

## パーティクルボードに関する研究 (V)

### パーティクルボードの熱圧に関する研究 (第2報)

#### 熱圧時間に関する諸条件

岩	下	睦 <sup>(1)</sup>
松	田	敏 誉 <sup>(2)</sup>
石	原	重 春 <sup>(3)</sup>

#### I 概 説

パーティクルボード製造における press cycle は生産量を左右する limiting factor である。したがって、生産能率をあげるためには press cycle の短縮をはかる必要がある。しかしながら、熱圧に必要な最小限の時間は、一定の水準の材質をうるための制約を受ける。この熱圧時間とボード材質については、従来若干の研究があるが<sup>(12)(24)</sup>、最適の熱圧時間はそれぞれの製造条件によつて決められるべきものである。これに対して、熱圧時間短縮の立場からかなり多くの研究がなされている。すなわち、小片水分または水分添加に対しては FAHRNI, F.<sup>6)</sup>, KOLLMANN, F.<sup>16)</sup>, KLAUDITZ, W.<sup>14)</sup>, EISNER, K.<sup>4)(5)</sup>, MIELS, G. & W. SCHEIBERT<sup>20)</sup>, 満久・浜田・佐々木<sup>19)</sup>, STRICKLER, H.S.<sup>25)</sup>, CEREZOVA, V.M.<sup>2)</sup>, CHANYSCHEV, M.I.<sup>8)</sup>, KEYLWERTH, R.<sup>11)</sup> らによつて実験的、理論的に解明されている。また熱圧温度に対しては、ANON<sup>1)</sup>, KLAUDITZ<sup>15)</sup> によつて、そのほか加熱方法<sup>17)</sup>、硬化剤<sup>23)</sup> などについて検討されている。しかしながら熱圧時間を短縮し、一定水準の材質をうるためには、水分、温度、硬化剤その他の相互の関連において考慮しなければならない。小片水分に対しては、主として、表面水分の増加による初期内部温度上昇の促進が考慮されているが、これのみでは小片マット水分はむしろ増加しており、全体の熱圧時間の短縮にはあまり効果がない。ここに当然、小片マット水分の絶対量に対する考慮がはいらねばならない。前報<sup>9)</sup>において著者は、小片水分とボード材質について論じたが、熱圧時間 20 min の場合、内層小片含水率 10 %において各種材質は良好な値が得られたのに対し、熱圧時間 10 min の場合、熱圧後の内層水分が比較的多く残るため、接着剤に硬化剤を使用しなかつたことにもよるが、材質の値が種々になつた。しかも傾向としては表層、内層とも小片含水率がむしろ低いところに材質の向上がみられた。したがつて、熱圧時間の短縮を考える場合は、小片マット水分の絶対量の低下をはからねばならない。すなわち、内層小片含水率をあまりさげることは材質低下の原因になるので、表層および内層の構成比を 1:2 あるいは 1:3 として表層小片含水率をある程度高くしても、マット全体の水分量を少なくする考慮が必要である。同時に短時間熱圧で一定水準の材質をうるためには、硬化剤と熱圧温度について考慮しなければならないことはもちろんである。

このような意味において、この研究は、初期内部温度上昇時間に及ぼす初期圧縮条件および小片水分の

(1) 木材部材質改良科材質改良研究室長・農学博士      (2) 林産化学部パルプ繊維板科繊維板研究室員  
(3) 木材部材質改良科材質改良研究室員

影響、熱圧時間を短縮するための硬化剤および温度条件について考察した。

なおこの研究は、林業試験場におけるパーティクルボード研究班の共同研究の一部として行なつたもので、種々有益なご指導を賜つた研究班の方々、なかんずく終始適切なご指導とご援助をいただいた木材部長小倉博士、前林産化学部長田窪博士、林産化学部長米沢博士、東京農工大学教授堀岡博士に対し、さらには論文の取りまとめにさいして多くの助言をいただいた京都大学教授中戸博士に対し、また実験の労を一部ともにした東京農工大学学生栗林正朗君に対し厚くお礼を申しあげる。

## II 内部温度上昇時間と初期圧縮条件および小片水分

### 1. 実験方法

#### (1) 試料の調製および成板条件

実験に供した樹種はアカマツ *Pinus densiflora* S. et Z. で、林業試験場に設置されたシェービング・マシンおよびクラッシャーによつて、 $0.2 \times 1 \sim 3 \times 20$  mm の表層用小片と  $0.5 \times 3 \sim 6 \times 40$  mm の内層用小片を作製した。小片含水率は接着剤塗付後において表層を 25%, 20%, 15%, 内層を 15%, 10%, 7% になるように調湿した。なお、調湿方法は前報<sup>9)</sup>に示したとおりである。

接着剤は尿素樹脂(イゲタライム UA-104)を用い、スプレー時の濃度は 55%, 小片の含脂率は表層 11% (全乾小片に対する樹脂固形分量)、内層 7% であり、硬化剤は使用しなかつた。ホーミングは内法  $25 \times 25$  cm の木枠中に表層、内層の全乾重量比が 1:1 になるように、手で散布することによつた。熱圧温度は  $140^{\circ}\text{C}$  で一定、圧縮圧は初期圧縮圧を  $35 \text{ kg/cm}^2$ ,  $25 \text{ kg/cm}^2$ ,  $15 \text{ kg/cm}^2$  とした。ボード厚さ 20 mm, ボード比重 0.65, 成板枚数は各条件 2 枚とした。

#### (2) 内部温度上昇時間の測定

銅コンスタンタン熱電対をホーミングの際小片マット内層中央部(厚さ方向および平面的に)にあらかじめ挿入し、内部温度を熱電型温度自動記録計で自記し、上の熱盤が小片マットに接触してから、 $100^{\circ}\text{C}$  付近の恒温状態に達するまでの時間を測定した。

### 2. 実験結果ならびに考察

熱圧時間を短縮するためには、小片マット中の接着剤の縮合促進を、できるだけ速やかにしなければなら

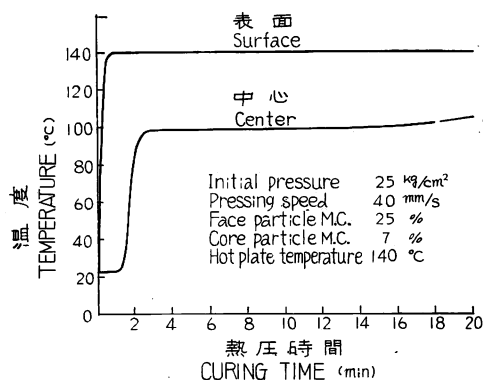


Fig. 1 熱圧中の小片マットの温度経過  
Temperature curves of particle mattress  
in hot pressing.

ない。そのために、接着剤に添加する硬化剤に対する考慮が必要であるが、熱圧初期において、マット内部温度を速やかに蒸発点付近まで上昇させることも重要である<sup>13)</sup>。この意味において、初期圧縮条件と小片水分条件について検討した。

小片マット熱圧における温度上昇経過は、Fig. 1 に示すように、まず表面の温度が熱圧直後に熱盤温度に達し、そのまま熱圧終了まで一定温度を保つが、内部温度は表面温度におくれて徐々に上昇しはじめ、表面温度が熱盤温度に達した後に急上昇する。そこで  $100^{\circ}\text{C}$  付近に

達した後、恒温状態となり、熱圧終期に水分減少とともにふたたび上昇曲線をたどる。しかし、この内部温度曲線は小片の含水率、ボード比重、小片形状などに左右され、一たん  $100^{\circ}\text{C}$  以上まで上がり、若干低下して恒温状態にはいる場合も報告されているが<sup>18)25)</sup>、この実験においては、このような現象はほとんど認められなかつた。初期圧縮圧およびプレスの加圧速度と、内部温度が  $100^{\circ}\text{C}$  に達するまでの時間との関係は、Fig. 2 に示すとおりである。

初期圧縮圧  $15\text{ kg/cm}^2$  においては、他の圧縮圧に比較して、小片マットの圧縮速度が極端に遅いため<sup>9)</sup>、内部温度上昇時間は長くかかっている。また、初期圧縮圧  $25\text{ kg/cm}^2$  と  $35\text{ kg/cm}^2$  ではほとんど差がなく、加圧速度を変えてもその影響は認められない。したがって、この程度のボード比重の場合、内部温度上昇時間を早めるための初期圧縮圧としては  $25\text{ kg/cm}^2$  で十分であると考えられる。

また、表層と内層の小片含水率を  $25\%:7\%$ 、 $20\%:10\%$ 、 $15\%:15\%$  に組み合わせて、初期圧縮圧を  $25\text{ kg/cm}^2$  と  $15\text{ kg/cm}^2$  にした場合に内部温度が  $100^{\circ}\text{C}$  付近に達するまでの時間は Fig. 3 に示すとおりで、初期圧縮圧にかかわらず表層と内層の含水率が  $25\%:7\%$  の組み合わせのときに最も早い。また初期圧縮圧  $15\text{ kg/cm}^2$  よりも  $25\text{ kg/cm}^2$  がいくぶん早くなっている。これは初期圧縮圧が大きいくほど、小片マットの圧縮速度が大きくなるため、熱盤との接触抵抗が小さくなり、したがって内部温度上昇も早くなると考えられる。この結果から、内部温度上昇に及ぼす小片含水率の影響は、初期圧縮圧に比べて大きいようである。そこで、初期圧縮圧  $25\text{ kg/cm}^2$  で表層の小片含水率を  $25\%$ 、 $20\%$ 、 $15\%$ 、内層のそれを  $7\%$ 、 $10\%$ 、 $15\%$  にそれぞれ単独に変化させた。その場合に、内部温度が  $100^{\circ}\text{C}$  付近に達するまでの時間

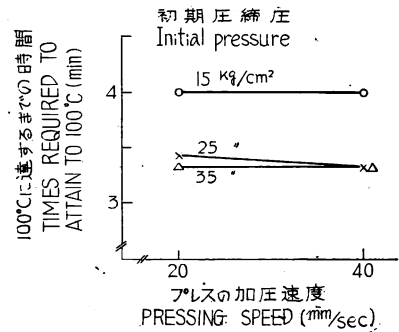


Fig. 2 小片マットの内部温度上昇時間と初期圧縮条件の関係  
The effects of initial pressure and pressing speed on initial temperature rising in inner layer.

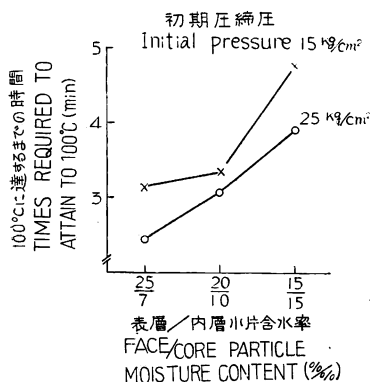


Fig. 3 小片マットの内部温度上昇時間と初期圧縮圧・小片含水率の関係  
The effects of initial pressure and particle moisture content on initial temperature rising.

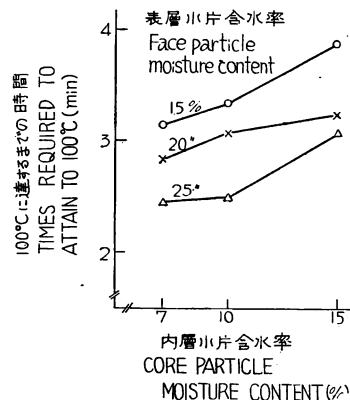


Fig. 4 小片マットの内部温度上昇時間と小片含水率の関係  
The effects of moisture content in face and core particle on initial temperature rising.

