

5. 難燃処理単板を接着するための接着条件ならびに接着剤の

検討

5.1 経緯・目的

難燃処理された単板は通常の単板とは異なり、注入される薬剤や薬剤の処理条件によっては接着性能が低下する場合がある。今回、難燃薬剤としてリン酸ホウ酸系薬剤にて処理された単板を使用して、各種接着条件が接着性能に及ぼす影響について検証を行った。

5.2 試験内容

5.2.1 難燃薬剤と接着剤の相溶性確認

難燃薬剤と針葉樹 LVL の製造に使用されるフェノール樹脂系接着剤の相性を確認するため、2種類のフェノール樹脂に対して難燃薬剤を一定量添加混合し、薬剤とフェノール樹脂の混合液を作成して、その様子を目視にて確認した。

5.2.1.1 試験条件

接着剤 : ①LVL用接着剤 (フェノール樹脂系接着剤)
②ディアノール D-17S (フェノール樹脂系接着剤)

難燃薬剤 : リン酸ホウ酸系薬剤

上記、各接着剤 10g を試験管に採取し、難燃薬剤を 1g または 0.1g 添加混合し、目視にてその状況を確認した。

5.2.1.2 試験結果

各接着剤に難燃薬剤を添加混合してその状況を目視にて確認した結果、接着剤 10g に対し薬剤 0.1g を添加した場合、どちらの接着剤も薬剤で接着剤が変質し粒状物質が生じて完全に混合することはできなかったが、主剤の流動性は保たれていた。しかし接着剤 10g に対して 1g を添加した際には、両方とも更に変質が顕著になり、D-17S はある程度の流動性を保っていたが、LVL 用接着剤はゲル化して流動性が無くなる結果となった (写真 5.2.1.2-1 参照)。この結果から、リン酸ホウ酸系薬剤に対しては D-17S の方が相溶性が良く、接着に際してより安定した性能が得られる可能性が示唆された。

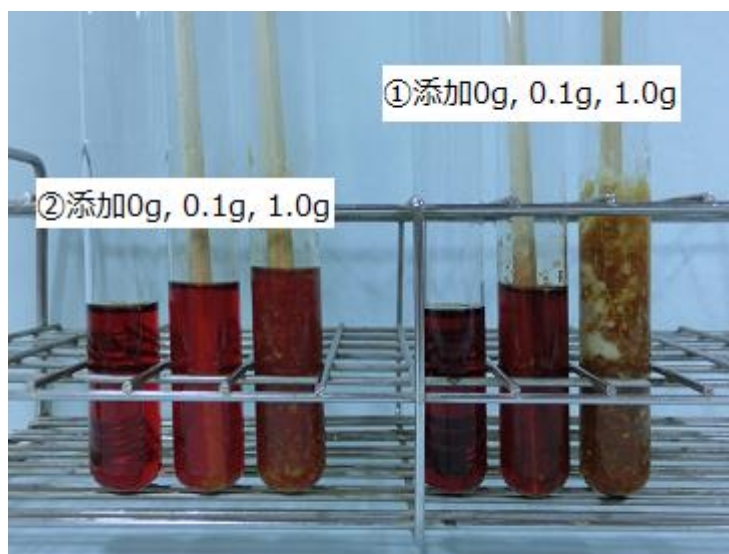


写真 5.2.1.2-1 接着剤へ薬剤を添加混合した様子
(右：①LVL用接着剤、左：②D-17S)

5.2.2 単板の含水率および薬剤吸収量の影響について

薬剤を単板に処理することにより、薬剤そのものが接着に影響を及ぼす場合と、乾燥の程度によって単板の含水率が高くなって接着に影響を及ぼす場合が考えられる。そこで、単板の薬剤吸収量と単板含水率について検証を行った。尚、単板への薬剤注入および乾燥（含水率調整）は越井木材工業株式会社にて行われた。

5.2.2.1 試験条件

試験材 : 難燃剤処理スギ単板 (3.8mm×300mm×300mm×9ply)

薬剤吸収量 : A1 : 270kg/m³、 A2 : 360kg/m³

含水率 : B1 : 20%、 B2 : 10%

接着剤 : D1 : LVL用接着剤、 D2 : ディアノール D-17S

塗布量 : 250g/m²

堆積時間 : 2分以内

熱圧温度 : 140℃

熱圧圧力 : C1 : 0.4MPa、 C2 : 0.8MPa

熱圧時間 : E1 : 2分、 E2 : 4分、 E3 : 6分

(1プレスあたりの時間、9plyの場合は×5プレスとなる)

