

耐湿性防炎剤の性能について (第3報)

- 接着中に添加した防炎剤の防火性能と接着力 -

山岸 宏一 葛西 章 駒沢 克己
伊東 英武 布村 昭夫*

1. はじめに

難燃処理合板が防火内装材料の規格に合格するためには、極めて高度な処理技術が必要となってきた。更に昭和52年度からは、今までの規格に生物テスト(マウステスト)が加えられ、使用する防炎剤によっては表面試験に合格しても生物テストで不合格となることも考えられる。そのため、例えば、燃焼時に有害なガスを多く発生するような防炎剤は、使用量をできるだけ制限しなければならないようになった。一方、防火内装材料の現況は石こうボード等、難燃合板より低廉な無機質ボードが主であり、難燃合板はほとんど特注生産という現状にあり、難燃合板を取りまく情勢は大変厳しいものとなっている。しかしながら、現在多く使用されている無機質内装材料にない強度があり、加工しやすい等の木質の良さを生かした防火内装材料の開発を行うためには、更に難燃処理技術の向

上のための研究を進めていく必要がある。その点で重要なのは、難燃化処理によって材料価格があまり高くなり、処理によって生じやすい釘の腐食、かびの発生、接着力低下等の欠点を克服することである。これらの欠点を無くするには耐湿性防炎剤の使用が有効であると考えられる。

今まで開発された耐湿性防炎剤は主としてプラスチック材料用のもので木質材料には向かない。そこで、以上の諸条件から木質用の耐湿性防炎剤の開発とそれによる難燃処理合板の製造を試み、各種の性能試験を行ってきた¹⁾⁻³⁾。

今回は心板に尿素・第1りん酸アンモニウムの縮合物をホルマリンと反応させたものを注入処理し、接着剤中にも防炎剤(ポリりん酸アンモニウム、尿素・第1りん酸アンモニウム縮合物)を加え合板を製造し、処理合板の防火性能及び各種性能について試験したの

でその結果を報告する。なお、本報告は第29回日本木材学会大会において発表したものである。

2. 実験

2.1 試料

実験に用いた心単板はラワン材(厚さ4.80mm)でテンダーライジングしたものである。また、表裏単板はシナ材(厚さ0.53mm)を用いた。心単板に注入処理した防炎剤は尿素・第1りん酸アンモニウムの脱水縮合物をホルマリンと反応させたものに異化アンモニウムを添加して用いた。

2.2 難燃処理

心単板への処理は23cm角に裁断した単板に防炎剤水溶液を減圧、加圧各30分間注入した。処理単板は風乾後、90~100℃で一昼夜乾燥した。

2.3 接着

接着剤は尿素・メラミン系接着剤に防炎剤、発泡剤を添加したものを使用した。接着剤の添加物の配合比は下記のごとくである。

接着剤	100部
小麦粉	10部
ペンタエリスリトール	5部
防炎剤	20~40部
硬化剤(塩化アンモニウム)	1部

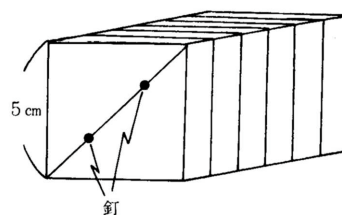
防炎剤はポリりん酸アンモニウムと尿素・第1りん酸アンモニウム脱水縮合物である。冷圧は8kg/cm²で1時間、熱圧は8kg/cm²で7分間行った。

2.4 燃焼試験

燃焼試験はJIS A 1321に定められた試験装置を用い、難燃3級、6分加熱の表面試験を行った。また加熱時に発生したガスは集煙箱に接続したパイプで赤外線ガス分析装置に導き、一酸化炭素(CO)、二酸化炭素(CO₂)の発生量を測定した。この場合のガス発生量とは集煙箱中の到達濃度を示している。

2.5 鉄の腐食性試験

鉄の腐食性試験はJIS A 9304に準じて行い、第1図に示したように5×5cm角の処理合板を6枚重ね合わせ、対角線を3等分した等分点に2本の秤量した



第1図 釘の腐食試験

釘を打ち込んだ。その試料は相対湿度97%、40℃のデシケーター中に10日間放置した。10日後、試料から釘を抜きクエン酸アンモニウム10%液で20分間煮沸、水洗、乾燥後、釘の重量を測定し鉄腐食比を求めた。

