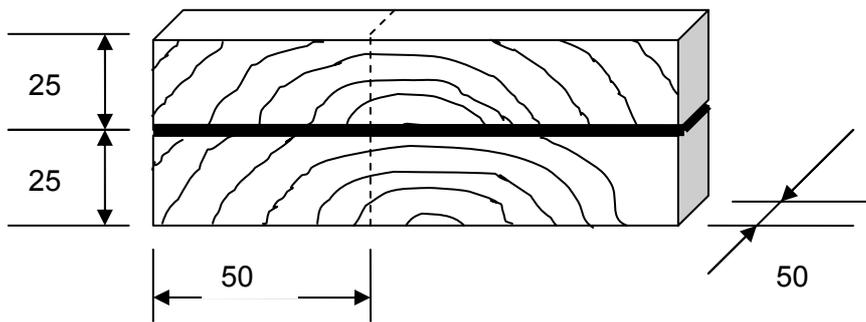


Abb. 3 Versuchsproben für Scherprüfung nach EN 392

Holz: Fichte, Europäische Lärche, (Esche)

Astfrei

Konditioniert (20°C/ 65%RH)

Klebstoff: Verarbeitung lt. Hersteller (siehe Anhang)

Aushärten: Im Klima (20°C/ 65%RH) mind. 1 Woche

Alterung: Versch. Zyklen, abhängig von Holzart und Klebstoff, bestehend aus
Lagerung im kalten Wasser (2 Stunden bis 4 Tage)

Trocknung im Trockenschrank bei 40°C bis 12% Holzfeuchte

Prüfung: lt. EN 392

Konditionierte Proben (20°C/ 65%RH)

Teilweise nasse Proben direkt nach Wasserlagerung

Zusätzlich zu den an der Empa hergestellten Proben wurden einige Proben aus der Industrie getestet und ausgewertet. An diesen Proben wurde keine künstliche Alterung durchgeführt. Weiterhin wurden Industrieproben ausgewertet, die bereits im Werk geprüft und bewertet wurden.

4.2 Bestimmung der Längszugscherfestigkeit nach EN 302-1

Ein Verfahren zur Bestimmung der Längsscherfestigkeit von Klebeverbindungen wird in der Norm EN 302-1 beschrieben. Es gilt für Klebstoffe zur Verwendung für tragende Holzbauteile. Dieses Verfahren wird vor allem bei der Zulassung von Klebstoffen als auch in der Forschung und Entwicklung eingesetzt. Die Probekörper werden dabei extra für die Prüfung hergestellt.

Die Längsscherfestigkeit der Klebeverbindung wird bestimmt, indem eine einzelne Überlappung von zwei rechteckigen Holzverbindungen (lt. Norm an Buche - *Fagus sylvatica* L.) mit dünnen und dicken Klebstoffugen durch eine Längszugkraft zum Bruch gebracht wird. Dabei können die Proben vor der Prüfung diversen klimatischen Behandlungen ausgesetzt werden, um die Beanspruchung der Klebeverbindung zu verstärken.

Wie auch bei der in Kapitel 4.1 beschriebenen Prüfmethode werden die Scherfestigkeit und der prozentuale Faserbruchanteil ermittelt. Der Faserbruchanteil wird dabei durch Sichtprüfung auf 10% geschätzt.

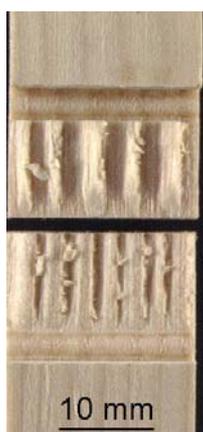


Abb. 4 Probekörper aus Fichte mit 100% Faserbruchanteil



Abb. 5 Probekörper aus Fichte mit 0% Faserbruchanteil

Abb. 4 zeigt das typische Bruchbild einer guten Klebeverbindung. Der Bruch erfolgte ausschließlich im Holz (100% Faserbruchanteil). Abb. 5 dagegen zeigt ein komplettes Versagen der Klebeverbindung, bei der sich Klebstoff und Holz deutlich voneinander ablösen (0% Faserbruchanteil).

Längszugscherfestigkeitsproben wurden in dieser Studie nicht getestet. Jedoch kann davon ausgegangen werden, dass die in der Studie erarbeitete Auswertungsroutine zur Bestimmung des Holzfaserbruchanteils auch für diese Proben geeignet ist.

5 Mögliche Färbemethoden

5.1 Farbstoffe – Grundlagen

Durch das menschliche Auge wahrgenommene Farbigkeit entsteht dadurch, dass ein Körper einen Teil des sichtbaren Spektrums emittiert oder dass er einen Teil des auftreffenden Lichtes teilweise absorbiert und teilweise reflektiert. Das reflektierte Licht hat die Komplementärfarbe des absorbierten Spektralbereiches.

Farbmittel sind sämtliche chemische Verbindungen, die in der Lage sind, andere Materialien zu färben. Dabei unterscheidet man nach DIN 55 944:

- Anorganische Farbmittel → Pigmente
- Organische Farbmittel → Pigmente
- **Farbstoffe**

Farbstoffe sind lösliche Farbmittel, von denen man heute viele tausende kennt. Man unterscheidet diese nach

- Herkunft: natürlich oder synthetisch
- chemischer Zusammensetzung
- Verhalten zur Faser/Substrat und der anzuwendenden Färbetechnik
- Colour Index
- (Geschützte Markennamen)

Die Farbstoffe können durch unterschiedliche Mechanismen ihre Farbwirkung auf dem Substrat (z.B. Holz, Klebstoff) entfalten:

- Adsorption des Farbstoffes an der Oberfläche des zu färbenden Substrates
- Chem. Bindung zwischen Farbstoff und Substrat

Das Ansprechen eines Farbstoffes auf ein Substrat wie z.B. Holz oder Klebstoff hängt von verschiedenen Faktoren ab:

- Art des Farbstoffes (chemische Struktur)
- Chemische Struktur des Holzes bzw. des Klebstoffes
(reaktionsfähige Gruppen wie z.B. OH-Gruppen, NH₂-Gruppen)
- Dichte / Porosität / Permeabilität des Holzes bzw. des Klebstoffes
(beeinflusst die Diffusion der Farbmoleküle und somit die Farbintensität)
- pH-Wert der Materialien bei Verwendung von nicht pH-Wert neutralen Farbstoffen
- Grad der Aushärtung der Klebstoffe
(beeinflusst die Anzahl der verfügbaren reaktionsfähigen Gruppen)

Im Folgenden werden die Wirkungsweisen von Indikatoren kurz beschrieben, da in dieser Studie vor allem entsprechende Farbstoffe verwendet wurden.

Indikatoren sind Substanzen, die den Äquivalenzpunkt einer Reaktion visuell durch

- Farbwechsel
- Fluoreszenzwechsel
- Trübungswechsel
- Farbverstärkung infolge Adsorption

erkennen lassen. Die wichtigsten und bekanntesten Indikatoren sind dabei die Säure-Base-Indikatoren. Sie sind selbst Säuren oder Basen und zeigen durch Protonenabgabe oder -aufnahme eine Farbänderung, hervorgerufen durch die Verschiebung des Absorptionsmaximums (Abhängigkeit von der Wasserstoffionenkonzentration bzw. dem pH-Wert). Säure-Base-Indikatoren kommen normalerweise in flüssigen Systemen zur Anwendung, funktionieren jedoch durchaus auch auf diversen Feststoffoberflächen.

Somit kann theoretisch durch die Auswahl eines geeigneten Indikators eine unterschiedliche Farbreaktion zwischen Holz und Klebstoff erreicht werden, sofern diese sich in ihrem pH-Wert deutlich unterscheiden. Dieser Lösungsansatz wurde beispielsweise beim Universalindikator nach (Dibuz and Shelton 1967) verfolgt.

Der pH-Wert von Holz kann relativ sauer (z.B. Hickory pH-Wert 3,2) bis hin zu leicht alkalisch sein (z.B. Fromager pH-Wert 8,3). Typische pH-Werte der in dieser Arbeit einbezogenen Holzarten sind in Tabelle 3 aufgeführt:

Tabelle 3 pH-Wert Holzarten (Wagenführ and Scheiber 1989)

Holzart	pH-Wert
Stieleiche	3.9
Douglasie	3.3 (Kern)... 5.8
Europ. Lärche	4.2 (Kern) ... 5.4
Fichte	4.0 (Kern) ... 5.3
Kiefer	5.1
Rotbuche	5.1 ... 5.4
Tanne	5.5 ... 6.1
Esche	5.8
Pappel	5.8

Stieleiche, Douglasie, Lärche als auch Fichte haben einen stärker sauren Charakter (pH ~ 4) als die übrigen Holzarten (pH ~ 5 bis 6). Der pH-Wert des Holzes kann je nach Holzart stark schwanken. Grosse Unterschiede kann es beispielsweise auch zwischen Kern und Splint geben. Auch führt beispielsweise der Nasskern bei Nadelholzarten zu einem wesentlich geringe-

ren pH-Wert 4,2 im Vergleich zum normalen Holz, bei den Laubholzarten dagegen steigt der pH-Wert bis in den schwach alkalischen Bereich (Lohmann 2003).

Die Harze der untersuchten Klebstoffe sind im Verarbeitungszustand generell basisch eingestellt, das heisst ihr pH-Wert ist grösser als 7. Nach dem Aushärten kann der pH-Wert, je nach chemischer Zusammensetzung, in den sauren Bereich umschlagen.

Abb. 6 zeigt den pH-Wert Bereich einiger Holzarten sowie den ungefähren Charakter der gehärteten Klebstoffe. In dieser Grafik wird deutlich, dass sich einige Holzarten sehr gut von den verschiedenen Klebstoffen unterscheiden, aber dass es auch ‚Überschneidungen‘ gibt. Deutliche Überschneidungen gibt es beispielsweise bei UF mit eher sauren Holzarten wie Lärche, Douglasie und Fichte. Ebenso weist zum Beispiel Esche einen ähnlichen pH-Wert wie die getesteten Klebstoffe MUF, PUR, MF und EPI auf.

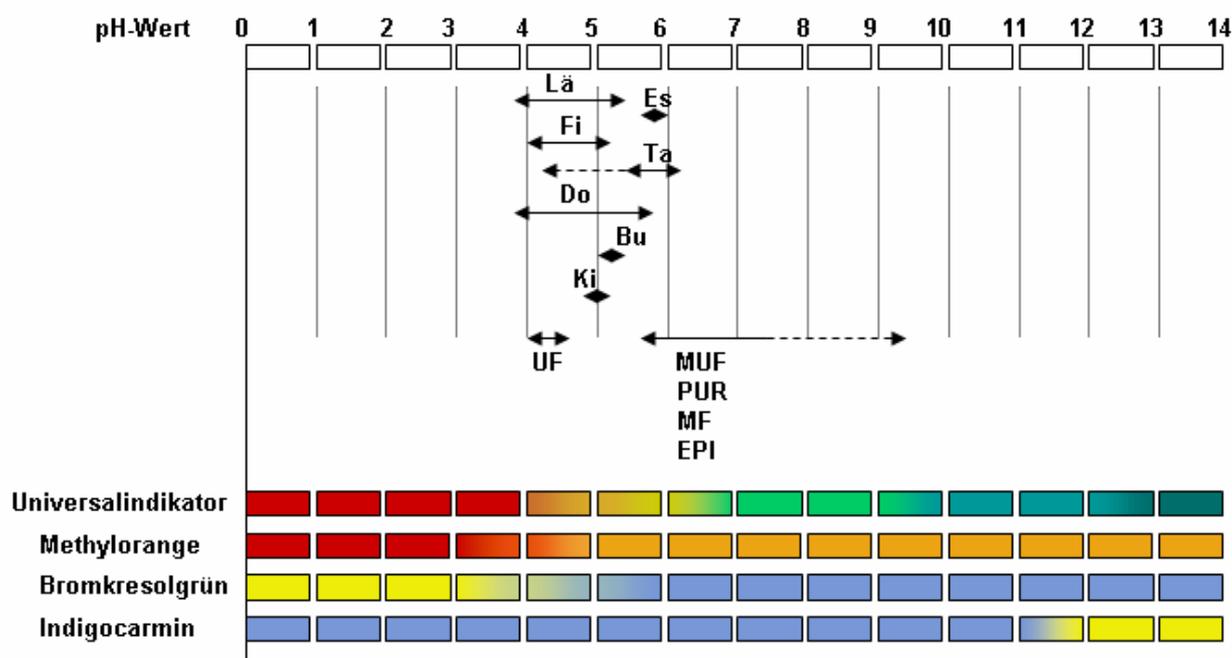


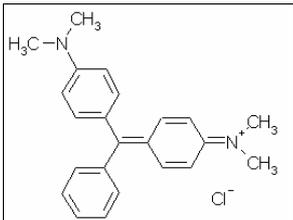
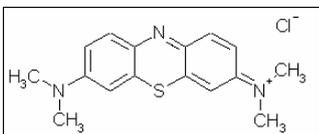
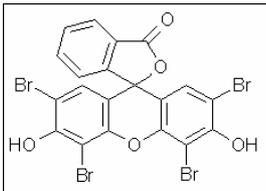
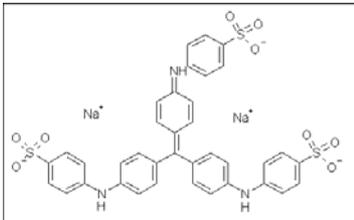
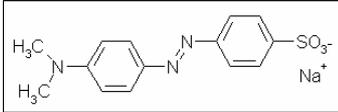
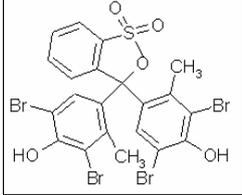
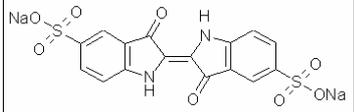
Abb. 6 pH-Werte ausgewählter Holzarten und Klebstoffe (ausgehärtet), sowie Farbwechsel des Universalindikators nach (Dibuz and Shelton 1967) mit seinen Einzelkomponenten

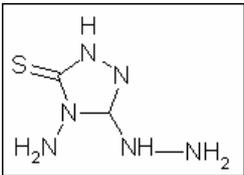
Aus einzelnen Säure-Base-Indikatoren können Mischindikatoren (Bsp. Universalindikator nach (Dibuz and Shelton 1967)) hergestellt werden, um so den Farbumschlag zu intensivieren. Gleiches kann auch durch die Zugabe eines pH-neutralen Farbstoffes (z.B. Methylenblau) zum Säure-Base-Indikator bzw. einem Mischindikator erreicht werden.

5.2 Bekannte Färbverfahren für Holzverklebungen

In Tabelle 4 werden Farbstoffe aufgeführt, die bereits erfolgreich im Bereich Holzverklebungen verwendet und ausführlich in der Literatur unter anderem in (Zeppenfeld and Grunwald 2005) beschrieben wurden. Sie wurden in diesem Projekt mit folgenden Rezepturen getestet:

Tabelle 4 Ausgewählte Farbstoffe

Farbstoff	Sturkturformel	pH-Wert Farbumschlag	Rezeptur
Malachitgrün		0.0 gelb – 2.0 grün-blau	0.04 %ige Lösung in Wasser
Methylenblau		Redoxindikator Ox. Blau Red. farblos	1 Teil Methylenblau in 65 Teilen Ethanol
Eosin Y		0.0 gelb – 3.0 grüne Fluoreszenz (pink bis intensiv rot)	0.25 g in 20 ml Wasser
'Methylblau' Anilinblau		9.4 blau – rot – 14.0 farblos	0.1 %ige Lösung in Wasser
Methylorange		3.1 rot – 4.4 gelb/orange	0.1 %ige Lösung in Wasser
Bromkresolgrün		3.8 gelb – 5.4 blau	
Indigokarmin		11.5 blau – 13.0 gelb Redoxindikator Ox. Blau Red. Gelblich	

Universalindikator nach (Dibuz and Shelton 1967)		<i>Gemisch</i> Nachweis versch. Klebstoffe	0.25 g Methylorange, 0.25 g Bromkresolgrün, 0.01 g Indigokarmin in 50 ml Ethanol und 25 ml Wasser
2 %ige Lugolsche Lösung (Jod-Jodkalium-Lösung)		Nachweis von Stärke; Reaktion mit Cellulose	Lösung 4 Teile Kaliumjodid, 2 Teile Jod, 94 Teile Wasser
2 %ige Lugolsche Lösung + Natriumthiosulfat-Lösung (Niemz et al. 2004)		dito	Lugolsche Lsg. siehe oben, anschliessend mit Natriumthiosulfat-Lsg. einstreichen
Purpald® Reagenz		Nachweis von Aldehyden	frische 1%ige Lösung von Purpald (4-Amino-3-hydrazino-5-mercapto-1,2,4-triazol) in 1 M Natronlauge

Weitere Färbetechniken für Holzverklebungen im Zusammenhang mit Holzwerkstoffen sind:

- **DACA (Paulitsch 1986)** zum Nachweis von 4,4-Diisocyanat und Harnstoff
Rezeptur: frische 0.3%-ige Lösung von *p*-Dimethylaminozimtaldehyd (DACA) in Ethanol und halbkonzentrierte Salzsäure (5:2 V/V)
Die behandelte Probe muss für 15 min bei 105°C im Trockenschrank!
Ergebnis: Diisocyanat-Klebstoffe färben sich hell rot
UF- und MUF-Klebstoffe färben sich ebenfalls rot
Holz färbt sich blaugrün, je nach Holzart mit unterschiedlicher Intensität
- **Salpetersäure /Chromsäure (Gibson and Krahrmer 1980)** zum Nachweis von Harnstoff
Rezeptur: 10%ige Salpetersäure und 10%iger Chromsäure im Verhältnis 1:1
Ergebnis: UF-Klebstoffe färben sich gelblich bis weiss
Holz färbt sich dunkel
- **1%ige Resorcinlösung in konz. Salzsäure (Seifert 1960) und (Gibson and Krahrmer 1980)** Nachweis von Formaldehyd
Rezeptur: 1%ige Resorcinlösung in konz. Salzsäure
3 min. Einwirkzeit, anschl. Trocknung mit Filterpapier (Seifert 1960)
1 min. Einwirkzeit anschl. Waschen mit Wasser (1 min + Lufttrocknung) (Gibson and Krahrmer 1980)
Ergebnis: UF –Klebstoffe färben sich gelb (Seifert 1960)
Holz färbt sich intensiv violett
UF-Klebstoff pulvrig weiss (Gibson and Krahrmer 1980)
Holz färbt sich purpur bis schwarz

5.2.1 Farbentwicklung auf Holz

Die in Kap. 5.2 beschriebenen Farbstoffe wurden auf 9 verschiedenen Holzarten (Douglasie, Fichte, Esche, Tanne, Kiefer, Pappel, Euro. Lärche, Buche, Eiche) getestet.

Die natürliche Färbung der verwendeten Hölzer ist in Abb. 7 dargestellt.



Abb. 7 Gehobelte Holzproben vor der Behandlung

Die gehobelten Holzproben wurden mit der jeweiligen Farbstoff-Lösung bestrichen und luftgetrocknet (Abb. 8 bis Abb. 16). Die eingetretene Färbung der Hölzer wurde während 5 Tagen beobachtet und änderte sich in dieser Zeit nicht.

Weiterhin wurden an Bruchflächen (Abb. 17 und Abb. 18) der wichtigsten Holzarten (Fichte, Tanne, Douglasie) jeweils Splint und Kern-Bereiche durch Sprühen gefärbt, um ein unterschiedliches Färbeverhalten von Splint und Kern zu erkennen. Zusätzlich wurden Buche natur und Buche gedämpft untersucht.

Eine Übersicht über die Farbentwicklung auf den Holzoberflächen geben die folgenden Abbildungen.

- **Malachitgrün**

Ergebnis Holz färbt sich türkis bis grün.

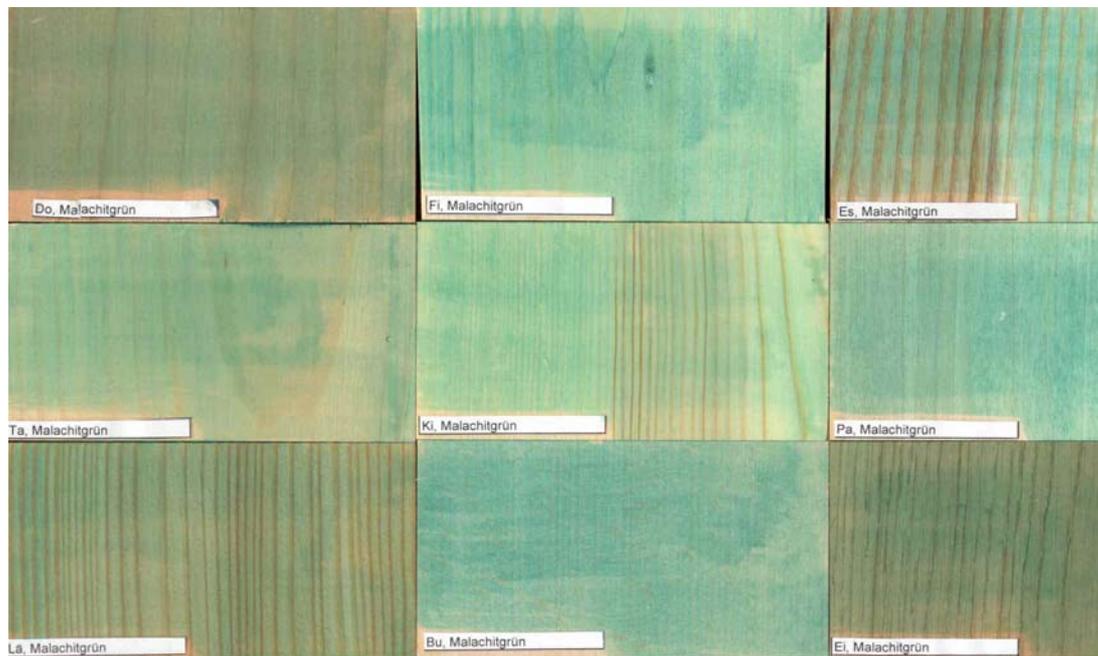


Abb. 8 Gehobelte Holzproben gestrichen mit Malachitgrün, luftgetrocknet

- **Methylenblau**

Ergebnis Holz färbt sich türkis bis dunkelblau.

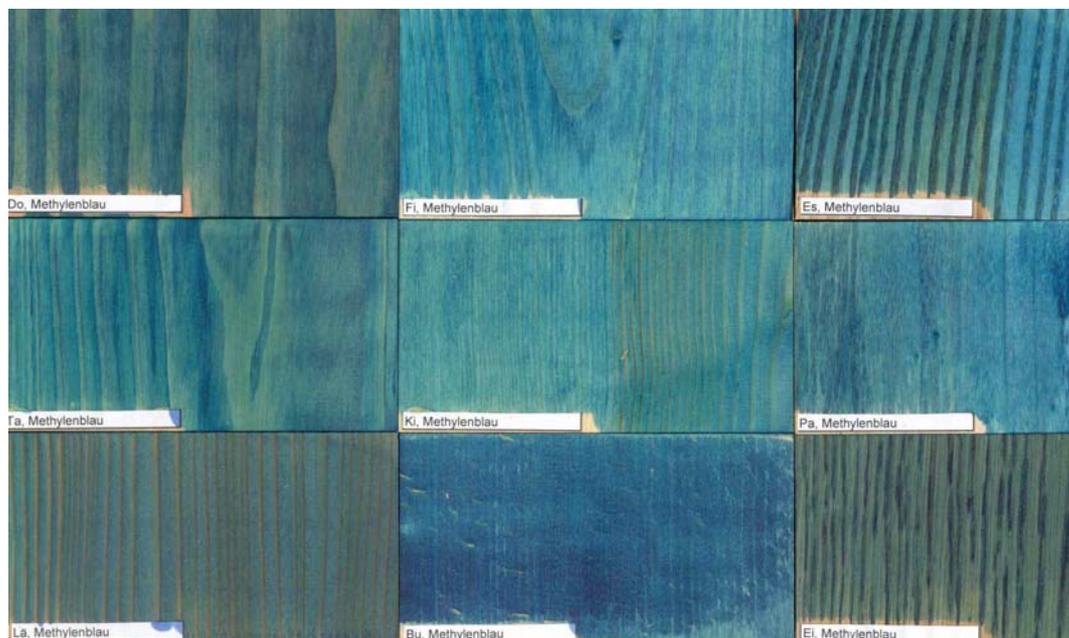


Abb. 9 Gehobelte Holzproben gestrichen mit Methylenblau, luftgetrocknet

- **Saures Eosin G (2',4',5',7'-Tetrabrom-fluorescein Dinatriumsalz)**

Ergebnis Holz färbt sich pink bis intensiv rot.