上記 A1～E3 の番号は「表 5.2.2.1-1 実験に取り上げる因子と水準」参照。
この因子と水準により、主効果および技術的に存在すると予想される交互作用の

解析を行う。なお、実験および解析を効率的に行うため、直交配列表 $L_{16}(2^{15})$ による実験を実施した。また、2水準因子と3水準因子が混在するため擬水準法を用いた。なお、直交配列表への割付けは、因子A：第15列、因子B：第4列、因子C：第13列、因子D：第8列、因子E：第1列・第2列・第3列である。これにより、各実験における水準組合せを示すと「表 5.2.2.1-2 実験計画」になる。

表 5.2.2.1-1 実験に取り上げる因子と水準

記号	因子	第1水準	第2水準	第3水準	単位
A	薬剤吸収量	250	350	---	kg/m ³
B	単板含水率	20	10	---	%
C	圧縮圧力	0.4	0.8	---	MPa
D	接着剤種類	LVL用接着剤	D-17S	---	---
E	熱圧時間	2	4	6	分

解析したい交互作用：A x D, D x E, B x D

表 5.2.2.1-2 実験計画

実験No.	A	B	C	D	E
1	A1	B1	C1	D1	E1
2	A2	B1	C2	D2	E1
3	A2	B2	C2	D1	E1
4	A1	B2	C1	D2	E1
5	A2	B1	C1	D1	E2
6	A1	B1	C2	D2	E2
7	A1	B2	C2	D1	E2
8	A2	B2	C1	D2	E2
9	A2	B1	C2	D1	E2
10	A1	B1	C1	D2	E2
11	A1	B2	C1	D1	E2
12	A2	B2	C2	D2	E2
13	A1	B1	C2	D1	E3
14	A2	B1	C1	D2	E3
15	A2	B2	C1	D1	E3
16	A1	B2	C2	D2	E3

5.2.2.2 接着性能評価方法

接着性能は、単板積層材の日本農林規格に記載の温水浸せき剥離試験により評価した。

○温水浸せき剥離試験

試験片作成方法：各試料より、1辺が75mmの正方形のものを作成。

試験方法：試験片を70±3℃の温水中に2時間浸せきした後、60±3℃の恒温乾燥器にて100～110%の範囲となるように乾燥。
その後、試験片の4側面における剥離の長さを測定し、同一接着層における剥離の長さの合計を算出する。

評価基準：試験片の同一接着層における剥離した部分の長さが、それぞれの側面において3分の1以下であること。

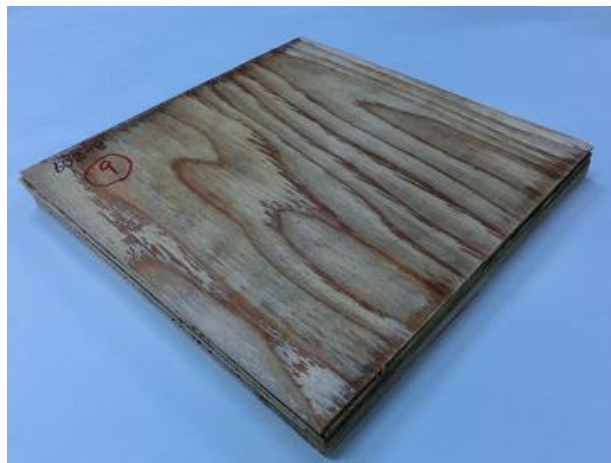


写真 5.2.2.2-1 作成した LVL (300mm×300mm)



写真 5.2.2.2-2 浸せき剥離試験片 (75mm×75mm)

