

## 各種燃焼試験による難燃合板の性能評価

菊地伸一 宮野 博  
山岸宏 一\*

### Combustion Tests of Fire-Retardant-Treated Plywood for Evaluation

Shinichi KIKUCHI Hiroshi MIYANO  
Koichi YAMAGISHI

A condensed phosphate solution was made from formalin and condensed products of urea-mono ammonium phosphate. The condensed products were added to a urea-melanin adhesive, and core veneers were impregnated with the condensed phosphate solution. Three-ply plywood was manufactured and treated with fire-retardants. Then JIS A 1321 surface flammability tests were made of the plywood to know the composition of a fire retardant which could provide the plywood with such inflammability as would pass Grade 3.

ISO ignitability tests and JIS K 7201 oxygen tests were also carried out.

30 parts of the condensed products from the urea-mono ammonium phosphate were mixed with 100 parts of the urea-melanin adhesive. When a retention rate of the condensed phosphate solution was 60 per cent against the weight of the oven-dried core veneer, the samples passed Grade 3. When 40 parts of the condensed phosphate products were added, the boards impregnated with 50 per cent of the condensed phosphate solution or 40 per cent of the same solution plus 8 per cent of ammonium bromide passed the standard. When 50 parts of the condensed products were added, the boards passed the standard if the retention rate was over 40 per cent. The boards were able to pass the standards in respect of  $T_c$ , C.A., and  $T_d$ . One important point with the treatment was to restrict the residuum flame time within 30 seconds.

The ignitability tests helped evaluate the surface flammability by the interval between the start of exposure and the ignition. Within a range of 1 to  $5W/cm^2$ , the interval became shortened exponentially according to an arithmetic increase in irradiation. As more fire retardant was used for treatment, the interval tended to become longer, and so was it with the oxygen concentration index.

ホルマリンと尿素・第1リン酸アンモニウムの縮合物とからホルマリン反応物（縮合リン酸塩溶液）を合成した。縮合物はユリアメラミン接着剤に添加し、心板にはホルマリン反応物と臭化アンモニウムとを注入した。3プライの難燃合板を製造し、難燃3級に合格する難燃剤の組み合わせをJIS A 1321表面燃焼試験によって調べた。ISO着火性試験，JIS K 7201酸素濃度

指数試験もおこなった。

エリメラミン接着剤100部に対し、尿素・第1リン酸アンモニウムの縮合物を30部加えた。心板への注入量が60%で、難燃3級の規格に合格した。縮合物を40部加えた場合、ホルマリン反応物の注入量が50%か、またはホルマリン反応物40%に臭化アンモニウムを8%加えたものが規格に合格した。50部の場合、注入量が40%を超えたなら規格に合格した。Tc, C.A., Td についての規格には合格していた。残炎を30秒以内に抑えることが処理のポイントであった。

着火性試験は、加熱開始後、材料に着火が起きるまでの時間によって燃焼性を評価する。1~5W/cm<sup>2</sup>の範囲では、着火時間はふく射量の増加につれて、指数関数的に短くなる。また、難燃剤の処理量が多くなるにつれて、着火時間は長くなる傾向にあった。同様に、難燃剤処理量が多くなるに従い酸素濃度指数は大きくなる傾向を示した。

## 1. はじめに

木質材料の難燃化に関する研究は、従来から数多く行われてきた。難燃化の手法は、アルミ箔のオーバーレイ・防火薬液の塗布などの表面処理を除き、難燃剤を木材中に含浸させたり木片と混合する方法が主であった。用いられる薬剤は、第2リン酸アンモニウム・臭化アンモニウム・硫酸グアニジンなどの無機塩を組み合わせたものが多く使われてきた。

数年前から、試験場ではこの無機系難燃剤に代わる薬剤について検討し、尿素と第1リン酸アンモニウムの脱水縮合物、及びこれのホルマリン反応物水溶液を用いた難燃合板についての実験を行ってきた<sup>1), 2)</sup>。今回は、この薬剤を用いて難燃3級の規格に合格させるためには、どの程度の処理及び薬剤の組み合わせが必要とされるかについて検討した。

また、表面燃焼試験では、発熱量・発煙量・残炎等を材料の難燃性を評価する指標としている。その外に、材料がふく射熱を受けたときの着火のしやすさ、材料が燃焼を継続するために必要な酸素量などからも燃焼性が評価できる。そこで表面燃焼試験に加え、着火性試験機・酸素濃度指数装置によっても試験し、得られる結果を比較した。