は Fig. 4 に示すように、表層小片含水率の多少にかかわらず、内層小片含水率が低いほど短くなっている。また内層小片の含水率が一定の場合、表層小片の含水率の増加とともに温度上昇時間は短縮される。

一般に熱の伝達は、熱盤よりも蒸気の方が接触抵抗が小さいため良好である。表層小片の水分が多いときは、発生する蒸気量が多く、しかもその蒸気は内層を通過して端面から蒸発するので、熱が伝達されやすくなる。また、表層小片が高含水率であるほど表層がより密化され、熱盤に密に接触しうること熱の伝達に役だつ。したがって、表層水分が多いほど、内部温度上昇は早くなる。また内層の水分が低い場合、この程度の含水率範囲では低含水率ほど熱拡散率が大であるため<sup>22)</sup>、内部温度の上昇は早くなると考えられる。これに対して、小片マットの圧縮速度は、内層小片の含水率がこの程度の範囲では高いほど大であり<sup>9)</sup>、圧縮速度が大きい場合に必ずしも内部温度上昇時間は早くなならない。これは表層と内層の小片の compressibility の相違による、3層ボードの特殊性といえることができる。したがって、内部温度上昇時間のみの立場からは、小片水分として表層を高く、内層を低くとすべきである。

### III 熱圧時間と硬化剤<sup>10)</sup>

一般に尿素樹脂接着剤の硬化を促進させるためには、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  などの酸性触媒が用いられるが、熱圧時間を短縮する目的でこのような触媒を多量に添加すると、凝固時間の短縮によつて接着作業を困難にし、また前硬化によつてボード材質の低下をきたす。そこで、潜伏性触媒による凝固時間の延長が試みられている<sup>21)</sup>。

しかし、凝固時間の長い接着剤は、一般に熱硬化速度もおそい傾向がある。PLATH, E.<sup>23)</sup> はパーティクルボード製造において、熱硬化を早めるために  $\text{NH}_4\text{Cl}$  の量をふやし、凝固時間の短縮を防ぐために緩衝剤として  $\text{NH}_4\text{OH}$  を加え、短時間熱圧の際の材質の向上をはかっている。本実験においては PLATH の実験の追試を行なうとともに市販潜伏性触媒を調べ、このような硬化剤使用による、熱圧時間短縮の可能性について検討した。なお成板条件を選定するため、予備的に、尿素樹脂接着剤に  $\text{NH}_4\text{Cl}$  と  $\text{NH}_4\text{OH}$  ならびに市販潜伏性触媒を添加した場合の、接着剤の性状について検討した。

#### A. 実験 I

##### 1. 実験方法

##### (1) 試料

尿素樹脂接着剤ブライアミン TD482 (未濃縮型) に対し、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  0.5%, 1.0%, 1.5%, 2.0%, 2.5% (樹脂液に対する固形分の百分比)、 $\text{NH}_4\text{OH}$  0%, 1%, 2%, 3% (樹脂液に対する 28% 溶液の百分比) および水 (3 者の添加率の合計が樹脂液に対し、10% になるようにした) をそれぞれの組み合わせで添加した。なお比較のため、市販潜伏性硬化剤 4 種 (Catalyst X, Y, Z<sub>1</sub>, Z<sub>2</sub>) および  $\text{NH}_4\text{Cl}$  20% 溶液を用い、市販尿素樹脂 A, B, C (すべて未濃縮型) の溶液に対し、3%, 5%, 10% ( $\text{NH}_4\text{Cl}$  の場合は 2.5%, 5%, 7.5%) を添加した。

##### (2) 測定方法

(a) pH 調整した硬化剤と硬化剤を配合した接着剤について、東亜電波工業株式会社製の HM-5 型ガラス電極 pH メーターにより pH を測定した。

(b) 粘度 接着剤原液ならびに硬化剤を混合した接着剤について、東京計器製作所製 B 型粘度計により粘度を測定した。

(c) 凝固時間 凝固時間の測定方法は、各条件の硬化剤を混合した接着剤を直径 40 mm の試験管に約 50 g とり、30°C の恒温水槽に浸漬して凝固するまでの時間を測定した。なお浸漬後 1 時間をこえて凝固しない場合、1 時間ごとに恒温水槽の温度を 10°C ずつ上昇せしめ、凝固の促進をはかった。

(d) 硬化時間 硬化時間の測定は、調製した接着剤を 1.5 mm 厚さのガラス板に数滴のせ、塗膜試験用のペーカー・アププリケーターを用い、接着剤の塗膜の厚さを 5 ミルス (1/20 mm) に規制した。そこで 100°C に保たれている熱盤上にそのガラス板をおき、塗膜面を定速で移動する針でひつかき、その傷あとがなくなった点をもつて硬化とみなし、その距離から硬化時間を求めた。

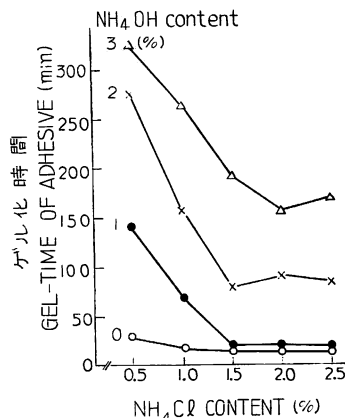
(e) 老化試験 接着剤の老化試験を短期間に検討する方法がないので、一応各条件間の相対的な差を知るためにつぎの方法を用いた。

調製された接着剤 15 g をシャーレにとり、20°C 48 時間および 72 時間後、60°C 24 時間後、100°C 24 時間後および 72 時間後の重量減少率および直径収縮率をそれぞれ測定した。同時にきれいのはいる状態を観察した。

## 2. 実験結果ならびに考察

### (1) $\text{NH}_4\text{Cl}$ - $\text{NH}_4\text{OH}$ 系硬化剤

$\text{NH}_4\text{Cl}$  および  $\text{NH}_4\text{OH}$  を前項に述べた割合で尿素樹脂に添加して、攪拌混合後の pH、粘度、凝固時間、硬化時間および硬化剤自体の pH を測定した結果は Table 1 および Fig. 5~6 に示すとおりである。硬化剤の pH は  $\text{NH}_4\text{OH}$  の添加によりアルカリ性を示し、接着剤が弱アルカリ性であるにもかかわらず、硬化剤を添加したものはそのほとんどが酸性となる。しかし凝固時間は、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  1.5% 以上では凝固時間の差がほとんどなくなっている。硬化時間は凝固時間と同様な傾向を示すが、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  添加量の影響が凝固時間ほど顕著でない。この結果、 $\text{NH}_4\text{OH}$  の添加により、常温における尿素樹脂の縮合反応を抑制する効果が認められるが、これは次の反応機構によるものと考えられる<sup>7)</sup>。すなわち、塩化アンモニ



凝固温度：30°C (1 hr をこえるものは 1 hr ごとに 10°C 上昇)

Fig. 5 凝固時間と硬化剤添加量の関係

The effects of ammonium chloride and ammonium on gel-time of adhesive.

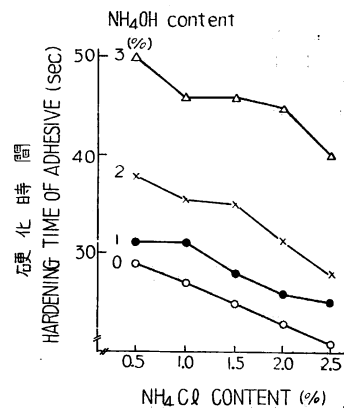


Fig. 6 硬化時間と硬化剤添加量の関係

The effects of ammonium chloride and ammonium on hardening time of adhesive (in 100°C).

Table 1.  $\text{NH}_4\text{Cl}-\text{NH}_4\text{OH}$  系硬化剤の性状  
Catalytic effect of ammonium chloride and ammonium type hardener  
(Adhesive : Plyamine TD482 45% solids).

NH <sub>4</sub> Cl *1 (%)	NH <sub>4</sub> OH *2 (%)	pH		凝固時間*3 Gel-time of adhesive (min)	粘度 Viscosity of adhesive (at 30°C) (CP)	硬化時間** Hardening time of adhesive (sec.)
		硬化劑 Hardener	混 合 After mixing			
(Resin solution)			(8.1)		(81)	(above 400)
0.5	0	4.86	3.45	28	41	29
	1	10.10	5.10	138	42	31
	2	10.40	5.65	277	38	38
	3	10.73	7.25	325	39	50
1.0	0	4.65	3.25	18	48	27
	1	9.75	3.85	68	39	31
	2	10.20	5.75	156	38.5	35
	3	10.55	6.85	265	40	46
1.5	0	4.70	3.15	17	47	25
	1	9.63	4.05	18	49	28
	2	9.70	4.95	81	40	35
	3	10.38	6.25	220	40	46
2.0	0	4.55	3.20	16	47	23
	1	9.30	3.95	18	50	26
	2	9.70	4.55	92	39	31
	3	10.20	6.00	162	37.5	45
2.5	0	4.33	3.15	15	56	21
	1	9.20	3.65	19	45	25
	2	9.60	4.45	86	46	28
	3	9.85	5.85	172	46	40

\*1 接着剤溶液 (45 % 濃度) 基準

Solid per cent to the resin solution.

\*2 接着剤溶液 (45 % 濃度) 基準の  $\text{NH}_4\text{OH}$  (28 % 濃度)

Solution (28 % solids) per cent to the resin solution.

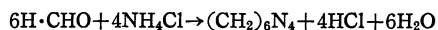
\*3 凝固温度 30°C, 30°C にて 1 時間で凝固しない時は 1 時間ごとに 10°C 上昇。

Gelatinized temperature is 30°C, but if the adhesive is not gelatinized for one hour at 30°C, gelatinized temperature is raised at a rate of 10°C every one hour.

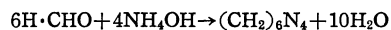
\*4 硬化温度 100°C

Hardening temperature is 100°C.

ウムによる尿素樹脂の硬化反応は、尿素樹脂中の遊離のホルマリンに塩化アンモニウムが作用し、次式のごとくヘキサメチレンテトラミンと塩酸が生成される。



硬化を促進させる塩酸の生成を抑制すれば、硬化の抑制は可能になる。したがって、アンモニヤを添加した場合、遊離のホルマリンは次式の反応を示す。



それゆえ、アンモニヤの添加によつて塩化アンモニウムによる塩酸生成の機会が抑制され、したがって尿素樹脂の硬化が抑制されることになる。

以上の結果、現場作業を考慮し、ある程度の可使時間をもつことと熟圧時間短縮の見地から、硬化剤条件として  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1.0%, 1.5%, 2.0%, 2.5%,  $\text{NH}_4\text{OH}$  2%, 3% を用いることにした。

## (2) 市販潜伏性硬化剤

Table 2. 市販潜伏性硬化剤の性状  
Catalytic effect of the latent hardener on the market.

接 着 剤 (Adhesive (Resin content))	硬 化 剤 (Hardener (pH value))	同添加量 *1 (Quantity of addition (%))	pH After mixing	凝固時間 *2 (Gel-time of adhesive (min))	粘 度 (Viscosity of adhesive (at 30°C) (CP))	硬化時間 *3 (Hardening time of adhesive (sec.))
A (44.5% solids)	X (pH : 7.74)	0	7.7	—	52	above 400
		3	6.9	410	35	30
		5	6.7	385	38	27
		10	6.5	351	28	23
B (41.5% solids)	Y (pH : 7.25)	0	7.4	—	52	above 400
		3	6.6	329	49	44
		5	6.4	295	45	30
		10	6.3	276	39	34
B (41.5% solids)	Z <sub>1</sub> (pH : 8.23)	0	7.4	—	52	above 400
		3	7.0	563	50	above 400
		5	6.6	452	45.5	137
		10	6.1	395	35	54
B (41.5% solids)	Z <sub>2</sub> (pH : 10.25)	0	7.4	—	52	above 400
		3	6.7	196	43.5	34
		5	8.4	212	47	36
		10	9.5	237	34	38
C (43.5% solids)	NH <sub>4</sub> Cl (20% sol.) (pH : 4.75)	0	7.5	—	87	above 400
		2.5	4.3	58	90	28
		5.0	4.0	34	76	24
		7.5	3.9	23	73	22

\*1 接着剤溶液基準

Solution per cent to the resin solution.