5.2.2.3 試験結果

表 5.2.2.3-1 作業条件および温水浸せき剥離試験結果

実験No.	含水率(B)	接着剤(D)	薬剤(A)	圧力(C)	時間(E)	パンク	最大剥離長さ(mm)	合否	温水浸漬剥離率	
1	20% 前後	LVL用接着剤	270 kg/m ³	0.4MPa	2分	有	75	不合格	35.1%	
13				0.8MPa	6分	有	75	不合格	57.6%	
10		D-17S		0.4MPa	4分	有	75	不合格	51.9%	
6				0.8MPa	4分	有	75	不合格	50.4%	
5		LVL用接着剤	360 kg/m ³	0.4MPa	4分	有	75	不合格	27.2%	
9				0.8MPa	4分	有	75	不合格	64.0%	
14		D-17S		0.4MPa	6分	無	64	不合格	2.7%	
2				0.8MPa	2分	有	75	不合格	79.0%	
11		10% 以下	LVL用接着剤	270 kg/m ³	0.4MPa	4分	有	75	不合格	14.0%
7					0.8MPa	4分	無	75	不合格	4.8%
4	D-17S		0.4MPa		2分	有	75	不合格	27.9%	
16			0.8MPa		6分	無	0	合格	0.0%	
15	LVL用接着剤		360 kg/m ³	0.4MPa	6分	無	0	合格	0.0%	
3				0.8MPa	2分	無	0	合格	0.0%	
8	D-17S			0.4MPa	4分	無	0	合格	0.0%	
12				0.8MPa	4分	無	0	合格	0.0%	

剥離率：全剥離長さ/全接着層長さ（75mm×4面×7接着層=2100mm）

表 5.2.2.3-1 に示したとおり、含水率 20%の薬剤処理単板を使用した際は、ほとんどの条件において熱圧プレス後にパンクしてしまい、正常な LVL の作成が出来なかった。一方、含水率 10%以下の単板では、LVL 作成が可能且つ温水浸せき剥離試験においても、合格値を得られる接着条件があることがわかった。

5.2.2.4 試験結果の分析

今回実験に取り上げた各因子と水準について、前項 5.2.2.3 の試験結果をもとに分析を行った。温水浸せき剥離試験データは百分率であり、線型性に注意が必要だが、剥離率をもとに分析を行った。

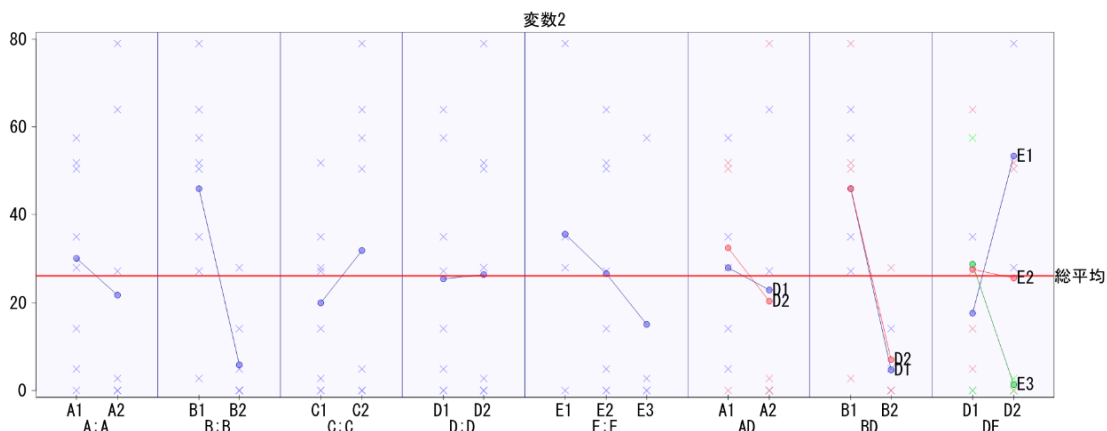


図 5.2.2.4-1 要因効果図

図 5.2.2.4-1 の分析結果を、以下のとおりまとめる。

- ・主効果 B（含水率）の効果が大きそうであり、B2 水準（10%以下）の方がよい。
- ・主効果 E（圧縮時間）の効果が大きそうであり、E3 水準（6分）がよい。
- ・交互作用 D x E（接着剤 x 圧縮時間）の効果が大きそうであり、D2E3（D-17S, 6分）がよい。

表 5.2.2.4-1 分散分析表（プーリング前）

要因		平方和	自由度	平均平方	F0	
薬剤吸収量	A	295.84	1	295.84	1.75	
含水率	B	6448.09	1	6448.09	38.17	**
圧縮圧力	C	588.06	1	588.06	3.48	
接着剤の種類	D	5.29	1	5.29	0.03	
熱圧時間	E	840.61	2	420.31	2.49	
	A x D	49.70	1	49.70	0.29	
	B x D	5.06	1	5.06	0.03	
	D x E	2044.43	2	1022.22	6.05	*
誤差		844.71	5	168.94		
合計		11121.80	15			