Abb. 10 Gehobelte Holzproben gestrichen mit Eosin G, luftgetrocknet

- **Methylblau (Anilinblau; Baumwollblau)**

Ergebnis Holz färbt sich leicht hellblau.

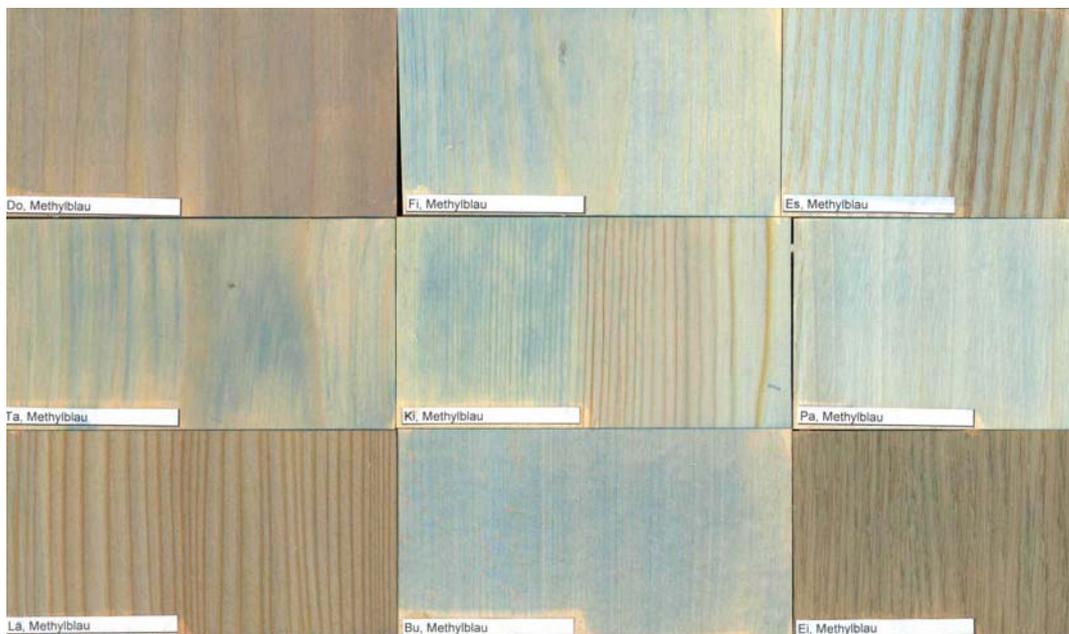


Abb. 11 Gehobelte Holzproben gestrichen mit Methylblau, luftgetrocknet

- **Methylorange**

Ergebnis Methylorange ist ein Säure-Base-Indikator mit einem pH-Umschlagbereich von 3.1 – 4.4 und färbt daher sehr saure Holzarten wie Eiche intensiv rot, aber auch Douglasie und Lärche schwach rot. Die weiteren, eher schwach sauren Holzarten verfärben sich leicht gelb bis ocker.



Abb. 12 Gehobelte Holzproben gestrichen mit Methylorange, luftgetrocknet

- **Jod-Jodkalium Lösung (2 %ige Lugolsche Lösung)**

Ergebnis Holz färbt sich gelb bis braungelb.

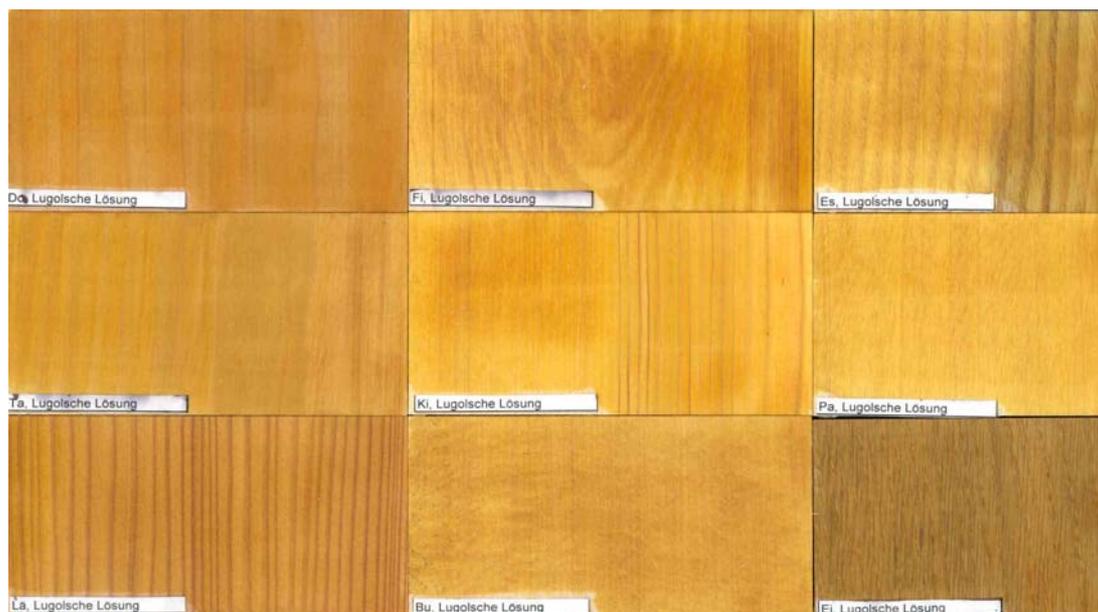


Abb. 13 Gehobelte Holzproben gestrichen mit Lugolscher Lösung, luftgetrocknet

- **Jodjodkalium / Natriumthiosulfat-Lösung**

Ergebnis Holz nimmt zuerst die Färbung wie in Abb. 13 an. Nach überstreichen mit Natriumthiosulfat nimmt das Holz teilweise wieder seine natürliche Ausgangsfarbe an, teilweise bleiben gelbe bis ockerfarbene Flecken zurück.



Abb. 14 Gehobelte Holzproben gestrichen mit Lugolscher Lösung + Natriumthiosulfat, luftgetrocknet

- **Purpald-Reagenz**

Ergebnis Holz färbt sich lila bis dunkelbraun, je Holzart mit unterschiedlicher Intensität.



Abb. 15 Gehobelte Holzproben gestrichen mit Purpald-Reagenz, luftgetrocknet

- **Universalindikator nach (Dibuz and Shelton 1967)**

Ergebnis Holz färbt sich je nach pH-Wert der Holzart ocker bis grün über orange bis intensiv rotbraun.



Abb. 16 Gehobelte Holzproben gestrichen mit Universalindikator, luftgetrocknet

Bei diesen Proben sieht man sehr schön die unterschiedliche Farbentwicklung abhängig vom pH-Wert des Holzes. Der Universalindikator zeigt einen Farbumschlag im Bereich pH 4 bis 5, das heisst die stärker sauren Holzarten (Do, Ei, Lä) färben sich rötlich, die weniger sauren Holzarten färben sich hell bis intensiv grün.

Bruchflächen ausgewählter Holzarten zeigten mit Universalindikator die in Abb. 17, mit DACA-Reagenz die in Abb. 18 dargestellten Färbungen.



Abb. 17 Bruchflächen ausgewählter Holzarten, besprüht mit Universalindikator

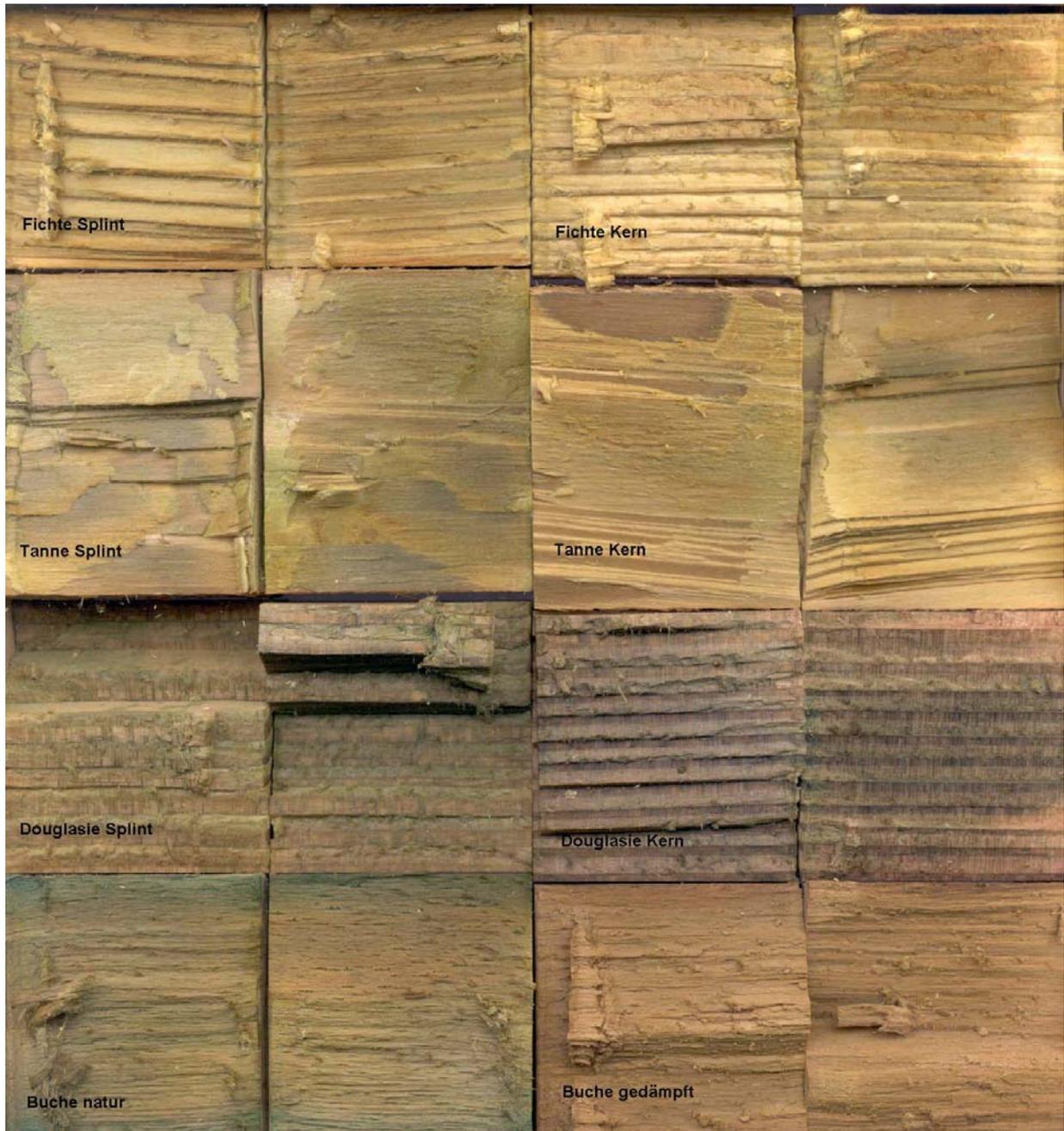


Abb. 18 Bruchflächen ausgewählter Holzarten, besprüht mit DACA-Reagenz inkl. Wärmebehandlung

5.2.2 Farbentwicklung auf luftgehärteten Klebstoffoberflächen

Die in Kap. 5.1 beschriebenen Farbstoffe wurden auf 10 verschiedenen Klebstoffen (vgl. Kap. 3.2) getestet.

Tabelle 5 Farbreaktion an luftgehärteten Klebstoffoberflächen

Farbreaktion mit	PUR				EPI
	Purbond HB 181	Purbond HB 440	Kleiberit PUR 510 FibreBond	Jowapur 686.60	Prefere 6151/6651
Malachitgrün	keine	keine	keine	keine	keine
Methylenblau	türkis bis grün	türkis bis blau, Füllstoffe dunkelblau	türkis bis blau, Füllstoffe dunkelblau	türkis bis blau, Füllstoffe dunkelblau	türkis
Eosin (sauer)	keine	keine	keine	keine	schwach rosa
Methylblau	keine	keine	keine	keine	keine
Methylorange	keine	keine	keine	keine	keine
Universalindikator	keine	hellgrün, Füllstoffe dunkelgrün	hellgrün, Füllstoffe dunkelgrün	hellgrün, Füllstoffe dunkelgrün	schwach türkis bis grün
Purpald-Reagenz	keine	keine	keine	keine	keine
Jod-Jodkalium Lösung	keine	keine	keine	keine	vereinzelt graue Flecken
Jodjodkalium / Natriumthiosulfat-Lösung	keine	keine	keine	keine	keine
Farbreaktion mit	MUF		UF		MF
	Prefere 4535/5046	Kauramin Leim 683/688	Prefere 4103/5510	Kaurit Leim 234 Pulver	Prefere 4720/5020
Malachitgrün	hellgrün	hellgrün	keine	fleckig hellgrün	keine bis türkis/grün*
Methylenblau	türkis	türkis	sehr schwach türkis bis violett	leicht grau	türkis bis zart violett*
Eosin	pink	pink	sehr schwach rosa	pink	pink
Methylblau	hellblau	hellblau*	keine	fleckig hellblau	fleckig hellblau
Methylorange	gelb fleckig	gelb bis orange	keine	fleckig gelb	keine bis gelb*
Universalindikator	grün	dunkelgrün	keine	gelb bis türkis	hellgrün bis sattgrün*
Purpald-Reagenz	helles violett	violett*	keine	schwach rosa	keine
Jod-Jodkalium Lösung	fleckig ocker bis braun	fleckig ocker bis braun	sehr schwach ocker	vereinzelt graue Flecken	hellbraune Flecken
Jodjodkalium / Natriumthiosulfat-Lösung	fleckig ocker bis braun	fleckig ocker	keine	vereinzelt graue Flecken	keine

* Farbintensität je nach Härteranteil (Härteranteil ↑ Farbintensität ↓)

Die Klebstoffe wurden auf Fichtenbrettchen mit dem Pinsel appliziert und an der Luft ausgehärtet. Auf die gehärteten Klebstoffoberflächen wurden die Farblösungen mit dem Pinsel aufgetragen. Überschüssiger Farbstoff wurde nach ca. 10 min mit kaltem Wasser abgespült.

Tabelle 5 gibt einen Überblick über die erzielten Farbänderungen. Details sowie Abbildungen sind in den Kapiteln 5.2.2.1 bis 5.2.3.4 dargestellt, wobei die natürliche Färbung der gehärteten Klebstoffe in den Abbildungen jeweils oben rechts zu sehen ist.

Aufgrund der Ergebnisse in den Vorversuchen wurde der Universalindikator für sämtliche Klebstoffe, ausgenommen UF-Klebstoffe, für die weiteren Färbeversuche ausgewählt. Zudem bietet der Universalindikator verschiedene Vorteile gegenüber anderen Farbstoffen:

- Einfache Handhabung
- Beinhaltet keine stark giftigen oder ätzenden Substanzen
- Die Lösung ist lange haltbar
- Keine weiteren Geräte wie z.B. Trockenschrank notwendig

Wichtig: Die nachfolgenden Untersuchungen haben gezeigt, dass sich die Ergebnisse auf luftgehärteten Klebstoffoberflächen teilweise stark von den Ergebnissen an Bruchflächen unterscheiden. Die in Kap. 5.2.2.1 bis 5.2.2.3 dargestellten Ergebnisse sollten daher nur als erste grobe Orientierung verstanden werden.

5.2.2.1 PUR – Klebstoffe

Die 1K-PUR Klebstoffe zeigten im gehärteten Zustand eine transparente bis weissliche Eigenfärbung, in den Abb. 19 bis Abb. 22 jeweils rechts oben dargestellt.

Alle vier getesteten 1K-PUR Klebstoffe liessen sich im luftgehärteten Zustand lediglich mit zwei der neun getesteten Farbstoffe gut sichtbar anfärben (vgl. Abb. 19 bis Abb. 22).

Methylenblau färbte alle vier 1K-PUR Klebstoffe türkis bis blau, enthaltene Füllstoffe dunkelblau.

Der verwendete **Universalindikator** färbte zwei der vier 1K-PUR Klebstoffe hellgrün, die enthaltenen Füllstoffe dunkelgrün. Bei einem Klebstoff wurden lediglich die Füllstoffe dunkelgrün angefärbt. Der vierte Klebstoff wurde durch den Universalindikator nicht angefärbt.

Die folgenden Abbildungen zeigen farbliche Veränderungen der vier getesteten luftgetrockneten PUR-Klebstoffe durch die Einwirkung der verwendeten Farbstoffe:



