

# 燐酸2アンモン処理木粉と難燃合板の 示差熱・熱重量分析と防火性能

布 村 昭 夫      伊 東 英 武  
葛 西            駒 沢 克 己

## 1. まえがき

昭和34年末、建築基準法の一部改正により、公共建築物の内装には防火材料を使用する制限が設けられたが、一般住宅等では危険度が異なるため、その制限がないまま、多くの建築では火災危険度の高い無処理内装材料がそのまま使用されている。したがって木質防火材料に対する需要度も極めて低く、難燃木質材料の生産意欲も極めて乏しい現状にある。一方、今日の多くの火災事例に見られる人命損失を伴う大きな火災災害があとをたたず、近く防火試験法の改正も考慮されるに至っている。

本試験は、これら木質材料により高度な防火性能を与えるために必要な薬剤量を推定するための試験として、現行規格であるJIS A - 1321の難燃材料および準不燃材料に合格する合板中に含まれる薬剤量を抽出し、これと同量およびより高含量の薬剤量を段階的に含浸せしめたラワソ木粉の熱抵抗性を熱重量分析および示差熱分析し、これらとの対比から将来必要とされる防火度に応ずる薬剤量を予め推定する基礎資料をうるために行なったものである。

## 2. 試料

### 2.1 試料の調製

難燃合板：市販難燃合板のうちから、オーバレイ、塗装等の表面処理のものを除き、燐系含浸処理タイプの5種（うち1種は難燃1級）を選定し、小片としたのちウイレーミルにより40～60メッシュに粉碎し試料とした。この場合メーカーによっては表層、芯板の処理量が異なるものも予想されたが、区別せず全層からサンプリングした。また、先の報告のごとく基材厚によ

って展炎性には差異が生ずるが、<sup>1)</sup> 今回の試験には直接大きな影響がないと思われたので、とくに考慮はしなかった。

処理ラワン木粉：ラワン単板を同様の方法で粉碎して得た40～60メッシュの木粉に付着させる薬剤処理量を変化させるため、予め異なる濃度の燐酸2アンモン溶液を調製し、これに上記木粉を浸漬し30mm Hgの減圧にて5分間吸引し常圧に戻す操作を3回繰返し、充分薬液を吸収させたのち、ガラスフィルターにて過剰の薬液を充分除去し、常圧70℃、12時間および20mm Hg真空中70℃、5時間の乾燥を行ない処理試料とした。

### 2.2 試料中燐量の定量

処理ラワン木粉、難燃合板共上記粉碎後の試料0.1gを採り、これに硫硝酸1：1混合分解剤 2ccを加え、ケルダールフラスコ中で湿式分解し、この100倍分解液にモリブデン酸アンモンを加え、燐モリブデン酸アンモンの発色をさせ、紫外分光光度計により、その650m $\mu$ における吸光度より燐量を求めた。

とくに市販難燃合板の場合、主剤の燐化合物のほか他に他の防炎剤を混合していると考えられたが、比較のため主剤である燐含量だけを測定し、この燐量から算出した燐酸2アンモン量を換算値\*として併記した。

## 3. 試験方法

### 3.1 示差熱分析および熱重量分析

理学電枚製示差熱天秤および微分付加装置を用い、毎分50ccの空气中、毎分5℃の昇温加熱により試験を行なった。

示差熱分析は径7mm、高さ19mmの試料石英セル

第1表 磷酸2アンモン処理ラワン材および難燃合板の磷含量

試料	磷酸2アンモン処理ラワン材						難燃合板				
	1	2	3	4	5	6	A	B	C	D	E
磷量 (%)	0.39	0.70	2.03	2.27	3.03	3.77	0.10	1.25	1.85	3.34	3.36
磷酸2アンモン換算値 (%)*	1.66	2.96	9.65	9.68	12.90	15.04	0.43	5.32	7.88	14.22	14.31

を用い、これに90mgの試料を充填し、基準物質である - アルミナとの示差熱をクロメル、アルメル熱電対 (感度±250 μv) により測定した。

2)3)1)

試料の充填法としては、これまでの報告によると、サンドウィッチ法、二重法、混合法などが提唱されているが、定性的な解析にとどめるため本試験では試料のみを充填する方法によった。

