### **Versuchsanleitung zur Herstellung von transparentem Holz**

#### Delignifizierung

|  |  |
| --- | --- |
| ***Geräte:*** | ***Chemikalien/Proben:*** |
| Mikrowelle, Wasserkocher | 1 Holzprobe, Maße 50 x 50 x 1 (mm3) |
| 2x Becherglas (600 ml) | 4 Holzproben, Maße 25 x 25 x 1 (mm3) |
| Uhrglas, Pinzette | 1%-Natriumhydroxidlösung |

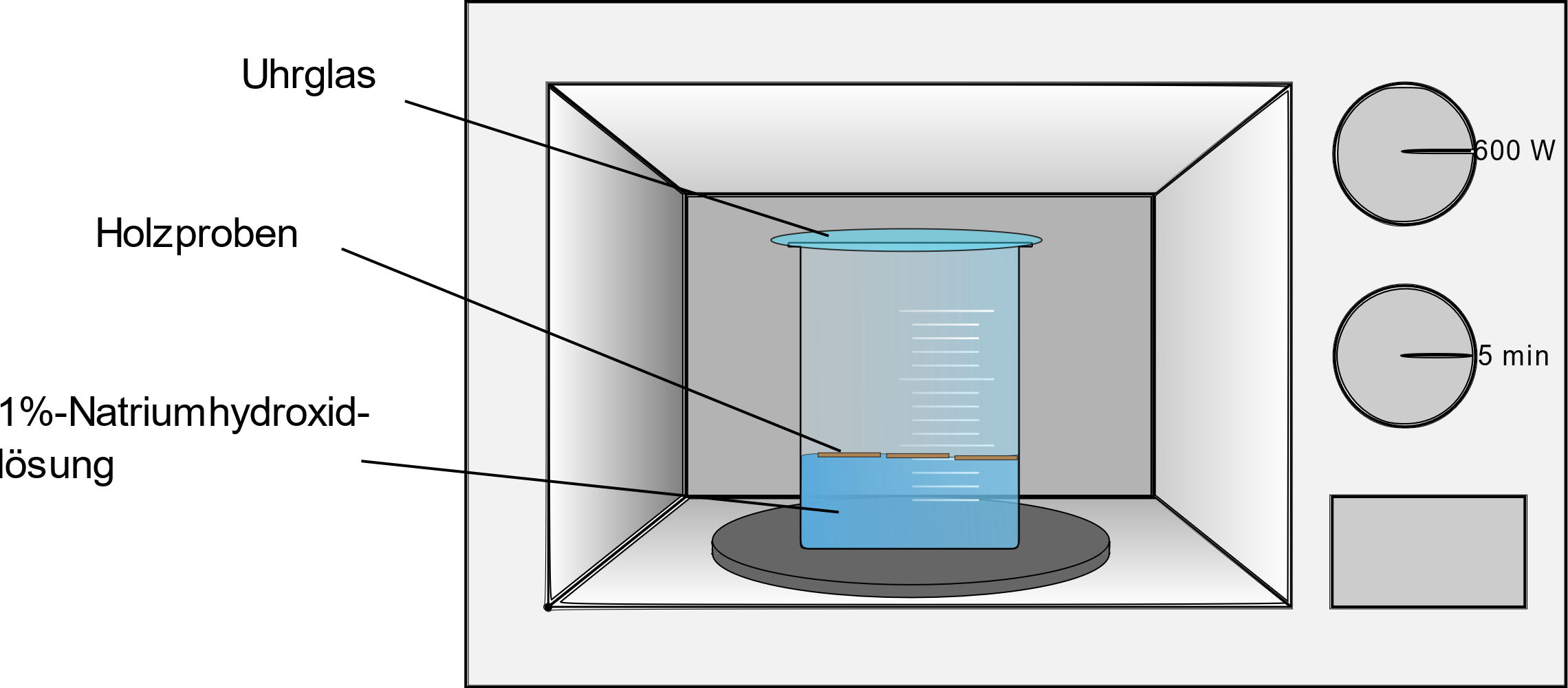


Abbildung 1: Versuchsaufbau Delignifizierung

***Durchführung:***

Die Mikrowelle wird **unter** den **Abzug** gestellt und es werden **Schutzhandschuhe** getragen! Ein Becherglas wird mit 80 ml 1%-Natriumhydroxidlösung befüllt und die Holzproben hinzugegeben. Anschließend wird ein Uhrglas als Abdeckung auf dem Becherglas platziert. Danach wird die Lösung samt Holzproben für 5 Minuten bei einer Mikrowellenleistung von 600 Watt gekocht.