なお、本研究は中小企業庁の昭和57年度技術開発研究費補助事業「家具部材及び家具の難燃化とその評価に関する研究」の分担として行われ、日本木材学会北海道支部研究発表会（昭和58年11月、札幌市）で報告したものである。

## 2. 実験

### 2.1 難燃薬剤

尿素・第1リン酸アンモニウム・水をモル比1:1:1で混ぜ合わせ、オイルバスを用いて140~150℃で加熱しながら脱水縮合反応を起こさせた。この縮合物とホルマリンとが、重量比で2.2:1となるように混合・反応させて、ホルマリン反応物（水溶液）を得た。比較のため、市販のポリリン酸アンモニウム系難燃剤（微粉末）1種類を選び使用した。

粉末の縮合物及びポリリン酸アンモニウムは、接着剤に添加し、ホルマリン反応物及びポリリン酸アンモニウムの水溶液は、臭化アンモニウムを一定量加え中心単板の処理に使用した。

### 2.2 製造方法

心板は厚さ4.8mmのテンダーライジング処理ラワン、表裏には0.45mmのシナ単板を用い13プライ合板を製造した0中心には、減圧（680~700mmHg）・30分間、次いで加圧（5kg/cm<sup>2</sup>）・30分間で、難燃剤を含浸させた。

接着剤には、加熱時に発泡断熱炭化層を形成させるため難燃剤等を添加した。配合比は、エリメラミン接着剤100部に対し、ペンタユリスリトール10部、難燃剤（縮合物、またはポリリン酸アンモニウム）30~50部である。

### 2.3 燃焼試験

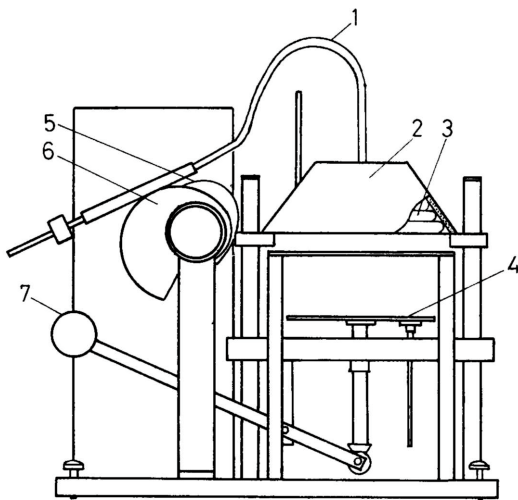
1) JIS A 1321表面燃焼試験：難燃3級の6分加熱試験を行った。さらに、集煙箱から一定量のガスを連続的に吸引し、CO・CO<sub>2</sub>についてIR分析に

かけ、集煙箱中での最終到達濃度を測定した。

2) ISO着火性試験：これはISO(国際標準化機構)及びJISで規格化が進められており、ふく射熱による材料の着火性を評価する試験方法である。試験機を第1図に示す。加圧板(4)に試験片を置き、シースヒータ(3)で一定量のふく射熱を与えて、材料の熱分解を起こさせる。炎の長さを約1cmに調整したパイロットフレーム(1)を4秒に1回試験片に近づけ、材料から発生する熱分解ガスに着火させる。加熱開始から着火が起きるまでの時間を、着火時間と定めている。

試験片は16.5cm角で、温度20℃、湿度60%で1カ月養生した。ふく射量は1, 2, 3, 4, 5W/cm<sup>2</sup>の5段階である。フラッシュ回数、重量減少量も記録した。

3) 酸素濃度指数試験：試験はJIS K 7201「酸素指数法による高分子材料の燃焼性試験方法」に準じて行った。試験片は表板の繊維方向が長さ方向と一致し、その断面は5.3×5.4mmである。なお、最低酸素濃度ではなく、up and down法によって求められる平均酸素濃度(O<sub>2</sub>と略記)を計算した。



- |   |              |   |        |
|---|--------------|---|--------|
| 1 | パイロットフレームアーム | 5 | 駆動カム   |
| 2 | 加熱ユニット       | 6 | 変位調節カム |
| 3 | シースヒータ       | 7 | 加圧ウェイト |
| 4 | 加圧板          |   |        |