\*2 凝固時間は Table 1 参照

Gelatinized temperature is 30°C, but if the adhesive is not gelatinized for one hour at 30°C, gelatinized temperature is raised at a rate of 10°C every one hour.

\*3 硬化時間 100°C

Hardening temperature is 100°C.

市販潜伏性硬化剤の組成の詳細は不明であるが、大体有機アミン系のものと推定される。これらのものおよび比較のための NH<sub>4</sub>Cl 20% 溶液の pH およびこれらの硬化剤を尿素樹脂に混合した後の pH, 粘度, 凝固時間, 硬化時間を測定した結果は Table 2 に示すとおりである。

A—X 系, B—Y 系, B—Z 系は硬化剤の pH が弱アルカリ性であるため, 混合後の pH は添加量の増加とともにわずかに低下している。凝固時間, 硬化時間とも添加量の増加にともなつて短くなるが, 特に A—X 系は凝固時間が長いのに硬化時間短く, 潜伏性硬化剤の特徴を十分発揮している。B—Z<sub>2</sub> 系は硬化剤が強アルカリ性であるため, 混合後の pH は添加量の増加とともに高くなり, 凝固時間, 硬化時間とも添加量の増加にともなつて長くなつていく。これは NH<sub>4</sub>Cl—NH<sub>4</sub>OH 系硬化剤の場合に, NH<sub>4</sub>OH の添加量の増加の際に示した傾向と一致する。C—NH<sub>4</sub>Cl 系は NH<sub>4</sub>Cl の pH が低いいため, 混合後の pH は添加量の増加とともに低下し, 凝固時間も極端に短い。したがつて, このような硬化剤は接着剤調合後, 塗付, 熱圧を短時間に行なう特殊な製造法でないかぎり, 前硬化の危険のために使用することができない。

以上の結果, 市販潜伏性硬化剤として X (添加率 5%, 10%) と Z<sub>2</sub> (添加率 3%, 5%, 10%) の 2 種を使用することにした。

### (3) 尿素樹脂接着剤の老化

Table 3. 尿素樹脂に種々の硬化剤を添加した場合の老化試験成績  
The results of durability test in the case of addition of various hardeners to urea resin adhesive.

No.	接着剤 Adhesive	硬化剤 Hardener		20°C, 48 hr		20°C, 72 hr		60°C, 24 hr		100°C, 24 hr		100°C, 72 hr
		種類 Description	添加量 Quantity of addition (%)	重量減少率 Reducing ratio of weight (%)	直径収縮率 Reducing ratio of diameter (%)	重量減少率 Reducing ratio of weight (%)	直径収縮率 Reducing ratio of diameter (%)	重量減少率 Reducing ratio of weight (%)	直径収縮率 Reducing ratio of diameter (%)	重量減少率 Reducing ratio of weight (%)	直径収縮率 Reducing ratio of diameter (%)	重量減少率 Reducing ratio of weight (%)
10	A	Catalyst X	0	24.1	—	29.1	—	39.6	— (No cure)	43.7	— (Bubble)	46.5
11			5	25.4	—	31.3	—	46.4	—	51.8	4.7 (Surrounding crack a little)	54.0
12			10	23.5	—	29.4	—	47.6	—	52.3	3.2 (Surrounding crack many)	54.6
20	B	Catalyst Z <sub>2</sub>	0	24.1	—	29.6	—	44.9	—	48.3	— (Bubble)	50.3
21			3	27.8	7.9	34.0	9.5	54.4	Hard crack	55.8	Same as before	56.5
22			5	26.0	7.2	33.8	8.8	55.8	〃	56.4	〃	57.1
23			10	26.2	9.5	34.6	9.5	58.0	〃	59.2	〃	59.8
30	C	NH <sub>4</sub> Cl 20% sol.	0	24.1	—	30.0	—	43.8	—	47.3	—	50.4
31			2.5	25.0	8.6	30.8	8.6	56.1	Yellowish crack (many)	57.3	(Bubble a little) Bubble in the crack	57.9
40	Plyamine TD482	NH <sub>4</sub> Cl 20% sol. (NH <sub>4</sub> OH : 0%)	0	22.6	—	27.8	—	41.4	—	47.0	—	49.8
41			2.5	18.8	10.5	23.0	12.3	47.9	Bubble (many), crack (many)	53.0	Swell, bubble, crack	54.1
421		NH <sub>4</sub> Cl (NH <sub>4</sub> OH : 3%)	1.0	24.3	—	31.2	6.1	53.6	Bubble (many), crack (many)	55.5	Same as before	56.0
422			1.5	24.0	—	30.8	6.1	54.0	〃	55.3	〃	55.8
423			2.0	22.1	—	28.3	5.3	55.0	〃	56.4	〃	56.9
424			2.5	22.0	2.6	27.6	7.0	53.4	〃	54.9	〃	55.4
431		NH <sub>4</sub> Cl (NH <sub>4</sub> OH : 2%)	1.0	22.6	6.1	28.0	7.8	44.6	〃	56.6	〃	57.2
432			1.5	22.2	6.1	27.1	8.8	47.9	〃	55.9	〃	56.4
433			2.0	21.4	6.9	25.9	7.8	47.2	〃	55.2	〃	55.6
434			2.5	22.9	5.2	27.6	7.0	54.4	〃	55.8	〃	56.3



一般に尿素樹脂接着剤に硬化剤として  $\text{NH}_4\text{Cl}$  を使用する場合、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  が尿素樹脂に混在しているため、硬化した尿素樹脂は短時日のうちに収縮を起こし、キレツを生じ、ついに崩壊してしまう。これは脱水、脱ホルムアルデヒドの現象によるものである<sup>9)</sup>。しかもこの現象は、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  の添加量が多いときに著しいので、本実験のように  $\text{NH}_4\text{Cl}$  の量の多い場合は検討する必要がある。

しかしながら、老化性試験は長時間における観察を必要とするので、この実験では老化を促進する意味において、加熱試験により樹脂の収縮、キレツの度合を調べ、 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 、 $\text{NH}_4\text{OH}$  添加量の影響、さらに市販潜伏性硬化剤の場合などについて、硬化剤無添加の尿素樹脂を比較の基準として相対的な検討を行なった。

試験の結果は Table 3 および Phot. 1 に示すとおりである。各尿素樹脂とも硬化剤を添加しないものは、 $100^\circ\text{C}$  で加熱しても最後まで収縮を生ずることなく、わずかに発泡を見たにすぎない。それに対し、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  のみを添加したものは著しく収縮するか、または小さいひび割れが発達して崩壊してしまった。

その他の硬化剤のうちでは、市販潜伏性硬化剤 X が収縮少なく、ほとんど割れを生じなかつた。ついで、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  に  $\text{NH}_4\text{OH}$  3% を添加したグループが収縮少なく、さらに  $\text{NH}_4\text{OH}$  2% を添加したグループがそれについており、 $\text{NH}_4\text{OH}$  の添加は尿素樹脂の老化に対してプラスに働いていることが認められた。

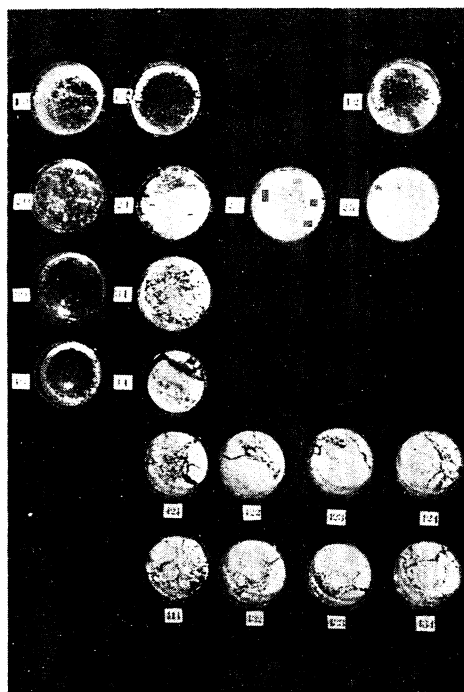
この結果、良好な耐老化性を有する硬化剤は一面において、硬化反応の抑制効果を有するものであると考えられるが、Catalyst X は前項の硬化時間の結果から  $100^\circ\text{C}$  における硬化が早く、かつ収縮が少ないという点で良好であると考えられる。

## B. 実験 II

### 1. 実験方法

#### (1) 試料の調製

実験に供した樹種はエゾマツ *Picea jezoensis* CARR. で、調製方法は II 章に準ずる。小片含水率は接着剤塗付後において表層 20%、内層 10% になるように調湿した。



(Note) 番号は Table 3 参照

The specimen numbers are shown in Table 3.

Phot. 1 老化試験による尿素樹脂接着剤の収縮とひび割れの状態

Shrinkage and crack of urea resin adhesive in durability test.

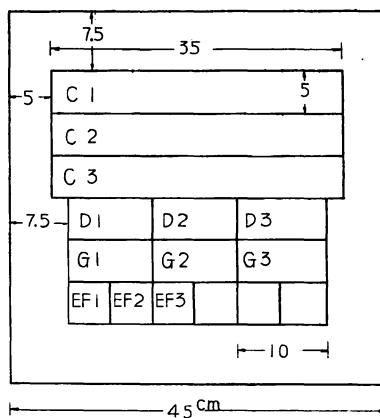


Fig. 7 試験片の採取 (単位 unit : cm)  
Sampling of specimen.

SPECIMEN

C : Bending 曲げ

D : Tensile 剥離抵抗

G : Screw holding

木ねじ保持力

EF : Hygroscopicity

吸湿率

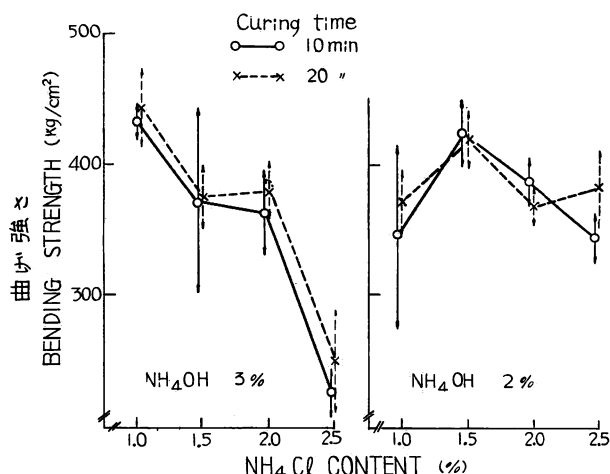


Fig. 8 ボードの曲げ強さと硬化剤添加量の関係  
The effects of quantity in hardener on bending strength of particle board.

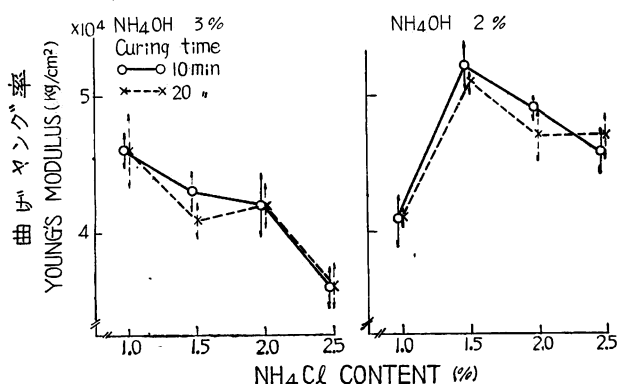


Fig. 9 ボードの曲げヤング率と硬化剤添加量の関係  
The effects of quantity in hardener on Young's modulus of particle board.

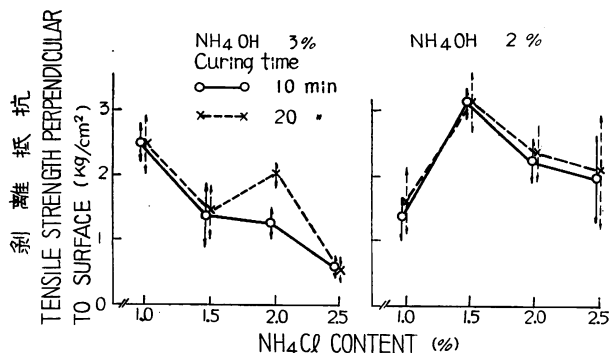


Fig. 10 ボードの剝離抵抗と硬化剤添加量の関係  
The effects of quantity in hardener on tensile strength perpendicular to surface of particle board.