Anschließend wird das Becherglas nach dem **Abkühlen** aus der Mikrowelle entnommen und die Holzproben mit einer Pinzette in ein Becherglas gegeben. Dort werden die Holzproben 3-mal mit heißem destilliertem Wasser gewaschen. Die Proben können in Wasser aufbewahrt werden.

Das Holz und die Lösung färben sich während der Mikrowellenbehandlung braun.

Während des Waschvorgangs färbt sich das destillierte Wasser leicht bräunlich und es werden Chemikalienrückstände entfernt.

Die Holzproben sind bereits etwas transparent.

**Entsorgung:**

Es wird mit Salzsäure ein pH-Wert zwischen 6-8 eingestellt. Anschließend kann die Lösung im Abfluss entsorgt werden.

Arbeitsaufträge:

Nenne den Stoff, der hauptsächlich für die braune Färbung von Holz verantwortlich ist.

Lignine sind für die braune Färbung im Holz verantwortlich.

Beschreibe anhand der vorliegenden Reaktionsgleichung die beobachtete Delignifizierung.

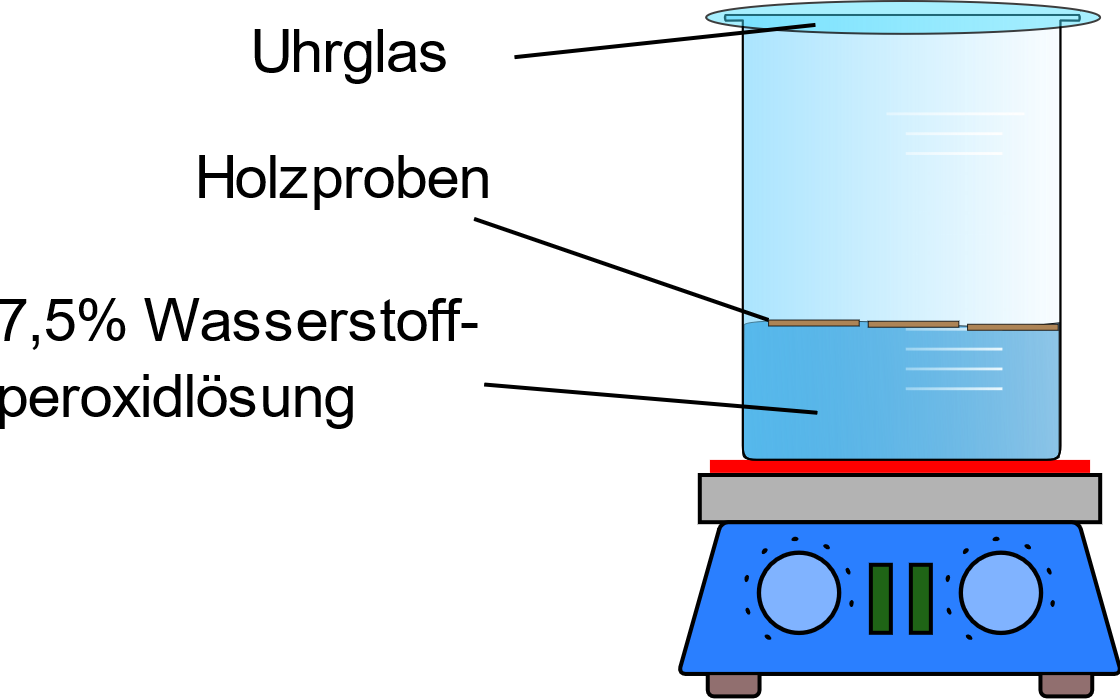


Abbildung 2: selbsterstelle Grafik der Delignifizierung mit Natronlauge nach Xu (2016)

Die in der Natronlauge vorliegenden Hydroxidionen deprotonieren eine Hydroxygruppe. Dabei spaltet sich Wasser ab. Dies führt im nächsten Schritt zu einer Spaltung des Ligninmoleküls.