第1図 着火性試験機の概要

### 3. 結果と考察

#### 3.1 JIS A 1321表面燃焼試験

中心にホルマリン反応物を含浸させ、接着剤に縮合物を添加して製造する合板の、難燃3級に合格する条件が明らかになった。結果を第1表に示す。縮合物の接着剤への添加部数が50部であれば、すべて合格した。添加部数が40部の場合、心板注入量が50%、若しくは心板注入量が40%でも臭化アンモニウム注入量が8%の条件、また接着剤への添加部数が30部の場合には、心板注入量60%でいずれも合格した。このように接着剤に添加する縮合物が多くなるにつれ、心板注入量が少なくても難燃3級に合格するようになった。

第2図、第3図は心板への臭化アンモニウム注入量とTd及びCO・CO<sub>2</sub>濃度との関係を示した。臭化アンモニウムの注入量が多くなるにつれて、Td、CO<sub>2</sub>は漸減する傾向にあった。布村ら<sup>6)</sup>は、リン酸アンモニウム・臭化アンモニウムなどの無機難燃剤を用い、薬剤処理とQ, C, A, CO・CO<sub>2</sub>発生量の関係を調べ、Q及びCO<sub>2</sub>に対する顕著な抑制効果を明らかにしている。今回、難燃剤としてホルマリン反応物を用いたが、同様の傾向を示した。

ポリリン酸アンモニウム処理合体は、残炎が全て1分を超えたために不合格であった。これは、ポリリン酸アンモニウムが難溶性であるため、高濃度の難燃剤水溶液を得ることができず、そのため十分な量を心板に注入できなかったことによる。

第4図には、接着剤へのポリリン酸アンモニウム添加部数と重量減少率の関係を示した。添加部数が多くなるにつれて、重量減少率は小さくなる傾向にあった。

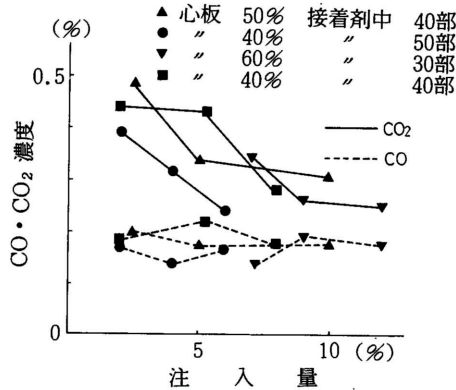
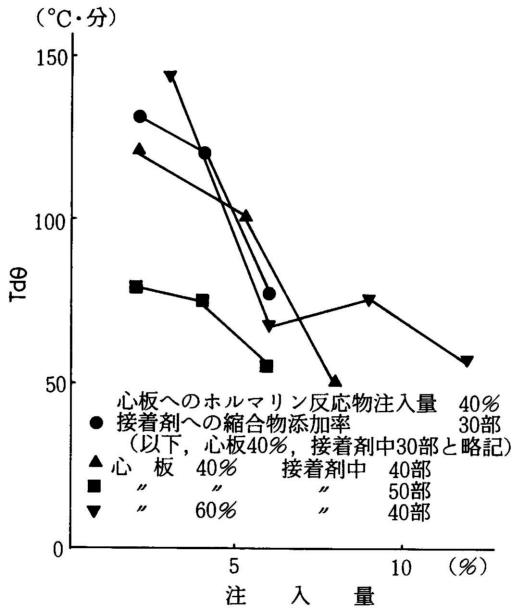
#### 3.2 ISO着火性試験

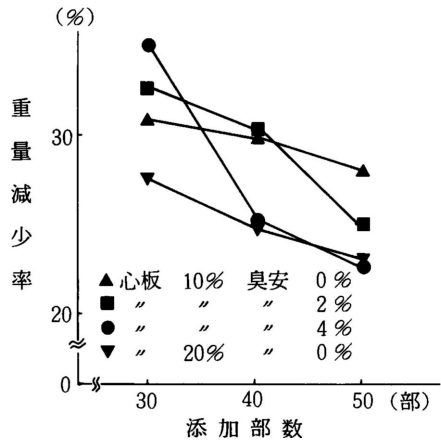
第5図に無処理試料の、ふく射量と着火時間との関係を示す。ふく射量が大きくなるにつれて、着火時間は指数関数的に短くなった。

3, 4, 5W/cm<sup>2</sup>において、繊維板の着火時間は合板より長い(3W/cm<sup>2</sup>では、繊維板2分12秒に対し、合板1分34秒)。ところが2W/cm<sup>2</sup>になるとその関係は逆転する(4分8秒と9分49秒)。同じ現象は3W/cm<sup>2</sup>点と4W/cm<sup>2</sup>での繊維板とパーティクルボードとの