## (2) 成板条件

接着剤は前項に示した尿素樹脂、含脂率は表層 11%, 内層 7%, 硬化剤は前項に示した方法により添加した。ホーミングは内法  $45 \times 45 \text{ cm}$  の木わく中に表層, 内層の全乾重量比が 1:2 になるように手で散布した。熱圧温度は  $140^\circ\text{C}$ , 熱圧時間 20 min および 10 min, 圧縮圧スケジュールは 20 min 加熱の場合, 5 min ごとに  $25 \text{ kg}/\text{cm}^2 \rightarrow 15 \text{ kg}/\text{cm}^2 \rightarrow 10 \text{ kg}/\text{cm}^2 \rightarrow 5 \text{ kg}/\text{cm}^2$  とした。10 min 加熱の場合は, 5 min ごとに  $25 \text{ kg}/\text{cm}^2 \rightarrow 15 \text{ kg}/\text{cm}^2$  とした。ボード厚さ 20 mm, ボード比重 0.65, 成板枚数は各条件 2 枚とした。

## (3) 材質試験方法

成板した試料はすべて温度  $20^\circ\text{C}$ , 関係湿度 65% の空気条件にて調湿し, 恒量に達した後, 材質試験を行なった。材質試験はすべて JIS A 5908—1957 によった。なお試験片の採取は Fig. 7 のとおりである。

## 2. 実験結果ならびに考察

### (1) $\text{NH}_4\text{Cl}$ — $\text{NH}_4\text{OH}$ 系硬化剤の場合

$\text{NH}_4\text{Cl}$ — $\text{NH}_4\text{OH}$  系硬化剤を添加した場合の材質試験の結果は Fig. 8 ~13 に示すとおりで, 諸種の材質と  $\text{NH}_4\text{Cl}$  量,  $\text{NH}_4\text{OH}$  量, 熱圧時間の関係を分散分析した結果は Table 4 のとおりである。これによると吸湿率, 吸湿厚さ増加率以外は熱圧時間 10 min と 20 min の間に有意差は存在しない。これは前報<sup>9)</sup>の結果に基づき, 平均の小片マットの含水率を 13.3% にさげ, 同時に硬化剤を使用

した効果によるものである。

$\text{NH}_4\text{Cl}$  の添加量の影響は、吸湿厚さ増加率を除いて 1% level で有意差が認められるが、表層の性質を表わす木ねじ保持力を除いて、分散分析における寄与率はきわめて低い。これは 2 要因間の交互作用が大きいからである。このことは PLATH も認めている。 $\text{NH}_4\text{OH}$  添加量 2% と 3% との間では、吸湿性を除いて 1% level で有意差は認められるが、寄与率は曲げヤング率以外、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  添加量の影響より低い。このことはこの実験が、前硬化を起こす使用条件でないから当然である。しかしながら、曲げとはく離抵抗において  $\text{NH}_4\text{Cl}$  添加量が 1% の場合、 $\text{NH}_4\text{OH}$  2% と 3% の間に差異を生じたが、この原因については不明である。

内層小片の接着力を示すはく離抵抗は、硬化剤が最も有効に影響すると思われるが、 $\text{NH}_4\text{OH}$  2% の場合に  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1.5% を頂点とする maximum curve を描き、硬化剤使用の必要性を示していると考えられる。一方曲げ強さ、曲げヤング率は表層の性質と内層の接着性の両者に影響されるが、はく離抵抗と同様な傾向を示した。また、表層の性質を主として表わす木ねじ保持力は、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  添加量の増加とともに低下しており、3 層ボードの表層にはむしろ硬化剤を使用する必要がないのではないと思われる。なお、比較の

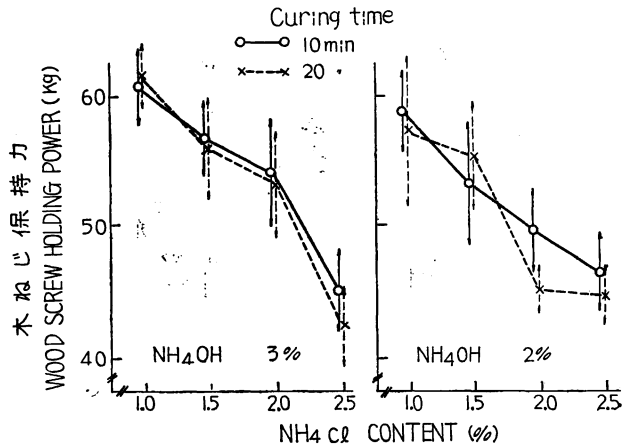


Fig. 11 ボードの木ねじ保持力と硬化剤添加量の関係  
The effects of quantity in hardener on wood screw holding power of particle board.

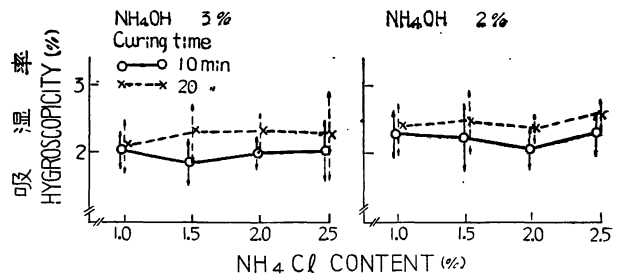


Fig. 12 ボードの吸湿率と硬化剤添加量の関係  
The effects of quantity in hardener on hygroscopicity of particle board.

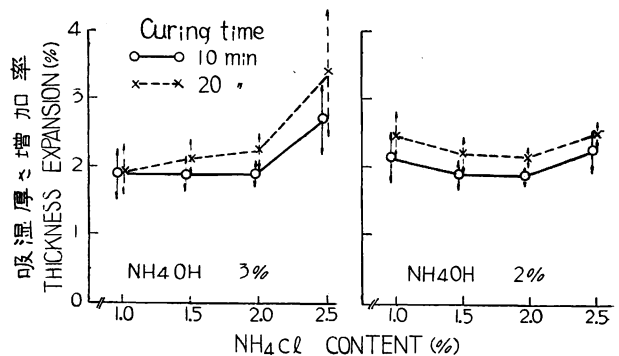


Fig. 13 ボードの吸湿厚さ増加率と硬化剤添加量の関係  
The effects of quantity in hardener on hygroscopic thickness expansion of particle board.

意味で、硬化剤を内外層とも全く使用しないボード(他の条件は同じ)の材質試験結果は Table 5 のとおりで、表層の性質を示す曲げ、木ねじ保持力は硬化剤使用の場合と同等あるいはそれ以上の強度を示し、内層接着性を示すはく離抵抗は、特に熱圧時間 10 min の場合の低下が著しい。

Table 4.  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  添加量および熟圧時間と諸強度の間の分散分析表  
Analysis of variance between quantity of ammonium, ammonium chloride, curing time and board properties.

	曲げ強さ Bending strength		曲げヤング率 Young's modulus		剝離抵抗 Tensile strength		木ねじ保持力 Wood screw holding power		吸湿率 Hygroscopicity		吸湿厚さ増加率 Thickness expansion	
	Sig.	$\rho$ (%)	Sig.	$\rho$ (%)	Sig.	$\rho$ (%)	Sig.	$\rho$ (%)	Sig.	$\rho$ (%)	Sig.	$\rho$ (%)
A (Ammonium)	**	5.3	**	29.4	**	15.3	**	2.8			*	6.5
B (Ammonium chloride)	**	26.2	**	15.6	**	16.9	**	64.8	**	28.4		
C (Curing time)									**	7.1	**	18.1
A × B	**		**		**		**		**			
B × C		68.5		55.0		67.8		32.4		64.5		85.4
C × A												
A × B × C												
E												

(Note) Sig. : 有意差, \*\* 1 % level, \* 5 % level.

Table 5. 接着剤に硬化剤を添加しない場合のボード材質  
The board properties in the case of adhesive without hardener.

熟圧時間 Curing time (min)	比重 Specific gravity	曲げ強さ Bending strength (kg/cm <sup>2</sup> )	曲げヤング率 Young's modulus × 10 <sup>4</sup> (kg/cm <sup>2</sup> )	剝離抵抗 Tensile strength perpendicular to surface (kg/cm <sup>2</sup> )	木ねじ保持力 Wood screw holding power (kg)	吸湿率 Hygroscopicity (%)	吸湿厚さ増加率 Thickness expansion (%)
10	0.65(0.01)	465(18)	4.8(0.2)	2.0(0.1)	58.1(5.9)	2.5(0.3)	2.4(0.3)
20	0.65(0.01)	469(14)	5.0(0.1)	2.6(0.2)	57.2(5.8)	3.0(0.4)	2.9(0.4)
有意差 Significance		non	5 %	1 %	non	5 %	non

Note : ( ) 標準偏差 Standard deviation.

Table 6. 市販潜伏性硬化剤を添加した場合のボード材質  
The board properties in the case of addition of latent hardener on the market.

接着剤 Adhesive	硬化剤 Hardener		熟圧時間 Curing time (min)	比重 Specific gravity	曲げ強さ Bending strength (kg/cm <sup>2</sup> )	剝離抵抗 Tensile strength perpendicular to surface (kg/cm <sup>2</sup> )	木ねじ保持力 Wood screw holding power (kg)	吸湿厚さ増加率 Hygroscopic thickness expansion (%)
	種類 Discription	添加量 (%) Quantity of addition						
A	Catalyst X	5	10 20	0.66(0.02) 0.67(0.01)	438(12) 459(32)	2.2(0.8) 3.1(0.9)	57.6(6.0) 58.9(5.0)	1.9(0.4) 2.1(0.4)
		10	10 20	0.68(0.02) 0.65(0.02)	478(14) 477(10)	2.8(0.6) 2.5(0.2)	61.7(8.5) 62.1(7.7)	1.6(0.3) 2.0(0.4)
B	Catalyst Z <sub>2</sub>	3	10 20	0.67(0.02) 0.68(0.02)	394(13) 481(13)	1.9(0.3) 2.6(0.6)	56.8(6.3) 64.7(9.5)	1.9(0.3) 2.0(0.4)
		5	10 20	0.67(0.02) 0.67(0.03)	415(33) 430(50)	2.5(0.5) 2.5(0.7)	61.6(6.9) 62.6(7.0)	1.6(0.2) 2.0(0.3)
		10	10 20	0.67(0.02) 0.66(0.02)	426(32) 385(65)	1.6(0.4) 1.6(0.7)	59.4(4.3) 58.2(4.7)	1.6(0.4) 1.9(0.5)
C	$\text{NH}_4\text{Cl}$ (20% sol.)	2.5	10 20	0.67(0.02) 0.66(0.02)	247(9) 249(38)	0.8(0.2) 0.8(0.3)	58.6(3.2) 55.9(6.1)	2.8(0.4) 3.4(0.8)

Note : ( ) 標準偏差 Standard deviation.