#### Bleichen mit Wasserstoffperoxid

|  |  |
| --- | --- |
| ***Geräte:*** | ***Chemikalien/Proben:*** |
| 4x Becherglas (600 ml) | Delignifizierte Holzproben |
| Uhrglas | Ethanol |
| Pinzette | 7,5%-Wasserstoffperoxidlösung |
| Glasstab | Aceton |

***Durchführung:***

Der Versuch findet **unter** dem **Abzug** statt und es werden **Schutzhandschuhe** getragen! Ein Becherglas wird mit 320 ml 7,5%- Wasserstoffperoxidlösung befüllt. Anschließend werden die delignifizierten Holzproben vorsichtig in das Becherglas gegeben und das Uhrglas über dem Becherglas platziert. Dann wird die Heizplatte eingeschaltet und die Holzproben für ca. 1,5 h (bis zur weiß-/gelb-Färbung) gekocht. Alle 15 Minuten sollte mit einem Glasstab vorsichtig umgerührt werden.

Abbildung 3: Versuchsaufbau zum Bleichen mit Wasserstoffperoxid

Anschließend werden die Proben vorsichtig mit einer Pinzette entnommen und in ein anderes Becherglas gegeben. Dort werden die Holzproben 3-mal mit kaltem destilliertem Wasser gewaschen.

Die Holzproben werden dann mit der Pinzette in ein Becherglas mit Ethanol gegeben. Nach 5 Minuten werden die Holzproben in ein Becherglas mit Aceton gegeben. Die Prozedur wird insgesamt 3-mal durchgeführt. Die Proben können in Aceton aufbewahrt werden.

Das Holz entfärbt sich während des Bleichvorgangs, bis es weiß/gelb wird.

Während des Waschens mit destilliertem Wasser werden Chemikalienrückstände entfernt.

Während des Waschens in Ethanol/Aceton werden Chemikalienrückstände entfernt und das Holz dehydratisiert.

**Entsorgung:**

Ethanol und Aceton können mit viel Wasser in den Abfluss gegeben werden. Wasserstoffperoxidlösung in eine saure Natriumthiosulfatlösung eintragen und reduzieren. Auf vollständigen Umsatz mit Peroxid-Teststäbchen prüfen und Lösung in den Ausguss geben.

Aufgaben:

Recherchiere den Begriff „Chromophor“ und beschreibe anhand der vorliegenden Reaktionsgleichung, warum das Holz weiß wird.



Abbildung 4: Ligninmodifikation nach Li et al. (2017)

Wasserstoffperoxid ist ein starkes Oxidationsmittel. Es reagiert mit dem chromophoren Gruppen des Lignins, sodass das Holz weiß erscheint.