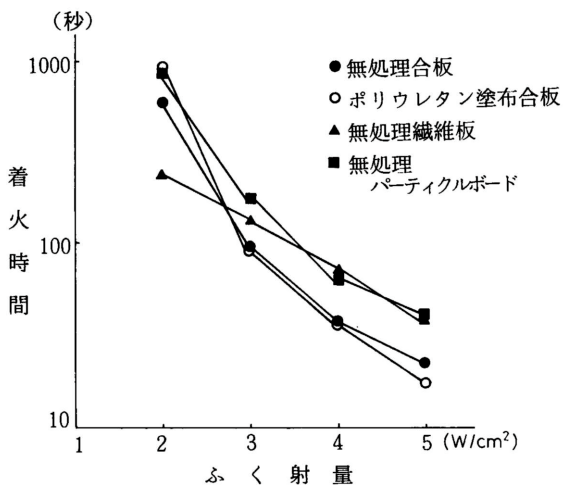
第1表 難燃処理合板の表面燃焼試験結果

接着剤中 添加率 (部)	心板注入量(%)		T <sub>c</sub> (分 秒)	Tdθ (°C・分)	C. A.	全発熱量 Q (°C・分)	残炎 (分 秒)	発生ガス濃度 (%)		重量減 (%)	合・否	
	反応物	臭安						CO <sub>2</sub>	CO			
30	40	2	3 16	131	86	341	1 以上	0.56	0.24	27.4	否	
		4	3 20	120	70	315	1 "	0.52	0.19	26.6	"	
		6	3 17	78	76	294	40			25.0	"	
	50	3.3	3 25	136	58	367	32	0.49	0.21	28.7	否	
		6	3 51	69	54	217	42	0.32	0.16	17.1	"	
		7.2	3 30	91	41	290	26	0.34	0.14	16.1	合	
40	30	2	3 26	139	69	360	1 以上	0.66	0.22	31.2	否	
		4	3 30	88	84	240	1 "	0.50	0.23	27.6	"	
		5.3	3 10	121	54	301	36	0.44	0.18	23.1	否	
	40	8	3 21	101	67	314	49	0.43	0.22	26.9	"	
		2.5	3 23	125	56	323	16	0.49	0.20	24.0	合	
		5	3 19	69	45	253	0	0.33	0.17	18.3	"	
50	50	7.5	3 39	26	47	212	0			17.0	"	
		10	3 27	83	56	286	0	0.31	0.18	20.4	"	
		3	3 16	144	63	323	19	0.41	0.21	22.1	合	
	60	6	3 26	68	40	255	0	0.32	0.14	17.1	"	
		9	3 18	76	67	283	0	0.24	0.17	19.7	"	
		12	3 26	57	56	251	0	0.28	0.18	17.8	"	
40	40	2	3 21	79	42	268	15	0.39	0.17	17.4	合	
		4	3 30	75	50	266	0	0.31	0.14	19.5	"	
		6	3 40	55	48	241	3	0.24	0.17	18.4	"	
	50	3.3	3 30	89	46	299	29	0.39	0.18	24.6	合	
		60	4.8	3 24	61	30	202	13	0.27	0.12	15.4	合
			7.2	3 40	49	23	216	0	0.23	0.10	12.6	"