したがって熱圧時間短縮の場合は、接着剤に対する硬化剤を十分検討する必要性のあることを示している。

## (2) 市販潜伏性硬化剤の場合

市販潜伏性硬化剤を添加した場合の材質試験結果は、Table 6 に示すとおりである。これについての分散分析の結果、B-Z<sub>2</sub> 系硬化剤添加の場合の曲げヤング率、吸湿厚さ増加率を除いて熱圧時間 10 min と 20 min の間で有意差が認められなかった。そのほかの有意差が認められたのは、A-X 系硬化剤添加の曲げ強さ (5 % level), B-Z<sub>2</sub> 系硬化剤添加の場合のはく離抵抗 (1 % level) のみで、この程度の添加範囲ではほとんど差異が認められない。強度の絶対値は大体において、前述の NH<sub>4</sub>Cl-NH<sub>4</sub>OH 系硬化剤の場合と同程度であり、NH<sub>4</sub>Cl-NH<sub>4</sub>OH 系硬化剤が十分使用しうることを示している。なお、比較のため成板した C-NH<sub>4</sub>Cl 20 % 溶液 2.5 % 添加のボード材質は、前者に比べきわめて悪かった。これは前硬化による材質低下と考えられるが、前項の NH<sub>4</sub>OH 添加の効果を裏書きするものである。

以上の結果、硬化剤の使用と平均の小片マットの含水率を、前報<sup>9)</sup>の実験の場合より低めにしたことにより、熱圧時間は 10 min (ボード厚さ 1 mm 当たり 0.5 min) で十分であり、さらに短時間熱圧の可能性が認められた。なお、NH<sub>4</sub>Cl-NH<sub>4</sub>OH 系硬化剤としては NH<sub>4</sub>Cl 1.5 %, NH<sub>4</sub>OH 2 % の添加が妥当であろう。

## IV 熱圧時間と熱圧温度

前項の実験において、硬化剤を使用して小片含水率をある程度低下させることにより、20 mm 厚さのボードの熱圧時間 (熱圧温度 140°C) を 10 min 以下に短縮しうることが認められた。そこで、さらに熱圧温度 140°C における短時間熱圧の場合のボード材質、ならびに短時間熱圧における熱圧温度がボード材質におよぼす影響について検討した。

### 1. 実験方法

#### (1) 試料の調製

実験に供した樹種はエゾマツ *Picea jezoensis* CARR. で、調製方法はII章の試料に準ずる。小片含水率は接着剤塗付後において表層 20 %, 内層 10 % になるように調湿した。

#### (2) 成板条件

接着剤は尿素樹脂 (ブライアミン TD482, 濃度 45 %), 含脂率は表層 11 %, 内層 7 %, 硬化剤は接着剤原液に対して NH<sub>4</sub>Cl 1.5 % (純分), NH<sub>4</sub>OH 2 % (28 % 溶液), 水分 6.5 % を使用した。ホーミングは内法 45×45 cm の木わく中に表層, 内層の全乾重量比が 1:2 になるように手で散布した。熱圧温度は熱圧時間 5 min の場合に 140°C, 160°C, 180°C とし, 熱圧時間 10 min および 20 min の場合に 140°C 一定とした。圧縮圧スケジュールは熱圧時間 5 min の場合, 25 kg/cm<sup>2</sup> (1.5 min), 15 kg/cm<sup>2</sup> (1.5 min), 10 kg/cm<sup>2</sup> (1 min), 5 kg/cm<sup>2</sup> (1 min) の順とし, 熱圧時

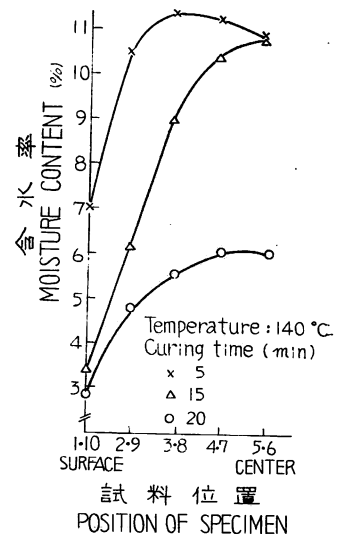


Fig. 14 ボード厚さ方向の含水率分布と熱圧時間の関係

The effects of curing time on distribution of moisture content throughout board thickness.

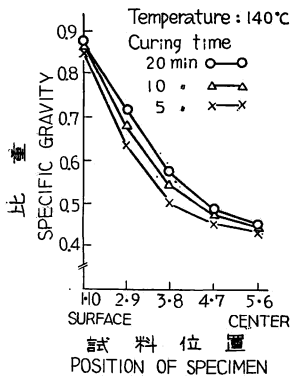


Fig. 15 ボード厚さ方向の比重分布と熱圧時間の関係

The effects of curing time on distribution of specific gravity throughout board thickness.

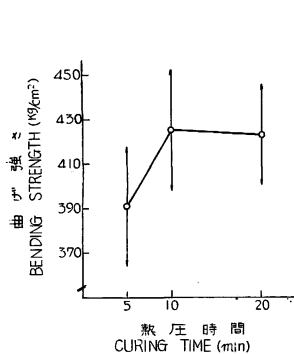


Fig. 16 ボードの曲げ強さと熱圧時間の関係 (熱圧温度140°C)

The effects of curing time on bending strength of particle board (Curing temperature 140°C).

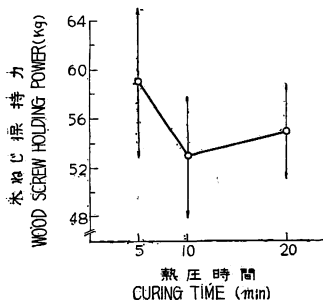


Fig. 19 ボードの木ねじ保持力と熱圧時間の関係 (熱圧温度140°C)  
The effects of curing time on wood screw holding power of particle board (Curing temperature 140°C).

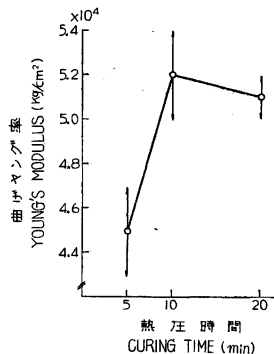


Fig. 17 ボードの曲げヤング率と熱圧時間の関係 (熱圧温度140°C)

The effects of curing time on Young's modulus of particle board (Curing temperature 140°C).

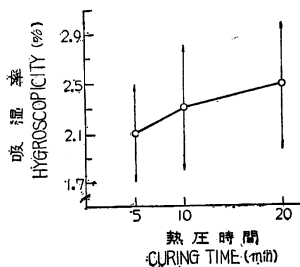


Fig. 20 ボードの吸湿率と熱圧時間の関係 (熱圧温度140°C)  
The effects of curing time on hygroscopicity of particle board (Curing temperature 140°C).

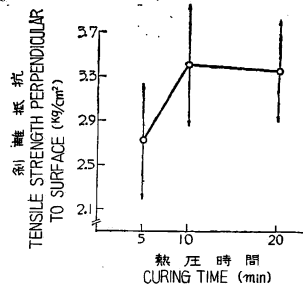


Fig. 18 ボードのはく離抵抗と熱圧時間の関係 (熱圧温度140°C)

The effects of curing time on tensile strength perpendicular to surface of particle board (Curing temperature 140°C).

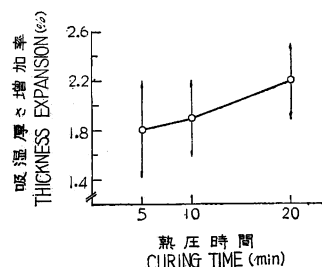


Fig. 21 ボードの吸湿厚さ増加率と熱圧時間の関係 (熱圧温度140°C)  
The effects of curing time on hygroscopic thickness expansion of particle board (Curing temperature 140°C).

間 10 min の場合は 25 kg/cm² (5 min), 15 kg/cm² (5 min), 熱圧時間 20 min の場合は 25 kg/cm² (5 min), 15 kg/cm² (5 min), 10 kg/cm² (5 min), 5 kg/cm² (5 min) の順とした。ボード厚さ 20mm, ボード比重 0.65, 成板枚数は各条件 2 枚とした。

### (3) 測定方法

含水率および比重分布は成板試料中央部において長さ 10 cm, 幅 1 cm の試料を成板直後に採取し, 糸鋸により厚さ方向に 10 分割し, 全分割試片について重量および容積から比重を求めると同時に, 全乾法により含水率を測定した。

材質試験は JIS A 5908—1957 により, 試験片の採取は前節実験 II に示した方法に準じた。

## 2. 実験結果ならびに考察

### (1) 熱圧時間の影響

前述したように, 熱圧前の小片含水率をいくぶん低め (平均含水

率 13.3%)にしたので、熱圧後の厚さ方向の含水率分布は Fig. 14 のようになった。マット中の水分は表層水分が一たん内層に移動して、内層水分を増加し、そのうち、ふたたび減少する挙動を示した。しかし、表層水分の絶対量が比較的少ないため、熱圧初期における内層水分の増加量は前報<sup>9)</sup>の場合ほど多くなく、とくに 10 min 程度の短時間熱圧による、マット内層水分の除圧後の変動による材質低下はほとんど考えられない。むしろ表層水分が 10

min, 20 min 熱圧において、極端に低下していることの方が、表面の性質を悪化せしめる原因になると思われる。しかしボード厚さ方向の比重分布でみると、Fig. 15 に示すとおり、この程度の温度では、5 min から 20 min までの熱圧時間の差異による表層比重の差は現われていない。

熱圧温度 140°C における熱圧時間とボード材質の関係は Fig. 16~21 に示すとおりである。これらについての分散分析の結果、熱圧時間の影響は、曲げヤング率と剝離抵抗に対して 1 % level で有意差があり、その他の強度に対して有意差がなかった。曲げヤング率と剝離抵抗について、さらに熱圧時間の各水準の母平均の差の検定の結果によると、両者とも熱圧時間 5 min と 10 min, 20 min の間に 1 % level で有意差

があり、熱圧時間を 5 min まで短縮した場合に、この 2 つの材質に明らかな低下が認められた。熱圧時間 5 min における剝離抵抗の低下は、内層の熱硬化時間の不足と、除圧後の内層水分が他の熱圧時間に比べ、多く残ったことに原因している。なお、ボード厚さにつ

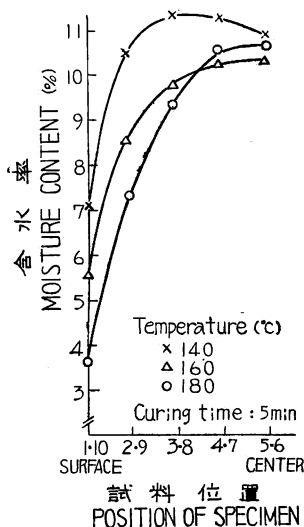


Fig. 22 ボード厚さ方向の含水率と熱圧温度の関係  
The effects of curing temperature on distribution of moisture content throughout board thickness.

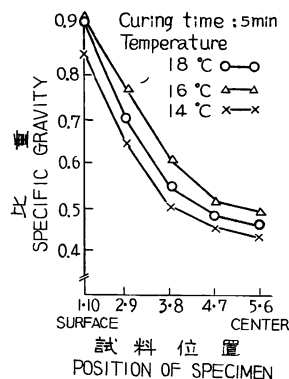


Fig. 23 ボード厚さ方向の比重分布と熱圧温度の関係  
The effects of curing temperature on distribution of specific gravity throughout board thickness.

いてみると (Table 7), 熱圧時間 5 min では除圧直後すでに spring back しており、さらに調湿後吸湿による大量の spring back がみられる。これは主として内層の接着性が悪いいため、剝離抵抗の低下と一致している。曲げヤング率の低下は、曲げにともなう剪断力が内層小片の接着性の低下に影響されたためと考えられる。曲げ強さにおいても、剝離抵抗の影響が認められる。

## (2) 熱圧温度の影響

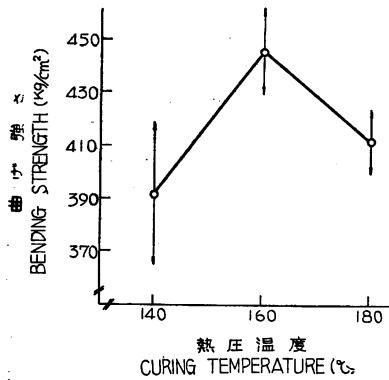


Fig. 24 ボードの曲げ強さと熱圧温度の関係 (熱圧時間 5 min)

The effects of curing temperature on bending strength of particle board (Curing time 5 min).

