

トンネル炉法による難燃処理合板の 防火性能試験（第4報）

- 耐候性防火剤の性能試験 -

山岸 宏一 伊東 英武 葛西 章
駒沢 克己 布村 昭夫*

1. はじめに

当場においては、輸出用難燃処理合板の処理技術の確立のため、昭和44年マジソン型8フィートトンネル炉を設置し、種々の難燃材料の展炎性に基づく試験を行ってきた。前報¹⁾²⁾³⁾⁴⁾においては、合板の表層単板樹種と展炎性、合板、単板の厚さと展炎性、防火剤の処理方法と展炎性などの関係を明らかにし、さらに、表板、芯板単板処理の展炎性に及ぼす効果、難燃接着剤併用による効果などの関係を明らかにし、それらの結果について報告した。今回は無機系防火剤による処理合板のもつ、吸湿性で結晶が析出しやすい、鉄を腐食させる、また時により接着力を低下するなどの欠陥を補う耐候性防火剤の調製を試み、各種の性能試験を行った。耐候性防火剤は、はじめ繊維の難燃化を中心に開発、研究が進められてきたが、それらはコストが高く、木材や合板の難燃化処理には適さないのが一般である。近年、耐候性防火処理法として、尿素・メラミン系樹脂とリン酸系成分の混合物を木材や合板に付与することの研究⁵⁾⁶⁾がなされて来ている。この尿素・メラミン系樹脂の防火剤は、耐候性にも優れており、結晶の析出は少なく、コストも比較的安価でしかも防火性も充分もっていることから、アメリカ、カナダなどにおいては一部屋根材等圧外用材の処理法として実用化に入ってきている。更に、カナダのDolenko⁷⁾らは、尿素・ホルマリン系樹脂にリン酸を加えた混合物を合板表面に塗布し、コーティング処理剤として用いる研究も行っている。

本研究ではDolenkoらの研究を改良し、尿素、ホルマリン系樹脂にいくつかの無機系防火剤を加えた混合物をつくり合板に注入処理し、更に耐候性のある防火

性をもたせる目的で防火性能のほか2～3の材料性能試験を行ったので、それらの結果について報告する。

なお、本報告の概要は第8回日本木材学会北海道支部大会において発表した。

2. 実験

2.1 耐候性防火剤の調製

37%ホルマリンに苛性ソーダを加えてPHを8.0～8.5に調整する。次に尿素とジシアンジアミドを加えて、攪拌しながら液温が80℃になるまで加熱する。加熱は溶液が透明になるまで行い、液が透明になってから水冷し、次にリン酸二アンモニウム、臭化アンモニウムを添加後、水を加えて所定の濃度に希釈した。今回行った試験に用いた液濃度は50%、30%、20%の3濃度である。第1表に各試薬の配合比（モル比）を示した。Aタイプは添加する無機系防火剤がリン酸二アンモニウム、Bタイプはリン酸二アンモニウムと臭化アンモニウムを1モル添加したものである。

第1表 耐候性防火剤の配合組成比 (モル比)

薬 剤	Aタイプ	Bタイプ
ホルマリン	8	8
尿素	3	3
ジシアンジアミド	1	1
リン酸二アンモニウム	3	3
臭化アンモニウム	0	1

2.2 供試合板と処理方法

試験に用いた合板の表、裏単板樹種は、道産シナ材で、芯板はラワン材、単板厚はそれぞれ0.75mm、3.5mmである。処理方法は減圧加圧注入法を用い、注入処理した合板は風乾した後、100℃、1時間、熱処理を行った。

