

6 木材不燃化等高機能化技術の開発（第3報） 温冷浴法による長尺木材への難燃剤注入

宗綱洋人, 松下修司, 花ヶ崎裕洋*, 石井利典*

Technology development of unburnable wood (3rd report)

Injection of flame retardant to long woody materials by hot-cold bath method

MUNETSUNA Hiroto, MATSUSHITA Shuji, HANAGASAKI Hiromi* and ISHII Toshinori*

For prevention of the global warming and formation of the recycling society, familiarizing of wooden housings used for long period in excellent condition is advanced. In such social situation, highly-functional wood building materials, such as unburnable wood, are demanded. So far, it was confirmed that green lumber specimens that were injected fire retardant by hot-cold bath method showed flame retardation efficiently. In this study, we confirmed uniformity of flame retardant in the long wood materials for practical use of this method. Though there was some variability, flame retardant was injected into the central part of long wood materials (2000×100×18 mm, 3000×100×18 mm). From the result of cone-calorie meter test, the amount of injected flame retardant was enough to show flame retardation as a quasi-unburnable material, which produce heat of less than 8 MJ in cone-calorie meter test of 10 min.

キーワード：難燃剤, 温冷浴注入, 長尺木材

1 緒 言

「長期優良住宅の普及の促進に関する法律」が平成21年度に施行され、建築基準法の基準を満たす不燃木材の開発が求められている。しかし、現在の不燃木材は高価で品質の安定性に課題があるため普及が進んでいない。本研究は、安価（無処理木材の1.5倍以内）で性能に優れた（不燃・防腐・耐候）不燃木材の生産技術開発を目的に、主として難燃剤の木材注入に関する研究を進めてきた。木材に薬剤を注入する方法としては、加圧注入法¹⁾、インサイジング法²⁾、温冷浴法³⁾などが知られている。本研究では昨年度までに林業技術センターの研究で、乾燥処理をしていない木材である生材に温冷浴法によって難燃剤（リン酸アンモニウム）を注入することで、効果的に木材に難燃性を付与することができるとの結果が得られた。しかし、林業技術センターにおける実験は、100×100×18 mmの小型試験片を用いたものであり、実際に商品として扱われることの多い長尺木材ではない。そして、長尺木材では長さ方向で難燃剤の注入ムラが生じ、木材全体で均一な難燃性能を発揮できないことも考えられる。そこで、当センターでは長尺木材（生材）へ温冷浴法により難燃剤注入を行い、長尺木材試料の端

部・中心部など部位毎の難燃剤の注入量のばらつきや、難燃性能への影響などについて調査した。

2 実験方法

2.1 材料及び試薬

長尺木材試料には、2000×100×18 mm及び3000×100×18 mmのスギ辺材の生材を用いた。難燃剤にはより安価で実用的な難燃剤として、リン酸系肥料（リン酸アンモニウム）を使用し、この30 wt%溶液を温冷浴法により木材に注入した。

2.2 温冷浴注入操作条件の検討

温冷浴法による難燃剤の注入操作条件を検討した。2m長尺木材試料（2000×100×18 mm）を浴槽（写真1：ステンレス製、3200(L)×250(W)×250(D) mm、電気ヒーターにより温調）に浸し、表1の各条件で処理し、処理木材の難燃剤含有量を調査した。ここで本来であれば、難燃剤含有量は、長尺木材試料の難燃剤注入処理前後の乾燥重量の差となる。しかし、本研究では生材へ難燃剤溶液注入を施すため、注入前の乾燥重量を求めることができない。そこで、本研究では次の方法で処理木材の難燃剤含有量を評価した。まず、注入前の各長尺木材試料の両端を25 mmずつ切断し、これらの密度（乾燥木材重量ベース）の平均値を各長尺木材試料の平均密度（ B ）と

*広島県立総合技術研究所林業技術センター

*Hiroshima Prefectural Technology Research Institute
Forestry Research Center



写真1 温冷浴槽

表1 温冷浴注入処理条件

| 実験No. | 実験操作 | 試料数(n) |
|-------|---|--------|
| 1 | 100°C6h→浴外放冷 | 2 |
| 2 | 100°C6h→浴中放冷(16h) | 3 |
| 3 | 100°C6h→浴中放冷(16h)→ 100°C6h→浴外放冷 | 2 |
| 4 | 100°C6h→浴中放冷(16h)→ 100°C6h→浴中放冷(16h) | 2 |