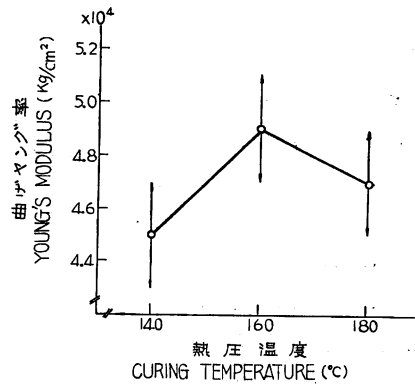


Fig. 25 ボードの曲げヤング率と熱圧温度の関係 (熱圧時間 5 min)

The effects of curing temperature on Young's modulus of particle board (Curing time 5 min).

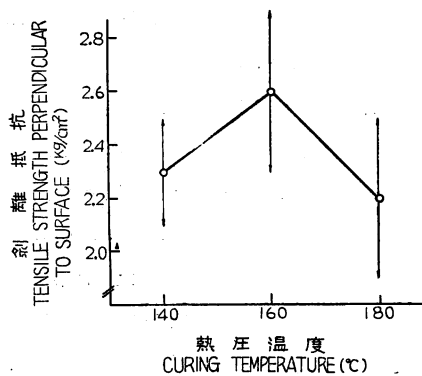


Fig. 26 ボードの剝離抵抗と熱圧温度の関係 (熱圧時間 5 min)

The effects of curing temperature on tensile strength perpendicular to surface of particle board (Curing time 5 min).

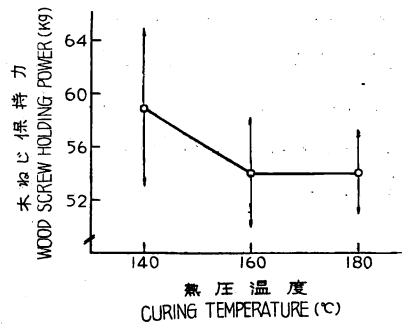


Fig. 27 ボードの木ねじ保持力と熱圧温度の関係 (熱圧時間 5 min)

The effects of curing temperature on wood screw holding power of particle board (Curing time 5 min).

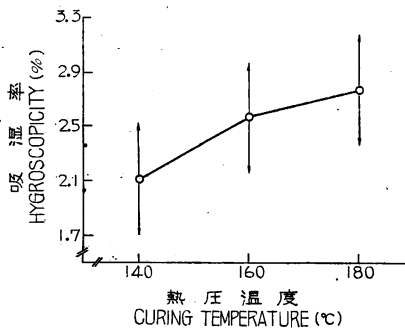


Fig. 28 ボードの吸湿率と熱圧温度の関係 (熱圧時間 5 min)

The effects of curing temperature on hygroscopicity of particle boards (Curing time 5 min).

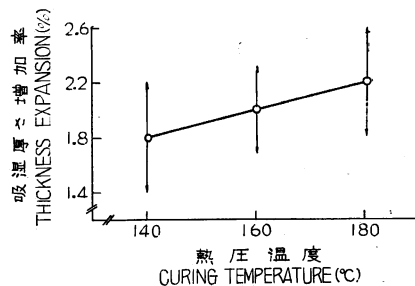


Fig. 29 ボードの吸湿厚さ増加率と熱圧温度の関係 (熱圧時間 5 min)

The effects of curing temperature on hygroscopic thickness expansion of particle board (Curing time 5 min).



前項の結果から、厚さ 20 mm ボードを熱圧温度 140°C において 5 min 間で熱圧する場合、明らかな材質の低下が認められた。そこで、熱圧時間 5 min において、熱圧温度を 140°C, 160°C, 180°C に変えた場合のボード材質について検討した。厚さ方向の含水率分布は Fig. 22 に示すように、温度が高くなるにしたがつて、Fig. 14 における熱圧 10 min の場合の分布に近似している。しかし、熱圧 20 min の場合とは著しく状態を異にしている。除圧直後のボード厚さは Table 7 に示すように、熱圧温度が低いと spring back し、180°C ではいくぶん distance bar より薄くなっている。これらのボードは、調湿後にいずれも厚さが spring back しており、内層接着力の低下が予想された。また Fig. 23 は、熱圧温度とボード厚さ方向の比重分布の関係であるが、温度による表層比重の差は 140°C と 160°C, 180°C の間で明らかに認められ、内層比重も 140°C の場合に最低である。

材質試験の結果は Fig. 24~29 に示すとおりで、これらについての分散分析の結果、熱圧温度は曲げ強さと曲げヤング率に対してのみ 1 % level で有意差が認められた。さらに熱圧温度の各水準の母平均の差の検定によると、曲げ強さでは熱圧温度 160°C と 140°C, 180°C の間に 1 % level で有意差があり、曲げヤング率では 160°C と 140°C の間で 1 % level, 160°C と 180°C の間で 5 % level で有意差が認められた。剝離抵抗の場合は熱圧温度の間で有意差が認められなかったが、これらの 3 者は温度に対して maximum curve を描いた。この傾向は北原<sup>13)</sup>の結果と一致する。曲げにおける差に基づき、熱圧温度 160°C をこの成板条件における最適値とみなし、前項の 140°C, 20 min 熱圧のボード材質と比較すると、剝離抵抗が 5 % level で有意差がある以外は、すべて差が認められない。したがって、熱圧時間を 5 min に短縮しても熱圧温度を 160°C にすれば、剝離抵抗がわずかに低下するのみで、ほとんど差がなく、20 mm ボードを 5 min で熱圧しうる可能性が認められた。

## V 摘 要

パーティクルボード製造における press cycle の短縮については、press cycle が生産量を左右する limiting factor であるだけに、従来多くの研究が行なわれている。これらのすべては、マット表層に対する水分添加による内部温度上昇の促進に向けられている。しかし、いたずらに表層水分添加を行なうと、小片マット水分の増加をとめない、材質の安定を欠くおそれがある。したがって熱圧時間を短縮し、かつ、材質の安定をうるためには、表層から内層に向かつて減少する水分傾斜を保ち、しかも小片マットの水分を前報<sup>9)</sup>の実験の場合より低めにし、一方硬化剤の効果的な適用と、熱圧温度の上昇が必要であると思われる。この考えにもとづいて、初期圧締条件と小片水分によつての内部温度の上昇促進、短時間熱圧のための効果的な硬化剤、さらには熱圧温度のボード材質への影響について検討し、大要次の結論を得た。

(1) 内部温度上昇時間におよぼす初期圧締圧の影響は、圧締圧が大なるほど圧縮速度が大きくなり、加熱媒体としての熱盤との接触抵抗が少なくなるため、内部温度の上昇が早くなる。しかし 25 kg/cm<sup>2</sup> 以上では差がなくなり、またプレスの加圧速度の影響もなくなる。したがって、ボード比重 0.65 程度の場合の初期圧締圧としては 25 kg/cm<sup>2</sup> が適当である。しかしながら、小片水分が内部温度上昇におよぼす影響は、初期圧締圧の影響より大である。

すなわち、表層小片水分が多いほど熱の伝達が良くなり、また内層小片水分が少ないほど熱拡散率が大であるため、内部温度上昇は早くなる。したがって、単に内部温度上昇を早くするためには、表層水分を多くしなければならないという点で従来の結果と一致するが、熱圧時間の短縮の立場からは、内層小片水

分をできるだけ少なくする必要があることが認められた。しかしながら表層小片水分を多くして、小片マットの水分量を少なくするためには、表層小片量を少なくするか、小片マット表面へスプレーによる水分添加によらなければならないことは、前報<sup>9)</sup>においてすでに述べたとおりである。

(2) 尿素樹脂接着剤の熱硬化を早めるための硬化剤 ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) の増加、ならびに凝固時間の短縮を防ぐための  $\text{NH}_4\text{OH}$  の添加を検討したが、凝固時間は  $\text{NH}_4\text{Cl}$  量の増加とともに短縮され、 $\text{NH}_4\text{OH}$  の添加により延長されることが認められた。硬化時間も大体同様の傾向を示すが、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  の影響は凝固時間ほど顕著でなかった。尿素樹脂への硬化剤添加による老化現象に関しては、加熱により樹脂の収縮、キレツの度合などを調べたが、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  に  $\text{NH}_4\text{OH}$  を添加した場合に、老化抑制の効果が認められた。また市販潜伏性硬化剤は凝固時間が  $\text{NH}_4\text{Cl}$ — $\text{NH}_4\text{OH}$  系の硬化剤に比べ、比較的長いにもかかわらず硬化時間は短く、この点潜伏性としての特性を発揮している。特に Catalyst X は硬化時間が短く、しかも老化の傾向が少ない特徴をもっている。なお Catalyst Z<sub>2</sub> はアルカリ性強く、性状は  $\text{NH}_4\text{Cl}$ — $\text{NH}_4\text{OH}$  系の硬化剤と類似している。したがって、成板条件としては現場における使用条件を考慮し、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  1~2.5%、 $\text{NH}_4\text{OH}$  2~3% のそれぞれの組み合わせのものと、Catalyst X および Z<sub>2</sub> を用いることにした。

熱圧時間 10 min と 20 min の間の材質の有意差は吸湿性以外 (吸湿性能は 10 min の方が良好)、すべての硬化剤において生じなかった。これは熱圧前の小片含水率を下げたことと硬化剤使用の効果によるものである。 $\text{NH}_4\text{OH}$  はその添加量による差はほとんどみられなかったが、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  はあまり多すぎても材質低下の原因になり、1.5% を最適値として認められたことは PLATH の実験と一致する。市販潜伏性硬化剤の場合は添加量によつて差は認められなかったが、その材質は  $\text{NH}_4\text{Cl}$ — $\text{NH}_4\text{OH}$  系の場合の最適値と大体において一致し、 $\text{NH}_4\text{Cl}$ — $\text{NH}_4\text{OH}$  系の硬化剤が十分使用しうることが認められた。この結果、 $\text{NH}_4\text{Cl}$  の添加量を増やして、 $\text{NH}_4\text{OH}$  を用いることにより、熱圧時間を短縮する可能性が得られた。

(3) したがって、さらに短時間の熱圧のさい熱圧温度が、ボード材質におよぼす影響について検討した。熱圧温度 140°C においては硬化剤を使用し、小片マット水分を低下させても、熱圧時間 5 min では、それ以上の時間の場合よりも曲げヤング率と剝離抵抗が明らかに低下した。またボード厚さにおいても 5 min 熱圧の場合は、spring back が顕著であつた。これに対して同じく熱圧時間 5 min、熱圧温度を 140, 160, 180°C に変えた場合、曲げ強さ、曲げヤング率は熱圧温度に対して maximum curve を描き、その他の材質で熱圧温度による有意差が得られなかった。したがって、160°C をこの成板条件における最適熱圧温度とみなし、これによるボードと熱圧温度 140°C、熱圧時間 20 min のそれとを比較すると前者の剝離抵抗がわずかに 5% level の有意差で低下する以外は有意差がない。

したがって初期圧締圧 25 kg/cm<sup>2</sup>、表層小片の含水率 20%、内層小片の含水率 10% (表層および内層構成比 1:2、ボード厚さ 20 mm、ボード比重 0.65) の場合に  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1.5%、 $\text{NH}_4\text{OH}$  2% の硬化剤を使用して、熱圧温度 160°C で熱圧時間を 5 min にする可能性が認められた。

## 文 献

- 1) ANON: Entwicklung und Herstellung von Holzspanplatten, Holz Zentralbratt. 68, June (1946). Cited by E. S. Jonson, Wood Particle Board Handbook, (1956).
- 2) CEREZOVA, V. M.: Accelerated pressing of particle boards, Derev. Prom., 9, 2, (1960) p. 7~9 (Ref. Forest Abstract, 21, 1959)