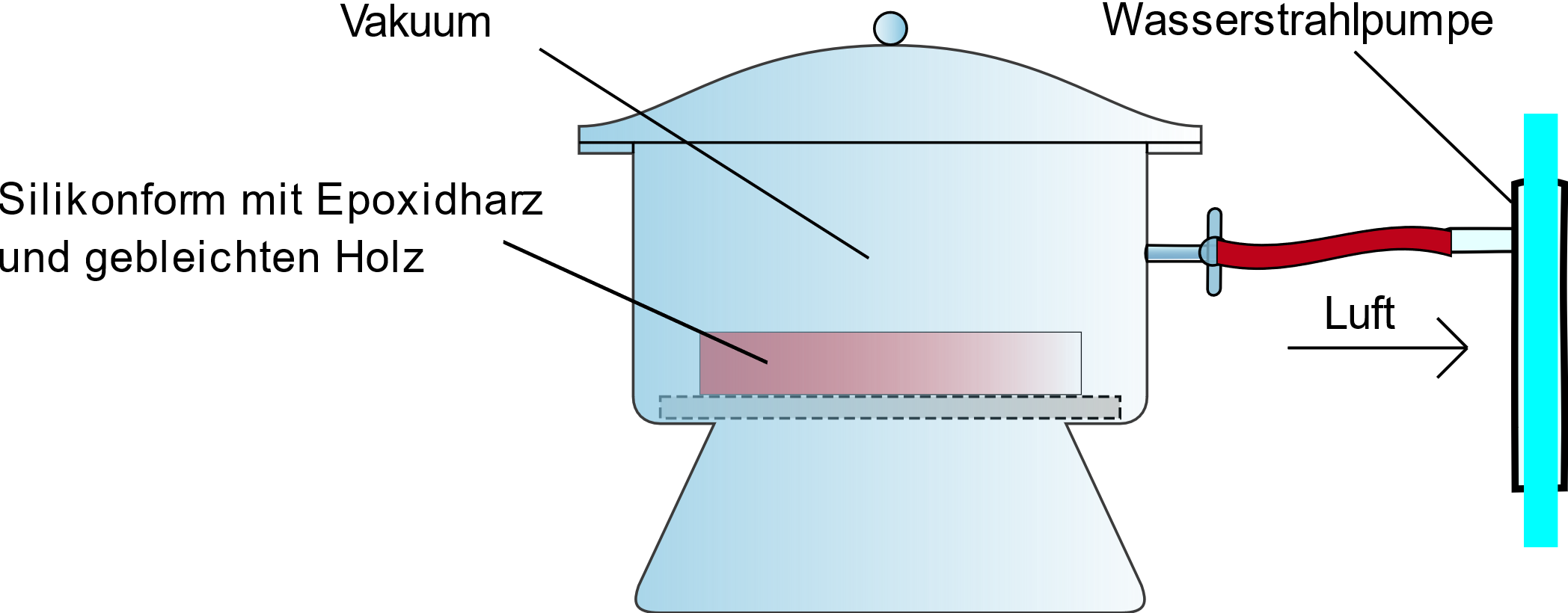
Recherchiere den Begriff Hygroskopizität und erkläre den Begriff am Beispiel des Ethanols anhand einer Zeichnung.

Hygroskopizität beschreibt die Fähigkeit eines Stoffes, Wasser zu binden. Dies kann durch Bildung von Wasserstoffbrückenbindungen geschehen.

Abbildung 5: Wasserstoffbrückenbindung zwischen Ethanol und Wasser

#### Infiltrieren mit Epoxidharz

|  |  |
| --- | --- |
| ***Geräte:*** | ***Chemikalien/Proben:*** |
| Exsikkator, Wasserstrahlpumpe | Epoxidharz HT 2 |
| Silikonform, Feinwaage | Gebleichte Holzproben |
| Pinzette, Holzstab, Papiertuch | Härter HT 2 |
| Pappbecher, Einwegspritzen |  |

***Durchführung:***

Der Versuch findet **unter** dem **Abzug** statt und es werden **Schutzhandschuhe** getragen! 58 g Harz und 26,5 g Härter werden im (Masseverhältnis 100:48) in zwei unterschiedlichen Pappbechern mithilfe einer Feinwaage eingewogen. Anschließend werden Harz und Härter zusammengeben und für 1-2 Minuten mit einem Holzstab verrührt. Die Mischung wird dann in die Silikonform gegeben und im Exsikkator platziert. Dann werden die Holzproben zunächst von äußerem überschüssigem Aceton durch Abtupfen mit einem Papiertuch befreit und anschließend mit einer Pinzette in der Silikonform platziert und mit einem Holzstab in das Epoxidharz gedrückt, bis sie **vollständig bedeckt** sind.

Abbildung 6: Versuchsaufbau: Infiltrieren mit Epoxidharz

Durch Einschalten der Wasserstrahlpumpe wird der Exsikkator evakuiert. Nach ca. 5 Minuten oder zu starker Blasenbildung wird das Vakuum ausgeschaltet und Luft in den Exsikkator gelassen. Die Prozedur wird für noch 5-7-mal oder bis keine Blasen mehr gebildet werden.

Die Silikonform wird mitsamt Holzproben und Harz aus dem Exsikkator genommen und unter den Abzug gestellt. Je nach gewünschtem Epoxidharzüberschuss (vollständig eingeschlossen, halb eingeschlossen, kaum/nicht eingeschlossen) kann noch Epoxidharz mit einer Einwegspritze entfernt/hinzugegeben werden.