Abb. 19 Farbreaktionen auf Purbond HB 181 luftgetrocknet

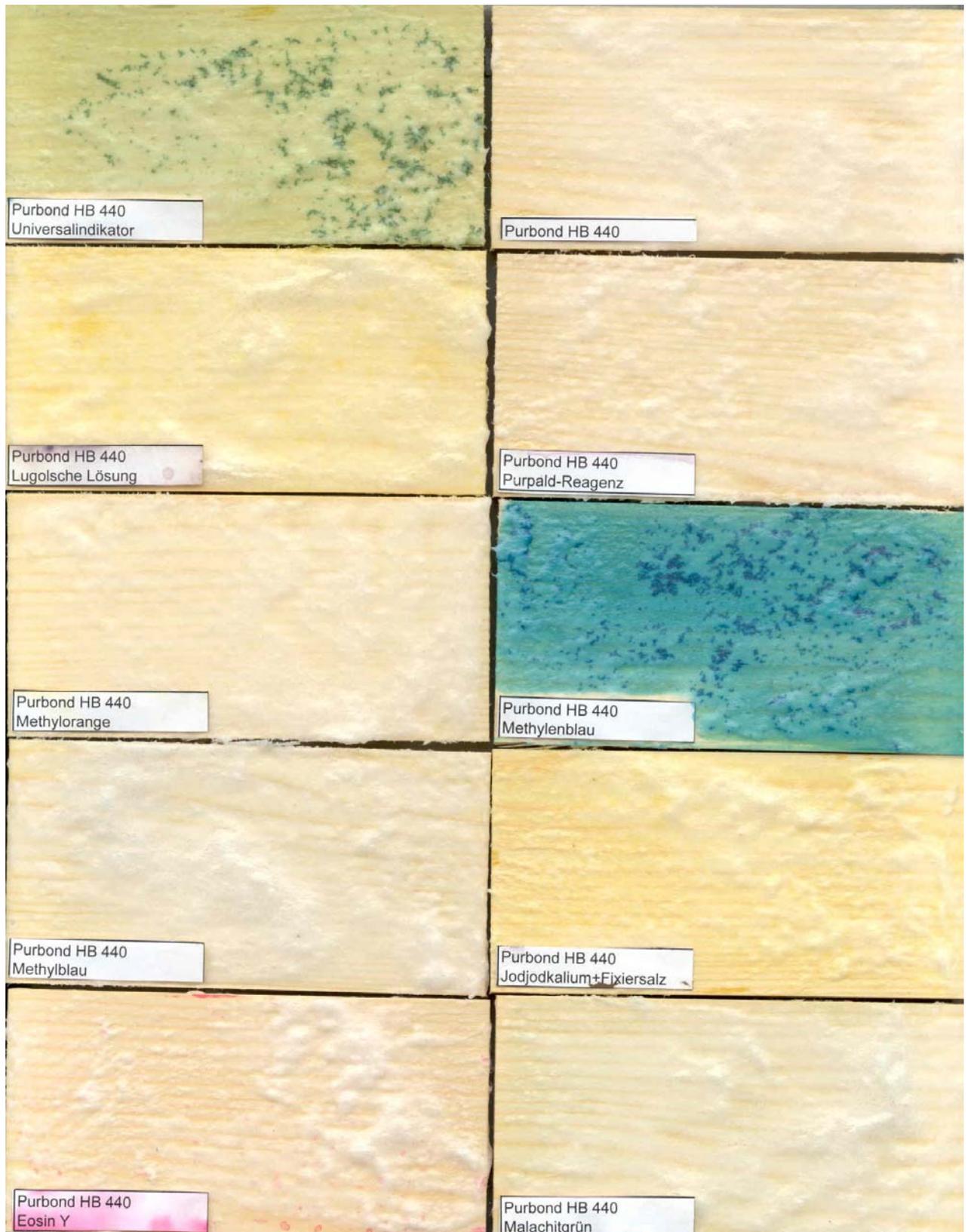


Abb. 20 Farbreaktionen auf Purbond HB 440 luftgetrocknet

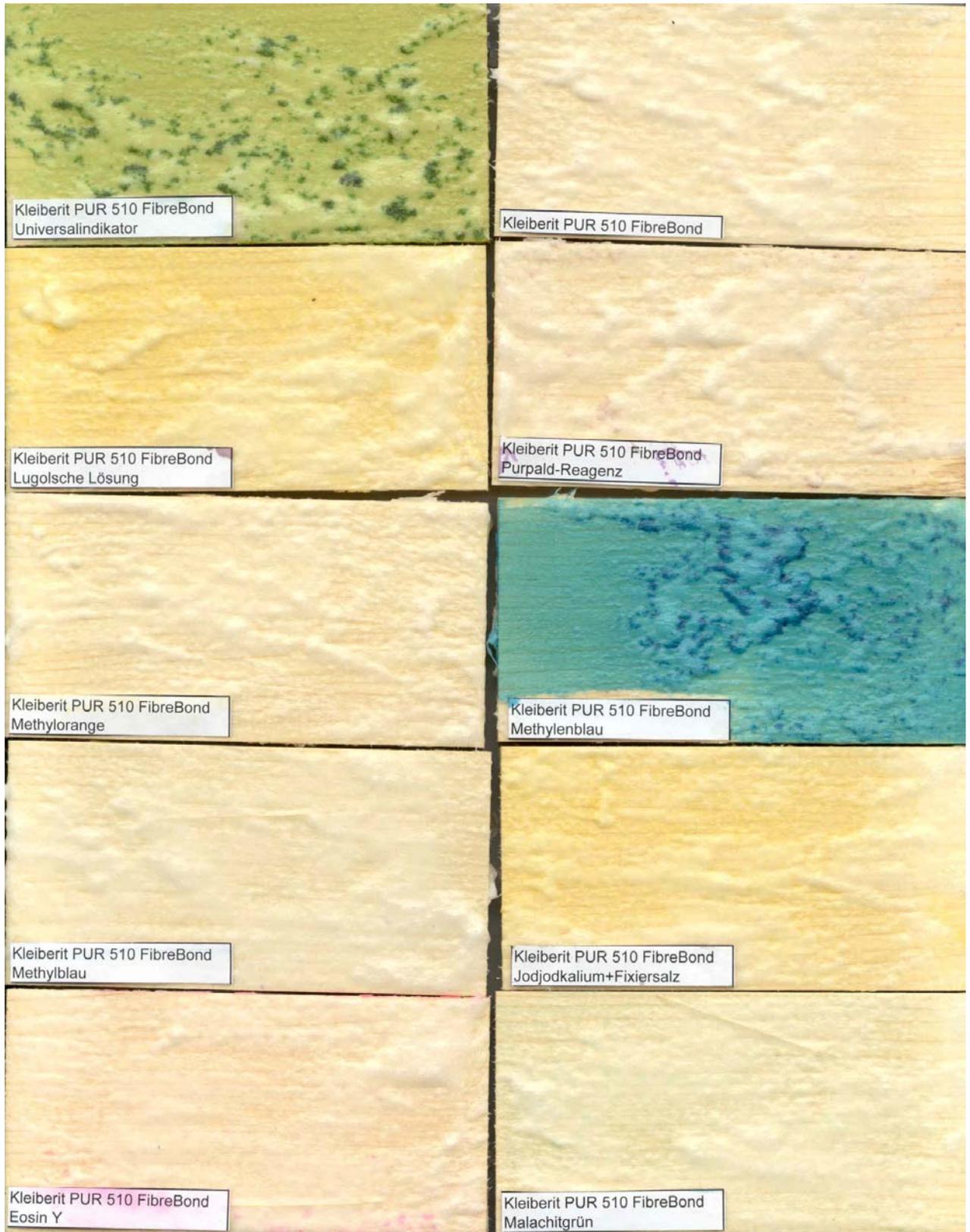


Abb. 21 Farbreaktionen auf Kleiberit PUR 510 Fibre Bond luftgetrocknet

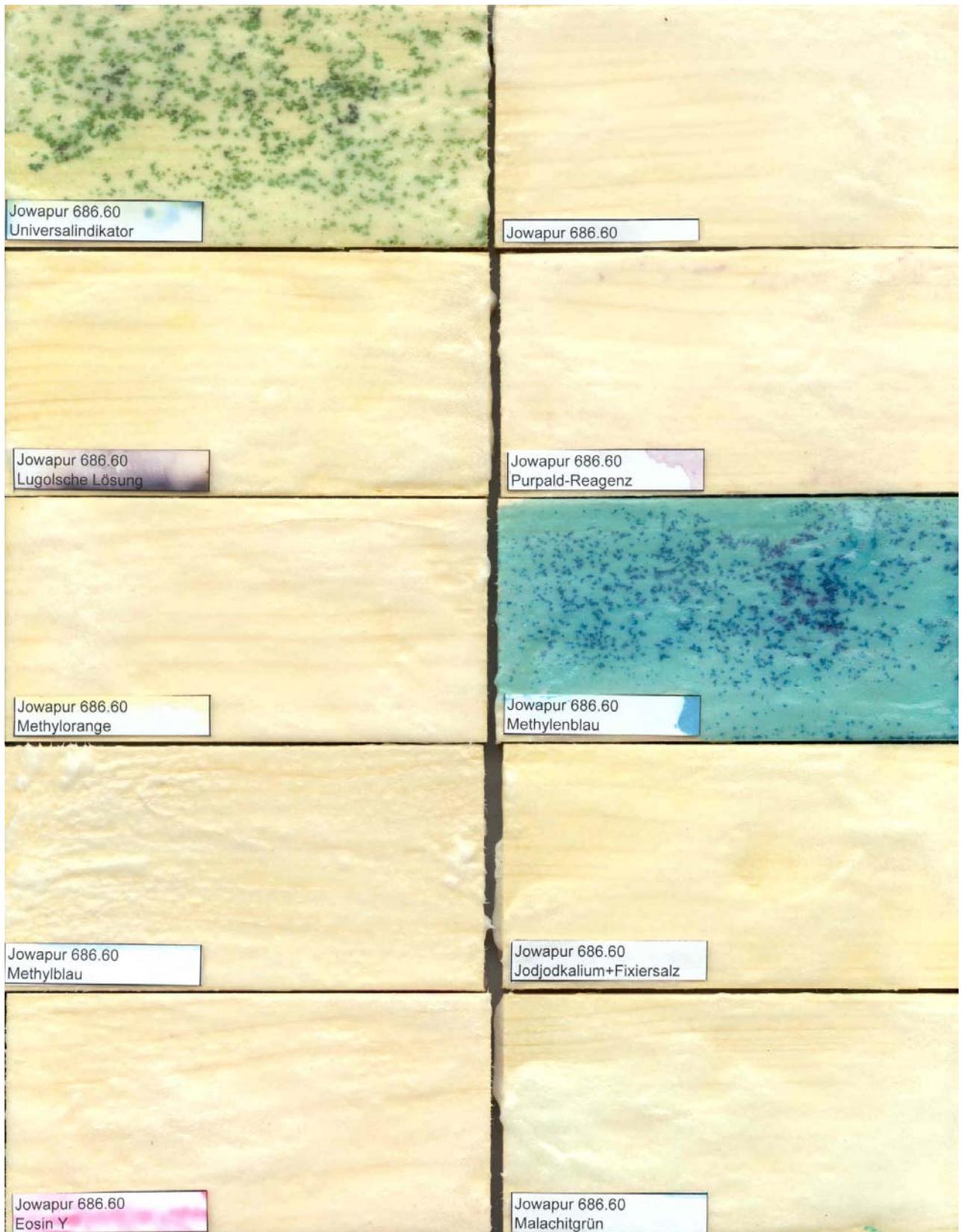


Abb. 22 Farbreaktionen auf Jowapur 686.60 luftgetrocknet

5.2.2.2 UF / MUF / MF – Klebstoffe

Die vollständig gehärteten Aminoplastklebstoffe sind transparent bis leicht weiss und können ohne vorherige Hydrolyse nicht angefärbt werden.

In (Plath 1970) werden zur Anfärbung von Klebstoffen, die reaktive NH_2 -Gruppen enthalten, folgende saure Farbstoffe empfohlen:

- Eosin gelblich (2',4',5',7'-Tetrabrom-fluorescein Dinatriumsalz) → Klebstoff färbt sich rosa/violett
- Methylblau (Baumwollblau) → Klebstoff färbt sich blau

Allerdings nehmen die Klebstoffe, wie oben erwähnt, immer weniger Farbstoff an, je mehr NH_2 -Gruppen bereits durch Vernetzung blockiert sind.

Beide Verfahren wurden in dieser Studie getestet. Die oben beschriebene Farbreaktion mit **Eosin** (rosa/pink) konnte entsprechend beobachtet werden. Allerdings färbte sich auch das Holz pink, so dass kein Kontrastfärbung zustande kam.

Methylblau zeigte auf den MUF- und MF-Klebstoffen den erwarteten blauen Farbumschlag, wenn auch teilweise fleckig. Die UF-Klebstoffe dagegen reagierten kaum sichtbar.

Eine weitere, ursprünglich aus der Spanplattenanalyse (Paulitsch 1986) stammende Methode zum Nachweis von Formaldehyd (Aldehyde) ist das Anfärben mit dem:

- Purpald-Reagenz

Ergebnis UF-, MF- und MUF-Klebstoff violett, Holz färbt sich hellgrau

Bei dieser Methode reagiert vorhandener Formaldehyd mit dem Reagenz zu einem Imin und verursacht so den Farbumschlag.

Ein intensiver Farbumschlag (violett) mit dem **Purpald-Reagenz** konnte an den luftgehärteten Proben nur bei den beiden MUF-Klebstoffen beobachtet werden, wogegen die beiden UF-Klebstoffe sowie der MF-Klebstoff kaum sichtbar reagierten, da offensichtlich nicht mehr genügend reaktive NH_2 -Gruppen zur Verfügung standen. An den Bruchproben war die Reaktivität der Klebstoffe generell höher. Allerdings zeigte das Holz keine hellgraue Färbung, wie in der Literatur beschrieben, sondern auch eher eine leicht violette Färbung (vgl. Abb. 15).

Alle weiteren Farbreaktionen sind in den folgenden Abbildungen (Abb. 23 bis Abb. 27) dargestellt.



Abb. 23 Farbreaktionen auf Prefere 4535/5046 (MUF) luftgetrocknet

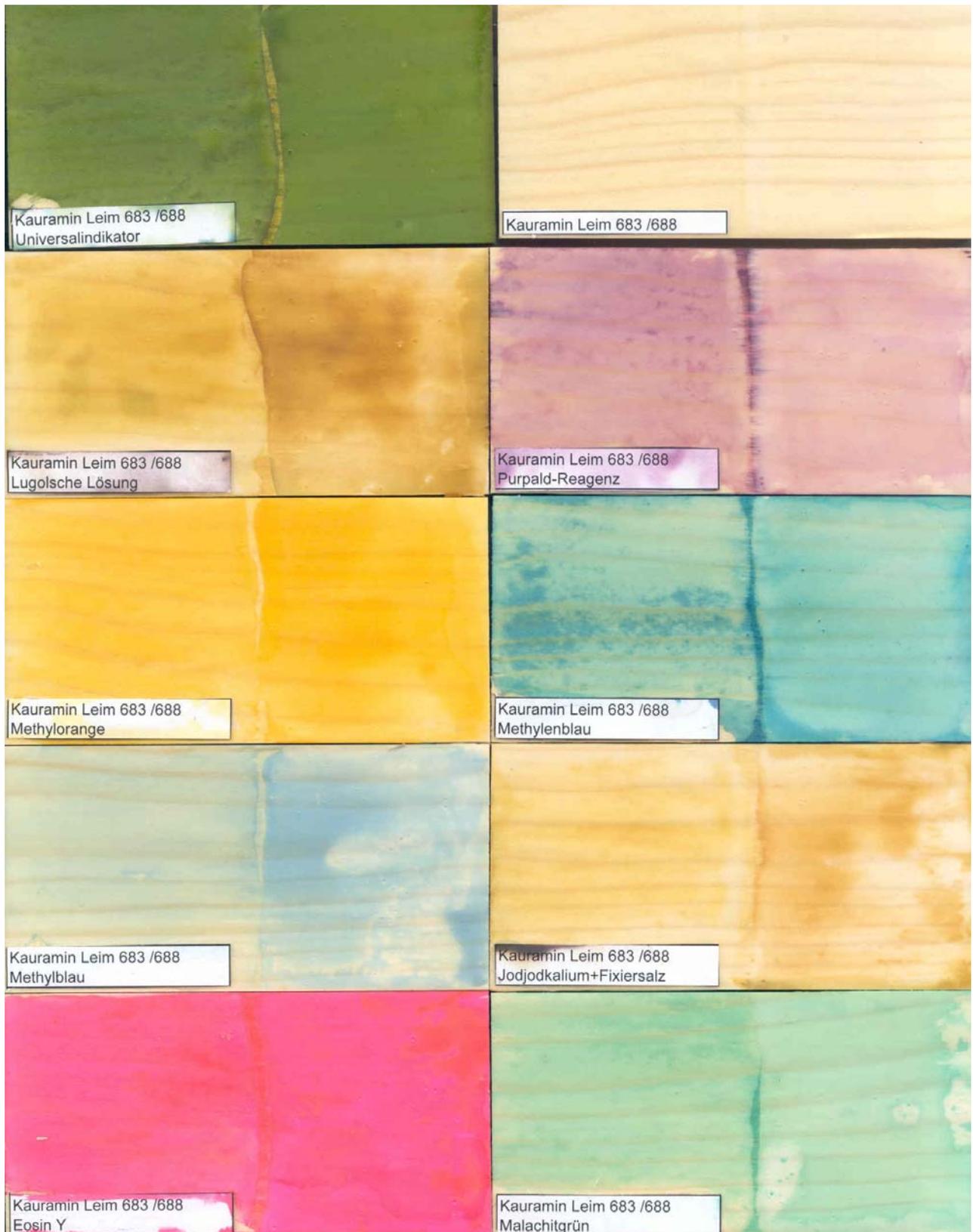


Abb. 24 Farbreaktionen auf Kauramin Leim 683/ 688 (MUF) luftgetrocknet;
Mischverhältnis links 100 GT Leim : 20 GT Härter; rechts 100 GT Leim : 100 GT Härter



Abb. 25 Farbreaktionen auf Prefere 4720/ 5020 (MF) luftgetrocknet;
Mischverhältnis links 100 GT Leim: 10 GT Härter; rechts 100 GT Leim : 100 GT Härter



Abb. 26 Farbreaktionen auf Prefere 4103/ 5510 (UF) luftgetrocknet

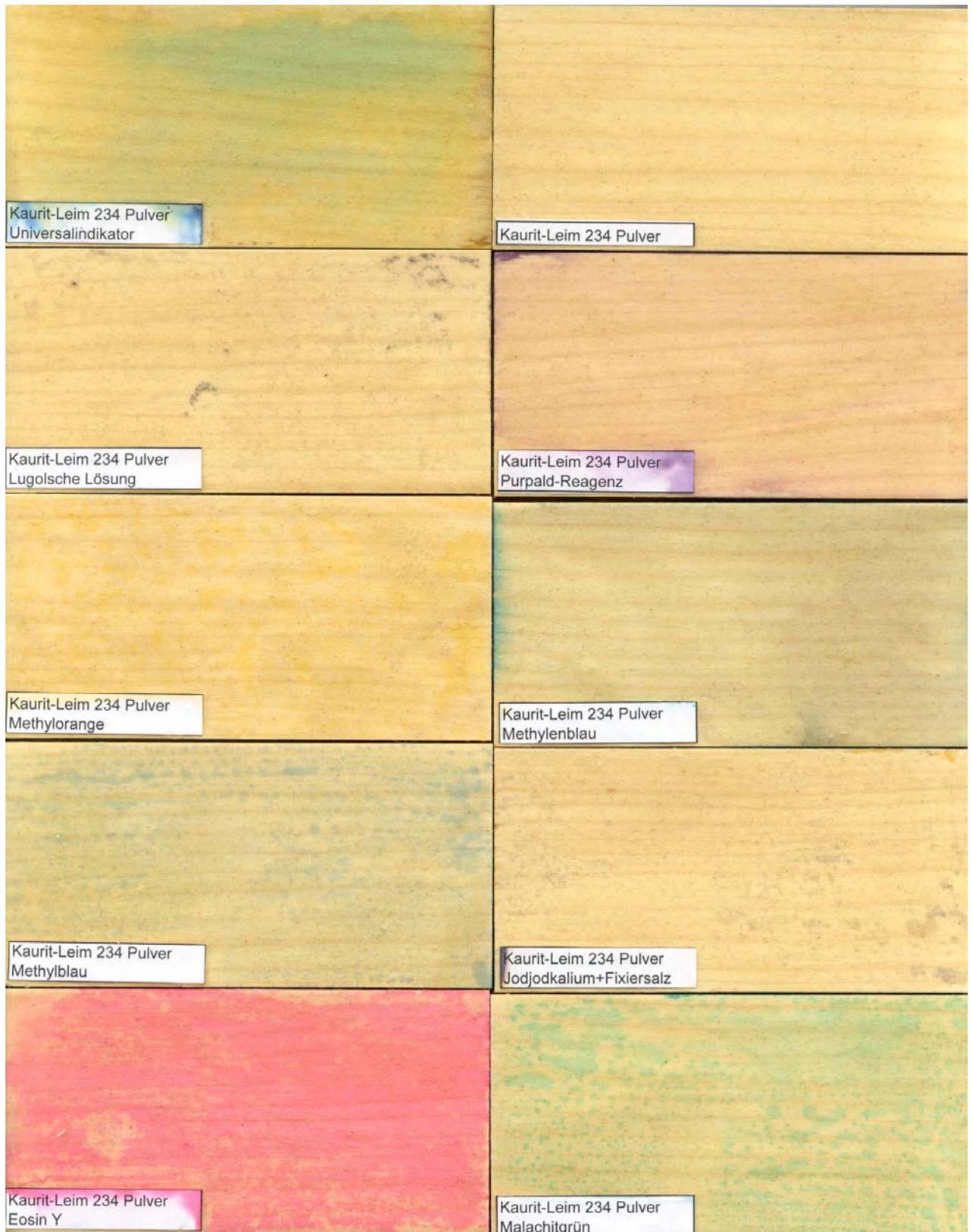


Abb. 27 Farbreaktionen auf Kaurit-Leim 234 Pulver /Härter 70 (UF) luftgetrocknet

5.2.2.3 EPI – Klebstoffe

Ausgehärtete EPI-Klebstoffe können weisse bis beige, teilweise transparente Klebstoffugen aufweisen.

Lediglich Methylenblau und teilweise Eosin sowie der Universalindikator waren in der Lage, die luftgehärteten Klebstoffoberflächen mehr oder weniger intensiv anzufärben.

Die Farbreaktionen sind in der folgenden Abb. 28 dargestellt.



Abb. 28 Farbreaktionen auf Prefer 6151/ 6651 (EPI) luftgetrocknet

5.2.3 Farbentwicklung auf Bruchflächen von Klebfugen

5.2.3.1 PUR – Klebstoffe

Aufgrund der Ergebnisse in den Vorversuchen wurde der Universalindikator für die weiteren Färbeversuche auf Fichte und Lärche ausgewählt.

Es konnten gute Farbunterschiede zwischen Klebstoff und Holz erzielt werden (siehe Abb. 29 und Abb. 30). Der Klebstoff färbte sich intensiv grün. Das Holz nahm je nach pH-Wert eine orange/grüne bis rote Färbung an.

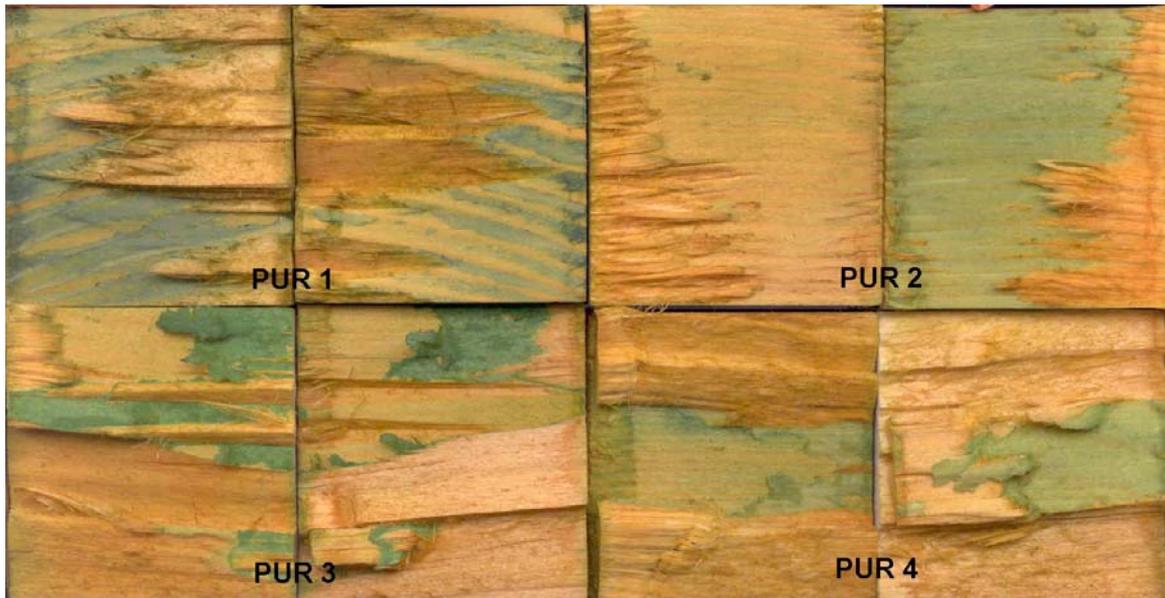


Abb. 29 Universalindikator auf Fichte / 1K-PUR

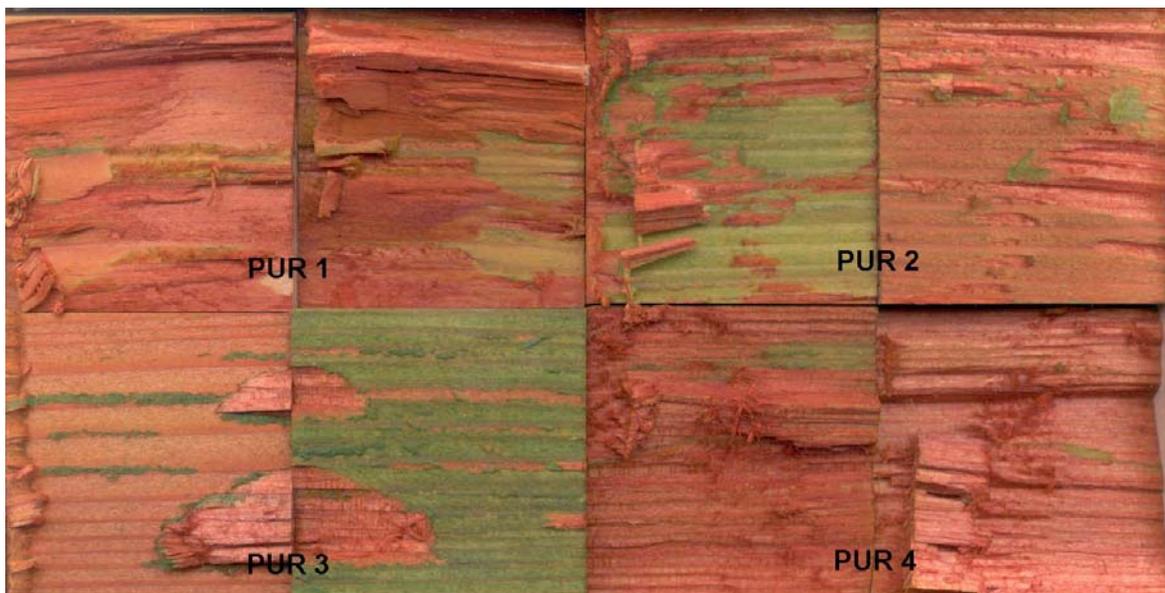


Abb. 30 Universalindikator auf Lärche / 1K-PUR

Bei Esche führte der zu geringe Unterschied zwischen dem pH-Wert des Holzes und dem pH-Wert des Klebstoffes bei der Anwendung des Universalindikators zu einem unbefriedigenden Ergebnis, mit zu geringem Farbkontrast (Abb. 31). Ähnliche Ergebnisse sind für Holzarten zu erwarten, die einen pH-Wert von 5.8 oder mehr aufweisen.

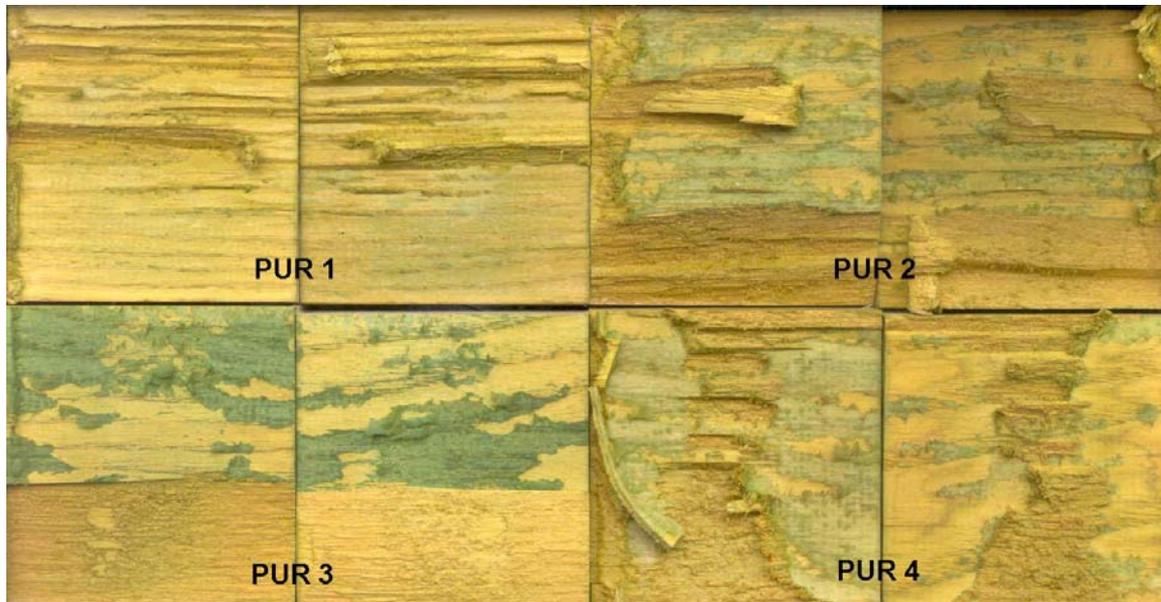


Abb. 31 Universalindikator auf Esche / 1K-PUR

Ein kontrastreiches Anfärben mit einem pH-Wert abhängigen Indikator scheint für diese Kombination von Holzart und Klebstoff kaum möglich.