- 3) CHANYSCHEV, M. I. : Application of Steam Impact Method to Production of Particle Board, *Derev. Prom.*, **9**, 5, (1960) p. 117~118.
- 4) EISNER, K. : Neue Erkenntnisse in der Holzspanplattenerzeugung, *Drevo.*, **12**, 11, (1957) p. 330~335, Cited by R. KEYLWERTH, *Holz-Forschung und Holz-Verwertung*, **11**, 3, (1959) p. 51~57.
- 5) EISNER, K. : Some basis problems in producing Chipboards with a Short pressing cycle, *Drev. Vyskum.*, **3**, 2, (1958) p. 223~242, (Ref. Forest Abstract, **21**, 2, 1959).
- 6) FAHRNI, F. : Das Verpressen von Spanplatten bei gefeuchten der feuchteren Deckspänen, *Holz als Roh- und Werkstoff*, **14**, (1956) p. 8~10, Patent No. 241157 (日本)
- 7) 堀岡邦典・岩下 陸・加藤昭四郎：合板に関する研究(第5報), ベニア・エッジ・グルーイングに関する実験, *林試研報*, **68**, (1954) p. 1~14.
- 8) 堀岡邦典・野口美保子・斉藤 実：材質改良に関する研究(第8報), 尿素樹脂接着剤の潜伏性硬化剤について, *林試研報*, **113**, (1959) p. 21~34.
- 9) 岩下 陸・松田敏誉・石原重春：パーティクルボードに関する研究(III), パーティクルボードの熱圧に関する研究(第1報), 熱圧条件, 主として小片含水率について, *林試研報*, **126**, (1960) p. 63~89.
- 10) 岩下 陸・松田敏誉・石原重春：パーティクルボード熱圧における尿素樹脂接着剤の硬化剤が熱圧時間ならびに材質に及ぼす影響, 第11回木材学会大会研究発表要旨, (1961) p. 163~165.
- 11) KEYLWERTH, R. : Über das Verfahren, "Mit feuchtern Außenschichten" zur Herstellung dreischichtiger Holzspanplatten, *Holz-Forschung und Holz-Verwertung*, **11**, 3, (1959) p. 51~57.
- 12) 北原覚一：圧縮条件とチップボードの物理的機械的性質との関係, *木材誌*, **1**, 1, (1955) p. 17~20.
- 13) 北原覚一：熱圧縮によるチップボード成板について, *東大農学部演習林報告*, **50**, (1955) p. 127~135.
- 14) KLAUDITZ, W. : *Inst. f. Holzforschung, Braunschweig*, **45**, (1955), Cited by R. KEYLWERTH, *Holz-Forschung und Holz-Verwertung*, **11**, 3 (1959) p. 51~57.
- 15) KLAUDITZ, W. : Forschungs- und Entwicklungsarbeiten zur Herstellung von Holzspan Werkstoffen, *Inst. f. Holzforschung, Braunschweig*, **52**, (1957) p. 48.
- 16) KOLLMANN, F. : Über den Einfluß von Feuchtigkeitsunterschieden in Spangut von dem Verpressen auf die Eigenschaften von Holzspanplatten, *Holz als Roh- und Werkstoff*, **15**, 1, (1957) p. 35~44.
- 17) LAMBERT, E. & L. RUNGS : Über die Anwendung der Hochfrequenzerwärmung in Verbindung mit Kontakterwärmung bei der Herstellung von Holzspanplatten, *Holz als Roh- und Werkstoff*, **13**, 11, (1955) p. 450~456.
- 18) MAKU, T., HAMADA, R. & H. SASAKI : Studies on the Particle Board (Report 4), Temperature and Moisture Distribution in Particle Board during Hot-pressing, *Wood Research*, **21**, (1959) p. 34~46.
- 19) MAKU, T., HAMADA, R. & H. SASAKI : Studies on the Particle Board (Report 5), Influence of Press-time on Thickness and Cleavage Strength of Particle Board, *Wood Research*, **21**, (1959) p. 47~50.
- 20) MIELS, G. & W. SCHEIBERT : Presszeitverkürzung, *Holzindustrie*, **10**, 5, (1957) p. 162~164.
- 21) 半井勇三・塚谷 豊：尿素樹脂接着剤の熱圧触媒について, *木材工業*, **12**, 8, (1957)p. 374~376.

- 22) 大沼加茂也：木材内部温度の計算法，林試研報，111，(1959) p. 133~142.
- 23) PLATH, E.: Über den Einfluß der Härtung von Harnstoffharzen auf die Eigenschaften von Holzspanplatten, Holz als Roh- und Werkstoff, 17, 12, (1957) p. 490~494.
- 24) 清水 翰・大金考一：チップボードの製造時における圧縮時間および比重が材質に及ぼす影響について，木材誌，3, 1, (1957) p.6~9.
- 25) STRICKLER, H.S.: Effect of Press cycles and Moisture content on Properties of Douglas-Fir Flake-board, F.P.J., 9, 7, (1959) p. 203~215.

## Studies on Particle Board (V).

### Studies on the pressing (2).

#### Factors affecting the pressing time.

Mutsumi IWASHITA, Toshiyo MATSUDA and Shigeharu ISHIHARA

(Résumé)

#### I Introduction.

The press cycle in practical production of particle board is one of the factors limiting output of production. Hence, the shortening of curing time in particle mattress has been investigated by many researchers; F. FAHRNI<sup>6)</sup>, F. KOLLMANN<sup>16)</sup>, W. KLAUDITZ<sup>14)</sup> and others<sup>2)~5)11)19)20)25)</sup> have studied the effects of moisture content of wooden particle, or addition of moisture to surface particle on acceleration of the initial temperature rising in the inner layer and the physical properties of particle board. Besides, ANON<sup>1)</sup> and W. KLAUDITZ<sup>15)</sup> have studied the curing temperature, and others<sup>17)23)</sup> the pressing method and hardener in adhesive.

But in order to shorten the curing time, and to produce the board having good physical properties, it is necessary to synthetically consider the moisture in wooden particles, curing temperature and hardener in adhesive. Since addition of excessive water to surface layer increases the amount of absolute moisture throughout the thickness, the physical properties of board are decreased by short pressing time. Therefore, in the case of shortening the curing time, the amount of absolute moisture in particle mattress must be decreased. But, since the extreme low moisture content of core particle in the three-layer board causes depression of physical properties in the board, it is necessary to consider the reduction of total moisture content in particle mattress in spite of excessive moisture content in surface particle by decreasing the volume of face particle.

Simultaneously, to maintain the properties up to a certain level in a short pressing time, it is of course necessary to consider the hardener in adhesive and curing temperature.

From these points of view, this study deals with the effects of moisture content of wooden particle on acceleration of initial temperature rising in the inner layer, the effects of hardener in adhesive, and curing temperature on the physical properties of particle board in the shortening of curing time.

#### II The effects of initial pressing condition and wooden particle moisture content. on the initial temperature rising in inner layer.

##### 1. Pressing condition.

Species of wooden particle is AKAMATSU (*Pinus densiflora* S. et Z.) and the size of them are  $0.2 \times 1 \sim 3 \times 20$  mm in surface layer,  $0.5 \times 3 \sim 6 \times 40$  mm in core. The adhesive is urea resin and quantities used for particles in 11 % at surface layer and 7 % at core in oven-dry condition. The structure of the board is three layers. Weighing ratio of surface to core particles is 1 : 1 in dry state. The particle moisture contents before pressing are 25, 20, 15 % in surface layer and 7, 10, 15 % in core. The size of board is  $25 \times 25 \times 2$  cm. The specific gravity of board is about 0.65. The temperature of the press hot plate is  $140^\circ\text{C}$ , and the initial pressure 15, 25 and  $35 \text{ kg/cm}^2$ .

## 2. Results.

### (1) The effects of initial pressing condition.

The time required to reach a temperature of about  $100^\circ\text{C}$  at the inner layer in 25 and  $35 \text{ kg/cm}^2$  of initial pressure was faster in the same rate than in  $15 \text{ kg/cm}^2$  of initial pressure, but there was no difference of temperature rising between 25 and  $35 \text{ kg/cm}^2$  of initial pressure, and no influence of temperature rising on pressing speed (or crossing speed in hot plate) in these pressures (Fig. 2). This is because of the fact that compressive deformation rate of particle mattress in the hot press increases with increase in initial pressure, and the contact resistance between mattress and hot plate regarded as heating medium is also improved in high initial pressure.

### (2) The effects of wooden particle moisture content.

The effects of wooden particle moisture content on the temperature rising in inner layer were more considerable than that of the initial pressure (Fig. 3).

When the moisture content was high in surface particles and low in core, the time required to reach a temperature of  $100^\circ\text{C}$  at the inner layer became less (Fig. 4). Because the heat conductivity is improved as the moisture content goes up in surface particles, and thermal diffusibility is increased as the moisture content goes down in core particles. Consequently, it is consistent with the above-mentioned paper that surface moisture content should be increased for the purpose of accelerating the inner temperature rising, but from the standpoint of shortening the curing time, it is recognized that moisture content of inner particle must be decreased as much as possible. However, we have described in our previous paper<sup>9)</sup> that the volume of surface particle should be decreased or excessive water should be sprayed to the surface of particle mattress before pressing in order to increase the moisture content of surface particle and to decrease the average moisture content in particle mattress.

## III The effects of hardener on the properties of urea resin adhesive.

### 1. Preparing condition.

The adhesives and hardeners added to the adhesives are as follows:

Adhesive	Hardener and quantity of addition
Urea resin (Plyamine TD 482) (45% solids)	$\text{NH}_4\text{Cl}$ : 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 and 2.5%* $\text{NH}_4\text{OH}$ (28% sol.): 0, 1, 2 and 3%* Some quantities of water (Total of all contents is 10% of urea resin solution)
Urea resin A (44.5% solids)	X (Latent catalyst of market): 3, 5 and 10%*
Urea resin B (41.5% solids)	Y (Latent catalyst of market): 3, 5 and 10%* $Z_1$ ( " ): " " $Z_2$ ( " ): " "
Urea resin C (43.5% solids)	$\text{NH}_4\text{Cl}$ (20% sol.): 2.5, 5 and 7.5%

(\*) Quantity of addition is based on each adhesive solution.

## 2. Testing procedures.

(1) Measurement of gel-time: 50 g of urea resin, mixing the hardener in each condition, was heated in glass test-tube at 30°C. If the adhesive did not gelatinize within one hour at 30°C, gelatinized temperature was raised at a rate of 10°C every one hour.

(2) Measurement of hardening time: The glass-plate was coated with the adhesive of each conditions at 5 mils (1/20 mm) in thickness, and then put on the hot plate of which temperature was 100°C. And, immediately, the surface of resin film was scratched by pin moving constantly. According as the resin hardened, the scratching seam on the surface of resin film disappeared. We calculated the hardening time from the distance of scratching seam on the resin film.

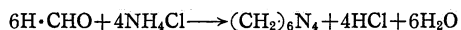
(3) Aging time: As it is difficult to measure the durability of adhesive in a short period, the following method was used in order to consider the difference among each condition of adhesives. Certain quantities of adhesive mixed with the hardener were put into a Petri-dish, and the reducing ratio of weight and the ratio of shrinkage in diameter of adhesive were measured after 48 and 72 hours at 20°C, 24 hours at 60°C, and then 24 hours and 72 hours at 100°C. Simultaneously the cracking of adhesive was observed.

## 3. Results.

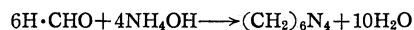
## (1) Ammonium chloride-ammonium type hardener.

The catalytic effects after mixing ammonium chloride and ammonium to the urea resin at the rate given in the above table are shown in Table 1, Fig. 5, 6. Although pH value of hardener was increased by adding ammonium, and the adhesive was weak alkaline, pH value of almost all adhesives mixed with the hardener was decreased.

Gel-time was postponed with increase of ammonium and was shortened with increase of ammonium chloride, but gel-time was almost unchangeable above 1.5 % in ammonium chloride. Hardening time showed the same tendency as gel-time, but the influence of ammonium chloride on hardening time was not so evident as gel-time. Consequently, the effects which restrain the reaction of condensation in urea resin at room temperature are recognized, but it can be considered that these relations depend on the following mechanism of reaction; the free formaldehyde in urea resin is affected by ammonium chloride in the condensation of urea resin, and hexamethylenetetramine and hydrochloric acid is generated as shown in the following formula.