2.3 処理合板の性能試験

処理合板は4.5cmx4.5cmの角形状に切り、相対湿度33, 60, 98%に調整したデシケータ中に入れ、その重量増加を測定し吸湿性を調べた。また、処理合板は24時間、流水中に浸漬し、重量減少量と窒素、リンの合板中の残存量を測定し、薬剤の安定度を求めた。窒素、リンはいずれも、合板をウイレーミルで粉碎し、窒素はケルダール法に基づいて測定し、リンはトリクロル酢酸で分解した後、モリブデン酸アンモニウムで呈色させ、分光光度計で測定した。鉄腐食性試験は、処理合板を6枚重ね釘を打ち込み、30日、90日後の釘の重量減少率を求めることにより行った。接着力試験は規格どおりに常態経着力と温冷水浸漬後の接着力及び木破率を求めた。処理合板の防火性能は、ASTM D 777 - 46の試験装置を用い、炭化面積を測定することにより⁸⁾その優劣を比較検討した。更にASTM E286の展炎性に基ずくトンネル炉法試験とこの炭化面積との相関を明らかにし、米国難燃C級に合格するに必要とする薬剤処理量の検討も合わせて行った。

3. 結果と考察

3.1 流水浸漬試験

第2表に処理合板を流水中に24時間浸漬させた後の重量減少率を示した。無処理合板の重量減少率は0.3%であった。これに対し50%液で注入処理した合板の重量減少率は12~15%であり、薬剤の安定性はあまり良くないことを示している。また、20~30%液を注入処理した合板では、重量減少率は5~7%であり、薬剤の流出量は少なく、安定性は良いことが示された。AタイプとBタイプの薬液で処理した合板の比較で

第2表 無処理及び処理合板の流水浸漬による重量減少率

	処理液濃度 (%)	注入率 (%)	重量減少率 (%)
無 処 理	0	0	0.3
A タ イ プ	50	49.5	11.8
	30	29.9	5.3
	20	18.3	3.2
B タ イ プ	50	51.5	14.5
	30	23.9	7.8
	20	16.8	4.7

は、Aタイプの方の合板が重量減少率は小さく、薬液の安定度が良いことが明らかとなった。

3.2 処理合板中の窒素、リン含有率と流水浸漬後の窒素、リン含有率

第3表に無処理、及び処理合板中の窒素、リン含有率と24時間、流水浸漬後の合板中の窒素、リン含有率を示した。無処理合板中における窒素、リン含有率はそれぞれ1.2%、0%を示した。窒素1.2%は主として接着剤に含まれている窒素含有化合物によるものと考えられる。処理合板中の窒素、リン含有率はそれぞれ1.5~3.6%、4.3~7.5%を示した。Aタイプ、Bタイプとも含有率に大差はなかった。流水浸漬後のリンの含有率は0.8~2.8%を示し、窒素は3.0~6.2%であった。これらから24時間、流水中に浸漬させるとリンで約30%、窒素で約20%が流出することが明らかとなった。しかしながら浸漬後の窒素の含有率はAタイプで処理した合板の方が高く、薬剤の安定性はAタイプの薬液の方が優れていることが明らかとなった。

第3表 流水浸漬による合板中の窒素、リン含有率の変化

	処理液濃度 (%)	注入率 (%)	リン (%)		窒素 (%)	
			BS *	AS *	BS	AS
無 処 理	0	0	0	0	1.2	1.1
A タ イ プ	50	49.5	3.6	2.8	7.5	6.1
	30	29.9	2.6	1.7	5.8	5.3
	20	18.3	1.5	0.8	4.6	3.6
B タ イ プ	50	51.5	3.6	2.3	7.4	6.2
	30	23.9	2.0	1.3	5.6	4.2
	20	16.8	1.5	1.0	4.3	3.0

注 * BS 流水浸漬前含有率
AS 24時間流水浸漬後含有率

3.3 接着力試験

第4表は無処理合板及び処理合板の常態接着力、温冷水浸漬処理後の接着力(類)と木破率を示した。無処理合板の常態接着力は12.4kg/cm²、温、冷水浸漬後の接着力(類)は10.6kg/cm²であり、木破率はそれぞれ44%、30%であった。これに対し、Aタイプ配合の薬剤処理による合板の常態接着力は9.0~9.5kg/cm²を示し、類による接着力では8.0~9.4kg/cm²を示した。またBタイプ配合の薬剤処理した合板のそれは7.6~9.3kg/cm²、4.8~7.2kg/cm²で