* 5%有意, ** 1%有意 : 効果（影響力）があるということ。

自由度 1 の場合 : $F(1, 5 : 0.05) = 6.61$, $F(1, 5 : 0.01) = 16.26$

自由度 2 の場合 : $F(2, 5 : 0.05) = 5.79$, $F(2, 5 : 0.01) = 13.27$

表 5.2.2.4-2 プーリング後の分散分析表

要因		平方和	自由度	平均平方	F0	
含水率	B	6448.09	1	6448.09	43.156	**
圧縮圧力	C	588.0625	1	588.06	3.9358	
接着剤の種類	D	5.29	1	5.29	0.0354	
熱圧時間	E	840.61125	2	420.31	2.813	
	D x E	2044.43375	2	1022.22	6.8415	*
誤差		1195.31	8	149.41		
合計		11121.80	15			

自由度 1 の場合 : $F(1, 8 : 0.05) = 5.32$, $F(1, 8 : 0.01) = 11.26$

自由度 2 の場合 : $F(2, 8 : 0.05) = 4.46$, $F(2, 8 : 0.01) = 8.65$

5.2.2.5 まとめ

以上の試験結果から得られた分析結果を、以下にまとめる。

- ・含水率は 10%以下であるべきである。
- ・接着剤は D-17S、熱圧時間は 6分がよい。これを外すと剥離率は高くなる可能性が大きい。
- ・圧縮圧力は、0.4MPaの方が望ましい。これは物理的に反するかもしれないので、メカニズム面からの考察が必要である。

- ・薬剤吸収量は 270 kg/m³ でも 360 kg/m³ でも剥離率はほぼ変わらない（この範囲内で影響がない可能性が高い）。これもメカニズム面から妥当かどうか考察が必要かもしれない。
- ・誤差が大きいのは、取り上げていない交互作用が交絡しているからかもしれない。特に、有意とならなかった薬剤吸収量（主効果 A）や圧縮圧力（主効果 C）に関連する交互作用を分析する必要があるかもしれない。

5.2.3 ロールジェットドライヤで乾燥させた難燃薬剤処理単板の接着性能評価

薬剤処理単板による LVL 製造の効率化を図るため、LVL 製造メーカーである株式会社オロチのロールジェットドライヤを利用して、薬剤処理した単板を乾燥させる検討が行われた。このようにして前項 5.2.2 とは異なる乾燥条件により調整した 2 種類の難燃薬剤処理単板について、5.2.2 の試験結果をもとに LVL 作成および接着性能評価を行った。

5.2.3.1 試験条件

試験材	: 難燃剤処理スギ単板 (3.8mm×300mm×300mm×8ply)
乾燥方法	: 150、160℃ (ロールジェットドライヤ使用)
薬剤吸収量	: 325kg/m ³
含水率	: 5%以下 (全乾法にて測定)
接着剤	: LVL 用接着剤、ディアノール D-17S
塗布量	: 250g/m ²
堆積時間	: 2 分以内
熱圧温度	: 130、140、150℃
熱圧圧力	: 0.8MPa
熱圧時間	: 4 分

(1 プレスあたりの時間、8ply の場合は×4 プレスとなる)

今回は、2 種類の乾燥条件（温度）の違う単板を使用したことに加え、前項 5.2.2 では検討しなかった熱圧温度についても検討するため、結果が良くなかった LVL 用接着剤を使用して、熱圧温度 130、140、150℃の 3 条件で LVL 作成を行った。

尚、前項 5.2.2 の分析によると、圧縮圧力も 0.4MPa の方が良い可能性が示唆されたが、これは単板含水率が 20%の場合に有効である可能性があることと、実際に現場サイズで製造する際には、圧力が低いと被着材（単板）同士の密着性が下がり、接着強度の低下を招く恐れがあるため、今回の試験では 0.8MPa に統一した。

5.2.3.2 試験結果

表 5.2.3.2-1 作業条件および温水浸せき剥離試験結果

単板 乾燥温度	単板 含水率 (全乾法)	接着剤	熱圧温度	プレス 直後 剥離	最大剥離 長さ(mm)	剥離 試験 合否	温水浸せき 剥離率
150℃	5%以下	LVL用 接着剤	130℃	無	75	不合格	10.5%
			140℃	無	66	不合格	3.4%
			150℃	無	75	不合格	7.5%
160℃	4%前後		130℃	無	75	不合格	14.7%
			140℃	有	75	不合格	25.4%
			150℃	有	75	不合格	20.3%
150℃	5%以下	D-17S	140℃	無	75	不合格	5.9%
160℃	4%前後		140℃	無	75	不合格	5.5%