熱重量分析は、今回の試料である木粉が、充分雰囲気中の空気層と接触し分解反応を起こしうよう径20mm、高さ5mmの皿型ステンレス製容器に同量の90

に、試料中の水分離脱による吸熱が110~120 間に現われた。

4.1.2 無処理および処理ラワン木粉の示差熱変化

前項の吸熱終了後、無処理ラワン木粉では220 から発熱し、290 で小さなピークを示し、いったん310 にピークをもつ吸熱が現われる。そののち、発熱が強まり420 に肩状のピークを示したのち、490 で最大の発熱ピークに達する。この最大発熱ピーク時に、同時に燃焼が起きていることは、熱重量分析において400 以降に急激な重量減少を生じていること

mgの試料をとり分析した。

3.2 JIS加熱試験

上記示差熱分析および熱重量分析と平行して、難燃合板についてのみ、常法によりJIS A - 1305に規定されたプロパン用加熱試験炉を用い、JISA - 1321に規定する加熱試験法に従い130 × 30cmの試験体の防火性能を承認した。

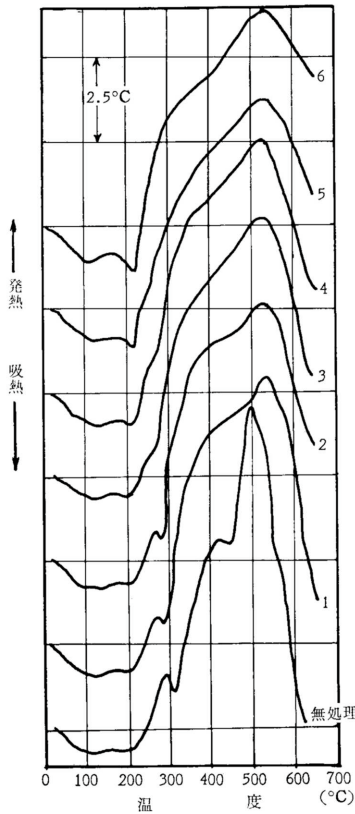
4. 試験結果および考察

4.1 示差熱分析

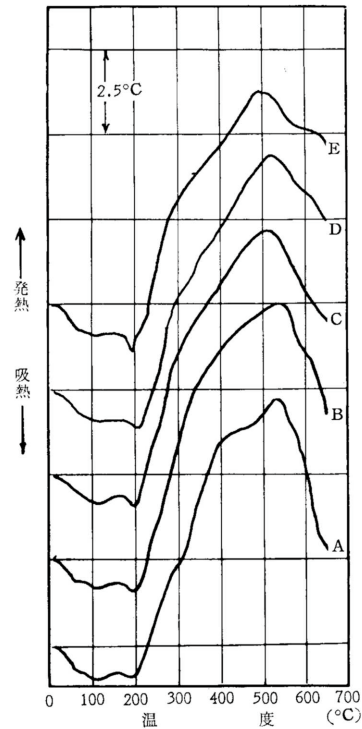
第1図に磷酸2アンモン含浸処理ラワン木粉6種 (1~6) の示差熱変化第2図に難燃合板5種 (A~E) の示差熱変化を示した。

4.1.1 試料中の水分による吸熱

無処理、処理試料とも



第1図 磷酸2アンモン処理木粉の示差熱分析



第2図 難燃合板(木粉)の示差熱分析

から、察知することが出来る。

一方、処理ラワン木粉では、燐酸2アンモン処理量が増加するにつれ、熱変化が低温から開始し、とくに無処理に見られた290~300の最初の発熱が次第に消滅する。これは、試料自体の脱水炭化作用が強まっ

5)

てきたためであることは別の試験で明らかにしたとおりである。(3)以降の処理試料では逆に210附近に明らかな吸熱を示す分解が生じていることが認められ、燐酸2アンモン自体の吸熱分解によると認められる。また、無処理で見られた420附近の肩状のピークおよび500附近の急激な発熱分解は消滅し、高温領域まで広がった発熱曲線となる。(第1図)

#### 4.1.3 難燃合板の示差熱変化

難燃合板試料の場合は、前項処理ラワン木粉とほとんど同様な燐含量の大小による傾向が見られた。

とくに、燐含量の最も少ない試料(A)では低濃度処

理ラワン(1)に見られるよう

な、300~500間の発熱ピークが現われた。燐含量が高くなるにつれ、処理ラワン木粉同様、前段階での脱水反応促進による吸熱(200附近)、その後の難燃性能に直結する緩やかな広い温度領域にわたる発熱現象が明らかに認められた。(第2図)