Das Anfärben muss somit über eine andere Methode erfolgen. Folgende Farbstoffe wurden getestet:

- Methylblau (Abb. 32)
- Eosin (Abb. 33)
- Fehling-Reagenz zum Nachweis von Aldehyden und reduzierenden Zuckern (Abb. 34)
- DACA zum Nachweis von 4,4-Diisocyanat (Abb. 35)

Einen für die Auswertungssoftware ausreichenden Farbkontrast konnte nur mit DACA erreicht werden, wie die folgenden Abbildungen zeigen. Wie in der Literatur beschrieben, färbte sich der Klebstoff pink und das Holz grün bis blau/grün. Für die Forschung eine gute Methode, scheint sie allerdings aufgrund der verwendeten Chemikalien als auch der notwendigen Wärmebehandlung der Proben im Ofen weniger praxistauglich für die Qualitätsüberwachung im Betrieb. In der Kürze des Projektes war es jedoch nicht möglich, nach weiteren Alternativen zu suchen.

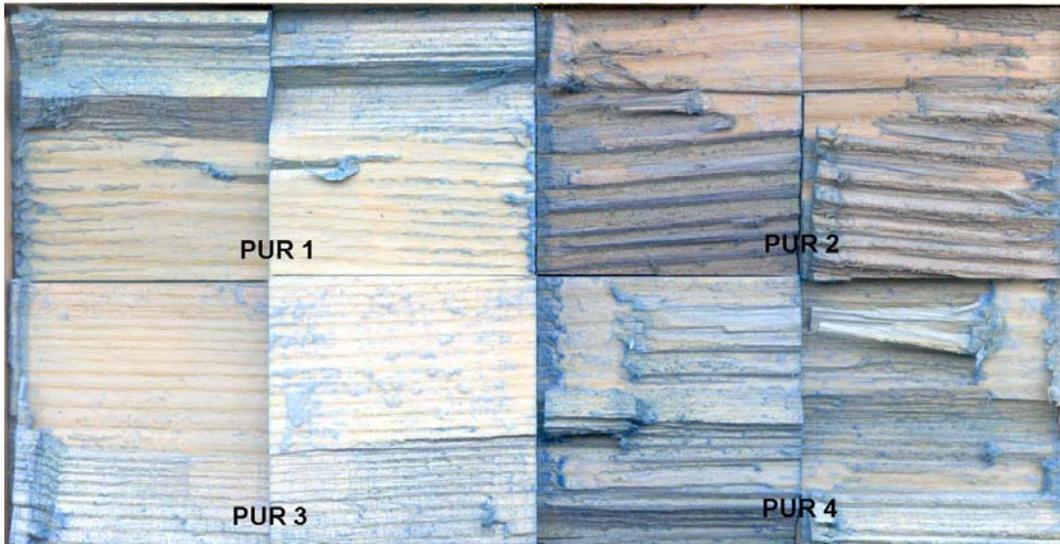


Abb. 32 Methylblau auf Esche / 1K-PUR

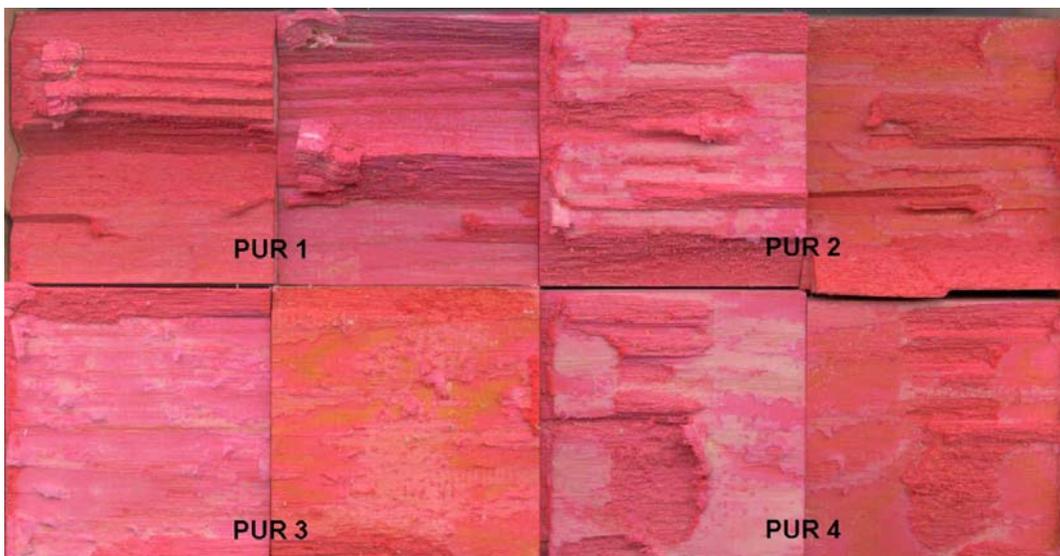


Abb. 33 Eosin auf Esche / 1K-PUR

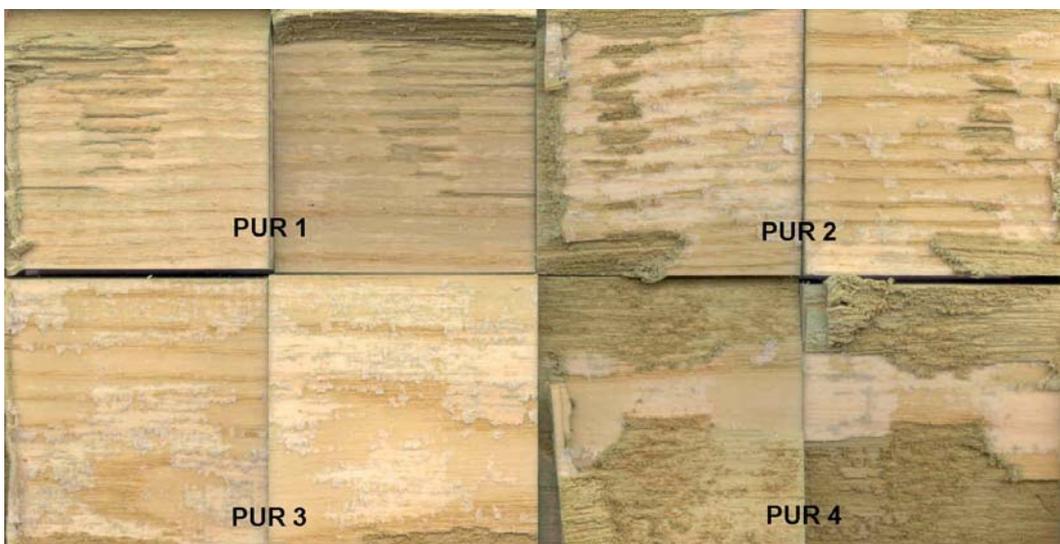


Abb. 34 Fehling-Reagenz auf Esche / 1K-PUR

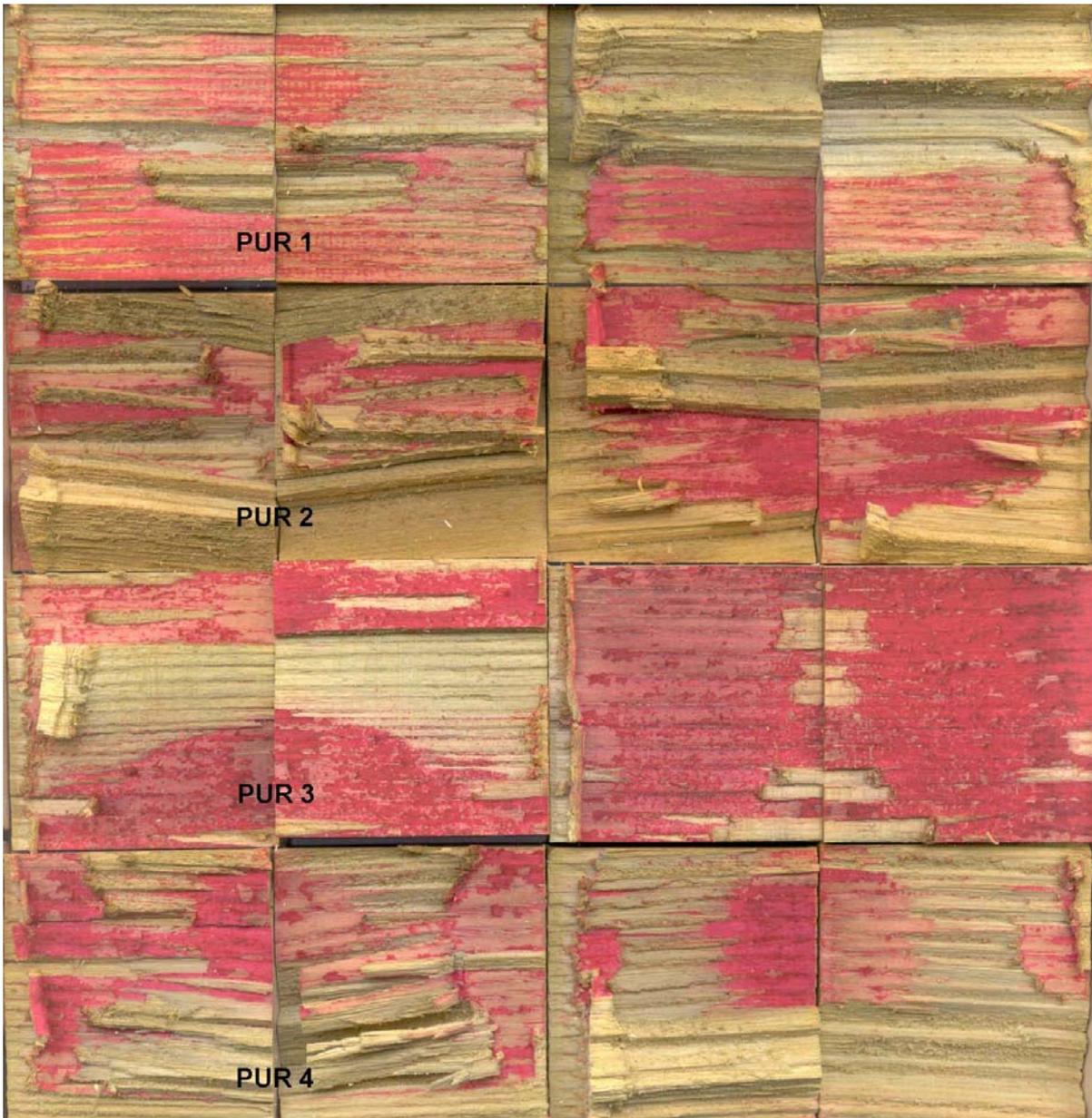


Abb. 35 DACa-Reagenz auf Esche / 1K-PUR

In (Niemz et al. 2004) wurde folgendes Verfahren zum Anfärben von PUR-Klebstoff ebenfalls als geeignet beschrieben:

- Jodjodkalium / anschliessend Natriumthiosulfat-Lösung

Lösung Jodjodkalium (Lugolsche Lösung) und Natriumthiosulfat

Ergebnis PUR-Klebstoff zeigt verschiedene Rotfärbungen, Holz bleibt unverändert

Dieses Ergebnis konnte in unseren Untersuchungen nicht bestätigt werden. Holz als auch 1K-PUR Klebstoffe wurden gelb bis ocker verfärbt. Eine ausreichende Kontrastfärbung konnte weder in den Vorversuchen (siehe Kap. 5.2.1 und 5.2.2.1) noch an den entsprechenden Bruchflächen erzielt werden (Abb. 36).



Abb. 36 Lugolsche Lösung anschl. Natriumthiosulfat-Lsg. auf Fichte / PUR

5.2.3.2 MUF / MF – Klebstoffe

Aufgrund der Ergebnisse in den Vorversuchen wurde der Universalindikator für die weiteren Färbeversuche auf Fichte und Lärche ausgewählt.

Es konnten gute Farbunterschiede zwischen Klebstoff und Holz erzielt werden (Abb. 37 und Abb. 38). Der Klebstoff färbte sich intensiv grün. Das Holz nahm je nach pH-Wert eine orange/grüne bis rote Färbung an.



Abb. 37 Universalindikator auf Fichte / MUF bzw. Lärche / MUF



Abb. 38 Universalindikator auf Fichte / MF

Ein Anfärben mit dem Universalindikator war wiederum bei der Kombination mit der Holzart Esche problematisch, wie Abb. 39 zeigt. Wie schon beim Klebstoff 1K-PUR war auch hier der pH-Wert von Klebstoff und Holz zu ähnlich. Der Farbunterschied zwischen Holz und Klebstoff ist für eine Auswertung mit der Software nicht ausreichend.



Abb. 39 Universalindikator auf Esche / MUF

Erfolgreich konnten die Esche / MUF Proben lediglich mit DACA angefärbt werden.

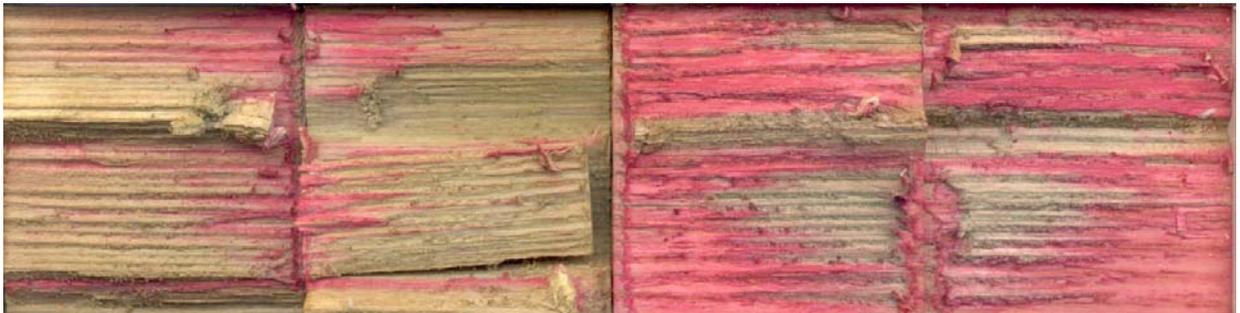


Abb. 40 DACA-Reagenz auf Esche / MUF

Wie in der Literatur beschrieben, färbte sich der MUF-Klebstoff mit DACA pink und das Holz leicht blau/grün.

(Kritischer Hinweis zum Anfärben mit DACA siehe Kap. 5.2.3.1)

Für die Kombination Esche / MF erwiesen sich alle getesteten Methoden als ungeeignet. Dieses Ergebnis ist auch für Holzarten mit pH-Wert 5.8 oder grösser zu erwarten.

5.2.3.3 UF – Klebstoffe

Bereits in den Vorversuchen zeichnete sich ab, dass gehärtete UF-Klebstoffe schwer anzufärben sind. Da sich für die meisten anderen Klebstoffe der Universalindikator als geeignet erwies, wurden auch die UF-Proben zuerst damit behandelt.

Hierbei zeigte sich eine rötliche Färbung des Klebstoffes (Abb. 41), was darauf schliessen lässt, dass gehärtete UF-Klebstoffe im Gegensatz zu allen anderen getesteten Klebstoffen relativ saurer reagieren (vgl. Abb. 6). Der pH-Wert des Klebstoffes ist ähnlich dem pH-Wert von Fichte, Lärche, Douglasie usw.



Abb. 41 Universalindikator auf Fichte / UF

Ein kontrastreiches Anfärben mit einem pH-Wert abhängigen Indikator scheint für die Kombination dieser Holzarten und UF-Klebstoff kaum möglich.

Das Anfärben musste hier also über eine andere Methode erfolgen. Folgende Farbstoffe wurden getestet:

- Methylblau (Abb. 42)
- Eosin (Abb. 43)
- Methylenblau (Abb. 44)
- Malachitgrün (Abb. 45)
- Purpald zum Nachweis von Aldehyden (Abb. 46)
- Urease-Lösung zum Nachweis von Harnstoff
- DACA zum Nachweis von Harnstoff (Abb. 47)

Bei den ersten vier Farbstoffen bestand aufgrund der Vorversuche die Hoffnung, dass sich nur das Holz und nicht der Klebstoff anfärbt. Wie die entsprechenden Abb. 42 bis Abb. 45 zeigen, färbten sich jedoch Holz als auch Klebstoff, so dass kein Farbkontrast zustande kam.

Sinnvoller erschien daher eine Nachweisreaktion auf Harnstoff oder Formaldehyd. Versuche mit Purpald scheiterten daran, dass sich ebenfalls zum Klebstoff auch das Holz lila verfärbte (Abb. 46). Für eine Auswertung mit der Software war der Farbkontrast zu unscharf.

Eine Behandlung der Bruchflächen mit Urease-Lösung führte zu keiner Verfärbung. Diese Nachweisreaktion scheint für Feststoffoberflächen generell eher ungeeignet.



Abb. 42 Methylblau auf Fichte / UF

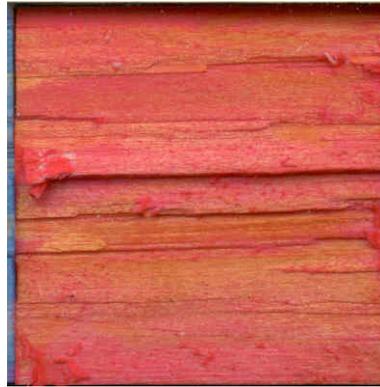


Abb. 43 Eosin auf Fichte / UF



Abb. 44 Methylenblau auf Fichte / UF



Abb. 45 Malachitgrün auf Fichte / UF

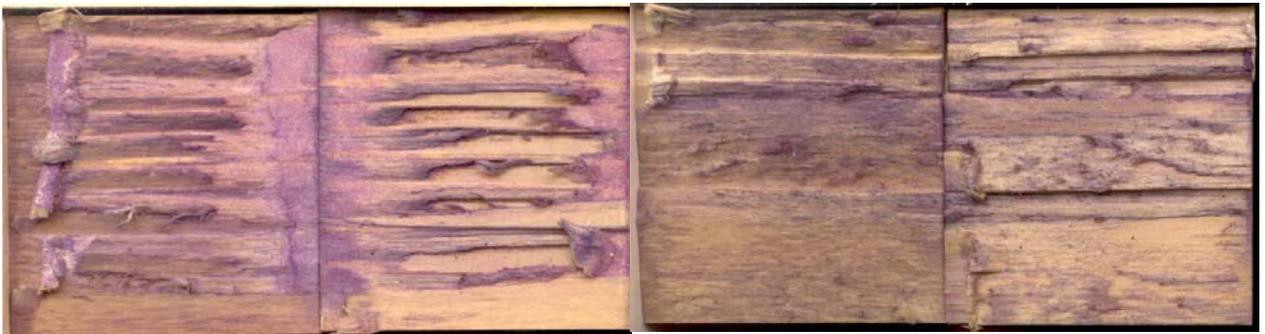


Abb. 46 Purpald auf Fichte / UF

Erfolgreich konnten die UF verklebten Fichten- und Lärchenproben nur mit DACA angefärbt werden. Wie in der Literatur beschrieben, färbte sich der UF-Klebstoff mit DACA pink und das Holz leicht grün bis blau (Abb. 47).

Proben aus Esche / UF wurden nicht getestet. Theoretisch sollten diese Proben jedoch sowohl mit Universalindikator (Holz grünlich, Klebstoff rötlich) als auch mit DACA (Holz leicht grün, Klebstoff pink) anzufärben sein.



Abb. 47 DACA auf Fichte / UF bzw. Lärche / UF

5.2.3.4 EPI – Klebstoffe

Aufgrund der Ergebnisse in den Vorversuchen wurde der Universalindikator für die weiteren Färbeversuche auf Fichte und Lärche ausgewählt.

Es konnten gute Farbunterschiede zwischen Klebstoff und Holz erzielt werden. EPI färbte sich intensiv grün. Das Holz nahm je nach pH-Wert eine orange/grüne bis rote Färbung an (Abb. 48).



Abb. 48 Universalindikator auf Fichte / EPI bzw. Lärche / EPI

Proben aus Esche / EPI wurden nicht getestet. Theoretisch ist bei der Esche aufgrund des zu geringen Unterschiedes zwischen dem pH-Wert des Holzes und dem pH-Wert des Klebstoffes bei der Anwendung des Universalindikators mit einem unbefriedigenden Ergebnis (geringer Farbkontrast) zu rechnen. Klebstoff als auch Esche färben sich grün. Ähnlich negative Ergebnisse sind für Holzarten zu erwarten, die einen pH-Wert von 5.8 oder mehr aufweisen.

Das Anfärben mit DACA zum Nachweis von 4,4-Diisocyanat funktionierte auf den Fichten- und Lärchenproben mit EPI-Klebstoff sehr gut. Hier färbte sich der Klebstoff wie erwartet pink, das Holz je nach Holzart leicht grün bis blau (Abb. 49).



Abb. 49 DACA auf Fichte / EPI bzw. Lärche / EPI

Theoretisch sollten mit der DACA-Lösung Proben aus Esche / EPI gut anzufärben sein. Es wird eine pink Färbung des Klebstoffen sowie eine leichte grüne Färbung des Holzes erwartet.

5.2.3.5 RPF – Klebstoffe

RPF – Klebstoffe sind gelblich bis dunkelbraun gefärbt. Die Klebstoffuge hebt sich, besonders bei hellen Hölzern, durch ihre braune Farbe gut sichtbar vom Holz ab. Ein Anfärben der Bruchflächen ist daher nicht zwingend notwendig.



Abb. 50 Eigenfärbung der RPF-Klebstoffe Casadox und Aerodux auf gehobelter Fichte, luftgetrocknet

Um den Kontrast zwischen Klebstoffuge und Holz noch zu verbessern, kann das Holz zusätzlich mit Malachitgrün angefärbt werden. Weitere Farbstoffe wurden nicht getestet, da das Ergebnis mit Malachitgrün sehr gut war.



Abb. 51 Malachitgrün auf Fichte / RPF

5.3 Färbetechniken für kupfer- und fluorhaltige Holzschutzmittel

Für den Nachweis der Eindringtiefe und der Verteilung von Holzschutzmittel im Holz kennt man verschiedene Verfahren.

Für alle kupferhaltigen Holzschutzmittel geeignet ist die Reaktion zum Nachweis des Kupfers. Die Farbreaktion mit Diphenylcarbazid diente als Standardverfahren zur Bestimmung der Eindringtiefe von Kupfernaphthenat und wird als Nachweis für kupferhaltige Salzgemische verwendet. Diphenylcarbazid (Diphenylcarbohydrazid) bildet mit vielen zweiwertigen Kationen gefärbte „innere“ Komplexe. Das Komplexsalz von Kupfer und Diphenylcarbazid ist purpurrot (Theden and Kottlors 1965), wobei das Kupfer aus anorganischen als auch aus organischen Verbindungen stammen kann.

- Diphenylcarbohydrazid

Lösung 5 g Diphenylcarbazid (1,5) in 70 ml Ethanol (96%ig) und 25 ml Essigsäure
(96%ig)

<u>Ergebnis:</u>	Farbreaktion des Holzes	mit kupferhaltigem HSM	violett/purpur
		ohne HSM	keine

Mit dem Nachweis von fluorhaltigen Holzschutzmitteln befasst sich die Norm DIN 52 161-3. Das zur Bestimmung der Eindringtiefe empfohlene Verfahren wird im Anschluss kurz beschrieben:

- Zirkon-Alizarin-Reagenz

Dieses Reagenz wird durch Vermischen gleicher Raumteile folgender Lösungen hergestellt:

Lösung A 0.84 g Alizarin-3-sulfosaures Natrium in 99.2 ml destilliertem Wasser

Lösung B 0.84 g Zirkonoxidchlorid ($ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O$) und 40 ml Salzsäure
(25 gew.%ig) in 59.2 ml destilliertem Wasser

Die durch Zusammengiessen erhaltene Mischung muss sofort verwendet werden.