した。次に、難燃剤を溶液注入した長尺木材試料を長さ100 mmの切片19枚に切断し、続いて100 °C48時間で完全乾燥することで難燃剤注入後の各切片の乾燥重量 (A_i) をもとめ、式(1)により各切片の難燃剤含有量を求めた。これにより、長尺木材試料の長さ方向への難燃剤含有量のばらつきを確認した。各2 m長尺木材試料を切断し得られた切片には、片端から1~19の番号を付けた。

$$M_i = (A_i - B \times V_i) / V_i \quad \text{式(1)}$$

M_i : 切片*i*番の難燃剤含有量 (kg/m³)

A_i : 切片*i*番の難燃剤注入後の乾燥重量 (kg)

B : 難燃剤注入前の長尺木材試料の平均密度 (kg/m³)

V_i : 切片*i*番の体積 (m³)

i : 1~19

2.3 難燃剤含有量のばらつき評価

2.2の注入条件の検討より、注入効率の良かった実験No.2 (100°C6h→浴中放冷16h)に処理条件を設定し、3 m長尺木材試料 (3000×100×18 mm)を用いて (n=7)、試料間及び同一試料内の難燃剤含有量のばらつきを調査した。なお、難燃剤溶液は2.2と同様、30 wt%リン酸アンモニウム溶液とし、難燃剤含有量の求め方も2.2と同様、3 m長尺木材試料から切断した29切片より求めた。

また、難燃剤溶液 (30 wt%リン酸アンモニウム溶液)の注入量と生材の持つ含水率の関係を調べるため、式(2)により難燃剤溶液注入量を求め、式(3)により3m長尺木材試料の含水率を求めた。

$$M_s = M_a - M_b \quad \text{式(2)}$$

M_s : 難燃剤溶液注入量 (kg)

M_a : 難燃剤溶液注入後の3 m長尺試料重量 (kg)

M_b : 難燃剤溶液注入前の3 m長尺試料重量 (kg)

$$W = (M_b - B \times VI) / (B \times VI) \quad \text{式(3)}$$

W : 含水率 (乾燥木材重量ベース) (-)

B : 難燃剤注入前の長尺木材試料の平均密度 (kg/m³)

VI : 長尺試料の体積 (m³)

M_b : 難燃剤溶液注入前の3m長尺試料重量 (kg)

2.4 コーンカロリー試験による燃焼性評価

2.2の実験No.2の条件で処理された2m長尺木材試料 (n=3)から得られた切片について、コーンカロリー計による燃焼性試験を実施した。4, 8, 12, 16番の一定間隔で切片を選び、2m長尺木材試料の長さ方向の燃焼性を調査した。

2.5 モリブデンブルー発色法による木材中心部への薬剤浸透の確認

リン酸イオンとモリブデン酸アンモニウムが反応して生成するヘテロポリ化合物を塩化スズ (II) で還元するとモリブデンブルーが生成し青く発色する。JIS K 0102⁴⁾に定められたモリブデン酸アンモニウム溶液 (A) と塩化スズ (II) 溶液 (B) を作成し、難燃剤注入後に得られた切片断面にこれらの溶液を霧吹きで、A, Bの順に吹きかけ、発色の様子から木材内部への難燃剤の浸透の程度を観察した。

3 結果と考察

3.1 温冷浴注入操作条件の検討

図1に温冷浴注入操作条件と各2 m長尺木材試料切片の難燃剤含有量の関係を示す。どの操作条件においても木口のある試料両端付近に難燃剤が多く含有されている傾向があるが、試料の中央付近においても試料によっては端部分と同程度の難燃剤が含有されていることも分かった。注入方法としては、実験No.2による注入操作が最も簡便であり、他の注入条件に比べ比較的良好に難燃剤を