#### 4.2 熱重量分析

##### 4.2.1 無処理とラワン処理木粉の熱重量減少率と熱重量減少速度

無処理およびラワン処理木粉の熱重量変化は、第3,4図に示すとおりである。

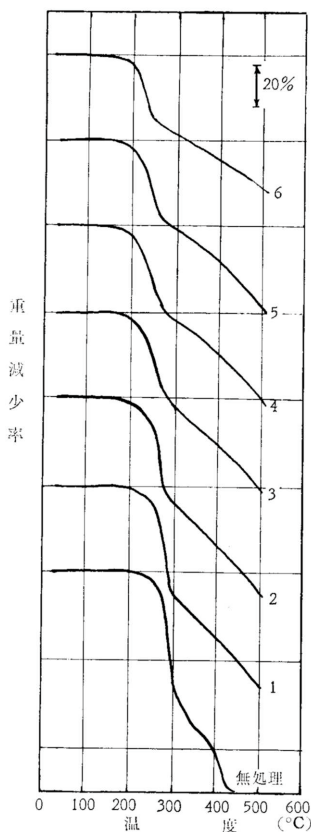
無処理試料では230付近から重量減少が次第に活

発となり、第4図に見られるように、290付近で重量減少速度が最大値となる。処理試料との明らかな相違は、400を超えた温度で着火現象による2段目の大きな重量減少が現われ、速度曲線に第2ピークが認められることである。

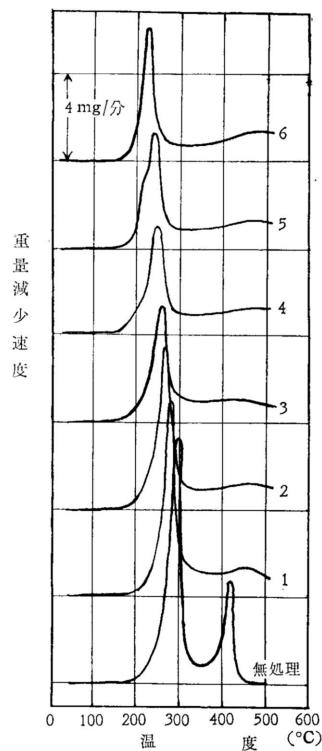
一方、処理木粉では処理量の増加につれ、分解開始温度が低温側にずれると同時に、重量減少量も小さく

第2表 無処理, 処理ラワン木粉の各温度における重量現象率(%)

温度(°C)		250	300	350	400	450	500
試料	1	8.1	50.6	60.9	69.6	80.9	92.1
	2	13.6	49.1	58.5	67.4	72.9	90.5
	3	25.0	44.8	52.7	59.8	70.7	83.0
	4	28.8	43.1	51.5	59.7	69.7	81.5
	5	32.3	41.5	48.5	56.2	65.7	77.9
	6	32.2	37.8	43.5	48.9	55.8	62.7
無処理		4.6	46.0	69.5	81.6	99.4	99.4



第3図 無処理, ラワン処理木粉の重量減少率



第4図 無処理, ラワン処理木粉の重量減少速度

なり、また主分解の起る速度が小さくなることは、第3, 4図の変化曲線から明らかに認められた。

第2表は、無処理、処理ラワン木粉の重量減少率の値を50 おきに求めたものであり、以上で述べた関係が数字的にも明瞭に示される。

4.2.2 難燃合板の熱重量分析と熱重量減少速度

薬剤含量の異なる市販難燃合板5種 (A~E) の熱重量分析および熱重量減少速度は、第5, 6図に示すとおりである。

難燃合板の場合も薬剤処理量 (燐含量) の増加につれ、ラワン処理木粉同様、分解開始温度の低温移行、重量減少率、減少速度の低下が認められた。第6図中、最も薬剤量の多い (E) の減少速度が2段に分かれたが、このうち210 付近のピークは示差熱分析における吸熱ピークとも一致することから、処理薬剤の分解によるものと考えられ、250 の大きなピークは難燃処理材自体の重量減少によると思われる。このことは処理ラワン木粉の(5), (6) (但し、(6) ではピークの若干の増大となって現われている) についても見られる。

第3表は難燃合板の各温度における重量減少率を示

したものであるが、燐量が2%以上となるとかなり重量減少値が小さくなる。

第3表 難燃合板の各温度における重量減少率 (%)

温度 (°C)		250	300	350	400	450	500
難燃合板	A	11.3	45.9	58.6	68.3	79.9	88.1
	B	15.2	40.0	49.9	59.0	68.6	80.3
	C	19.2	37.4	45.4	54.4	64.6	76.7
	D	20.5	37.9	45.0	52.6	62.4	72.6
	E	21.6	35.1	41.5	49.5	59.6	68.2