第4表 無処理及び処理合板の接着力

	処理液濃度 (%)	常態接着力		Ⅰ 類	
		接着力 (kg/cm ²)	木破率 (%)	接着力 (kg/cm ²)	木破率 (%)
無 処 理	0	12.4	44	10.6	30
A タ イ プ	50	9.0	28	8.0	8
	30	9.5	53	9.4	23
	20	9.5	43	9.2	38
B タ イ プ	50	7.6	17	4.8	0
	30	9.3	50	8.3	41
	20	9.1	78	7.2	34

注 Ⅰ類：温・冷水浸漬後の接着力

あり、A、B両タイプで処理した合板は無処理合板より低い値を示したが、Bタイプ50%液処理合板を除けば規格に充分合格する値を示した。AタイプとBタイプの比較では同じ処理液濃度ならばAタイプの方がかなり高い接着力を示し、接着力低下の小さいことが明らかとなった。木破率については50%液処理合板を除いては良好な結果が得られた。

3.4 鉄腐食性試験

第5表に無処理合板と処理合板の30日、90日後の釘の重量減少率を示した。無処理合板に打ち込んだ釘の30日後の重量減少率は0.47%であった。これに対し、Aタイプ配合の薬液で処理した合板の釘の重量減少率は0.35~0.40%を示し、20、30、50%液のいずれの濃度で処理した合板も無処理合板より低い値を示した。これに対し、Bタイプ配合の薬液で処理した合板では0.69~0.80%の重量減少率を示し、いずれの濃度で処理した合板も無処理合板より高い値を示し、釘腐食がはげしいことが分かった。90日後における釘の重量減少率を比較してみると、無処理合板で0.50%であるのに対しAタイプのものは0.40~0.42%、Bタイプのもの

第5表 無処理および処理合板中の釘の重量減少率

	処理液濃度 (%)	重量減少率 (%)	
		30日	90日
無 処 理	0	0.47	0.50
A タ イ プ	50	0.36	0.40
	30	0.35	0.40
	20	0.40	0.42
B タ イ プ	50	0.85	1.96
	30	0.72	1.69
	20	0.69	1.67

のは1.67~1.96を示し、Aタイプは無処理合板とほぼ同じ増加程度を示したのに対し、Bタイプのものは極めて高い増加傾向をみせ、無処理合板のものより3~4倍高い重量減少率を示した。このことは、Bタイプの薬液で処理した合板は吸湿性が大きく、臭化アンモニウムが配合されていることにより、釘の腐食性が大きいためであると考えられる。

3.5 吸湿性試験

第6表に相対湿度33、60、98%における無処理合板と処理合板の吸湿率を示した。相対湿度33%における吸湿率は無処理合板が6.2%であったのに対し、Aタイプのものが5.1~5.8%、Bタイプのものが5.1~5.8%、Bタイプのものが5.1~5.7%を示し、処理合板はいずれも無処理合板より吸湿性が小さいことが明らかとなった。相対湿度60%においては無処理合板が8.7%であったのに対しA、B両タイプのものとも20%~30%液処理合板においてはほとんど変わらず8.2~8.3%と無処理合板より小さな値を示したが、50%液処理合

第6表 無処理及び処理合板の吸湿率

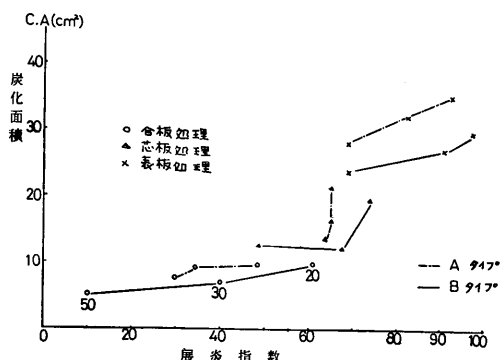
	処理液濃度 (%)	吸 湿 率 (%)		
		RH33%	RH60%	RH98%
無 処 理		6.2	8.6	20.1
A タ イ プ	50	5.8	9.2	25.7
	30	5.5	8.2	19.8
	20	5.1	8.3	18.0
B タ イ プ	50	5.7	9.5	30.0
	30	5.2	8.3	20.9
	20	5.1	8.2	18.9