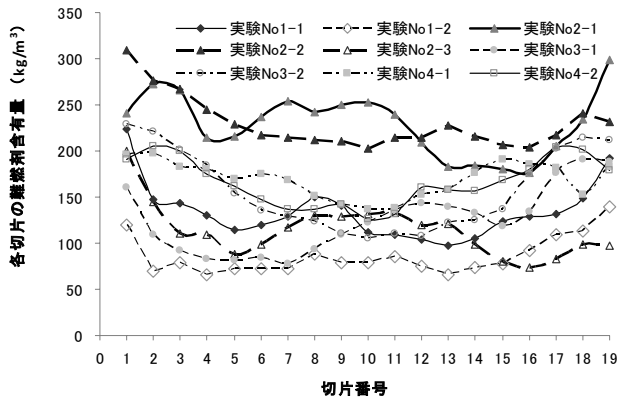


図1 各2 m長尺木材試料切片の難燃剤含有量

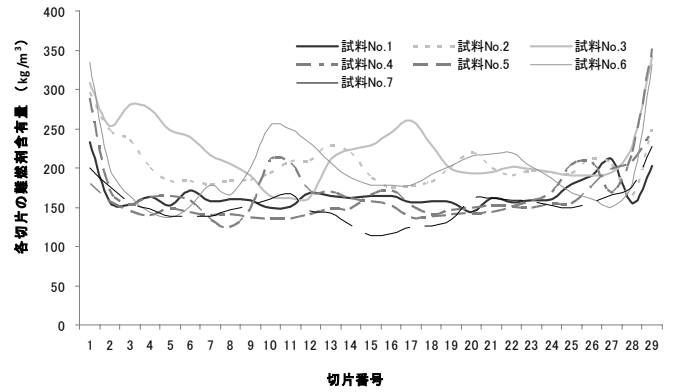


図2 各3 m長尺木材試料切片の難燃剤含有量

注入できると判断された。

3.2 温冷浴注入による難燃剤注入量のばらつき

図2に各3 m長尺木材試料切片の難燃剤含有量を示す。難燃剤の含有量にばらつきはあるものの、値はほぼ150 kg/m³以上であることを確認した。この値は、3.3で示すように準不燃性を得るには十分な量であると考えられる。難燃剤含有量のばらつきには、木材の持つ密度や含水率が影響していると考えられる。図3に3 m長尺木材試料への難燃剤溶液注入量と含水率の関係を示す。これによると、含水率が高い試料では、難燃剤溶液注入量が減少していることが分かる。しかし表2に示すように、各3 m長尺木材試料の間で確認された各切片の難燃剤平均含有量の変動係数(=標準偏差/平均)は、難燃剤溶液注入量の場合の1/3程度で、相対的にばらつきが小さく、含水率の影響を受けにくいことが示唆された。谷内ら³⁾は、温冷浴法では、温浴、冷浴法に比較して難燃剤の含有量に及ぼす含水率の影響は小さいと報告している。その要因として、煮沸時に木材内の空気が膨張し、続いて冷却時に膨張した空気及び水蒸気が収縮して木材内部に負圧が生じるため注入が促進されること、更に、木材内部で難燃剤濃度が低い部位へ難燃剤が拡散することを挙げている。このことから、本研究で用いた一般的に含水率の高い生材への温冷浴注入では、温冷効果による木材内部の空隙への難燃剤溶液の浸入と、木材内部に存在する自由水への難燃剤の拡散が、効率的な難燃剤の注入に効果を示しているものと考えられる。

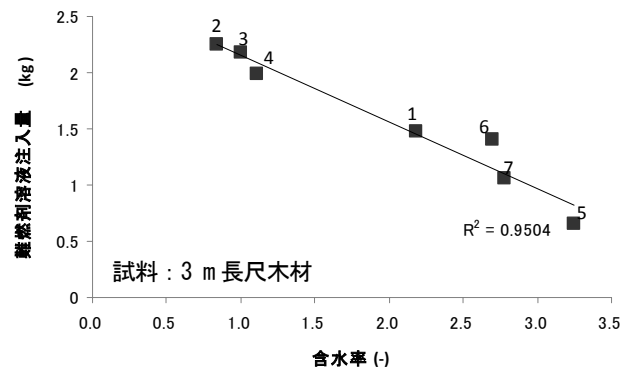


図3 難燃剤溶液注入量と含水率の関係

表2 各切片の難燃剤平均含有量と含水率、難燃剤溶液注入量の比較

| | 含水率 [-] | 各切片の難燃剤平均含有量 [kg/m ³] | 難燃剤溶液注入量 [kg] |
|----------|------------|--------------------------------------|------------------|
| 試料 No. 1 | 2.19 | 166.2 | 1.48 |
| 試料 No. 2 | 0.84 | 203.5 | 2.25 |
| 試料 No. 3 | 1.00 | 222 | 2.17 |
| 試料 No. 4 | 1.11 | 157.1 | 1.99 |
| 試料 No. 5 | 3.25 | 174.7 | 0.66 |
| 試料 No. 6 | 2.69 | 198.7 | 1.41 |
| 試料 No. 7 | 2.78 | 152.2 | 1.06 |
| 標準偏差 | | 26.3 | 0.59 |
| 平均 | | 182.1 | 1.57 |
| 変動係数 | | 0.14 | 0.38 |