剥離率：全剥離長さ/全接着層長さ（75mm×4面×7接着層＝2100mm）

表 5.2.3.2-1 に示したとおり、前項 5.2.2 の試験結果では良好であった単板含水率 10%以下で接着剤に D-17S を使用した条件においても、今回の単板を使用すると温水浸せき剥離試験で合格基準を満たすことができなかった。

5.2.3.3 まとめ

試験結果まとめを以下に示す。

- ・ ロールジェットドライヤを使用して乾燥した単板にて作成した LVL では、10%以下の単板含水率であっても、温水浸せき剥離で合格値を得られなかった。
- ・ 単板乾燥温度の違いについては、LVL 用接着剤を使用した場合は 150℃のほうがやや剥離率が少なく接着性能が安定していた。D-17S の場合はあまり差が認められなかった。
- ・ 熱圧温度条件の違いについては、結果がばらついており明確な傾向が得られなかった。

以上より、今回の接着条件で温水浸せき剥離試験で合格値が得られなかった原因の一つとしては、単板の乾燥方法の違いが考えられた。今回の試験では接着作業中においても、単板への接着剤塗布工程において、薬剤と接着剤が混ざり合っでゲル化が生じ、塗布ローラーにまとわり付く現象も見られた。

但し、その中でも単板乾燥温度は 150℃であるほうが作業性および剥離率が良い傾向があった。また、接着剤としては単板乾燥温度 160℃でも比較的剥離率の低かった D-17S の方が、接着性能が安定する可能性が高いと考えられた。

5.2.4 熱圧温度の再検証とレゾルシノール樹脂の接着性能評価

更に接着性能を安定化させる条件を検討するため、前項で検討した熱圧温度について、より幅を広げた条件（下限 120℃、上限 160℃）にて LVL を作成し接着性能確認試験を行った。更に、接着剤をフェノール樹脂に替えてレゾルシノール樹脂を使用した場合についても検討を行った。

5.2.4.1 試験条件

試験材 : 難燃剤処理スギ単板 (3.8mm×300mm×300mm×8ply)

乾燥方法 : 160℃ (ロールジェットドライヤ使用)

薬剤吸収量 : 325kg/m³

含水率 : 6%前後 (全乾法にて測定)

接着剤 : ディアノール D-17S (フェノール樹脂)
ディアノール D-98 (レゾルシノール樹脂)

塗布量 : 250g/m²

堆積時間 : 2分以内

熱圧温度 : 120、140、160℃

熱圧圧力 : 0.8MPa

熱圧時間 : 4分、6分

(1プレスあたりの時間、8plyの場合は×4プレスとなる)

前項 5.2.3 の試験において、熱圧条件 140℃×4分で不合格であったため、熱量不足による硬化不良を懸念して、熱圧時間は6分とした。

5.2.4.2 試験結果

表 5.2.4.2-1 作業条件および温水浸せき剥離試験結果

単板含水率	接着剤	熱圧温度	熱圧時間	プレス直後剥離	最大剥離長さ(mm)	剥離試験合否	剥離率
6%前後	D-17S	120℃	6分	有	75	不合格	19.7%
		140℃		無	58	不合格	1.8%
		160℃		無	75	不合格	9.0%
	D-98	120℃		無	0	合格	0.0%
		140℃		無	0	合格	0.0%
		160℃		無	0	合格	0.0%
	D-17S	140℃	4分	無	75	不合格	19.1%
	D-98			無	0	合格	0.0%

剥離率 : 全剥離長さ/全接着層長さ (75mm×4面×7接着層=2100mm)

表 5.2.4.2-1 に示したとおり、D-17S で作成した LVL は、熱圧温度条件を 120℃ に下げても、160℃ に上げてても接着性能向上傾向は認められなかった。140℃ より 120℃ の方で剥離率が高い原因としては、120℃ 条件の場合には熱圧プレス直後にすでに接着層に剥離が見られたことから、熱量不足による硬化不良の可能性が考えられた。160℃ の場合は熱量を増やしているにも係らず剥離率が高くなっており、温度を高くした場合には、他の要因が接着性能に影響を与えていると考えられた。

