

holztechnologie

Halogenfreie Flammschutzmittel für Holzbeschichtungen unter Einsatz nachwachsender Rohstoffe (CDpComplex)

von

Lars Passauer

Schriftenreihe holztechnologie

Herausgeber:

Prof. Dr. rer. nat. Steffen Tobisch,
Institut für Holztechnologie Dresden gemeinnützige GmbH;
Prof. Dr.-Ing. André Wagenführ
Institut für Naturstofftechnik, TU Dresden

Jahrgang 65 (2024), Band 1

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung/Summary	5	
1	Technisch-technologische Zielstellung des Vorhabens	7
2	Darstellung der erzielten Vorhabensergebnisse	8
2.1	Verwendete Materialien	9
2.1.1	Cyclodextrine	9
2.1.2	Cyclodextrin-Derivate	9
2.2	Darstellung von Cyclodextrin-Phosphaten	10
2.3	Synthese von Wirt-Gast-Komplexen (CDp-Komplexe)	11
2.3.1	Komplexierung in Lösung	11
2.3.2	Komplexierung in Suspension	12
2.3.3	Komplexierung als Paste	12
2.4	Charakterisierung von Cyclodextrinen, Cyclodextrin-Derivaten und CD-P-Komplexen	12
2.4.1	Chemische Analytik von CD und CD-Derivaten	12
2.4.2	Chemische Analytik von CDp-Komplexen	14
2.4.3	Zwischenfazit zur Komplexsynthese und -analytik	22
2.4.4	Thermoanalyse	22
2.5	Anwendung von CD-Derivaten und CDp-Komplexen als neuartige BioFSM	25
2.5.1	Beschichtungsformulierung	25
2.5.2	Applikation von CDp-Lösungen	27
2.6	Charakterisierung CDp-modifizierter Materialien	27
2.6.1	Thermoanalyse	28
2.6.2	Zwischenfazit zu den Verarbeitungs-, thermischen und potenziell flammhemmenden Eigenschaften CDp modifizierter wässriger Beschichtungssysteme	32
2.6.3	Brandprüfungen	32
2.6.4	Fazit zu den Anwendungsversuchen und Brandprüfungen	37
3	Zusammenfassung	38
4	Literatur	39
5	Autorenporträt	41

Kurzfassung

Ziel des Vorhabens war die Darstellung neuartiger Wirt-Gast-Komplexe (CDp) aus nativen oder chemisch modifizierten Cyclodextrinen (CD) und Phosphor- bzw. Phosphor-Stickstoff-Verbindungen, vorzugsweise Phosphorsäurederivaten (PSD). Die Komplexe sollen als umweltfreundliche und leistungsfähige, weitestgehend biobasierte und wasserlösliche Flammschutzmittel zur Flammhemmung wässriger Holzbeschichtungssysteme oder als Flammschutzimprägnierungen eingesetzt werden. Es wurden grundlegende Untersuchungen zur Darstellung, Struktur und Eigenschaften von CD-Derivaten und CDp durchgeführt. Wirkung und Wirkmechanismen nativer CD, CD-Derivate und CDp, deren Verarbeitungseigenschaften und Applikationsmöglichkeiten sowie die diese Eigenschaften beeinflussenden Faktoren (z.B. chemische Struktur, Wechselwirkungen mit Substraten) wurden ermittelt sowie ihre Anwendung als flammhemmende Komponente in wässrigen Imprägnierungen und Beschichtungen für lignocellulose Materialien untersucht. Folgende Ergebnisse konnten erzielt werden:

- Entwicklung von Syntheserouten zur Darstellung von CDp-Komplexen aus nativem CD, Methyl-CD, Hydroxypropyl-CD, CD-Phosphaten und Arylphosphaten/-phosphonaten;
- Erkenntnisse zu Struktur-Eigenschaftsbeziehungen der CD, CD-Derivate und CDp, zu deren Wirkung und Wirkmechanismen hinsichtlich Flammenschutz;
- Entwicklung flammhemmender wässriger Imprägnierungen und Beschichtungsformulierungen mit definierten Anteilen an CD-Derivaten und CDp;
- Entwicklung von mit CD-Derivaten und CDp ausgestatteten flammgehemmten Furnieren, furnierten Materialverbunden und lignocellulosefaser-basierten Materialien mit gegenüber konventionellen Produkten teils verbesserten Brandeigenschaften.

Die CD-Derivate und erzeugten CDp bewirken aufgrund ihrer flammhemmenden funktionellen Gruppen bzw. Wirkstoffe eine signifikante Verbesserung des Brandverhaltens wässriger Holzbeschichtungen, entsprechend imprägnierter bzw. beschichteter Furniere und furnierter Werkstoffverbunde. Im Hinblick auf die Verträglichkeit der CD-Derivate und CDp-Komplexe mit Beschichtungsstoffen, deren Bindemitteln bzw. Hilfsstoffen sowie der Dispergierfähigkeit/Löslichkeit von CD-Derivaten und CDp in wässrigen Systemen besteht weiterer Forschungs- und Entwicklungsbedarf. Zukünftige Entwicklungsarbeiten zielen auf die Synthese von CD-Derivaten/CDp-Komplexen mit Löslichkeiten $> 500 \text{ g L}^{-1}$ und höheren Gastanteilen ab.

Summary

The aim of the project was to produce novel host-guest complexes (CDp) from native or chemically modified cyclodextrins (CD) and phosphorus or phosphorus-nitrogen compounds, preferably phosphoric acid derivatives (PSD). The complexes are to be used as environmentally friendly and efficient, largely bio-based and water-soluble flame retardants for the flame retardancy of aqueous wood coating systems or as flame retardant impregnations. Fundamental studies were carried out on the presentation, structure and properties of CD derivatives and CDp. The effect and mechanisms of action of native CD, CD derivatives and CDp, their processing properties and application possibilities as well as the factors influencing these properties (e.g. chemical structure, interactions with substrates) were determined and their use as flame-retardant components in aqueous impregnations and coatings for lignocellulose materials was investigated. The following results were achieved:

- Development of synthesis routes for the preparation of CDp complexes from native CD, methyl CD, hydroxypropyl CD, CD phosphates and arylphosphates/phosphonates;
- Findings on the structure-property relationships of CD, CD derivatives and CDp, on their effect and mechanisms of action with regard to flame retardancy;
- Development of flame-retardant aqueous impregnations and coating formulations with defined proportions of CD derivatives and CDp;
- Development of flame-retardant veneers, veneered material composites and lignocellulose fibre-based materials equipped with CD derivatives and CDp with partially improved fire properties compared to conventional products.

Due to their flame-retardant functional groups or active ingredients, the CD derivatives and CDp produced significantly improve the fire behaviour of aqueous wood coatings, correspondingly impregnated or coated veneers and veneered material composites. There is a need for further research and development with regard to the compatibility of CD derivatives and CDp complexes with coating materials, their binders and auxiliaries as well as the dispersibility/solubility of CD derivatives and CDp in aqueous systems. Future development work is aimed at synthesising CD derivatives/CDp complexes with solubilities $> 500 \text{ g L}^{-1}$ and higher gas contents.