If the generation of hydrochloric acid which accelerates the condensation is restrained, it is possible to restrain the condensation. Therefore, in the case of adding ammonium, the free formaldehyde reacts as shown in the following formula.



Then, as the generation of hydrochloric acid by ammonium chloride is restrained as a result of adding ammonium, the condensation of urea resin can be restrained.

Consequently, considered with the operation of manufacture in the factory, from the viewpoint of having a certain pot life and of shortening the press cycle, 1.0 %, 1.5 %, 2.0 % and 2.5 % in ammonium chloride and 2 %, 3 % in ammonium were used as the hardener of pressing condition in this experiment.

## (2) Latent hardener on the market.

The constitution of latent hardener on the market is not clear, but it is presumed that

these hardeners generally consists of organic amine. The catalytic effects after mixing these hardeners and 20 % solution of ammonium chloride to the urea resin are shown in Table 2. The pH value of mixed adhesives (A-x, B-y and B-z type) were slightly decreased with increases of hardener on account of weak alkaline in the pH value of these hardeners. Both gel-time and hardening time in same adhesives were shortened with increases of hardener, especially in A-x type adhesive; however, hardening time was shortened in spite of having long gel-time. In B-z<sub>2</sub> type adhesive the pH value of mixed adhesive was increased with increases of hardener on account of strong alkaline in the pH value of this hardener, whereas both gel-time and hardening time were prolonged in the same condition of hardener. These phenomena are consistent with the tendency shown in adding ammonium in the case of ammonium chloride-ammonium type hardener. In C-ammonium chloride type adhesive pH value after mixing was decreased with increase of ammonium chloride and gel-time was also extremely shortened on account of acid in the pH value of ammonium chloride. And therefore, such hardener as ammonium chloride cannot be used owing to the danger of precure, except the special manufacturing method having very short glue-coating, mat-forming and hotpressing time.

### (3) The durability of adhesive.

In the case of using ammonium chloride as a hardener in urea resin adhesive, since the ammonium chloride is mixed in urea resin, cured urea resin begins to shrink within a short period and cracks, then finally breaks down. These phenomena depend on dehydration and deformaldehydification (discharge of formaldehyde) in urea resin. Moreover, when the quantity of ammonium chloride is increased, these phenomena occur remarkably, which points to the advisability of giving further study to cases having much content of ammonium chloride as above mentioned. However, as the durability test requires observation for a long period, this experiment was limited to investigation about the shrinkage and cracking of resin by means of heating on account of accelerating the aging.

The results obtained are shown in Table 3. and Photo. 1. Although all urea resin without hardener have been heated in 100°C, resin evidenced no shrinkage, but only bubble, whereas urea resin with ammonium chloride was apt to shrink remarkably, or cracked, and finally resin was broken down. Besides, urea resin with latent catalyst of market X shrunk slightly and showed signs of cracking. Subsequently, urea resin with ammonium chloride and ammonium added shrank slightly.

Therefore, it is recognized that addition of ammonium is useful for aging of urea resin. On the other hand, it seems that hardener with high durability has an inhibitive effect of curing reaction, but it can be considered that the latent catalyst X is an effective hardener for urea resin adhesive, because it makes resin cure quickly and moreover scarcely shrinks in durability test of urea resin.

## IV The effects of hardener on the properties of particle board.

### 1. Preparing condition.

Species of wooden particle is EZOMATSU (*Picea jezoensis* CARR.) and the size of them are  $0.2 \times 1 \sim 3 \times 20$  mm in surface layer,  $0.5 \times 3 \sim 6 \times 40$  mm in core. The particle moisture contents before pressing are 20 % in surface layer and 10 % in core. The adhesives and hardeners are as mentioned above and resin quantities used for particles is 11 % at surface layer and 7 % at core in oven-dry condition. The structure of the board is three layers and weighing

ratio of surface to core particles is 1 : 2 in dry state. The size of board is  $45 \times 45 \times 2$  cm. The specific gravity of board is about 0.65. The temperature of the press hot plate is  $140^{\circ}\text{C}$ . Pressing times are 10 min and 20 min. The pressure is applied by such step-down system as  $25 \text{ kg/cm}^2 \rightarrow 15 \text{ kg/cm}^2 \rightarrow 10 \text{ kg/cm}^2 \rightarrow 5 \text{ kg/cm}^2$  every 5 min in the case of 20 min of pressing time, and  $25 \text{ kg/cm}^2 \rightarrow 15 \text{ kg/cm}^2$  every 5 min in the cases of 10 min of pressing.

## 2. Testing procedure.

Specimens were humidified in air condition of  $20^{\circ}\text{C}$  and 65 % (R.H.), and tested by JIS A 5908-1957 after attaining the equilibrium moisture content.

Sampling of specimen is shown in Fig. 7.

## 3. Results.

### (1) Ammonium chloride-ammonium type hardener.

The physical and mechanical properties of particle board obtained in the case of adding ammonium chloride-ammonium type hardener to urea resin are shown in Fig. 8~13. And the results by analysis of variance in relation between various properties and quantities of ammonium chloride or ammonium in terms of pressing time are shown in Table 4. The properties, except hygroscopicity, between 10 min and 20 min in pressing time were not significant at 5 % level of probability in all hardeners. This depends on the depression of particle moisture content before pressing and the effect of using hardener. The differences between additional quantities of ammonium were hardly recognized, but the properties of board were depressed by excessive quantities of ammonium chloride; and optimum quantity of it for tensile strength perpendicular to surface was 1.5 % of urea resin solution.

Since wood screw holding power which indicates the property of surface layer was decreased with increases of ammonium chloride, it seems that it is not necessary for surface layer in three layer board to use the hardener. Table 5 illustrates the properties of three layer board without hardener in both face and core layer. Bonding properties and wood-screw holding power which indicates the properties of surface layer were equal to or more than that of board using hardener, while tensile strength perpendicular to surface which indicates the inner bonding strength was extremely depressed, especially in the case of 10 min of pressing time.

Consequently, these phenomena indicate that for shortening the pressing cycle it is necessary to investigate sufficiently the hardener added to the adhesive.

### (2) Latent catalyst on the market.

The physical and mechanical properties of particle board obtained in the case of adding various latent catalyst on the market to urea resin are shown in Table 6. In this case, the difference of properties depending on pressing time and additional quantities of latent hardener were scarcely recognized, but the absolute value of the properties were almost consistent with the optimum value in the case of ammonium chloride-ammonium type hardener. The properties of board using only ammonium chloride (20 % sol.-2.5 %) as a control were extremely depressed, compared with the above-mentioned latent hardeners.

It is considered that this depression of properties depends on precure of adhesive, and therefore the effect of adding ammonium is proved by this fact. Consequently, the possibility of shortening the curing time was obtained by increasing the additional quantity of ammonium chloride and using ammonium.



## V The effects of pressing time and curing temperature on the properties of particle board.

### 1. Preparing condition.

Species of wooden particle is EZOMATSU (*Picea jezoensis* CARR.) and the size and moisture content of wooden particle are the same as that given in Chap. IV. The adhesive is urea resin (Plyamine TD 482, 45 % solids) and resin quantities used for particles is 11% at surface layer and 7 % at core in oven-dry condition. As a hardener, ammonium chloride, ammonium and water are respectively mixed in 1.5 %, 2 % (28 % solids) and 6.5 % of adhesive solution. Curing temperatures are 140°C, 160°C and 180°C in the case of 5 min pressing time, and 140°C only in the case of 10 min and 20 min pressing time. The pressure is applied by the step-down system of 25 kg/cm<sup>2</sup> (1.5 min) → 15 kg/cm<sup>2</sup> (1.5 min) → 10 kg/cm<sup>2</sup> (1 min) → 5 kg/cm<sup>2</sup> (1 min) in the case of 5 min pressing time, 25 kg/cm<sup>2</sup> → 15 kg/cm<sup>2</sup> every 5 min in the case of 10 min pressing time and 25 kg/cm<sup>2</sup> → 15 kg/cm<sup>2</sup> → 10 kg/cm<sup>2</sup> → 5 kg/cm<sup>2</sup> every 5 min in the case of 20 min pressing time. Other experimental conditions are the same as those given in Chap. IV.

### 2. Testing procedures.

Test specimen (10 cm × 1 cm) of distribution of moisture content was sampled in center of board immediately after pressing and divided into ten pieces in the direction of board thickness with the string saw. And then moisture content of ten pieces of specimens was measured by the oven-dry method. The physical and mechanical properties were tested by JIS A 5908-1957.

### 3. Results.

#### (1) The effect of pressing time.

(a) Since wooden particle moisture content before pressing was decreased as compared with the author's previous paper<sup>9)</sup>, moisture content distributions throughout board thickness after pressing were as shown in Fig. 14. The moisture in the particle mattress once moved from face layer to inner layer and made inner moisture high and then decreased again. But as the absolute moisture content in face layer was relatively low, inner moisture in initial stage of pressing was not more increased than that of the author's previous paper<sup>9)</sup>, hence it is considered that the board properties are not depressed by change of inner moisture after pressing in such a pressing time as 10 min. But it is rather significant that surface property is worsened by extreme decrease of surface moisture after pressing in 10 or 20 min of pressing time.

(b) The relation between pressing time in 140°C of curing temperature and board properties are shown in Fig. 16~21. Although the hardener was used and moisture of particle mattress was reduced, in 140°C of curing temperature, modulus of elasticity and tensile strength perpendicular to surface in 5 min of pressing time were markedly more decreased at the 1 % level of probability than that of 10~20 min of pressing time. The depression of tensile strength perpendicular to surface in 5 min of pressing time depends on the shortage of pressing time in the inner layer and the high moisture in the inner layer after pressing as compared with other pressing time.

(c) The board thickness in 5 min of pressing time showed spring back immediately after pressing and moreover was increased by humidifying (Table. 7). This is because of the fact that the bonding strength of inner layer is low, and coincides with depression of tensile strength perpendicular to surface. Bending properties are also affected by the bonding strength

of inner layer.

(2) The effect of curing temperature.

(a) When the pressing temperature was changed from 140°C to 160°C and 180°C only in 5 *min* of pressing time, with increases of curing temperature, the moisture content distribution throughout board thickness, as shown in Fig. 22, was similar to the distribution of 10 *min* in pressing time (140°C) in Fig. 14, but different from the distribution of 20 *min* in pressing time. The board thickness immediately after pressing showed spring back in the case of low temperature in pressing as shown in Table 7.

(b) The relation between board properties and curing temperature in 5 *min* of pressing time are as shown in Fig. 24~29. Bending strength between 160°C and 140°C, 180°C are significant at the 5 % level of probability. Modulus of elasticity between 160°C and 140°C are significant at the 1 % level and between 160°C and 180°C are significant at the 5 % level. Tensile strength perpendicular to surface between the curing temperature are not significant at the 5 % level. But the relation between these properties and curing temperature were indicated by the maximum curve. Other properties, wood screw holding power and hygroscopicity, between the curing temperature were not significant at the 5 % level of probability. Therefore, since it is considered that the optimum temperature in these pressings is 160°C, when the properties in board by this condition is compared with that of board by 140°C of curing temperature and 20 *min* of pressing time, most properties between two kind of board are not significant at the 5 % level, except tensile strength perpendicular to surface. Tensile strength of short pressing time is less than that of 20 *min* in pressing time at 5 % significant level.

Consequently, even if the pressing time is shortened to 5 *min*, when the curing temperature is 160°C, board properties are only slightly depressed; thus the possibility that the board with 20 *min* thickness can be pressed for 5 *min* is recognized.

#### VI Conclusion.

The pressing time of the board which is 20 *min* in thickness and 0.65 in specific gravity can be shortened to 5 *min* by application of the following pressing condition. Initial pressure is 25 *kg/cm*<sup>2</sup>, moisture contents of surface and core particle are respectively 20 and 10 % (Weighing ratio of surface to core particles is 1 : 2 in dry state). Hardeners, ammonium chloride and ammonium (28 % solids), are respectively 1.5 % and 2 % of urea resin solution. Curing temperature is 160°C.