て、10 分間の総発熱量が 8 MJ 以下であれば準不燃木材、20 分間の総発熱量が 8 MJ 以下であれば不燃木材と認められる。結果から、試験をした全ての切片において、準不燃の基準を達成していることが確認できた。難燃剤含有量は最も少ないもので、74.0 kg/m³ で準不燃を達成するとの結果を得た。

3.3 コーンカロリー試験による燃焼性評価

表3に2.2の実験No.2の条件で処理された2 m長尺木材試料 (n=3) から得られた切片のコーンカロリー計による燃焼性試験の結果を示す。コーンカロリー試験によつ

表3 コーンカロリー試験結果

| | | 切片4 | 切片8 | 切片12 | 切片16 |
|-------------|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|
| 実験 No2-1 | 難燃剤含有量 [kg/m ³] | 214.5 | 242.6 | 209.6 | 175.9 |
| | 総発熱量 10分 [MJ] | 7.9 | 6.3 | 6.7 | 6.2 |
| | 総発熱量 20分 [MJ] | 18.5 | 15.1 | 16.0 | 16.0 |
| 実験 No2-2 | 難燃剤含有量 [kg/m ³] | 245.0 | 212.1 | 214.9 | 203.5 |
| | 総発熱量 10分 [MJ] | 4.8 | 2.1 | 3.8 | 3.2 |
| | 総発熱量 20分 [MJ] | 12.5 | 7.5 | 9.2 | 7.4 |
| 実験 No2-3 | 難燃剤含有量 [kg/m ³] | 109.5 | 129.7 | 119.8 | 74.0 |
| | 総発熱量 10分 [MJ] | 5.0 | 2.9 | 2.9 | 4.6 |
| | 総発熱量 20分 [MJ] | 13.2 | 9.5 | 9.5 | 16.0 |



写真2 モリブデンブルーによる切断面の発色の様子
難燃剤注入長尺切片と未処理木材（右端）

福田ら⁵⁾は、難燃剤含有量とコーンカロリー試験による発熱量の関係を調査し、リン酸系難燃剤を穿孔加工したスギ試験片(100×100×20 mm)に 100 kg/m³程度注入することで準不燃程度の発熱量となることを報告している。今後詳細な検討が必要であるが、本研究では、準不燃木材を得るために必要な難燃剤含有量に関する目安を得た。

3.4 モリブデンブルー発色法による木材中心部への薬剤浸透の確認

写真2にみられるように、モリブデン酸アンモニウムとリン酸との反応により難燃剤を含有した木材断面は、木材表層部から中心部にかけて発色し、リン酸アンモニウムが木材の内部にまで浸透していることが確認できた。この方法を用いることで、例えば、ホールソーで長尺材の一部をくり抜いて、その部分の発色検査することで、品質管理も容易に行えると考えられる。

4 結 言

本研究では、長尺木材試料（生材）への温冷浴法による難燃剤（リン酸アンモニウム）の注入に関して、注入条件や難燃剤含有量のばらつきなどを調査し以下の知見を得た。

- 1) 本研究で試みた注入条件では、100℃6h→浴中放冷16hの処理条件の注入効率が良好であった。長尺木材試料を切断して得られた各切片の難燃剤含有量は、木口のある両端付近が多くなる傾向にあったが、長尺木材試料の中央部でも両端付近と同程度の難燃剤含有量が確認できた。
- 2) 3 m 長尺木材試料を切断した各切片部位（100×100×18 mm）は、約 150 kg/m³以上の難燃剤を含有していることが確認できた。この難燃剤含有量は、準不燃木材とするには、十分な量と考えられる。
- 3) 生材への温冷浴法による難燃剤注入後の木材の難燃剤含有量は、生材の含水率に大きく影響されないことが示唆された。
- 4) 2 m 長尺木材試料切片のコーンカロリー試験において、準不燃の基準を満たすことができた。この時、難燃剤注入量が最も少ない切片は、74.0 kg/m³であった。
- 5) モリブデンブルー発色法により、木材内部までリン酸アンモニウムが注入されていることが確認された。

文 献

- 1) 浅田他；愛知県産業技術研究所報告，7(2008)，56
- 2) 布野他；北海道立林産試験場月報，378(1983)，12
- 3) 谷内他；岩手県林業技術センター研究報告，8(1999)，1
- 4) モリブデン青[塩化スズ（Ⅱ）還元]吸光光度法，工場排水試験法（JIS K 0102）（1998）
- 5) 福田ら；愛知県産業技術研究所報告，9(2010)，18