板は無処理合板よりわずかに高い値(9.2、9.5%)を示した。また、相対湿度98%における処理合板の吸湿率は18~30%を示し、20%液処理合板が無処理合板の値(20.1%)より低い値を示したが、30、50%処理合板では高い吸湿性を示し、Bタイプ配合の薬液50%処理した合板では無処理合板の1.5倍の吸湿性があることが明らかとなった。

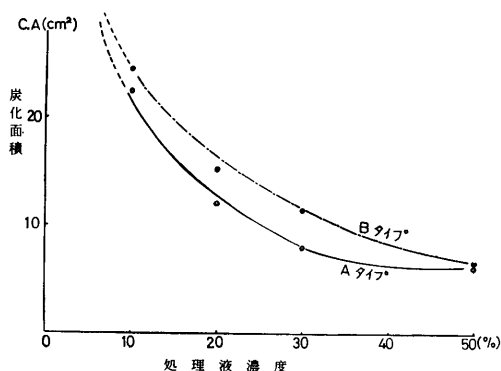
3.6 防火性能試験

第1図はASTM E286による展炎指数とASTM D777-46による炭化面積(C.A)との相関を示したものである。ASTM E286の難燃C級に合格するに

は展炎指数は90以下でなければならないと言われている。ASTM E 286による展炎指数とASTM D777-46による炭化面積を求めた今回の試験結果を比較すると、合板処理と芯板処理した合板の展炎指数はいずれも90以下の値を示し、このときの炭化面積は5~20cm²の範囲にとどまった。しかしながら表板のみ処理した合板では50%液を注入処理したものだけが90以下であり、このときの炭化面積は23~26cm²となった。50%処理以外の表板処理合板は展炎指数が90以上となり、このものの炭化面積は70cm²以上であった。これらの結果から、展炎指数が90以下になるような合板をうるには、炭化面積で少くとも20~25cm²以下の値が得られるような処理を必要とすることを認めた。



第1図 処理合板の展炎指数と炭化面積との関係



第2図 処理液濃度と炭化面積との関係

3.7 処理液濃度と炭化面積の相関

第2図は合板処理の場合の処理液濃度とASTM D777-46による炭化面積値の相関を示したものである

図からも明らかのように、処理液濃度が下がるにつれ炭化面積値は増加した。10%液を注入処理した合板の炭化面積は22~24cm²であり、これから展炎指数は90以下に押えられると考えられるので米国難燃C級に十分合格するものと考えられる。

4. まとめ

以上の結果から、今回調製した尿素・ホルマリン系樹脂に無機系防炎剤を加えた混合物を注入処理した合板は、薬剤の安定性が良く、接着力の低下も比較的小さい、吸湿性、鉄腐食性にも優れていることが分かった。50%液を注入処理した合板は、コスト、取扱い、その他の物理的性状からみて適当ではないが、比較的低濃度液で処理した合板は、良好な結果を示した。また、防火性能をみると米国、カナダの難燃規格に合格するためには、合板処理の場合10%前後の液を注入することで良いことが明らかとなった。更に薬剤の配合組成としては、臭化アンモニウムを加えないAタイプのものは、薬剤の安定度が高く、防火性能でも十分な結果が得られた。

文献

- 1) 布村昭夫, 伊東英武, 葛西章, 駒沢克己: 第22回日本木材学会大会発表要旨集, 224 (1972)
- 2) 同上:
日本木材学会道支部大会講演集, 5, 45 (1973)
- 3) 同上: 本誌9月号, 5 (1974)
- 4) 布村昭夫, 伊東英武, 葛西章, 駒沢克己, 山岸宏一: 本誌8月号, 14 (1975)
- 5) S.C. Juneya: For. Prod. J., 22, No. 6, 17 (1972)
- 6) 同上: Advances in Fire Retardants, part 2, 3, 312 (1973)
- 7) A.J. Dolenko, M.R. Clarke.: For. Prod. J., 23, No. 10, 22 (1973)
- 8) 石原茂久 瀧久崇磨: 木材研究, 42, 13 (1967)

—林産化学部 木材保存科—

* 林産化学部長

(原稿受理 51.2.16)