<u>Ergebnis:</u>	Farbreaktion des Holzes	mit fluorhaltigem HSM	gelb
		ohne HSM	weinrot

Alizarin S ist das Natriumsalz der 1,1-Dihydroxyanthrachinon-3-sulfonsäure und bildet mit Zirkon(IV)-Ionen einen roten Farblack (Theden and Kottlors 1965). Fluorid-Ionen zerstören diese Rotfärbung durch die Entstehung von Zirkontetrafluorid (ZrF_4) oder von komplexen Anionen (ZrF_6^{2-} oder $ZrOF_4^{2-}$). Dadurch wird das freie Alizarin S zurückgebildet, welches in saurer Lösung ($pH < 4$) eine gelbe Färbung aufweist (Jander and Blasius 1979).

5.3.1 Farbentwicklung auf Fichte druckimprägniert mit CKB-Salz

Ein in der Schweiz häufig verwendetes Imprägniermittel ist Impralit-CCO flüssig.

An imprägnierten Fichtenlamellen wurden die Farbreaktionen auf

- Universalindikator (Abb. 52)
- DACA (Abb. 53)

getestet.



Abb. 52 Universalindikator auf Fichte

(Fichte imprägniert mit CKB-Salz)

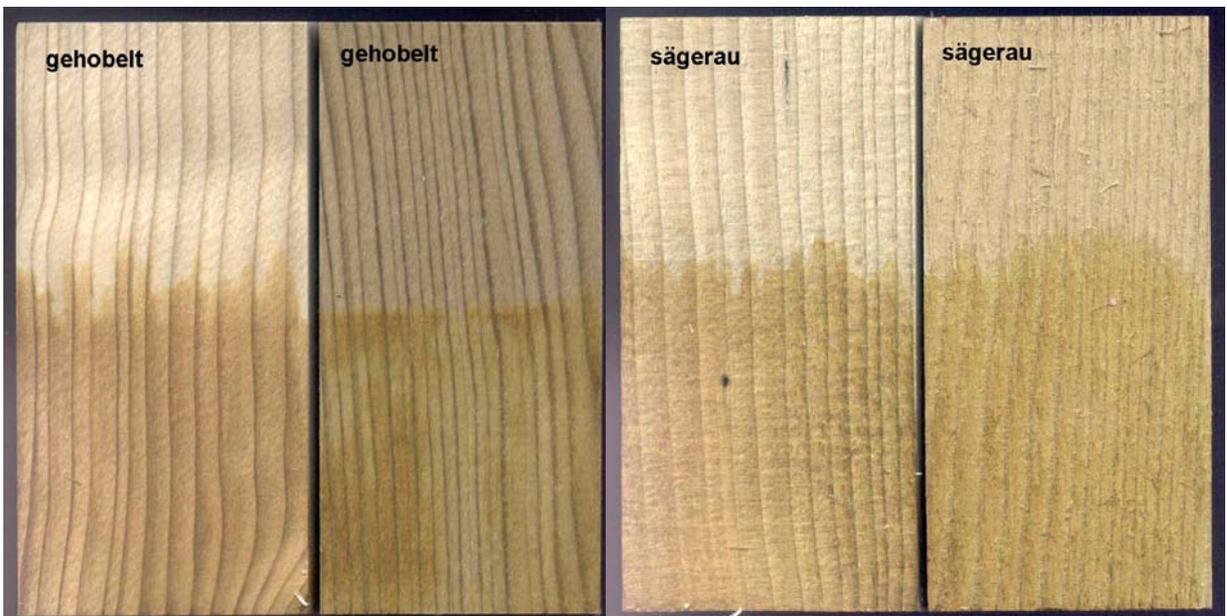


Abb. 53 DACA auf Fichte

(Fichte imprägniert mit CKB-Salz)

Sowohl mit Universalindikator als auch mit DACA färbten sich die mit CKB-Salz imprägnierten Fichtenproben hellbraun bis grünlich. Nach 1-2 Tagen dunkelten die mit DACA gefärbten Flächen nach und wurden rotbraun (Abb. 54).



Abb. 54 DACA auf Fichte nach einigen Tagen (Fichte imprägniert mit CKB-Salz)

Es gab keine signifikanten Unterschiede zwischen den sägerauen und den gehobelten (nach der Imprägnierung) Oberflächen.

Theoretisch sollten folgende Färbemethoden bei verklebtem, CKB-imprägniertem Fichtenholz funktionieren:

- Universalindikator (Holzfärbung siehe Abb. 52)
 - 1K-PUR Klebstoff grün
 - MUF Klebstoff grün
 - MF Klebstoff grün
 - EPI Klebstoff grün
- DACA (Holzfärbung siehe Abb. 53)
 - 1K-PUR Klebstoff pink
 - MUF Klebstoff pink
 - UF Klebstoff pink
 - EPI Klebstoff pink

Die intensiveren Farbkontraste zwischen Klebstoff und imprägniertem Holz sind beim Anfärben mit DACA zu erwarten. Jedoch sollte die Auswertung am gleichen Tag erfolgen, wie das Färben, da angenommen werden muss, dass durch das Nachdunkeln des Holzes ins rotbraune der Farbkontrast zwischen Holz und Klebstoff mit der Zeit abnimmt.

6 Bildverarbeitungssoftware

Im Internet findet man viele verschiedene Arten von ‚Image Analysis Software‘.

Dabei reicht das Angebot von sehr einfacher Bildanalyse bis hin zu spezialisierter Software, welche die Aufbereitung, Analyse und Auswertung von digitalen Bildern zur Erstellung statistischer Bewertungen, anschaulicher Grafiken und wissenschaftlich fundierter Schlussfolgerungen ermöglicht.

Die meisten der Softwarepakete wurden für die Anwendung in der Biomedizin entwickelt und optimiert, sind jedoch auch gut für andere Bereiche anwendbar.

Bei der Recherche konnte keine geeignete Freeware für die gesuchte Art der Bildanalyse gefunden werden.

6.1 Auswahl der Software , *DatInf[®] Scientific Color*

Bei *DatInf[®] Scientific Color* handelt es sich um eine Softwarelösung zur Größenbestimmung von farblich differenzierbaren Objekten oder Flächen in digitalen Bildern. Die Auswertung ist pixelbasiert, eine Objekterkennung ist mit dieser Software-Variante nicht möglich.

Der Anwender kann den gewünschten Farbbereich frei wählen und einen Massstab für das Bild definieren.

Die *Scientific Color* Software ist ein Produkt der DatInf GmbH Tübingen (D). Mit einem Preis von ca. 400,- € gehört sie zu den preiswerten Softwarelösungen für die gesuchte Aufgabenstellung.

Die Software läuft auf Standard-PCs mit aktuellen Windows-Versionen ab Windows 98SE. Empfohlen wird ein Computersystem mit Pentium-III-Prozessor oder schneller und mindestens 256 MB Arbeitsspeicher. Insbesondere bei großen Bilddateien ist ein schneller PC zu empfehlen. Von Vorteil ist eine hohe Bildschirmauflösung (grösser 800x600).

Folgende Bildformate werden unterstützt:

- BMP (Windows/OS2 Bitmap)
- JPG (JPEG)
- PNG (Portable Network Graphic)
- TIF (Tagged Image File Format)
- TGA (TrueVision Targa)
- PCX (ZSoft Paintbrush)
- PGM (Pixel Gray Map)
- PBM (Portable Pixel Map)

Weitere Informationen zur Software können auf der Homepage nachgelesen werden:

<http://www.datinf.de/produkte/scientificcolor/index.shtml>

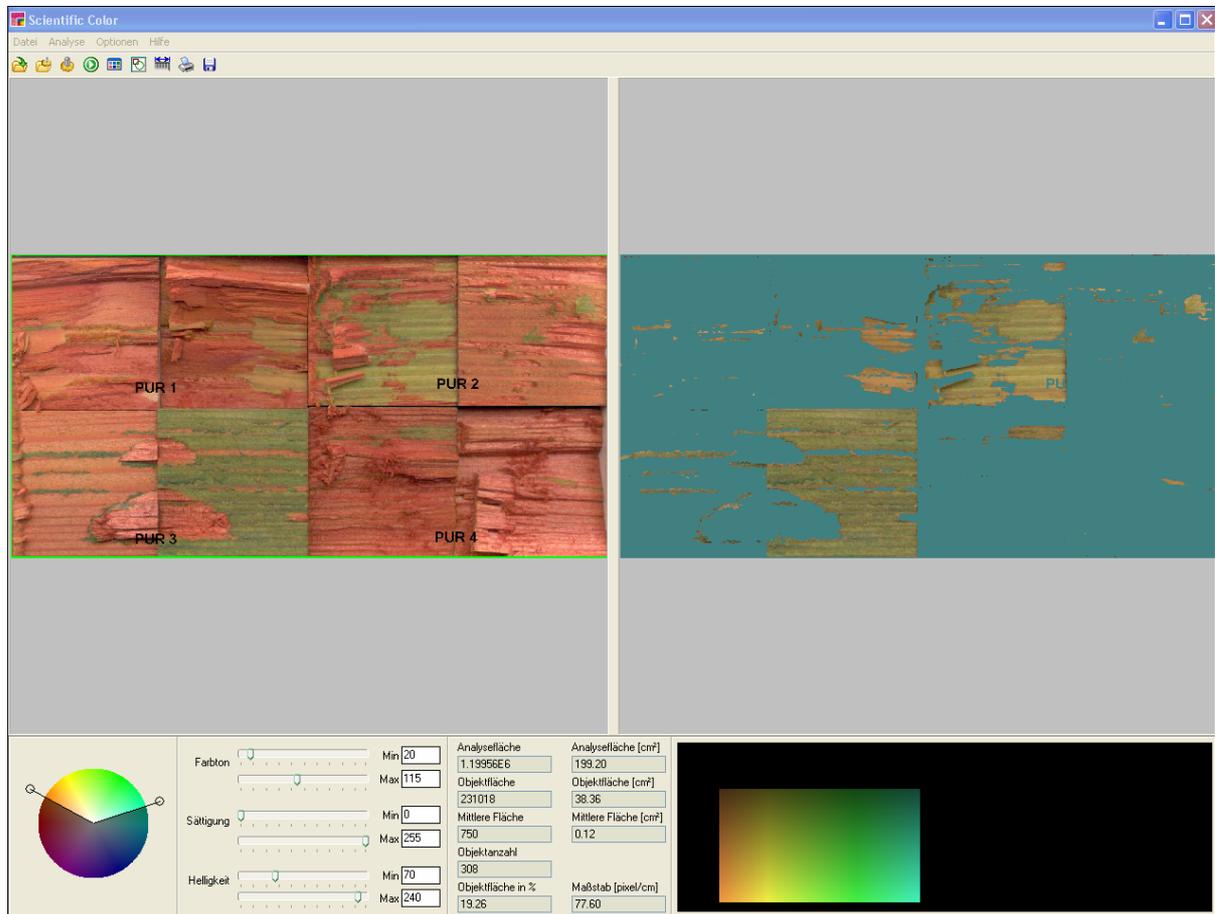


Abb. 55 Programmfenster mit Flächenbestimmung an Lärche/PUR Bruchflächen

Die Programmoberfläche ist sehr übersichtlich (Abb. 55) und die Software einfach zu bedienen. Über den Farbkreis oder mit der Maus kann der zu analysierende Farbbereich ausgewählt werden. Diese Einstellungen können gespeichert und später bei weiteren Analysen wieder geladen werden.

Ebenfalls über einen Mausklick kann die zu analysierende Fläche gewählt werden.

Die Ergebnisse werden übersichtlich im Programmfenster ausgewiesen und können anschließend abgespeichert werden.

Eine Anpassung der Software an die Aufgabenstellung war nicht notwendig.

6.2 Bestimmung des Holzfaserbruchanteils

Zur Bestimmung des Holzfaserbruchanteils an den Testproben und für den Vergleich von herkömmlicher Bewertungsmethode und der neuen Methode, bestehend aus Anfärben und Bildanalyse, wurde folgendes Vorgehen in 3 Phasen gewählt:

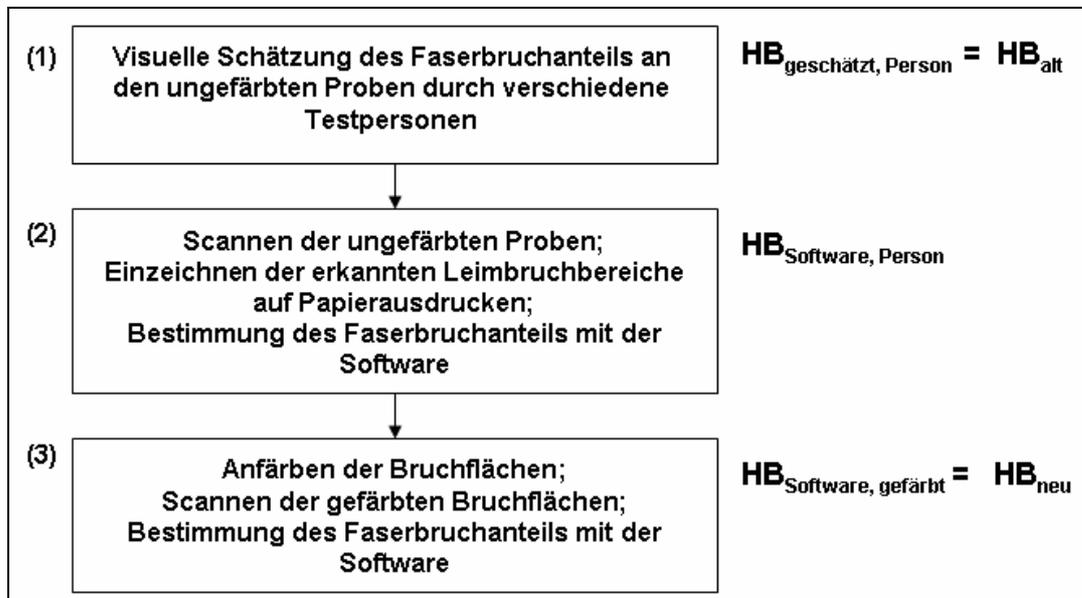


Abb. 56 Vorgehen bei der Bestimmung des Faserbruchanteils in 3 Phasen

Im Folgenden werden die drei Phasen etwas näher beschrieben:

- (1) Die ungefärbten Bruchflächen der bereitgestellten Scherproben (Vorbereitung siehe Kap. 4.1.1) wurden durch zwei unabhängige Personen begutachtet und der prozentuale Holzfaserbruchanteil abgeschätzt ($HB_{\text{geschätzt, Person}}$). Es wurden jeweils 10 Proben pro Variante (Kombination aus Holzart und Klebstoff) bewertet. Die Ergebnisse von Person I und Person II wurden verglichen.

Die Abschätzung des Holzfaserbruchanteils, wie sie in dieser Phase beschrieben wird, entspricht der derzeitigen Praxis und wird später als HB_{alt} bezeichnet.

- (2) Die ungefärbten Bruchflächen wurden anschliessend mit einem Farbscanner eingescannt (Abb. 57). Auf Papierdrucken wurden durch die zwei unabhängigen Personen die Bereiche gekennzeichnet, die als Versagen der Verklebung ($VV_{\text{Software, Person}}$) bewertet wurden (Abb. 58).



Abb. 57 Scanner mit Bruchproben

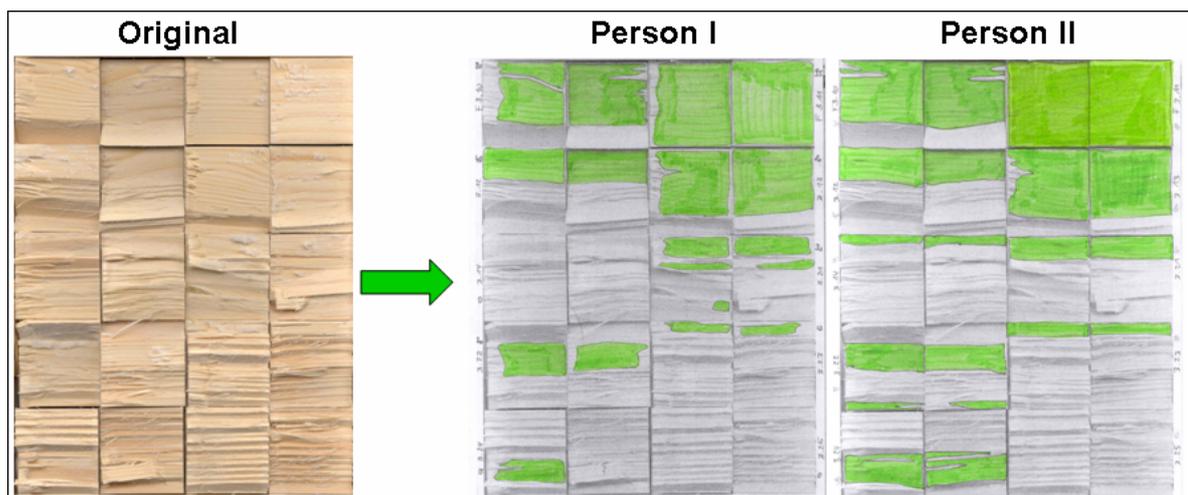


Abb. 58 Bruchflächen (Fichte / PUR 3) inklusive Kennzeichnung Klebversagen durch 2 Personen

Die Papierdrucke mit den eingezeichneten Bereichen für das Versagen der Verklebung wurden eingescannt und mit der Software *DatIn[®] Scientific Color* ausgewertet. Der prozentuale Anteil an Holzfaserverbruch für die einzelnen Proben wurde ausgewiesen (HB_{Software, Person}). Die Ergebnisse von Person I und Person II wurden verglichen.

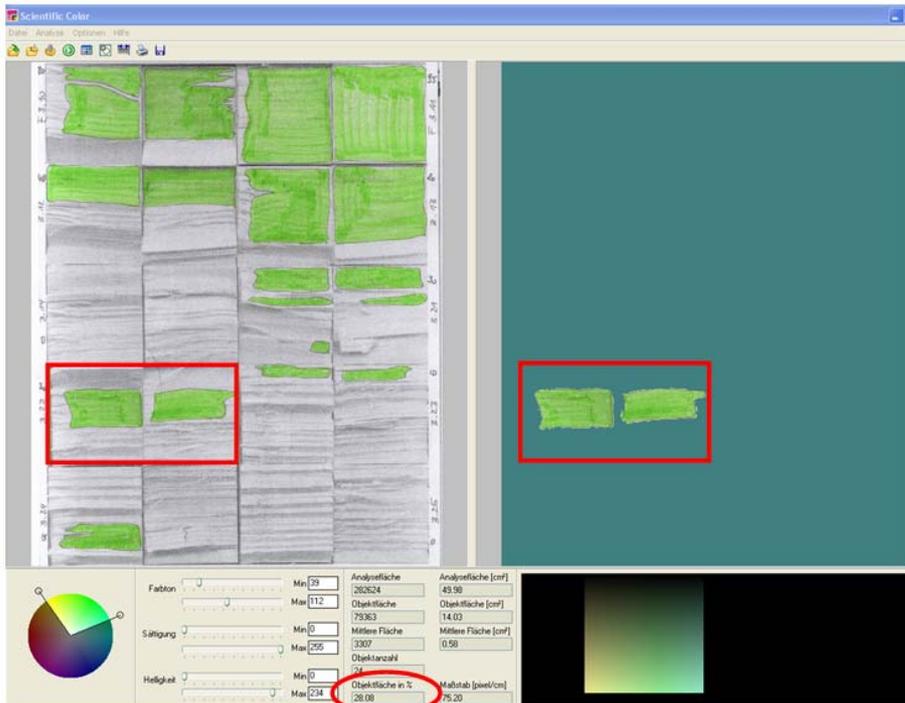


Abb. 59 Programmfenster; Flächenbestimmung der eingezeichneten grünen Bereiche (Versagen der Verklebung; VV Software, Person I) bezogen auf die gewählte Bruchfläche
 HB geschätzt, Person I = 70%
 HB Software, Person I = 100% - VV Software, Person I = 72%

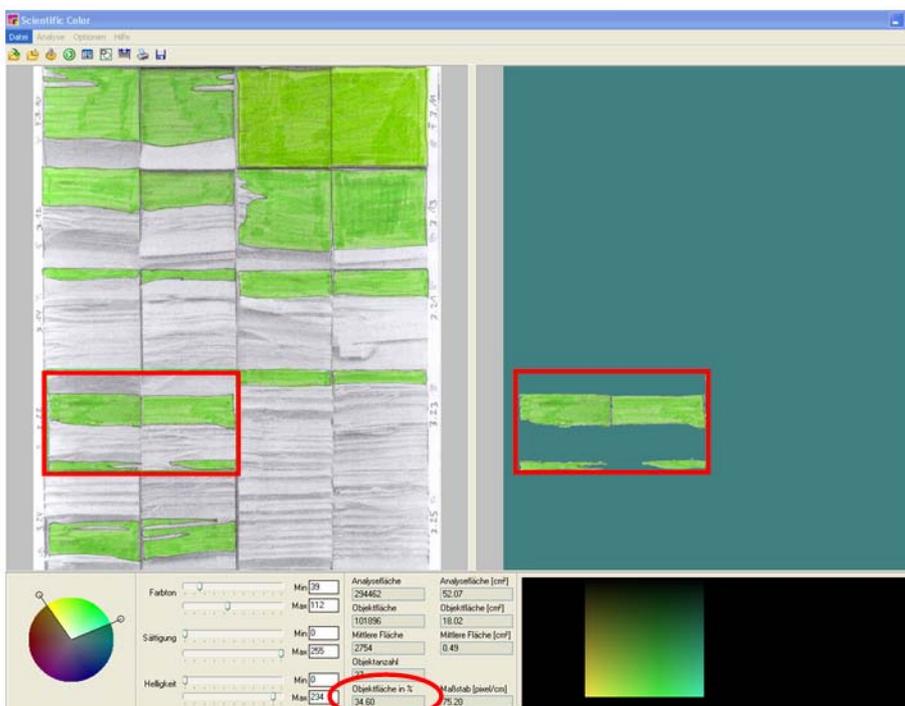


Abb. 60 Programmfenster; Flächenbestimmung der eingezeichneten grünen Bereiche (Versagen der Verklebung; VV Software, Person II) bezogen auf die gewählte Bruchfläche
 HB geschätzt, Person II = 60%
 HB Software, Person II = 100% - VV Software, Person II = 65%

- (3) Nach der kompletten visuellen Beurteilung der originalen Bruchflächen wurden die Proben angefärbt. Sämtliche Farblösungen wurden gesprüht. Proben, die mit DACA besprüht wurden, mussten anschliessend für 20 min zur Wärmebehandlung.



Abb. 61 Sprühflasche für Farblösung



Abb. 62 Trockenschrank zur Wärmebehandlung (20 min bei ca. 100 °C)

Nachdem ein guter farblicher Kontrast zwischen Klebstoff und Holz sichtbar war (nach ca. 30 min) wurden die Proben eingescannt und anschliessend mit der Software ausgewertet.