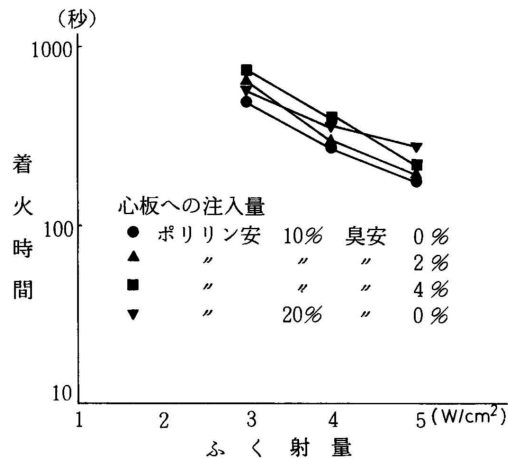


第4図 接着剤へのポリリン酸アンモニウム添加部数と重量減少率の関係



第5図 ふく射量と着火時間との関係

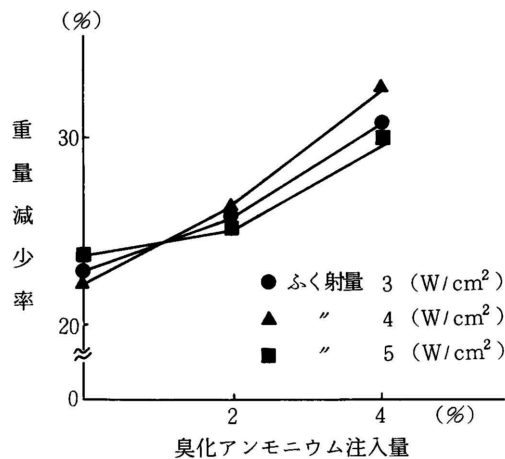
間を取り上げると、ふく射量と着火時間の対数とはほぼ直線関係にあった。1・2W/cm<sup>2</sup>では15分未着火であり、3W/cm<sup>2</sup>でも1部に15分未着火の試験体が生じ、着火時間のバラツキは大きかったが、全体として無処理合板よりかなり着火時間の良いことが分かる。また、臭化アンモニウムの注入量が多くなるにつれて、着火時間の長くなる傾向が見られる。第7図は着火性試験における重量減少率の傾向を示した。臭化アンモニウム注入量が多くなるにつれ重量減少率も大きくなっているが、これは着火時間が良くなっていることの影響だと考えられる。表面燃焼試験では、難燃処



第6図 難燃処理合板のふく射量と着火時間との関係

間にも見られる。これらの例が示すように、どのふく射量の結果が材料の燃焼性を評価するのに妥当かについては不明であった。建物の外壁に対するふく射量の安全値として考えられている7000kcal/m<sup>2</sup>h (1棟火災対象<sup>7)</sup>)は0.8W/cm<sup>2</sup>に相当する。今回用いた合板・繊維板などの材料では、1W/cm<sup>2</sup>であれば着火しないことが明らかであった。

第6図はポリリン酸アンモニウム処理合板の結果である。表面単板が無処理であるため、無処理合板とほぼ同じ時間で着火した後、難燃処理による効果のため1度消え、その後再度着火する。この2度目の着火時



第7図 臭化アンモニウム注入量と重量減少率の関係

理の効果を重量減少率からある程度判断できるが(第4図),着火性試験では逆の結果となることが分かった。

ホルマリン反応物処理合板では,ほとんどが5W/cm<sup>2</sup>でも未着火であったため,難燃処理の効果を着火時間の面からとらえることは難しかった。その重量減少率は大きく,10分加熱で50%を超えていた。これはふく射熱による熱分解が,かなり激しいことを示している。

3.3酸素濃度指数試験

第2表に結果を示す。供試難燃合板は表裏単板が無処理であるため,炎はこの表面を燃えすすんだ。そのため,素材を第2リン酸アンモニウムで処理した場合の0.1(含浸率3.6%で約50,同じく7.2%で約60<sup>8)</sup>)に比べ,かなり小さかった。これは,難燃処理材

そのものの0.1を測定したのではないことによる。また,標準偏差から分かるように,結果のバラツキが大きい試験体もあった。いずれにしても,難燃剤処理量の多い順つまりホルマリン反応物>ポリリン酸アンモニウム>無処理の順に,0.1が変化しているのは明らかで,難燃処理の効果を評価することはできた。

ホルマリン反応物の場合,臭化アンモニウムが増えるにつれて,0.1も大きくなっている。ポリリン酸アンモニウムでも同様の傾向はあるが,その差はわずかであった。

以上,3通りの燃焼試験の特徴として,難燃処理条件が厳しくなるにつれ,着火時間は長くなり,0.1は大きくなり,Td・重量減少率・CO<sub>2</sub>濃度は小さくなる傾向にあることが分かった。表面燃焼試験では,発煙量・残炎・重量減少率・CO・CO<sub>2</sub>濃度など

第2表 難燃処理合板の酸素濃度指数試験結果

処 理 方 法			試験回数 (回)	含水率 (%)	O.I.	標準偏差
薬 剤	心板注入量(%)					
	難燃剤	臭安				
ホルマリン反応物	30	2	21	7.6	51.8	1.87
	50	2.5	29	8.7	54.6	1.97
		5	35	6.6	56.8	2.95
		7.5	30	7.6	61.7	3.09
		10	32		69.4	4.56
ポリリン酸 アンモニウム	10	0	40		36.1	0.93
		2	42		36.4	1.47
	20	0	20	7.3	38.8	0.93
無 処 理			16	6.1	23.7	0.13
			27	絶乾	20.8	0.38