4.3 難燃合板のJIS加熱性能

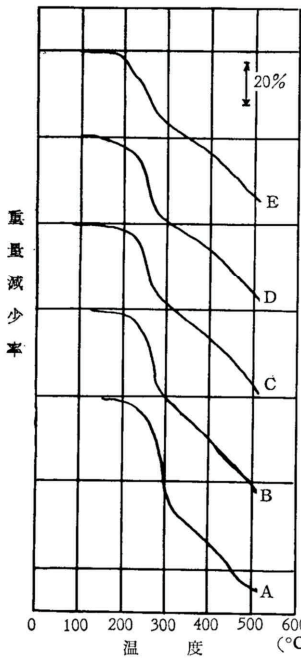
以上の項において、ラワン処理木粉、難燃合板の示差熱分析、熱重量分析について述べたが、現行のJIS - 1321加熱性能試験による難燃合板の試験結果を示すと第4表のとおりである。

現行の規格による合否判定を表の右端に記したが、これから知られるように、木材重量当り薬剤量0.1%より1.85%までは、すべて難燃材料 (6分30秒, 500 °C加熱) に3, 4%程度のもは難燃1級 (15分加熱, 740 °C加熱) に合格した。ただし、Eだけはとくに厚物合板であった。

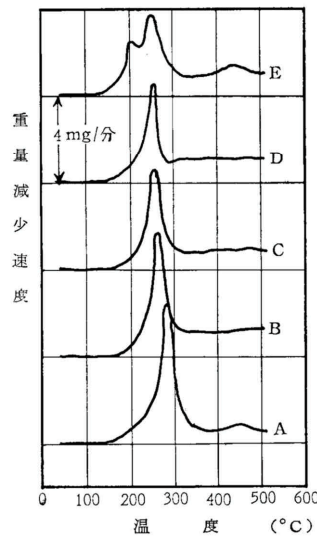
5. 総括

濃度別のラワン処理木粉、難燃合板を用いて、現行の防火性能試験と基礎的な熱分析手法である示差熱分析、熱重量分析結果とを比較した。

とくに、難燃合板B, C, Dの三者は現行規格 (着火, 残炎, 残じん, 裏面温度, 変形, 亀裂) の判定上は全く同一の結果しか与えられないが、示差熱、熱重量分析の結果では明らかな薬剤量と相関する差異を示した。即ち、難燃効果の



第5図 難燃合板の熱重量減少率



第6図 難燃合板の熱重量減少速度

第 4 表 難燃合板の JISA-1321 加熱試験結果

難燃合板	厚さ (mm)	表 面				裏 面		重量減少率 (%)	判定
		炭化(分'秒〃)	着炎(分'秒〃)	残炎(分'秒〃)	残じん(分'秒〃)	着炎	温度(°C)		
A	6.3	5'30〃	6'13〃	0'28〃	なし	なし	110	19.6	合
B	6.0	5'23〃	なし	なし	なし	なし	120	12.7	合
C	6.3	4'17〃	なし	なし	なし	なし	105	19.8	合
D	5.7	5'23〃	なし	なし	なし	なし	100	17.2	合
E	20.6	4'40〃	なし	なし	なし	なし	—	29.1	合

充分期待できるものは、200°C 付近の処理薬剤の吸熱が明瞭であり、300°C 付近の発熱ピークが消滅し、ブロードとなる。一方、重量分析からみれば、250°C 以降の重量減少量が小さく、減少速度も低下し、また、500°C 加熱後も20~30%の加熱残渣を残留しうる状態となる。

一方、厳密に均一処理したラワン処理木粉についてのこれら両分析結果では、さらに処理量と相関した明らかな傾向を認め得た。

したがって、今後防火性能試験法が改正され、より高い防火性能を要求された場合、これらの基礎分析を

参考に処理必要量の検討を進めることによって、材料の防火処理法の推定が可能となると思われる。

#### 文 献

- 1) 布村ほか；北林産試月報，または木材の研究と普及 4月号 (1969)
- 2) 武内；工化誌，67,906 (1964)
- 3) 高嶋；日化誌，85,776 (1964)
- 4) Eickner, H. W. ; F. P. J., 12, 194 (1962)
- 5) 布村ほか；第 18 回日本木材学会要旨集 (1967)

—林産化学部 木材保存科—

(44.6.24. 受理)