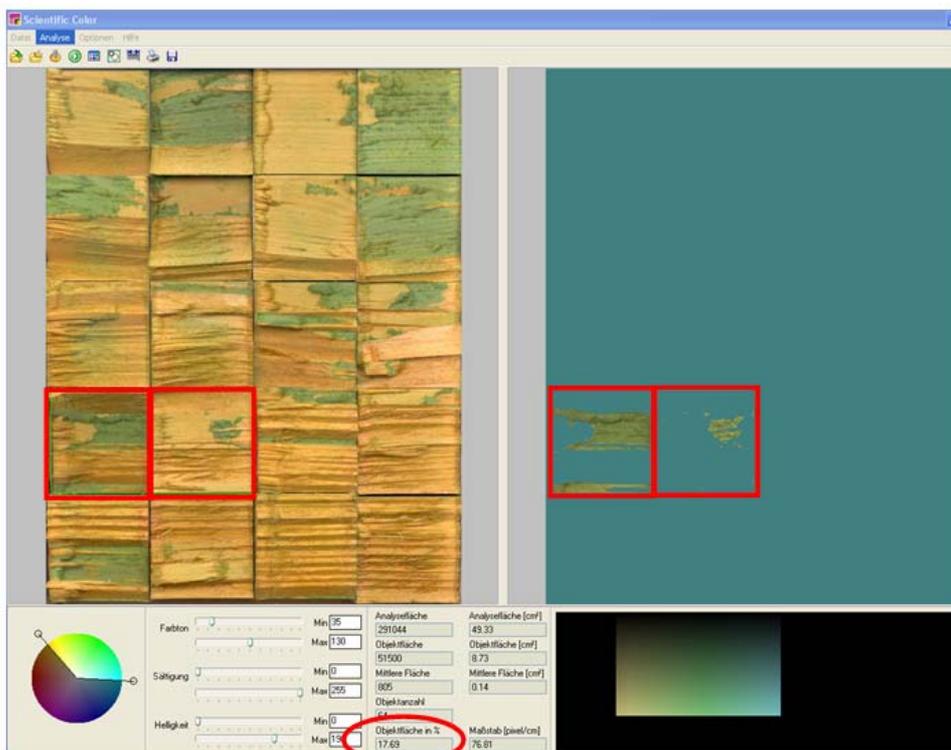


Abb. 63 Programmfenster; Bestimmung des prozentualen Anteils an Holzbruch mit Variante b) HB Software, gefärbt = 100% - VV Software, gefärbt = 64%

Bei der Auswertung kamen je nach Art des Bruchbildes zwei Varianten zum Einsatz:

- a) **Gleichzeitige** Auswertung beider Bruchflächen eines Probekörpers
- b) **Separate** Auswertung beider Bruchflächen eines Probekörpers

Variante a) kommt zum Einsatz, wenn auf beiden Bruchflächen eines Probekörpers die gefärbten Klebstoffbereiche spiegelbildlich sind (Abb. 64). Man erhält ein Ergebnis für die gesamte Fläche (bestehend aus beiden Teilflächen).

Variante b) muss angewendet werden, wenn sich auf beiden Bruchflächen eines Probekörpers die gefärbten Klebstoffbereiche unterscheiden, das heisst, nicht spiegelbildlich sind (Abb. 65). Bei Variante b) müssen die Ergebnisse beider Teilflächen addiert werden.

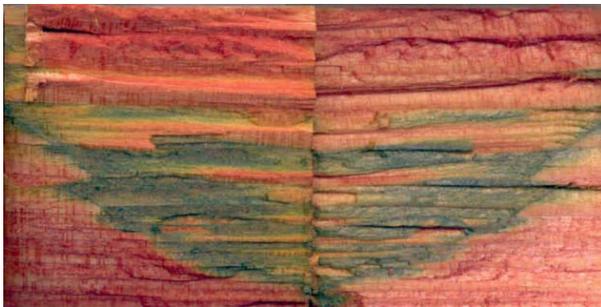


Abb. 64 Variante a): spiegelbildlich



Abb. 65 Variante b): nicht spiegelbildlich

Die Entscheidung für Variante a) oder b) kann nicht automatisch erfolgen. Sie muss durch die Person getroffen werden, welche die Software bedient.

(In vielen Fällen zeigen Proben einer Testreihe ähnliche Bruchbilder, so dass man meist alle Proben einer Testreihe mit der gleichen Variante bewerten kann.)

Im Ergebnisfeld wird eine ‚Objektfläche in %‘ ($VV_{\text{Software, gefärbt}}$ in %) ausgewiesen. Dies ist der prozentuale Anteil an ‚Versagen der Verklebung‘, da bei der Farbauswahl die Farbe des gefärbten Klebstoffes gewählt wurde.

Der prozentuale Holzfaserbruchanteil ($HB_{\text{Software, gefärbt}}$ in %) wurde folgendermassen berechnet:

Variante a) $HB_{\text{Software, gefärbt}} = 100\% - VV_{\text{Software, gefärbt}}$

Variante b) $HB_{\text{Software, gefärbt}} = (100\% - VV_{\text{Software, gefärbt}})_{\text{Fläche 1}} + (100\% - VV_{\text{Software, gefärbt}})_{\text{Fläche 2}}$

Die Abschätzung des Holzfaserbruchanteils, wie sie in dieser Phase beschrieben wird, entspricht der neu entwickelten Methode und wird später als HB_{neu} bezeichnet.

7 Diskussion der Messergebnisse inklusive Fehlerbetrachtung

In diesem Kapitel wird als erstes die Frage gestellt, ob eine Flächenanalyse des Holzfaserbruchanteils mit der Software voll automatisch erfolgen kann?

Anschliessend werden die Unterschiede zwischen der neuen und der alten Bewertungsmethode dargestellt und die Vor- und Nachteile jeder Methode aufgeführt.

Abschliessend wird diskutiert, ob es möglich ist, aufgrund der gefärbten Bruchflächen auf die Art des Bruches zu schliessen.

7.1 Automatische Auswertung Ja / Nein?

Es war *nicht möglich*, die Auswertung komplett automatisch durchzuführen. Hierfür sind zwei wesentlich Gründe zu nennen:

- (1) **Grosse Varianz an Farbnuancen** bei der Färbung der Bruchflächen
- (2) **Unterschiedliche Farbmuster** je nach Bruchart (vgl. Kap. 7.3)

(1) Varianz der Farbnuancen

Nach dem Besprühen der Bruchflächen mit Farblösung kann es zu einer grossen Varianz an Farbnuancen kommen, die durch verschiedene Faktoren entstehen, wie zum Beispiel:

- Inhomogenität des Holzes
- Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung des Holzes und seiner Inhaltsstoffe, selbst innerhalb der gleichen Holzart
- Unterschiedliche chemische Zusammensetzung der Klebstoffe, selbst innerhalb des gleichen Klebstofftypes
- Eigenschaften der Klebfuge (Dicke, Aushärtungsgrad usw.)
- Alter und Verschmutzung der Bruchflächen
- Unterschiedliche Verarbeitungs- und Testbedingungen

Hierdurch ist immer eine Kontrolle oder Korrektur der ausgewählten Farbbereiche in der Software notwendig, bevor mit der Messung einer neuen Probenserie begonnen werden kann.

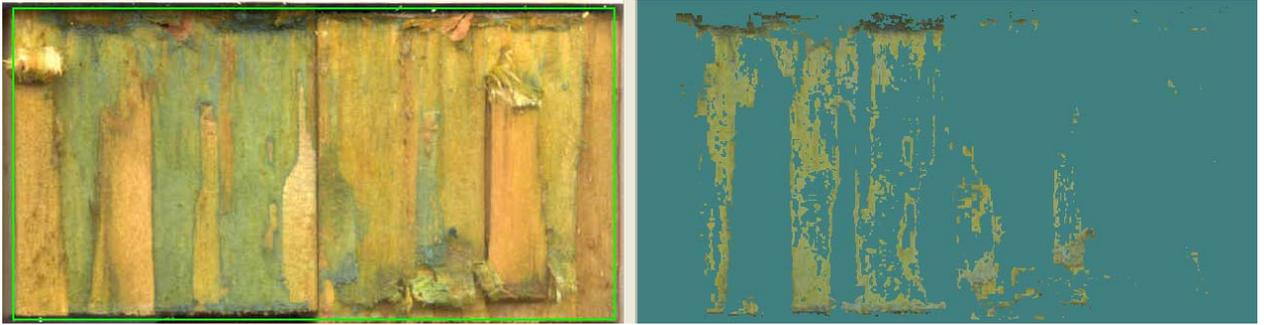


Abb. 66 Inkorrekte Farbauswahl; Klebstoff wird nicht vollständig erkannt

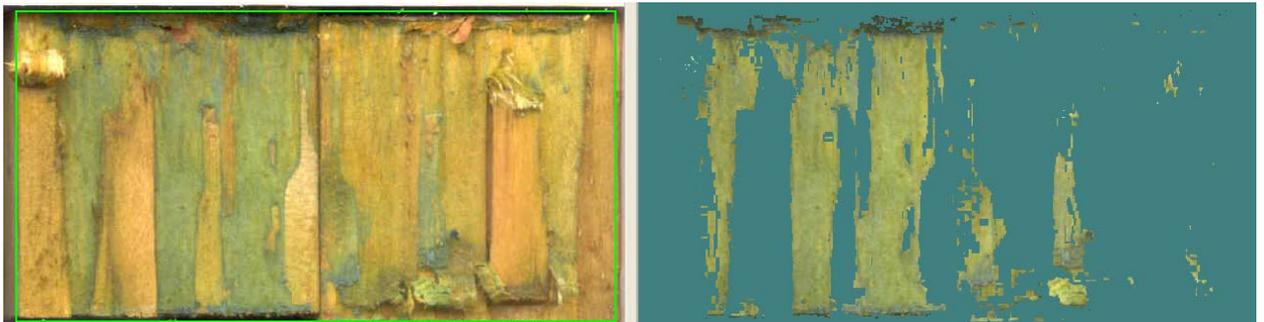


Abb. 67 Korrekte Wahl des Farbbereiches zur Erkennung des Klebstoffes

Anpassungen des Farbbereiches können allerdings mit Hilfe einer geeigneten Probe relativ einfach vorgenommen werden. Diese Einstellungen können dann in der Regel für die gesamte Probenserie angewendet werden.

(2) Unterschiedliche Farbmuster

Ebenfalls problematisch für eine automatische Auswertung ist die Tatsache, dass je nach Bruchart unterschiedliche Farbmuster entstehen. Diese Farbmuster erfordern eine Auswahl der richtigen Auswertungsvariante, die im Kap. 6.2 Punkt (3) ausführlich beschrieben wurde. Die Wahl der Auswertungsvariante hängt von zwei Faktoren ab:

- Farbmuster (spiegelbildlich oder ergänzend)
- Farbkontrast zwischen Holz und Klebstoff

In wenigen Einzelfällen war eine Auswertung mit der Software überhaupt nicht möglich. Dies war dann der Fall, wenn der Farbkontrast zwischen Klebstoff und Holz zu schwach war. In diesen Einzelfällen muss auf die herkömmliche Abschätzung per Auge zurückgegriffen werden.

7.2 Vergleich der neuen Methode mit der herkömmlichen Abschätzung

Um die neue Methode mit der herkömmlichen Abschätzung vergleichen zu können, wurden folgende Daten miteinander verglichen:

- Der durch eine Person an der ungefärbten Probe geschätzte Holzfaserbruchanteil $HB_{\text{geschätzt, Person}}$ entspricht auch HB_{alt}
- Der durch eine Person an der ungefärbten Probe erkannte und auf einem Papierausdruck aufgezeichnete Holzfaserbruchanteil, flächenmässig bestimmt mit der Software $HB_{\text{Software, Person}}$
- Der durch die Software an der gefärbten Probe bestimmte Holzfaserbruchanteil $HB_{\text{Software, gefärbt}}$ entspricht auch HB_{neu}

Die Differenz des Holzfaserbruchanteils, ermittelt nach der alten und mit der neuen Methode wurde nach folgender Formel berechnet:

$$\Delta HB_{\text{alt-neu}} = HB_{\text{alt}} - HB_{\text{neu}}$$

Es wurden folgende Werte ermittelt:

Tabelle 6 Durchschnittliche Differenz $\Delta HB_{\text{alt-neu}}$

Probenart (Anzahl Probekörper)	Mittelwert	Standardabw.	Minimalwert	Maximalwert
Fichte (143)	10.2	21.14	-68	61
Lärche (78)	-0.4	12.25	-32	39
Fichte, Person I (130)	13.2	20.66	-68	57
Fichte, Person II (143)	7.4	21.26	-68	61
Fichte / 1K-PUR (40)	-7.2	17.20	-68	41
Fichte / MUF (30)	22.2	19.04	-43	55
Fichte / EPI (23)	11.8	11.44	-12	34
Fichte / MF (20)	8.4	16.63	-30	53
Fichte / UF (20)	30.2	17.34	-4	61
Fichte / RPF (10)	4.0	3.45	-4	9
Lärche / 1K-PUR (38)	-4.5	11.81	-32	32
Lärche / MUF (30)	-1.0	7.20	-14	15
Lärche / EPI (10)	16.8	11.98	1	39

Diese Werte werden im Folgenden näher erläutert.

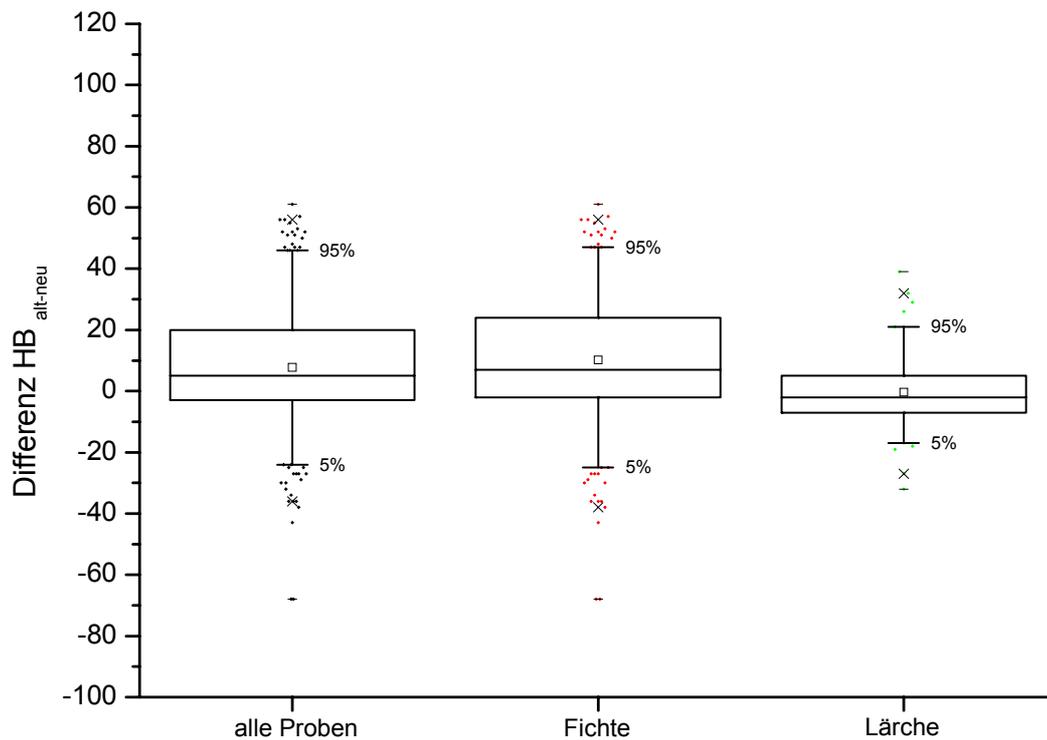


Abb. 68 Differenz des Holzfaserbruchanteils; $\Delta HB_{alt-neu}$ für alle Proben, getrennt nach Holzart

Beim Vergleich der alten mit der neuen Methode, unter Berücksichtigung aller Testproben, zeigt sich eine Differenz der absoluten Werte von ca. 15%. Dabei stimmten die Ergebnisse bei den Einzelwerten teilweise überein, konnten aber auch bis zu 68% voneinander abweichen.

Berücksichtigt man bei der Mittelwertbildung die Vorzeichen der Abweichungen, lag die Differenz der Werte aller Testproben im Durchschnitt bei ca. +8% (Abb. 68 Kolonne 1). Das heisst, tendenziell wurde nach der herkömmlichen Methode der Holzfaserbruchanteil etwas höher eingeschätzt, als mit der neuen Methode.

$$HB_{alt} \text{ tendenziell } > \text{ } HB_{neu}$$

Eine Erklärung hierfür sind einerseits die reinen Schätzfehler der Personen. Andererseits aber auch die Tatsache, dass bei der neuen Methode sämtliche Brüche, die nahe der Grenzfläche erfolgen, generell als Versagen der Verklebung gewertet werden. Bei der herkömmlichen Methode dagegen werden diese Brüche subjektiv teilweise als Holzbruch teilweise als Klebstoffversagen bewertet.

Beim Vergleich der beiden Holzarten Fichte und Lärche (Abb. 68 Kolonne 2 und 3) zeigte sich, dass bei Lärche mit der herkömmlichen als auch mit der neuen Methode im Durchschnitt die gleichen Werte für den prozentualen Holzfaserbruchanteil ermittelt wurden. Die Differenz zwischen beiden Methoden betrug im Durchschnitt lediglich -0.4%.

Bei Fichte dagegen wurde nach der herkömmlichen Methode der Holzfaserbruchanteil höher eingeschätzt, als später mit der neuen Methode ermittelt. Die Differenz lag bei der Gesamtheit aller Fichtenproben im Durchschnitt bei +10.2 %. Auch hier betrugen die Unterschiede bei Einzelwerten maximal bis zu 68%.

Die Höhe der Differenz $\Delta HB_{\text{alt-neu}}$ ist signifikant von der Holzart abhängig.

$\Delta HB_{\text{alt-neu; Fichte}}$	>	$\Delta HB_{\text{alt-neu; Lärche}}$	beispielsweise
--------------------------------------	---	--------------------------------------	-----------------------

Nach der herkömmlichen Methode wurden die Proben durch zwei verschiedenen Personen, unabhängig voneinander, beurteilt. Beide Personen haben nach der herkömmlichen Methode den Holzfaserbruchanteil höher eingeschätzt, als der später mit der neuen Methode ermittelte (Abb. 69). Die Differenz lag bei der Gesamtheit aller Fichtenproben im Durchschnitt bei +13.2 % für Person I und bei +7.4 % für Person II. Tendenziell gingen die Schätzungen beider Personen in die gleiche Richtung, jedoch zeigte sich, dass die Höhe der Differenz $\Delta HB_{\text{alt-neu}}$ signifikant von der beurteilenden Person abhängig ist.

Die Unterschiede bei der Schätzung des Holzfaserbruchanteils können nach der herkömmlichen Methode durch zwei verschiedene Personen wesentlich grösser sein, als in dieser Studie ausgewiesen. Dies kann dann geschehen, wenn Person I und Person II nicht die gleiche ‚Berufserfahrung‘ besitzen.

$HB_{\text{geschätzt, Person I}}$	\neq	$HB_{\text{geschätzt, Person II}}$	mehrheitlich
$HB_{\text{geschätzt, Person I}}$	\sim	$HB_{\text{geschätzt, Person II}}$	selten

Die Auswertung aller Ergebnisse hat dabei gezeigt, dass der Schätzfehler bei der alten Methode durch zwei verschiedene Faktoren zustande kommt:

- Bereiche mit Holzfaserbruch bzw. Bereiche mit Versagen der Verklebung werden nicht korrekt erkannt und somit auch falsch abgeschätzt.
- Bereiche mit Holzfaserbruch bzw. Bereiche mit Versagen der Verklebung werden korrekt erkannt aber der Flächenanteil wird zu ungenau geschätzt.

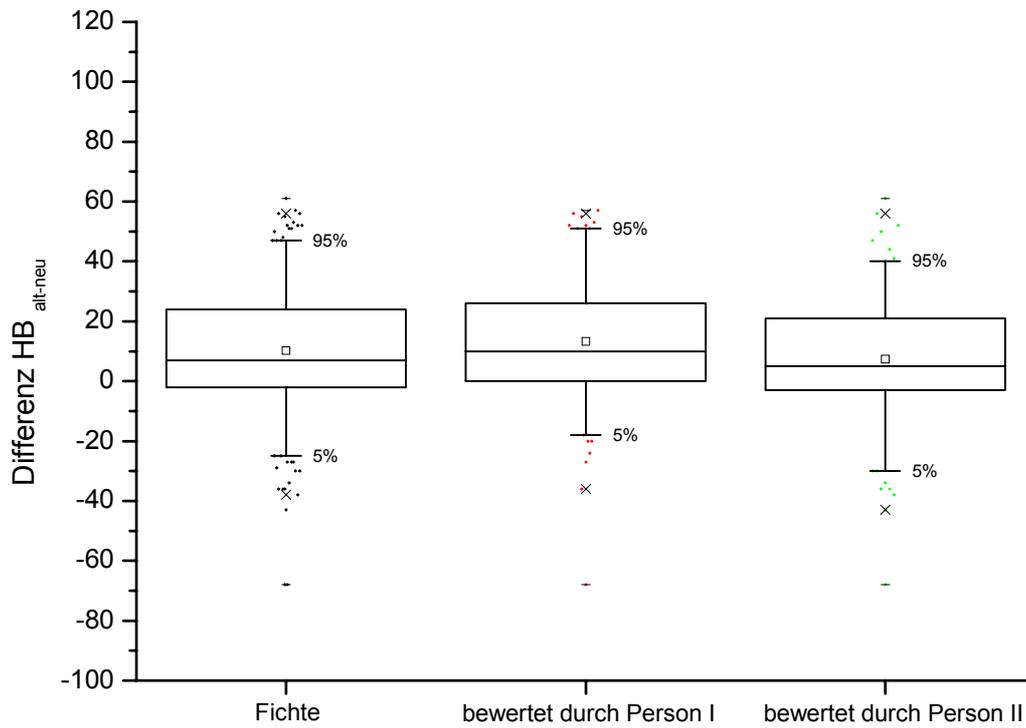


Abb. 69 Differenz des Holzfaserbruchanteils; $\Delta HB_{ait-neu}$ für alle Fichtenproben, getrennt nach Person

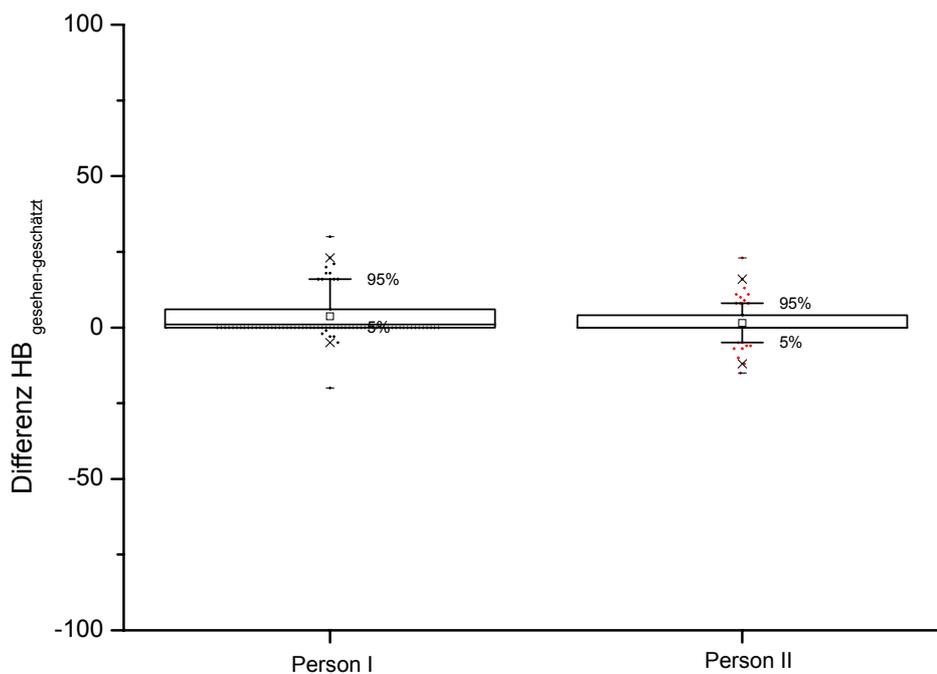


Abb. 70 Differenz des Holzfaserbruchanteils; $\Delta HB_{gesehen-geschätzt}$ für alle Fichtenproben, getrennt nach Person

Bei den beiden Testpersonen in dieser Studie war der Fehler, der durch ungenaue Flächenschätzung entstand, im Durchschnitt sehr gering. Für Person I betrug die Differenz +3.7 %, für Person II +1.4 %. Das bedeutet, dass beide Personen im Durchschnitt geringfügig mehr Holzfaserverbruchanteil gesehen haben (eingezeichnet haben), als sie später als Schätzwert angaben. In Einzelfällen betrug dieser Fehler bei der Flächenschätzung jedoch bis zu 30 %.

Die Ergebnisse haben gezeigt, dass bei der alten Methode die grössten Abweichungen durch nicht korrektes Erkennen der Bereiche mit Holzfaserverbruch bzw. Versagen der Verklebung entstehen. Auch hier greift wieder die Tatsache, dass bei der herkömmlichen Methode die Brüche nahe der Grenzfläche subjektiv teilweise als Holzbruch, teilweise als Klebstoffversagen bewertet werden. Die Genauigkeit der Flächenschätzung scheint dagegen das kleinere Problem zu sein.