Das Produkt wird für 24-72 Stunden zum Aushärten stehen gelassen und anschließend aus der Silikonform entfernt.

Es kommt zu einer starken Blasenbildung während der Infiltration.

Die Holzproben sind nach der Infiltration je nach Farbe der Silikonform kaum noch zu erkennen und erscheinen sehr transparent.

Nach 24-72 Stunden ist das Produkt ausgehärtet.

**Entsorgung:**

Ausgehärtete Epoxidharzreste werden im Feststoffabfall oder Hausmüll entsorgt. Kontaminiertes Einwegmaterial wird im Feststoffabfall entsorgt.

Bei der Härtung kann je nach verwendetem Epoxidharz z.B. folgende Reaktion ablaufen.



Abbildung 7: selbsterstellte Grafik der Reaktionsgleichung nach Hersteller (R&G Faserverbundwerkstoffe, 2021)

Beschreibe die Transparenz und optische Trübung des Produkts und vergleiche sie mit Glas.

Transparentes Holz ist ähnlich wie Glas transparent, wenn man es direkt auf das zu lesende Objekt draufhält/drückt. Hält man es weiter weg, wirkt es trüb und nicht so klar wie Glas.

Holz und das Epoxidharz haben den gleichen Brechungsindex. Erkläre anhand der Zeichnung die verbesserte Transparenz nach der Infiltration.