注) 難燃剤の接着剤への添加量はすべて40部である。

第3表 3通りの燃焼試験から得られる結果の比較

	着 火 時 間 (分, 秒)			O.I. (W/cm <sup>2</sup> )	Tdθ (°C・分)
	3	4	5		
無処理合板	1 34		37	22	23.7
無処理パーティクルボード	2 56	1 04		39	28.3
ポリリン酸 (10-0)	8 08	4 41	2 58	36.1	86
アンモニウム (10-2)	10 28	4 34	3 09	36.4	138
(10-4)	11 56	6 18	3 28		41
(20-0)	9 15	6 08	4 28	38.8	59
ホルマリン (30-2)		6 05	4 36	51.8	139
反応物 (40-5.3)			15分以上		101
(50-2.5)		15分以上	4 58	54.6	125
(50-5)			15分以上	56.8	69

(注) 1) 接着剤への添加量は, いずれも40部である。  
2) ( )の数値は, 左が心板処理量, 右が臭化アンモニウム添加量である。

の指標が得られたが, 最も関連の深いと考えられるTdを取り上げ, 第3表にその結果を比較した。ポリリン酸アンモニウム(20-0)・縮合物(30-2)・縮合物(50-2.5)の5W/cm<sup>2</sup>での着火時間は, 4分28秒・4分36秒・4分58秒と4分台にある。これに対し, 0.1は38.8・51.8・54.6と15以上違い, Tdは59・139・125と倍以上の開きがあった。又, 無処理パーティクルボード・ポリリン酸アンモニウム(10-2)・縮合物(30-2)と構成・処理の異なる材料を比較したところ, 0.1は28.3・36.4・51.8と大きくなり, 4W/cm<sup>2</sup>の着火時間も1分4秒・4分34秒・6分5秒と長くなるが, T



d は148・138・139とほぼ同じレベルにあった。

このようなことから、今回の試験だけでは3通りの燃焼試験によって得られる結果に、関連性を見出すことはできなかった。

#### 4. 結論

尿素と第1リン酸アンモニウムの脱水縮合物、及びそのホルマリン反応物を用いて難燃合板を製造し、表面燃焼試験・着火性試験・酸素濃度指数試験を行った。

その結果、

1) ホルマリン反応物を用いて、難燃3級に合格する幾つかの薬剤の組み合わせが明らかになった。不合格となった試験体でも、Tc・Td・C.A.は合格値を、上回っていて、残炎を30秒以内に抑えられるかどうか大きなポイントだった。そのためには、臭化アンモニウムの添加が効果的であった。また、接着剤への難燃剤添加量が多ければ、中心処理量が少なくとも合格することが示された。

2) 着火性試験において、ふく射量が大きくなれば着火時間は指数関数的に短くなった。また、難燃剤の処理量が多くなるにつれ、着火時間が長くなる傾向も示された。一方、試験した1～5W/cm<sup>2</sup>のどのふく射量が材料の着火性を評価するのに妥当かについては、明らかでなかった。

酸素濃度指数試験は、難燃剤の効果を単純な1つの数値で表わし比較するには単純な方法であり、処理量が多くなるにつれ、0.1の大きくなる傾向が示された。しかし、今回の試験体のように、処理部分と無処理部分とが複合構成となっている材料ではバラツキが

大きく、詳細な検討を行うには問題があった。

3) 以上、3通りの燃焼試験から得られる結果を比較したが、その数値に一定の傾向を持つ関連性は見い出せなかった。そのため、着火時間がどのくらい長ければ防火的に安全と言えるか、0.1の大きさがどれくらいあれば難燃3級に合格するかについて、判断は下せなかった。

#### 文献

- 1) 山岸宏一ほか4名：林産試験場月報，327，6～11（1979）
- 2) 山岸宏一ほか4名：林産試験場月報，336，12～16（1980）
- 3) 小林悦郎：工業化学雑誌，69（11），2065～2070（1966）
- 4) 日本建築学会：着火性試験に関する調査研究報告書
- 5) 吉村貢・梅村健三：木材学会誌，26（3），209～214（1980）
- 6) 布村昭夫ほか4名：林産試験場月報，（255）5～9（1974）
- 7) 堀内三郎：建築防火，朝倉書店，30（1972）
- 8) 吉村貢・堀井英範：木材学会誌，26（7），476～481（1980）

- 材産化学部 木材保存科 -  
 - \*木材部 改良木材科 -  
 （原稿受理 昭59.1.19）