2.6 接着力試験

処理合板の接着力試験はJASに基づいて行い、常態接着力、温冷水浸漬接着力を求めた。

3. 結果と考察

3.1 処理合板の燃焼試験結果

第1表に処理合板の燃焼試験結果と表面試験における合否の判定及び一酸化炭素(CO)、二酸化炭素(CO₂)の発生量を示した。

a. 接着剤中にポリりん酸アンモニウムを20部添加した場合

心板処理が40%で臭化アンモニウムの添加率が8%の条件ではTcが3分以内で合格とはならなかったが、その添加率が10%では合格した。また心板処理が30%の条件ではすべて不合格であった。

b. 接着剤中に30部添加した場合

接着剤中に30部添加したものは、心板処理が30%でも臭化アンモニウムを6%以上添加すると合格値に達した。また、心板処理が40%の条件では臭化アンモニウムは4%で良かった。

c. 接着剤中35部添加した場合

心板処理が30%で臭化アンモニウム6%添加の条件のものが合格した。

d. 接着剤中40部添加した場合

心板処理が30%で臭化アンモニウム3%添加の条件の処理が合格した。

以上の結果から次のようなことがいえる。接着剤中

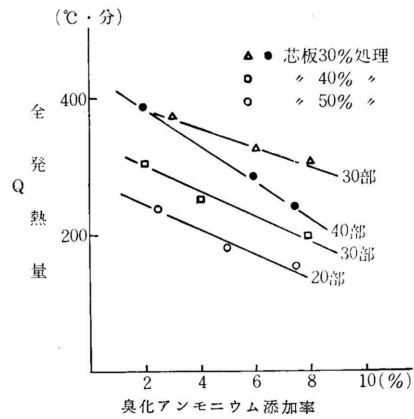
第1表 燃焼試験結果と一酸化炭素(CO)と炭酸ガス(CO₂)発生量

防火剤の添加率 (接着剤中) (部)	心板処理液濃度 (%)		Tc (分, 秒)	Tdθ (°C・分)	発煙指数 C.A	全発熱量 Q (°C・分)	残炎 (分, 秒)	発生ガス (%)		合, 否の判定
	縮合物	臭安						CO	CO ₂	
20	40	8	1 47	102.5	55	335	25	0.175	0.530	否
		10	3 00	52.5	67.5	204.5	0	0.110	0.370	合
	50	2.5	3 00	37.5	42.5	239.5	0	0.120	0.480	合
		5	3 38	50.0	47.5	182.5	0	0.090	0.370	〃
30	30	7.5	3 05	39.5	44.0	197.0	0	0.090	0.350	〃
		3	3 30	105.0	87.5	345.5	1 00	0.160	0.530	否
		6	3 45	62.5	42.0	300.0	20	0.125	0.515	合
	7.5	3 20	32.5	65.0	280.0	0	0.125	0.500	〃	
40	40	2	1 30	62.5	65.0	289.5	1 00	0.170	0.725	否
		4	3 42	30.0	30.0	240.0	0	0.155	0.615	合
		8	3 32	28.0	40.0	207.5	0	0.125	0.500	〃
35	30	3	3 30	100.0	80.5	330.0	1 00	0.155	0.615	否
		6	3 45	95.5	60.0	295.0	17	0.160	0.530	合
		7.5	3 30	30.5	65.0	220.0	0	0.125	0.500	〃
40	03	2	1 00	112.5	65.0	382.5	37	0.190	0.710	否
		3	3 45	95.0	62.5	377.0	5	0.170	0.600	合
		6	3 32	42.5	82.5	300.0	0	0.125	0.515	〃
		7.5	3 32	77.5	72.5	285.0	0	0.125	0.465	〃

に添加したポリりん酸アンモニウムは加熱されると接着層で発泡し発泡体をつくる。その発泡体は加熱され炭化し、断熱効果をもつ発泡炭化層を形成するために良好な防火性能を示すものと考えられる。また接着剤中に添加した防火剤が20部と少ない条件でも心板処理濃度が高ければ防火性能が向上することから、処理合板の防火性能は、接着剤中の防火剤が形成する発泡炭化層の断熱効果と、心板処理防火剤の熱分解抑制効果との相乗効果として現れることがわかった。また今回の試験ではTd, CAは規格に不合格なものはないが、臭化アンモニウムの心板処理率が低い条件では接着剤中に添加した防火剤の添加部数が多くとも残炎を生じる欠点があった。この残炎を無くするためにはある程度高い臭化アンモニウムの添加が必要である。CO, CO₂の発生量は心板処理濃度が高い条件ほど低い値を示した。またTcが3分以内のものが生じたのは表裏単板が無処理であるためと考える。