Problem Nicht Erkennen der Bereiche > **Problem** Genauigkeit der Flächenschätzung

Ein weiterer wichtiger Faktor für die Höhe der Differenz zwischen dem mit der herkömmlichen und dem mit der neuen Methode ermittelten prozentualen Holzfaserverbruchanteil ist der Klebstofftyp.

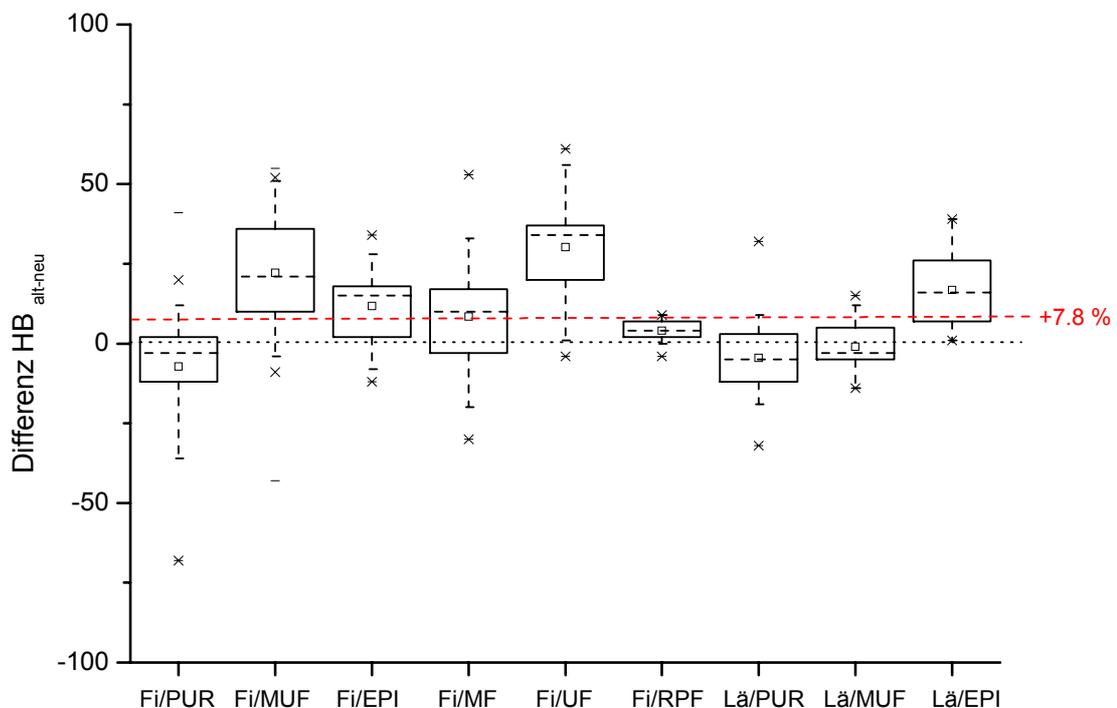


Abb. 71 Differenz des Holzfaserverbruchanteils; $\Delta HB_{alt-neu}$ für alle Proben, getrennt nach Klebstofftyp (Durchschnitt $\Delta HB_{alt-neu, alle Proben} = + 7.8 \%$)

Abb. 71 widerspiegelt den generellen Trend, dass mit der herkömmlichen Methode eher zu hohe Holzfaserverbruchanteile durch die Personen geschätzt wurden. Lediglich bei den mit PUR verklebten Holzproben (sowohl Fichte als auch Lärche) wurden nach der alten Methode geringere Holzfaserverbruchanteile geschätzt, als später mit der neuen Methode ermittelt. Dabei gab es bei PUR verklebten Proben auch keinen signifikanten Unterschied zwischen den Holzarten Fichte und Lärche.

Weiterhin wurde deutlich, dass die Differenz $\Delta HB_{\text{alt-neu}}$ tendenziell bei Klebstoffen wie UF, MUF oder EPI grösser war, als bei Klebstoffen wie MF oder PUR. Hier zeigte sich allerdings, dass beispielsweise bei mit MUF verklebten Proben ein grosser Unterschied zwischen Fichte und Lärche bestand. War an den mit MUF verklebten Lärchenproben der mit der alten und der neuen Methode ermittelte Holzfaserverbruchanteil fast identisch (Abb. 71 Kolonne 8), unterschied er sich bei den Fichtenproben überdurchschnittlich mit +22.2 % (Abb. 71 Kolonne 2).

Besonders klein war erwartungsgemäss die Differenz als auch die Streuung der Einzelwerte beim den mit RPF verklebten Proben (Abb. 71 Kolonne 6).

Die Höhe der Differenz $\Delta HB_{\text{alt-neu}}$ hängt signifikant (Signifikanzniveau 5%) von der entsprechenden Holz/Klebstoff-Kombination ab.

Ob sich dabei für eine wesentlich grössere Probenanzahl ein ähnlicher Trend der einzelnen Klebstoffe ergibt, wie in dieser Studie an den Testproben ermittelt, ist nicht bekannt. Der Vergleich mit ersten Industrieproben bestätigt jedoch, dass die Ergebnisse von der beurteilenden Person als auch von der Holz-Klebstoff-Kombination abhängen.

Wie schon bei den Empa-Testproben gab es auch bei den Industrieproben Unterschiede zwischen dem nach der herkömmlichen Methode abgeschätzten und dem mit der neuen Methode ermittelten Holzfaserverbruchanteil.

Es traten, wie schon bei den Fichte / MUF – Proben der Empa, auch bei den Fichte / MUF – Proben aus der Industrie wesentlich grössere Differenzen zwischen alter und neuer Methode auf, als bei den Fichte / PUR – Proben (Abb. 72).

Es bestätigte sich die Annahme, dass bestimmte Holz-Klebstoff-Kombinationen wie z.B. Fichte / MUF aufgrund der visuellen Erscheinung ohne Anfärben schwieriger zu bewerten sind, da vor allem ein Versagen der Verklebung nahe der Grenzfläche oft nicht erkannt wird. Durch das Anfärben werden diese Bereiche sichtbar und können objektiver abgeschätzt werden.

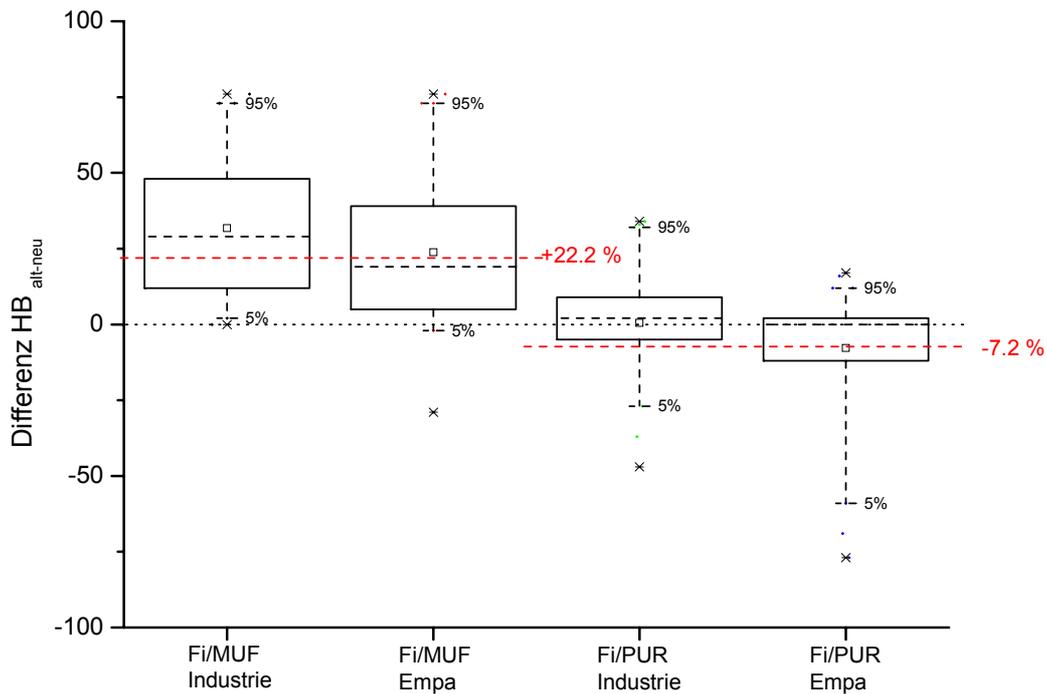


Abb. 72 Differenz des Holzfaserbruchanteils; $\Delta HB_{alt-neu}$ für alle Industrieproben, getrennt nach Klebstofftyp (Durchschnitt $\Delta HB_{alt-neu, Fi/MUF Empa-Test-Proben} = + 22.2 \%$;
 Durchschnitt $\Delta HB_{alt-neu, Fi/PUR Empa-Test-Proben} = - 7.2 \%$)

Die mitgelieferten Bewertungen des prozentualen Holzfaserbruchanteils aus der Industrie zeigen auch, dass die Betriebe durchaus in der Lage sind, nach der herkömmlichen Methode sehr genaue Abschätzungen vorzunehmen. Allerdings ist offen, ob dieses Potential in der Praxis immer entsprechend umgesetzt wird. Es könnte sein, dass bei entsprechend hohen Festigkeitswerten die visuelle Beurteilung der Bruchflächen teilweise vernachlässigt wird.

Zusammenfassend können folgende Vor- und Nachteile sowie Unterschiede der beiden Methoden genannt werden:

Tabelle 7 Vergleich der herkömmlichen mit der neuen Methode zur Abschätzung des Faseranteils

	Herkömmliche Methode (Abschätzung durch Person)	Neue Methode (Färben der Bruchflächen + Flächen- schätzung mit Software)						
Vorteile	<ul style="list-style-type: none"> - Kein zusätzliches Equipment notwendig (bis auf Lupe) - Geringerer Zeitaufwand - Keine Materialkosten 	<ul style="list-style-type: none"> - Objektivere Ergebnisse - Zuordnung der Bruchart aufgrund des Farbmusters einfacher möglich - Visuelle Dokumentation der Ergebnisse möglich 						
Nachteile	<ul style="list-style-type: none"> - Erfahrenes Personal notwendig - Fehler durch subjektive Bewertung - Aussage über Bruchart nur sehr bedingt möglich - Visuelle Dokumentation der Ergebnisse schlecht möglich 	<ul style="list-style-type: none"> - Zusätzliche Ausrüstung notwendig - Zusätzliche Arbeitsschritte mit leicht erhöhtem Zeitaufwand - Geringe Materialkosten 						
Unterschiede	<p>Als Versagen der Verklebung wird gewertet:</p> <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none;"> <ul style="list-style-type: none"> - Kohäsionsbruch im Klebstoff - Adhäsionsbruch im Interface - <u>Teilweise</u> Bruch nahe der Grenzfläche </td> <td style="width: 50%; border: none;"> <ul style="list-style-type: none"> - Kohäsionsbruch im Klebstoff - Adhäsionsbruch im Interface - <u>Immer</u> Bruch nahe der Grenzfläche </td> </tr> </table> <p>Der Holzfaserbruchanteil ist tendenziell:</p> <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none;"> <ul style="list-style-type: none"> - etwas höher </td> <td style="width: 50%; border: none;"> <ul style="list-style-type: none"> - etwas geringer </td> </tr> </table> <p>Fehler bei der Bewertung hängen ab von der:</p> <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none;"> <ul style="list-style-type: none"> - beurteilenden Person - Holz / Klebstoff-Kombination - Bruchart </td> <td style="width: 50%; border: none;"> <ul style="list-style-type: none"> - Einstellung der Software - geringfügig von der Bruchart </td> </tr> </table>		<ul style="list-style-type: none"> - Kohäsionsbruch im Klebstoff - Adhäsionsbruch im Interface - <u>Teilweise</u> Bruch nahe der Grenzfläche 	<ul style="list-style-type: none"> - Kohäsionsbruch im Klebstoff - Adhäsionsbruch im Interface - <u>Immer</u> Bruch nahe der Grenzfläche 	<ul style="list-style-type: none"> - etwas höher 	<ul style="list-style-type: none"> - etwas geringer 	<ul style="list-style-type: none"> - beurteilenden Person - Holz / Klebstoff-Kombination - Bruchart 	<ul style="list-style-type: none"> - Einstellung der Software - geringfügig von der Bruchart
<ul style="list-style-type: none"> - Kohäsionsbruch im Klebstoff - Adhäsionsbruch im Interface - <u>Teilweise</u> Bruch nahe der Grenzfläche 	<ul style="list-style-type: none"> - Kohäsionsbruch im Klebstoff - Adhäsionsbruch im Interface - <u>Immer</u> Bruch nahe der Grenzfläche 							
<ul style="list-style-type: none"> - etwas höher 	<ul style="list-style-type: none"> - etwas geringer 							
<ul style="list-style-type: none"> - beurteilenden Person - Holz / Klebstoff-Kombination - Bruchart 	<ul style="list-style-type: none"> - Einstellung der Software - geringfügig von der Bruchart 							

7.3 Zusammenhang zwischen Farbmuster und Art des Bruches

Bei der Festigkeitsprüfung von Klebeverbindungen können verschiedene Arten von Brüchen auftreten (Abb. 73):

- Kohäsionsbruch des Holzes (Kap. 7.3.1)
- Kohäsionsbruch des Klebstoffes (Kap. 7.3.2)
- Adhäsionsbruch in der Grenzfläche zwischen Holz und Klebstoff (Kap. 7.3.3)
- Bruch sehr nahe der Grenzfläche (Kap. 7.3.4)
- Bruch im Randbereich der Verklebung (Kap. 7.3.5)

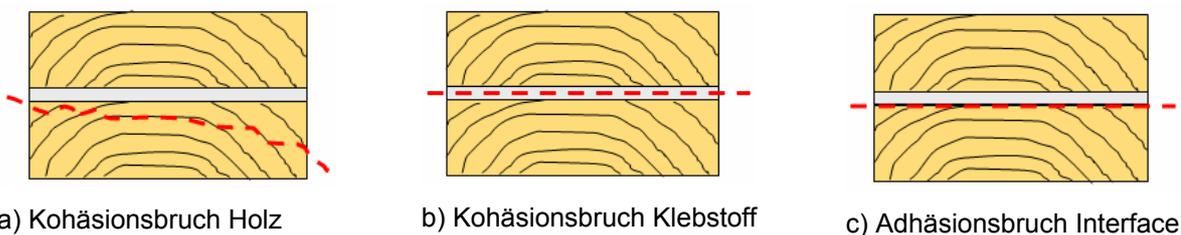


Abb. 73 Brucharten

Sehr oft besteht ein Bruch aus einer Mischung der oben beschriebenen Brucharten. Dies macht es nicht immer einfach, tatsächliche Verklebungsprobleme zu erkennen. Oft ist es notwendig, die Bruchfläche unter der Lupe oder dem Mikroskop zu begutachten.

Das Färben der Bruchflächen kann bei der Bewertung der Bruchart helfen. Die Zuordnung eines gefärbten Bruchbildes zu einer Bruchart ist grundsätzlich möglich, wobei auch hier eine gewisse Erfahrung notwendig ist, um Fehlbewertungen zu vermeiden.

7.3.1 Kohäsionsbruch im Holz

Tritt ein Kohäsionsbruch im Holz auf, so ist die Scherfestigkeit des Holzes geringer als die Festigkeit des Klebstoffes als auch der Klebeverbindung. Der Bruch verläuft meist entlang der Jahrringstruktur. Durch das Anfärben wird kein Klebstoff detektiert.



Abb. 74 Bruchfläche mit Kohäsionsbruch im Holz

Dies ist der Idealfall, der als reiner **Holzbruch** bezeichnet und mit 100% Holzfaserbruchanteil ausgewiesen wird.

7.3.2 Kohäsionsbruch im Klebstoff

Tritt ein Kohäsionsbruch im Klebstoff auf, so ist die Scherfestigkeit des Klebstoffes geringer als die Scherfestigkeit des Holzes und die Haftung zwischen Holz und Klebstoff. In diesem Fall sollte ein leistungsfähigerer Klebstoff gewählt werden.

Der Bruch sieht glatt aus. Es ist meist keine Jahrringstruktur zu erkennen.

Durch die aufgesprühte Farblösung wird der Klebstoff auf beiden Bruchflächen angefärbt. Es entsteht eine **flächige, gleichmässig intensive, spiegelbildliche Färbung** des Klebstoffes auf beiden Seiten.



Abb. 75 Bruchfläche mit Kohäsionsbruch im Klebstoff

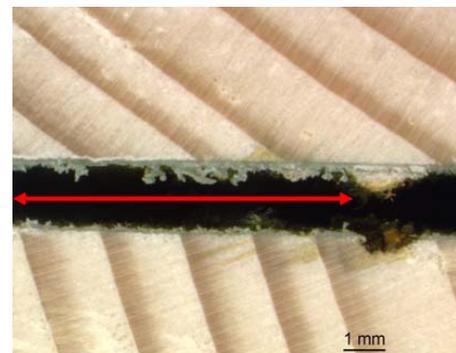


Abb. 76 Klebfuge mit Kohäsionsbruch im markierten Bereich

Dieser Bruch wird als reines **Versagen des Klebstoffes** gewertet und mit 0% Holzfaserbruchanteil ausgewiesen.

7.3.3 Adhäsionsbruch in der Grenzfläche (Interface) zwischen Klebstoff und Holz

Ein Adhäsionsbruch im Interface zwischen Holz und Klebstoff lässt auf ein Haftungsproblem zwischen Holz und Klebstoff schliessen. Dies kann sowohl eine schlechte chemische Bindung (Molekularkräfte) zwischen den beiden Stoffen als auch eine schlechte mechanische Verankerung durch eine ungenügende Eindringung des Klebstoffes in die Holzstruktur zur Ursache haben.

Der reine Adhäsionsbruch sieht glatt aus. Die Jahrringstruktur ist teilweise zu sehen, die entsprechende Fläche ist jedoch sehr eben.

Durch die aufgesprühte Farblösung wird der Klebstoff angefärbt. Das Holz färbt sich in der entsprechenden Kontrastfarbe.

Eine **ergänzende (nicht spiegelbildliche) Färbung** auf beiden Seiten, kombiniert mit **sehr glatten Flächen** ist ein relativ sicheres Zeichen für einen klassischen Adhäsionsbruch.

Dieser Bruch wird als **Versagen der Verklebung** gewertet und ebenfalls mit 0% Holzfaserverbruchanteil ausgewiesen.



Abb. 77 Bruchfläche mit Adhäsionsbruch

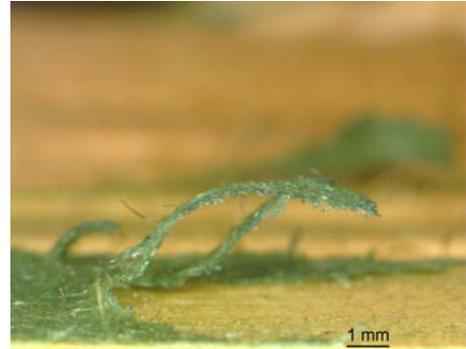


Abb. 78 Abgelöste Klebfuge eines Adhäsionsbruchs



Abb. 79 Klebfuge mit Adhäsionsbruch zum angrenzenden Holz

7.3.4 Bruch nahe der Grenzfläche zwischen Klebstoff und Holz

Viele der auftretenden Brüche müssen dieser Gruppe zugeordnet werden. Der Bruch tritt im Bereich der Verklebung auf, stellt aber in der Regel eine Mischung aus Adhäsionsbruch im Interface und Kohäsionsbruch im Klebstoff und/oder Holz dar.

Ist die Adhäsion zwischen Klebstoff und Holz etwa gleich gross wie die Scherfestigkeit des Holzes kann es zu einem Bruchbild kommen, wie in Abb. 80 dargestellt:

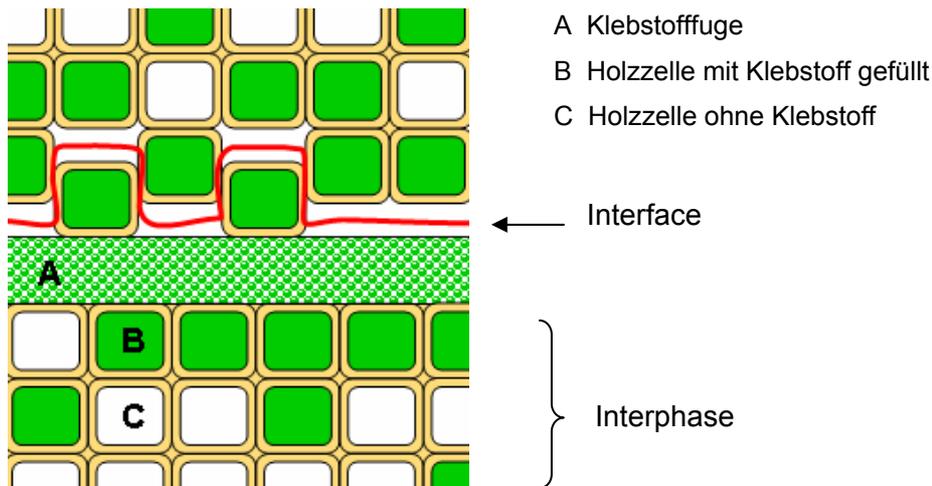


Abb. 80 Bruch nahe der Grenzfläche

Der Bruch verläuft teilweise direkt in der Grenzfläche, teilweise entlang den mit Klebstoff gefüllten Holzzellen. Unter Umständen kann der Bruch auch teilweise durch die mit Klebstoff gefüllten Zellen verlaufen.

Beim Besprühen der Bruchflächen mit Farblösung färbt sich die freigelegte Klebstoffuge intensiv und die mit Klebstoff gefüllten Zellen weniger intensiv. Reines Holz färbt sich in der entsprechenden Kontrastfarbe. Es entsteht eine **unterschiedlich intensive, spiegelbildliche Färbung** des Klebstoffes auf beiden Seiten.

Bei dieser Bruchart ist die Eindringung des Klebstoffes in das Holz meist ausreichend. Jedoch scheint die chemische Haftung zwischen Klebstoff und Holz partiell unzureichend zu sein, so dass der Bruch immer wieder zum Interface (Grenzfläche) zurückwandert.



Abb. 81 Bruchfläche mit Bruch nahe der Grenzfläche

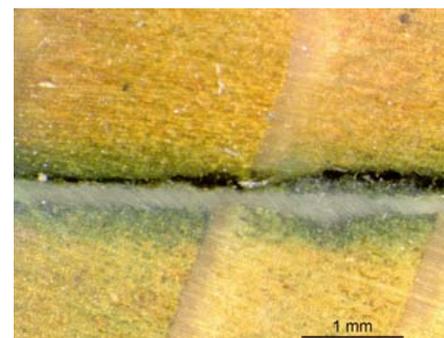
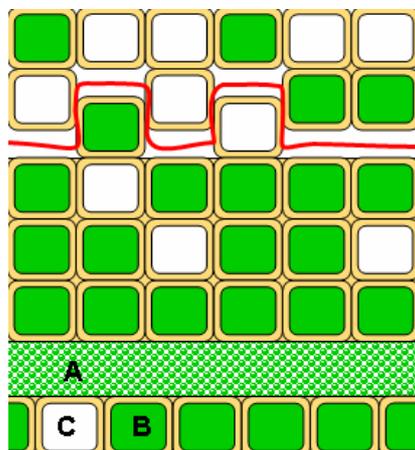


Abb. 82 Klebstoffuge mit Bruch nahe der Grenzfläche

Dieser Bruch wird mit der neuen Methode als **Versagen der Verklebung** gewertet und der entsprechende prozentuale Holzfaserverbruchanteil bezogen auf die gesamte Fläche ausgewiesen.