一方、レゾルシノール樹脂である D-98 を使用した場合には、どの熱圧温度条件および熱圧時間でも剥離率 0% となり、良好な接着性能が得られた。

接着性能に影響を及ぼす要因と考えられる現象として、熱圧プレス中に木口面から難燃薬剤由来と思われる液体が、白い泡状となって噴出す様子が見られ、熱圧温度が高いほど多く発生する傾向がみられた（写真 5.2.4.2-1～5.2.4.2-3 参照）。このことから、熱圧温度が高い場合には、単板中の液状物質が蒸気となりやすくなり、その蒸気または蒸気圧が接着面の密着を阻害する可能性が考えられた。尚、D-98 で作成した LVL の場合には、この木口からの噴出し量がどの温度でもあまり変化なく、比較的少ない傾向があった（原因は不明）。



写真 5.2.4.2-1 熱圧中の木口の様子（左：D-17S、右：D-98、熱圧温度 120℃）



写真 5.2.4.2-2 熱圧中の木口の様子（左：D-17S、右：D-98、熱圧温度 140℃）



写真 5.2.4.2-3 熱圧中の木口の様子（左：D-17S、右：D-98、熱圧温度 160℃）

5.2.4.3 まとめ

試験結果まとめを以下に示す。

- ・ D-17S で作成した LVL は、熱圧温度を 120°C に下げても 160°C に上げても、接着性能が向上することはなかった。
- ・ 接着剤としてレゾルシノール樹脂である D-98 を使用すると接着性能が向上し、どの熱圧温度でも温水浸せき剥離試験で剥離 0% の性能が得られた。
- ・ D-98 では熱圧温度 140°C で熱圧時間 4 分でも良好な接着性能が得られた。
- ・ D-17S の場合には、熱圧中に木口から白い泡状物質が噴出す現象が見られ、温度が高いほど噴出す量が多くなった。D-98 では、噴出しは比較的少なく、温度による噴出す量の変化もほとんどなかった。

以上の結果から、今後同様の処理が施された難燃処理単板を使用する場合には、フェノール樹脂 D-17S よりもレゾルシノール樹脂 D-98 を使用した方が、良好な接着性能が得られる可能性が高いと考えられる。

5.3 考察

難燃処理された単板に対し、単板の処理条件やその他接着条件ならびに接着剤について検討を行った結果についてまとめる。

- ・ 単板の処理条件による接着性能への影響は大きく、単板の含水率は 10% 以下が望ましいが、同じ 10% 以下であっても乾燥方法が変わると接着へ及ぼす影響も変わる可能性が認められた。
- ・ 単板の薬剤吸収量および含水率を検討した試験において、圧縮圧力は低いほうが、また熱圧温度は長いほうが良い傾向が得られていたが、明確ではなく更に検証が必要である。
- ・ 接着剤は、フェノール樹脂としては LVL 用接着剤より D-17S の方が薬剤との相溶性も良く、より安定した接着性能が得られる傾向が認められたが、条件によっては、まだ温水浸せき剥離試験で合格する接着性能が得られていない。しかし、フェノール樹脂に変えて、レゾルシノール樹脂である D-98 を使用すると、温水浸せき剥離試験で剥離 0% の良好な接着性能が得られることがわかった。

以上のとおり、今回検証した難燃処理単板においては、フェノール樹脂で安定した接着性能を得るに至らず、接着剤の改良や単板処理条件の変更など、さらに検証が必要と思われる。一方、レゾルシノール樹脂 D-98 を使用すれば、非常に

良好な接着性能が得られることがわかり、安定した接着性能を有する LVL の製造が出来る可能性を見出した。更に、D-98 では熱圧温度 120℃×熱圧時間 6 分、または 140℃×4 分で剥離率 0% の良好な接着性能が得られており、さらに熱量を削減できる可能性もある。例えば熱圧時間を更に短縮できれば、生産性の向上が期待できる。その他の最適接着条件についても未検証のため、今後の課題である。

但し、レゾルシノール樹脂を使用する際の注意点として、レゾルシノール樹脂はフェノール樹脂と異なり、常温で硬化する性質があるため、糊液作成後は速やかに糊液を使い切ったり、糊液の冷却装置を導入したりするなど、製造ラインで固化してしまわないよう注意を払う必要がある。レゾルシノール樹脂は現状、主に集成材製造時に利用されているが、集成材製造ラインでは糊液循環は通常使用されておらず、自動混合機が導入され糊液配合後は速やかに接着剤が消費されるシステムとなっている。特に気温が高くなる夏場は、硬化時間が短くなるためにより注意が必要である。