3.2 全発熱量(Q)と臭化アンモニウム添加率との関係

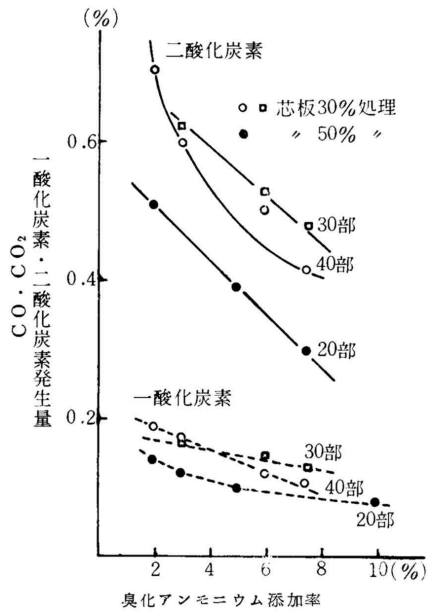
規格では発熱量Tdを求め、その値は350・分以下でなければならないとされている。しかし、このTdは試料の排気温度曲線と標準温度曲線との囲む面



第2図 全発熱量と臭化アンモニウム添加率との関係

積を示すため、燃焼する合板の全発熱量を表していない。処理合板の全発熱量は試料とパーライトの排気温度曲線を囲む面積を求める必要がある。心板処理薬剤や接着剤中の防火剤の性能を知るにはこの全発熱量Qとの関係でみなければならないと考える。

第2図に処理合板の全発熱量Qと臭化アンモニウム添加率との関係を示した。いずれの処理合板も臭化アンモニウムの添加率が高くなるとQは減少し、熱分解抑制効果は大きいことを示している。Qの減少傾向は接着剤中に添加した防火剤の部数が異っても同じであるが、添加部数が増えるとQは小さくなる。



第3図 一酸化炭素・二酸化炭素発生量と臭化アンモニウム添加率の関係

3.3 臭化アンモニウム添加率と一酸化炭素 (CO) 二酸化炭素 (CO₂) 発生量との関係

第3図に臭化アンモニウム添加率とCO、CO₂発生量との関係を示した。いずれの処理合板も臭化アンモニウム添加率が高くなるとCO、CO₂発生量は減少することを示している。心板処理が30%でも接着剤中に添加する防炎剤が多い場合CO₂発生量は減少し、その添加部数が20部であっても心板処理が50%と高い条件でも減少傾向を示すことから、熱分解抑制効果は両者の相乗効果として現われることを示している。一方、COの発生量はCO₂ほど明確な減少傾向は示していないが、発生量は減少する。

3.4 鉄の腐食性試験

第2表に鉄の腐食試験結果を示した。無処理合板の重量減少率は1.00%であった。これに対し、処理合板のそれは0.40~0.75%であり、無処理合板の重量減少率より低い値を示した。このことは、処理合板の吸湿率が無処理と同じかむしろ小さい³⁾ことから、このような結果を生んだものと考えられる。吸湿率が低いのは心板処理防炎剤が乾燥過程で樹脂化するためである。従来の無機系防炎剤は水溶性で酸度の強いものがあるた

〔林産誌月報 1980年1月〕

第2表 釘の腐食試験結果

防炎剤濃度 (%)		防炎剤処理率 (%)	釘の重量減少量 (mg)	重量減少率 (%)	腐食比
縮合物	臭安				
50	2.5	48.6	3.6	0.53	0.532
	5.0	45.2	5.0	0.75	0.743
40	2.0	38.5	2.7	0.42	0.418
	4.0	37.8	2.9	0.46	0.450
無処理		—	6.6	1.00	—

め、鉄の腐食を起すものもあるが、この縮合物による処理では鉄の腐食は小さいことが示された。

3.5 処理合板の常態及び温冷水浸漬接着力

第3表に処理合板の常態及び温冷水浸漬接着力 (類接着力) 試験結果を示した。JASではシナ材の難燃合板の場合、類接着力は7kg/cm²以上とされている。

a. ポリりん酸アンモニウムを接着剤中に添加した場合

20部添加すると、心板処理50%、臭化アンモニウム5%の条件では常態接着力が16.3kg/cm²、類接着力は15.3kg/cm²を示した。添加部数が30、35、40部と多くなると常態、類接着力とも急激に低下し、常態接着力でも7kg/cm²を上回る条件のものはなかった。添加部数が20と30とでは接着力が急激に減少していることから考え、接着剤中に添加する部数は20が限界ではないかと思われる。ポリりん酸アンモニウム水