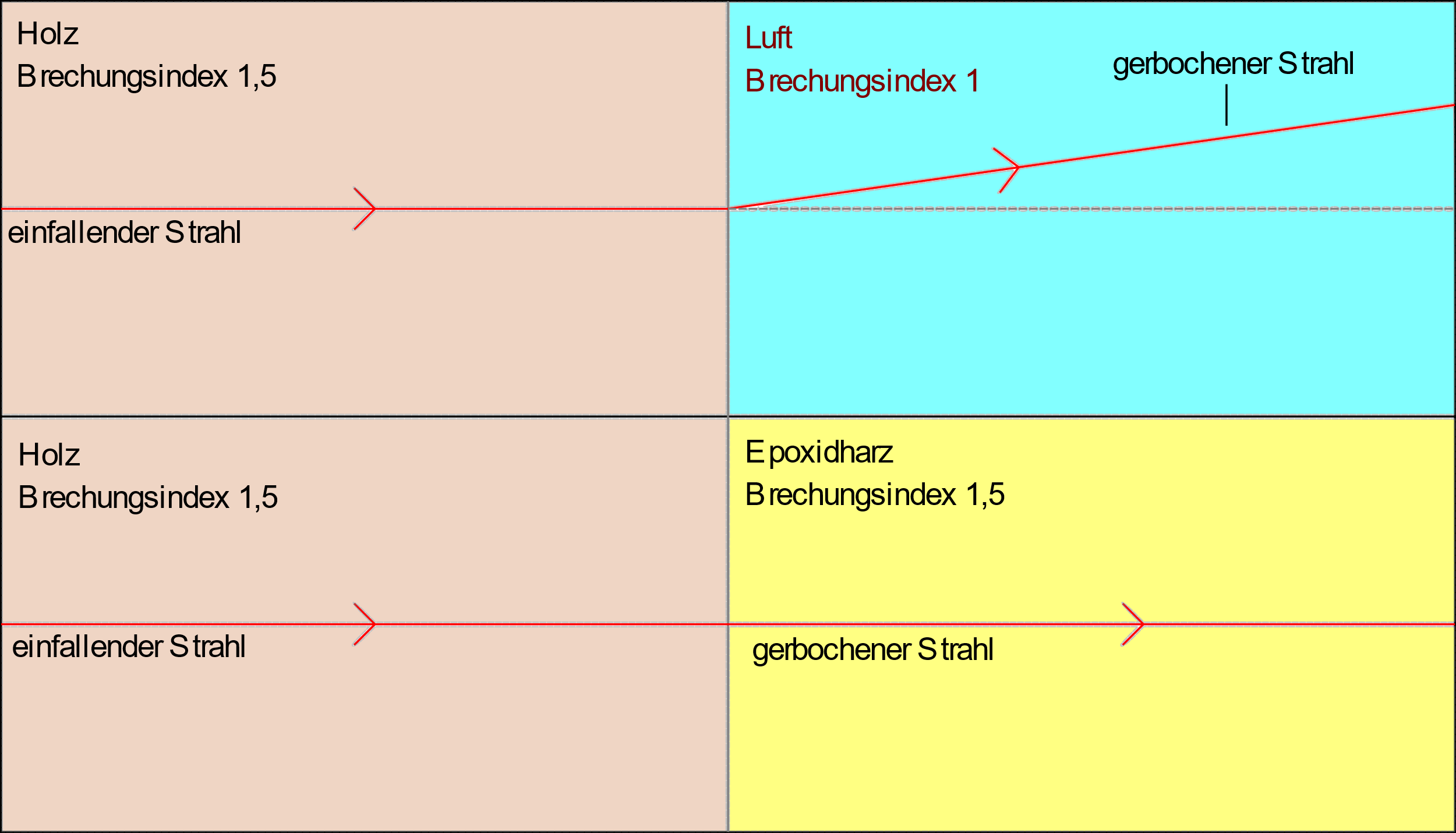


Abbildung 8: Brechungsindex und seine Auswirkung in verschiedenen Medien

Ist der Brechungsindex unterschiedlich, dann wird das Licht gebrochen. Durch Infiltration mit dem Epoxidharz, was ungefähr den gleichen Brechungsindex wie das Holz besitzt, wirkt das Holz transparenter.

# Literaturverzeichnis

Alexander, R. A., Innasimuthu, G. M., Rajaram, S. K., Jeganathan, P. M., & Chellam Somasundarar, S. (2020). Process optimization of microwave‐assisted alkali pretreatment for enhanced delignification of Prosopis juliflora biomass. *Environmental Progress & Sustainable Energy*, *39*(1), 13289.

Bezler, H. J., Frenzel, E., Hohenberger, L., Kellner, R., Kiehne, M., Neunzig, M., Piechocki, A., Proll, B., Radtke, R., Ritzmann, U., Siebert, A., Tschiedel, V. (2019). Richtlinie zur Sicherheit im Unterricht (RiSU) Empfehlung der Kultusministerkonferenz.

Cürten C., Spieß A.C. (2018) Enzyme zum Abbau von Biomasse. In: Jaeger KE., Liese A., Syldatk C. (eds) Einführung in die Enzymtechnologie. Springer Spektrum, Berlin, Heidelberg.

DEGINTU - Gefahrstoffinformationssystem für den naturwissenschaftlich-technischen Unterricht der Gesetzlichen Unfallversicherung. Verfügbar unter: [https://degintu.dguv.de/](http://?)

Fengel, D. & Wegener, G. (1989). Wood - chemistry, ultrastrucutre, reactions. Walter de Gryter, New York, 1989.

Gfrerer, M., & Lankmayr, E. (2005). Screening, optimization and validation of microwave-assisted extraction for the determination of persistent organochlorine pesticides. *Analytica Chimica Acta*, *533*(2), 203-211.

Gibson, L. J. (2012). The hierarchical structure and mechanics of plant materials. Journal of the royal society interface, 9(76), 2749-2766.

Gong, G., Liu, D., & Huang, Y. (2010). Microwave-assisted organic acid pretreatment for enzymatic hydrolysis of rice straw. *Biosystems engineering*, *107*(2), 67-73.

Heggset, E. B., Syverud, K., & Øyaas, K. (2016). Novel pretreatment pathways for dissolution of lignocellulosic biomass based on ionic liquid and low temperature alkaline treatment. *Biomass and Bioenergy*, *93*, 194-200.

Irmak, S., Meryemoglu, B., Sandip, A., Subbiah, J., Mitchell, R. B., & Sarath, G. (2018). Microwave pretreatment effects on switchgrass and miscanthus solubilization in subcritical water and hydrolysate utilization for hydrogen production. *Biomass and Bioenergy*, *108*, 48-54.

Li, Y., Fu, Q., Yu, S., Yan, M., & Berglund, L. (2016). Optically transparent wood from a nanoporous cellulosic template: combining functional and structural performance. *Biomacromolecules*, *17*(4), 1358-1364.