7.3.5 Bruch im Randbereich der Verklebung (Interphase)

Einige Brüche müssen dieser Gruppe zugeordnet werden. Der Bruch tritt im Randbereich der Verklebung (Interphase), einige Zellreihen von der Grenzfläche entfernt, auf.



- A Klebstofffuge
- B Holzzelle mit Klebstoff gefüllt
- C Holzzelle ohne Klebstoff

Abb. 83 Bruch im Randbereich der Verklebung

Beim Besprühen der Bruchflächen mit Farblösung färben sich die freigelegten, mit Klebstoff gefüllten Zellen wenig intensiv. Das Holz färbt sich in der entsprechenden Kontrastfarbe. Es entsteht eine **leichte, meist spiegelbildliche Färbung** des Klebstoffes auf beiden Seiten.

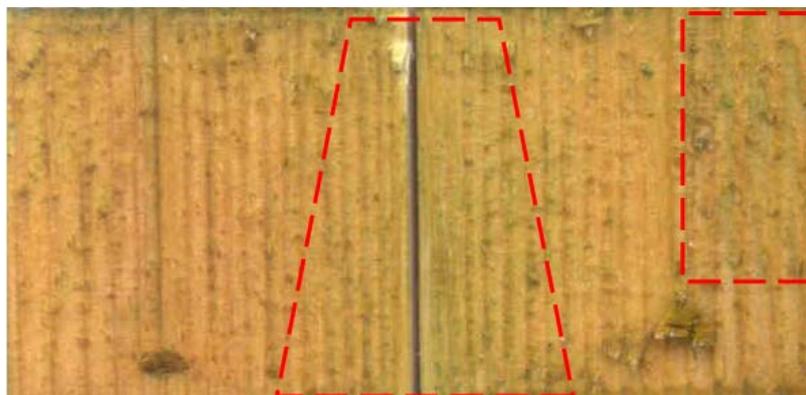


Abb. 84 Bruchfläche mit leichter Färbung innerhalb der gekennzeichneten Bereiche

Im Gegensatz zu den anderen vier beschriebenen Brucharten ist es hier schwerer, die Ursachen für den Bruchverlauf zu benennen. Nur wenn die Ursachen für den Bruchverlauf hinreichend bekannt sind, kann mit Sicherheit gesagt werden, ob diese Bruchart eine unzureichende Verklebung darstellt. In diesem Projekt konnte nicht geklärt werden, ob diese Bruchart dem *Holzbruch* gleichgestellt werden muss oder dem *Versagen der Verklebung* zuzurechnen ist. Weiterer Forschungsbedarf ist hier vorhanden!

Generell ist mit der Software durch die entsprechende Farbwahl eine Wertung als *Holzbruch* als auch als *Versagen der Verklebung* möglich.

In Anlehnung an die Norm EN 302-3 empfehlen wir, diesen Bruchtyp als Holzfaserbruch zu werten.

8 Merkblatt: Auswertungsroutine zur Bestimmung des Faserbruchanteils resp. Leimbruchanteils

In Abb. 85 wird noch einmal im Überblick dargestellt, wie bei der Bestimmung des Faserbruchanteils in der industriellen Praxis nach der neu entwickelten Methode vorzugehen ist.

Ist durch erste Vorversuche das geeignete Farbmittel gefunden und sind die Proben gefärbt (oberer Teil der Grafik), kann die eigentliche Messung inklusive Auswertung beginnen (unterer Teil der Grafik ab ‚Gefärbte Proben einscannen‘).

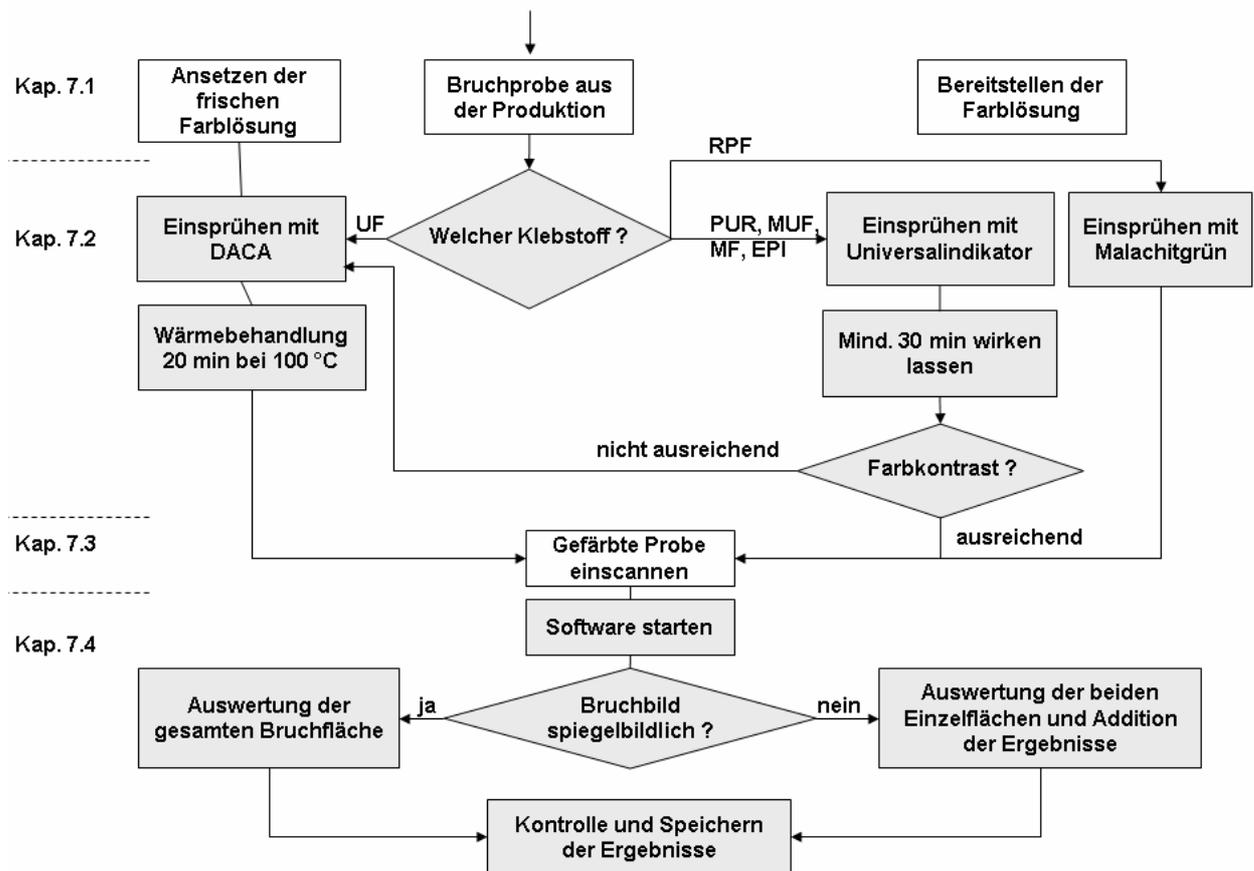


Abb. 85 Auswertungsroutine für die Bestimmung des Faserbruchanteils an Blockscherproben

Proben, die zweifelfrei einen reinen Kohäsionsbruch im Holz aufweisen (vgl. Abb. 73 a)), müssen nicht zwingend gefärbt werden. Eine Auswertung mit der Software ist nicht notwendig; der Holzfaserbruchanteil beträgt 100%. Alle anderen Proben durchlaufen die oben abgebildete Auswertungsroutine zur Bestimmung des prozentualen Holzfaserbruchanteils.

8.1 Ansetzen der Farblösung

8.1.1 Universalindikator-Lösung nach (Dibuz and Shelton 1967)

Mischindikator:

0.25 g Methylorange	}	→	in 50 ml Ethanol lösen	→	mit 25 ml dest. H ₂ O auffüllen
0.25 g Bromkresolgrün					
0.01 g Indigokarmin					

Diese Lösung kann über längere Zeit aufbewahrt werden.

Preis: ca. 7,- CHF / 100 ml Universalindikator-Lösung

8.1.2 DACA-Lösung

0.3%-ige Lösung von *p*-Dimethylaminozimtaldehyd (DACA) in Ethanol und halbkonzentrierter Salzsäure (5:2 V/V)

Die Lösung muss jeweils vor der Anwendung **frisch** hergestellt werden.

Die mit DACA besprühten Proben müssen für mind. 15 min bei 105°C in den Trockenschrank oder einen entsprechenden Ofen!

Preis: ca. 3,- CHF / 100 ml DACA-Lösung

8.1.3 Malachitgrün-Lösung

0.04%-ige Lösung von Malachitgrün in destilliertem Wasser

Diese Lösung kann über längere Zeit aufbewahrt werden.

Preis: ca. 0,05 CHF / 100 ml Malachitgrün-Lösung

8.2 Färben der Bruchflächen

Vor Beginn der Arbeit sollte die Arbeitsfläche gut mit Folie oder ähnlichem abgedeckt werden. Ebenfalls sollten Hände und Kleidung durch entsprechende Schutzbekleidung (Gummihandschuhe und Kittel) vor Spritzern geschützt werden.

Für die entsprechende Holz-Klebstoff-Kombination muss eine geeignete Farblösung ausgewählt (siehe Kap. 5.2.3) werden.

In einem Vorversuch muss getestet werden, ob ein ausreichender Farbkontrast zwischen Klebstoff und Holz erzielt werden kann.

Die Bruchflächen werden dann mit der für die Holz-Klebstoffkombination geeigneten Farblösung satt eingesprüht. Hierfür können gewöhnliche Sprühflaschen aus Glas verwendet werden.

Die Lösung sollte bei Zimmertemperatur mindestens 30 min auf der Bruchfläche einwirken. Generell kann die Farbintensität des Universalindikators verstärkt werden, wenn die besprühten Bruchflächen kurz mit einem Fön angestrahlt werden.

Bei DACA ist eine Wärmebehandlung von mind. 15 min bei 105°C notwendig.

8.3 Scannen der Proben

Beim Scannen der gefärbten Bruchflächen muss darauf geachtet werden, dass die Proben so angeordnet werden, dass es nicht zu einer optischen Verzerrung der Fläche kommt. In unserem Projekt hat sich ein einfacher Holzrahmen, in dem mehrere Proben nebeneinander Platz finden, sehr gut bewährt (vgl. auch Abb. 57).

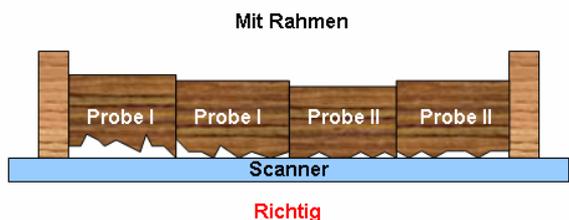


Abb. 86 Richtige Lage der Proben auf dem Scanner

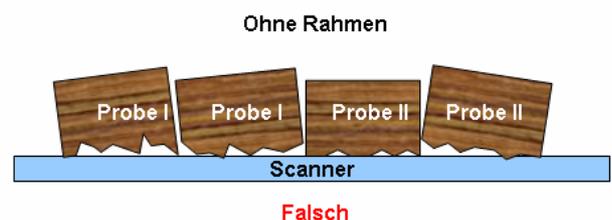


Abb. 87 Falsche Lage der Proben auf dem Scanner

Die Proben wurden durch den Rahmen gestützt und konnten nicht kippen.

Generell ist zu beachten, dass Farben durch das Scannen und die Bildschirmeinstellung am Computer meist nicht so wiedergegeben werden, wie wir sie mit dem Auge auf der Originalprobe wahrnehmen. Auch beim Ausdrucken auf Papier weichen die Farben in der Regel leicht von denen des Originals ab. Dies beeinflusst jedoch die Auswertung mit der Software im Normalfall nicht.

8.4 Anwendung der Software

8.4.1 Voreinstellungen

Vor der ersten Messung muss der Farbbereich gewählt werden, den die Software erkennen soll. In der Regel ist es die Farbe des Klebstoffes.

Die Farbauswahl kann entweder mit dem Cursor im Fenster ‚Farbauswahl‘ direkt an der Probe vorgenommen werden (Abb. 88), oder am Farbkreis bzw. an den Skalen ‚Farbton‘, ‚Sättigung‘ und ‚Helligkeit‘ eingestellt werden (Abb. 89).

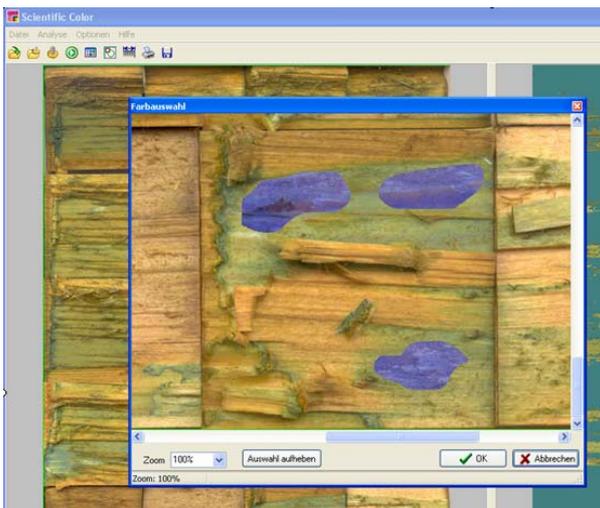


Abb. 88 Auswahl des Farbbereiches durch den Cursor (blaue Bereiche)

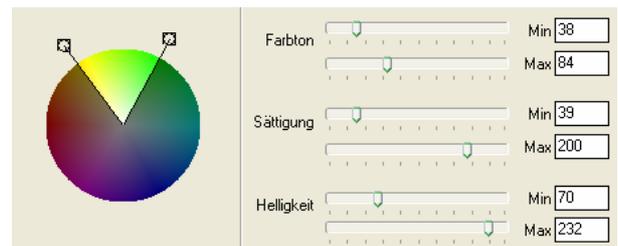


Abb. 89 Farbkreis und Farbskalen in der Software

Die gewählte Farbeinstellung kann dann unter ‚Optionen speichern unter‘ abgespeichert werden und für spätere Messungen wieder geladen werden (‚Optionen laden‘).

Weiterhin kann ein Massstab definiert werden, so dass später die Grösse der analysierten Flächen z.B. in cm^2 angegeben werden kann. Unter ‚Analyse‘ → ‚Massstab‘ kann eine bekannte Strecke mit dem Cursor markiert werden und die entsprechende Länge in cm eingegeben werden (Abb. 90).

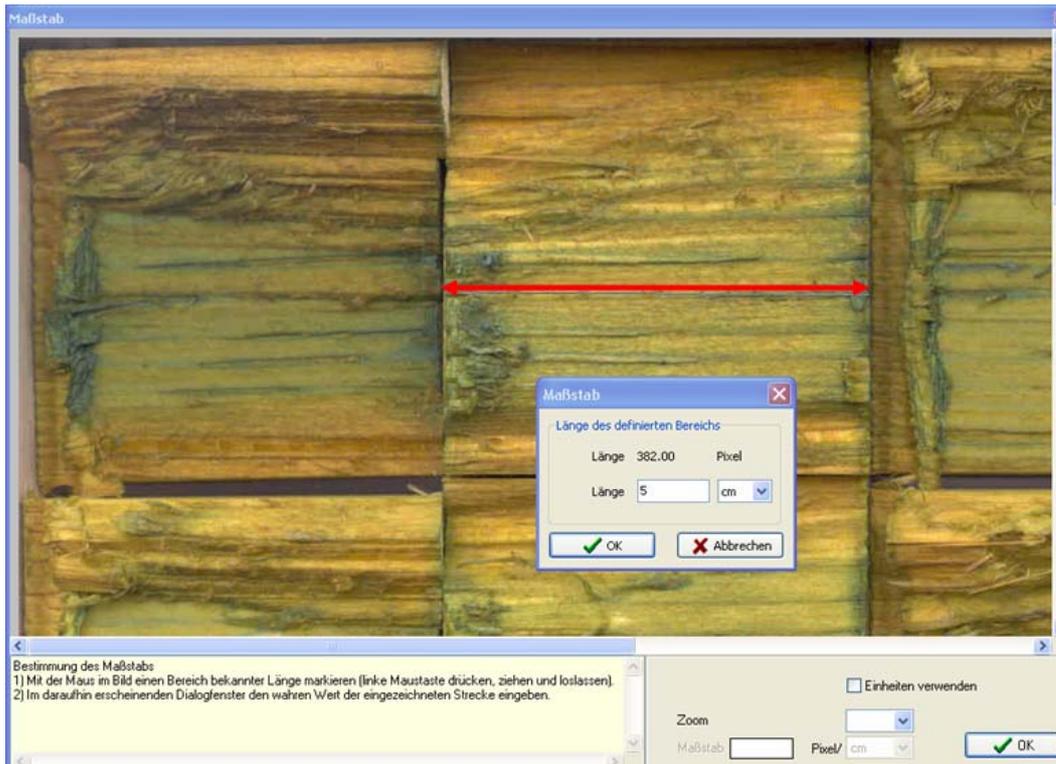


Abb. 90 Markierung der Strecke mit dem Cursor im Fenster ‚*Maßstab*‘

8.4.2 Messung

Anhand der farbigen Bruchflächen muss entschieden werden, ob die Auswertung nach Variante a) oder Variante b) erfolgen soll (vgl. Punkt (4) in Kap. 6.2).

Nun kann unter ‚*Analyse*‘ → ‚*Bereichsauswahl*‘ die zu analysierende Bruchfläche mit dem Cursor markiert werden.

Mit dem Befehl ‚*Analyse starten*‘ kann die Messung durchgeführt werden. Im Kästchen ‚Objektfläche in %‘ wird das Ergebnis ausgewiesen. (Berechnung des prozentualen Holzfaserbruchanteils siehe Punkt (5) Kap. 6.2).

Durch eine visuelle Kontrolle am Bildschirm ist die Plausibilität der Ergebnisse zu prüfen.

9 Ausblick

Die Bestimmung des Holzfaserbruchanteils bei der industriellen Klebfestigkeitsprüfung durch die in diesem Projekt beschriebene Auswertungsroutine, bestehend aus einer Kombination von Färbetechnik (zur besseren Erkennung der Bruchart) und Bildverarbeitung (zur reproduzierbaren Erfassung der Flächenanteile), ist möglich und sinnvoll.

Die neue Methode kann als gut geeignet eingestuft werden.

Durch geringfügige Umstrukturierungen im Arbeitsablauf der Bestimmung des Holzfaserbruchanteils kann die neue Methode effizient umgesetzt werden. Ein leicht erhöhter Zeitaufwand für die zusätzlichen Arbeitsschritte ‚Färben‘ und ‚Scannen‘ der Proben, wird durch eine effiziente und genaue Erfassung der Flächenanteile mit der Software kompensiert.

Wenn man davon ausgeht, dass inzwischen in jedem Betrieb Computer und Farbscanner zur Grundausstattung der Qualitätssicherungsabteilung gehören, fallen für die neue Methode lediglich einmalige Investitionskosten in Höhe von ca. 400,- € für die Software an. Unter Umständen ist zusätzlich die Anschaffung einer Feinwaage zum Einwiegen der Chemikalien notwendig. Zudem fallen laufende Kosten für Verbrauchsmaterial (Chemikalien für die Farblösung, Sprühflaschen usw.) an, die jedoch relativ gering sind. Eine erste Übersichtsrechnung ergab, dass sich die Kosten für Verbrauchsmaterial maximal auf 0.10 CHF pro Einzelprobe belaufen.

Nach einer relativ kurzen Einarbeitungszeit wird das Personal in der Lage sein, gut reproduzierbare und objektivere Ergebnisse als anhin zu erzielen. Zusätzlich können in der Regel aufgrund der Färbung der Bruchflächen Rückschlüsse auf die Art des Bruches gezogen werden. Dies ist wichtig, um die eigentlichen Ursachen bei Fehlverklebungen aufdecken zu können. Schlussendlich ermöglicht die Software auch eine Abspeicherung der Ergebnisse inklusive des Bildmaterials, was für eine langfristige, visuelle Dokumentation der Verklebungsqualität der Proben von Vorteil ist. Selbst nach Entsorgung der eigentlichen Proben kann im Einzelfall noch Jahre später auf das Bildmaterial zurückgegriffen werden.

Weiterer Forschungsbedarf besteht bei einzelnen Holz-Klebstoff-Kombinationen wie z.B. Esche verklebt mit MF, für die im Rahmen dieser Studie keine befriedigende Färbemethode gefunden werden konnte.

10 Literatur

- Anonymous (2005) Richtlinien für die Herstellung von Brettschichtholz (provisorische Fassung).SFH 1.0 Pr/05: 22
- Dibuz JJ, Shelton FJ (1967) Glueline Identification. For. Prod. J. 17(10):20-22
- Gibson MD, Kraemer RL (1980) Staining to Make Urea-Formaldehyde Resin Visible on Glued Wood Surfaces. For. Prod. J. 30(1):46-48
- Jander G, Blasius E (1979) Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie. S. Hirzel Verlag, Stuttgart.
- Lohmann U (2003) Holzlexikon. DRW-Verlag, Leinfelden-Echterdingen.
- Niemz P, Mannes D, Lehmann E, Vontobel P, Haase S (2004) Untersuchungen zur Verteilung des Klebstoffes im Bereich der Leimfuge mittels Neutronenradiographie und Mikroskopie. Holz Roh Werkst 62:424-432
- Paulitsch M (1986) Methoden der Spanplattenuntersuchung. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York Tokyo.
- Plath L (1970) Mikroskopische Untersuchung von Holzverleimungen. Adhäsion 14(9):318-323, 336
- Seifert K (1960) Angewandte Chemie und Physikochemie der Holztechnik. VEB Fachbuchverlag Leipzig.
- Theden G, Kottlors C (1965) Verfahren zum Sichtbarmachen von Schutzmitteln im Holz, Mitt. Dtsch. Ges. f. Holzforschung, Heft Nr. 52.
- Wagenführ R, Scheiber C (1989) Holzatlas. VEB Fachbuchverlag Leipzig.
- Zeppenfeld G, Grunwald D (2005) Klebstoffe in der Holz- und Möbelindustrie. DRW-Verlag Weinbrenner & Söhne GmbH & Co.KG, Leinfelden-Echterdingen.

Normen

- SIA 265 (2003) Holzbau. Schweizerischer Ingenieur- und Architekten-Verein
- SIA 265/1 (2003) Holzbau – Ergänzende Festlegungen. Schweizerischer Ingenieur- und Architekten-Verein
- DIN 4074-1 (2003) Sortierung von Holz nach der Tragfähigkeit. Teil 1 Nadelschnittholz. Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin
- DIN 52161 (1979) Nachweis von Holzschutzmitteln im Holz. Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin
- DIN 86800-3 (1987) Holzschutz im Hochbau – Vorbeugender chemischer Holzschutz. Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin
- EN 301 (2001) Klebstoff für tragende Holzbauteile – Phenoplaste und Aminoplaste - Klassifizierung und Leistungsanforderungen
- EN 302-1 (2004) Klebstoff für tragende Holzbauteile – Prüfverfahren – Teil 1: Bestimmung der Längszugscherfestigkeit
- EN 302-2 (2001) Klebstoff für tragende Holzbauteile – Prüfverfahren – Teil 2: Bestimmung der Delaminierungsbeständigkeit
- EN 314 (1993) Sperrholz – Qualität der Verklebung
- EN 385 (2001) Keilzinkenverbindungen im Bauholz – Leistungsanforderungen und Mindestanforderungen an die Herstellung
- EN 386 (2001) Brettschichtholz – Leistungsanforderungen und Mindestanforderungen an die Herstellung
- EN 391 (2001) Brettschichtholz – Delaminierungsprüfung von Leimfugen
- EN 392 (1995) Brettschichtholz – Scherprüfung der Leimfugen
- EN 408 (2004) Holzbauwerke – Bauholz für tragende Zwecke und Brettschichtholz - Bestimmung einiger physikalischer und mechanischer Eigenschaften
- EN 1194 (1999) Holzbauwerke – Brettschichtholz – Festigkeitsklassen und Bestimmung charakteristischer Werte
- EN 14080 (2005) Holzbauwerke – Brettschichtholz – Anforderungen