第3表 接着力試験結果

防炎剤の種類	接着剤中添加量 (部)	心板処理濃度 (%)		常態接着力 (kg/cm ²)	温冷水浸漬接着力 (kg/cm ²)
		縮合物	臭安		
ポリりん酸アンモニウム	20	50	5.0	16.3	15.6
		50	7.5	9.2	8.2
	30	40	4.0	4.7	3.5
		35	30	6.0	3.9
縮合物	40	40	4.0	5.5	4.0
		40	8.0	5.0	3.1
	30	40	2.0	14.1	13.2
		40	4.0	12.6	10.9
ホルマリン	40	30	8.0	7.7	5.7
		30	3.0	9.0	8.2
	30	30	6.0	8.2	3.9
		30	2.0	10.1	8.9
反応縮合物	40	30	3.0	7.1	6.2
		30	6.0	5.6	4.1
	30	30	7.5	4.4	3.1
		30	7.5	4.4	3.1

溶液は一定温度以上になると急激に分解しりん酸を生成す。そのため、接着剤中に一定以上添加して合板を製造した場合は熱圧時に何らかの変質を受けるか、又は分解してりん酸を生成するために、接着力を低下させてしまうものと考え。

b. 縮合物を添加した場合

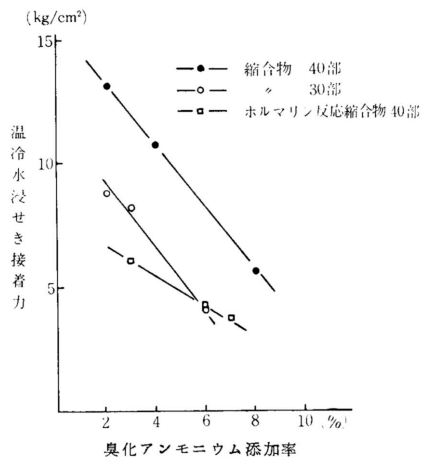
縮合物を添加した場合の接着力をみると、縮合物が40部で心板処理の臭化アンモニウム4%添加の条件で常態接着力 $12.6\text{kg}/\text{cm}^2$ 、類接着力 $10.9\text{kg}/\text{cm}^2$ を示し、規格に合格する。しかしながら、臭化アンモニウム添加率が8%の条件では接着力は4%のものに比べると約50%であり、その値は低下した。このことから、縮合物を添加して合板を製造した場合、心板処理の臭化アンモニウムの添加率が低い条件では接着力はそれほど低下しないことが明らかとなった。

c. ホルマリン反応縮合物を添加した場合

ホルマリン反応縮合物単独の場合より、常態、類接着力とも低い値を示した。類接着力が規格の $7\text{kg}/\text{cm}^2$ を上回つた条件は心板処理30%で臭化アンモニウム2%添加であった。

3.6 温冷水浸漬接着力と臭化アンモニウム添加率との関係

第4図に 類接着力と臭化アンモニウムの添加率との関係を示した。接着剤中に添加した防炎剤の種類を問わず、心板処理の臭化アンモニウムの添加率が高く



第4図 温冷水浸せき接着力と臭化アンモニウム添加率との関係

なると 類接着力は低下する。規格値の $7\text{kg}/\text{cm}^2$ を上回るためには臭化アンモニウムの添加率は4%以下でなければならないことが示された。

4. まとめ

難燃処理合板が一般に使用されるようになるには、表面試験だけでなく生物テスト、接着力試験に合格する材料でなければならない。しかしながら、今回使用したポリりん酸アンモニウムのように、接着剤中に添加するとすぐれた防炎効果を示すが、接着力を低くする防炎剤はその使用範囲は狭いものになる。また心板処理薬剤も同様であり、臭化アンモニウムの添加は接着力低下というマイナス効果がある。そのため、これらの防炎剤の最適使用量を求める必要がある。尿素、第1りん酸アンモニウム脱水縮合物を接着剤中に添加した場合、その添加部数が比較的多くとも、心板処理の臭化アンモニウム添加率が低い条件では接着力は十分あることが示された。このことから、接着剤中に添加する防炎剤としては現素、第1りん酸アンモニウム脱水縮合物が有望ではないかと考える。

文 献

- 1) 山岸ほか4名：日本木材学会道支部大会講演集，7号，57 (1975)
- 2) 同 上：林産試月報，290，1 (1976)
- 3) 同 上：同 上，372，6 (1979)

- 林産化学部 木材保存科 -
- * 林産化学部長 -
(原稿受理 昭和54.11.24)