Li, Y., Fu, Q., Rojas, R., Yan, M., Lawoko, M., & Berglund, L. (2017). Lignin‐retaining transparent wood. *ChemSusChem*, *10*(17), 3445.

Li, Y., Vasileva, E., Sychugov, I., Popov, S., & Berglund, L. (2018). Optically transparent wood: Recent progress, opportunities, and challenges. Advanced Optical Materials, 6(14), 1800059.

Li, Y., Cheng, M., Jungstedt, E., Xu, B., Sun, L., & Berglund, L. (2019). Optically transparent wood substrate for perovskite solar cells. ACS sustainable chemistry & engineering, 7(6), 6061-6067.

MIECZYSŁAW, M., & EWA, D. (2012). Über die hygroskopischen Eigenschaften des Holzes nach der deutschen Literatur aus dem Jahre 1757. Warsaw University of Life Sciences, 23.

Montanari, C., Li, Y., Chen, H., Yan, M., & Berglund, L. A. (2019). Transparent wood for thermal energy storage and reversible optical transmittance. ACS applied materials & interfaces, 11(22), 20465-20472.

Peral, C. (2016). Biomass pretreatment strategies (technologies, environmental performance, economic considerations, industrial implementation). In Biotransformation of Agricultural Waste and By-Products (pp. 125-160). Elsevier.

R & G Faserverbundwerkstoffe GmbH, Polyadditionsreaktion zwischen Epoxidharz und einem Diamin als Härter. Verfügbar unter: [https://www.r-g.de/wiki/Epoxidharze\_(Epoxydharze,\_Epoxy)](http://?) [aufgerufen am 04.09.2021].

Rosenthal, M. (2012). Der Zellwandbau von Nadelholztracheiden: Die submikroskopische Struktur des Holzes vor dem Hintergrund holztechnologischer Fragestellungen.

D. Fengel & G. Wegener (1989). Wood - chemistry, ultrastrucutre, reactions. Walter de Gryter, New York, 1989.

Samanta, A., Chen, H., Samanta, P., Popov, S., Sychugov, I., & Berglund, L. A. (2021). Reversible Dual-Stimuli-Responsive Chromic Transparent Wood Biocomposites for Smart Window Applications. ACS Applied Materials & Interfaces, 13(2), 3270-3277.

Schirmeister, T., Schmuck, C., Wich, P. R., & Bamberger, D. N. (2016). Beyer/Walter Organische Chemie.

Singh, R. D., Bhuyan, K., Banerjee, J., Muir, J., & Arora, A. (2017). Hydrothermal and microwave assisted alkali pretreatment for fractionation of arecanut husk. *Industrial Crops and Products*, *102*, 65-74.

Xia, Q., Chen, C., Li, T., He, S., Gao, J., Wang, X., & Hu, L. (2021). Solar-assisted fabrication of large-scale, patternable transparent wood. Science Advances, 7(5), eabd7342.

Xu, H., Li, B., & Mu, X. (2016). Review of alkali-based pretreatment to enhance enzymatic saccharification for lignocellulosic biomass conversion. Industrial & Engineering Chemistry Research, 55(32), 8691-8705.

Yaddanapudi, H. S., Hickerson, N., Saini, S., & Tiwari, A. (2017). Fabrication and characterization of transparent wood for next generation smart building applications. Vacuum, 146, 649-654.

Zhang, L., Wang, A., Zhu, T., Chen, Z., Wu, Y., & Gao, Y. (2020). Transparent wood composites fabricated by impregnation of epoxy Resin and W-Doped VO2 nanoparticles for application in energy-saving windows. ACS Applied Materials & Interfaces, 12(31), 34777-34783

Zhu, M., Song, J., Li, T., Gong, A., Wang, Y., Dai, J., ... & Hu, L. (2016). Highly anisotropic, highly transparent wood composites. *Advanced materials*, *28*(26), 5181-5187.

Die Erstellung dieses Unterrichtsmaterial erfolgte durch Tom Schüler im Rahmen seiner Masterarbeit an der Georg-August-Universität Göttingen und wurde von dem Fonds der chemischen Industrie gefördert.