

マイクロ波加熱による樹脂注入木材の硬化について

松 田 健 一

Application of Microwave Heating to Curing of the Synthetic Resin Impregnated Wood

Ken-ichi MATSUDA

1. はじめに

合成樹脂注入木材の硬化法としては、熱伝導によって木材内の合成樹脂を表層から内層へと加熱しながら硬化促進を図る外部加熱法が、従来から行われているが、本実験では、マイクロ波加熱法を木材の材質改良の領域に適用し、合成樹脂注入木材の加熱硬化を試みた。鹿児島県の南部地方で、ISUNOKIを高度に利用している工場があり、ここでは、ISUNOKIを算盤材料として開発し、良質の製品を生産している。その生産過程で、現在はISUNOKIの良質の心材不足から、以前は廃材にしていた辺材部に着目し、染料着色したフェノール樹脂を注入して外部加熱法で硬化させ心材色に改良した材をつくり、代替材として活用している。さらに、その材の多目的な利用開発をも検討している。本報は、ISUNOKIの辺材の材質改良の工程内での「加熱硬化」にマイクロ波加熱を利用し、短時間での注入樹脂の硬化の可能性と、加熱硬化にともなう材質の改良効果について試験し、その結果をまとめたものである。

2. 実験方法

2.1 供試材料

i) 樹種 ISUNOKIの辺材部(含水率10%,比重0.92)を用い、その寸法形状は、厚さ18ミリ、巾65ミリ、長さ300ミリの柵目材である。

ii) 注入用樹脂 アルコール溶剤タイプのフェノール樹脂(スミライト7-904,樹脂率55%,住友化学製)を用い、これにメタノール10kgに対し、黒色系の直接染料を0.2kgの割合で混合し樹脂率を16%に希釈調合した。

iii) 樹脂注入木材 上記i)のISUNOKIを樹脂注入装置で真空度650mmHgで脱気処理し、その後、着色フェノール樹脂を加圧力 $37\text{kg}/\text{cm}^2$ で3時間、強制注入して注入率27%前後のものを試験材とした。

iv) 樹脂注入材の硬化材 樹脂注入材は注入後、1~2週間、常温乾燥に付し溶剤の逸散をはかった。そして一部は外部加熱用に供し、 50°C で4時間予備乾燥、次いで 80°C で46時間の加熱を行って樹脂を硬化させた。他は、マイクロ波加熱用にあてた。なお、硬化材はグリセリン60%

溶液で 20°C、湿度70%に調節したデシケータ中で30日間放置して含水率13%前後に調湿してから材質試験に供した。

2.2 実験装置

マイクロ波加熱装置には、出力可変のバッチ式オープンタイプの装置（周波数 2450±50 MHz、出力 650W、1300W の2段可変型、松下電器製）を使用した。

2.3 測定方法

マイクロ波加熱による樹脂注入材の温度上昇経過をみるために、材の表層部と中層部の温度を熱電対(cc)温度計で測定した。強度は、材料試験機（アムスラータイプ、4 ton）で、マイクロ波加熱による樹脂注入硬化材の曲げ強さ σ_{mb} 、曲げヤング係数 E_{mb} 、外部加熱による樹脂注入硬化材の曲げ強さ σ_{cb} 、曲げヤング係数 E_{cb} 、さらに無処理材のそれ、 σ_{sb} 、 E_{sb} を中央集中荷重方式で測定した。そして、図の一部は各強度について、無処理材に対する強度比 P 、ヤング係数比 ε であらわすことにする。

$$P = \frac{\sigma_{mb}, \sigma_{cb}}{\sigma_{sb}} \quad \text{①} \qquad \varepsilon = \frac{E_{mb}, E_{cb}}{E_{sb}} \quad \text{②}$$

硬度については、マイクロ波による樹脂注入硬化材の硬さ H_m 、外部加熱による樹脂注入硬化材の硬さ H_c とし、マルチンス・ハイン法で柁目面の表面硬さ、材を中央部で切断した木口面の硬さを、それぞれ測定した。そして、前式①、②と同様、無処理材の硬さ H_s に対する硬さ比 h であらわした。なお、これらは一条件6試験材の平均値である。

$$h = \frac{H_m, H_c}{H_s} \quad \text{③}$$

寸度変化については、樹脂注入材の加熱時、および硬化完了後の樹脂注入硬化材の三方向の動きを、経時的に追跡測定した。

3. 実験結果・考察

3.1 樹脂注入材の内部温度

既報⁶⁾⁷⁾で、マイクロ波加熱による木質材の温度が指数関数的な傾向を示して上昇することをのべたが、今回は、マイクロ波加熱による樹脂注入材の硬化に影響をもたらすと考えられる温度特性について、さらに検討を加えた。Fig. 1 に示すような材の中層部の温度傾向を得たが、その上昇性は図中 I, II, III の3つの段階に区分できる。すなわち、I の領域は、注入材に存在する水分、アルコール等にマイクロ波が吸収され発熱作用をおこすが、その熱エネルギーは溶媒の温度上昇に消費され、材温を 100°C 付近まで高める。このことは重量減少率をみると、この期間は変化が少なく、水分、溶剤の逸散が行われていないことを示している。II の領域では、100°C から、ゆるやかな上昇を呈しているのが認められる。この領域では樹脂注入材の溶剤、および水蒸気化した水分の蒸発に伴う激しい気化熱によって材温をあげるに必要な熱気がうばわれるために温度上昇が抑

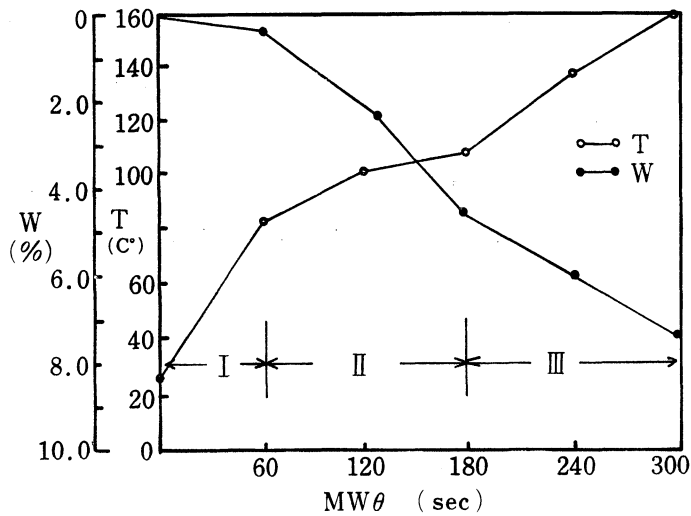


Fig. 1 マイクロ波照射 (MWθ) による 樹脂注入木材の温度 (T) と重量減少率 (W) について (出力 650 W)

制されている。この期間では、まだ材内の樹脂の硬化現象は生じていない。III の領域では、溶剤等の逸散作用が一応終了し、熱エネルギーは木材の実質部、樹脂成分の温度の上昇に費やされるようになり、ここから 100°C 以上にのぼりはじめ樹脂の硬化温度に到達して樹脂が硬化するに到っている。この I, II, III の領域は高出力域になるほど時間的に速く現われてくる。温度と加熱時間とのかかわりあいから検討すると、本実験に供した試験材の材積のものでは、フェノール樹脂の

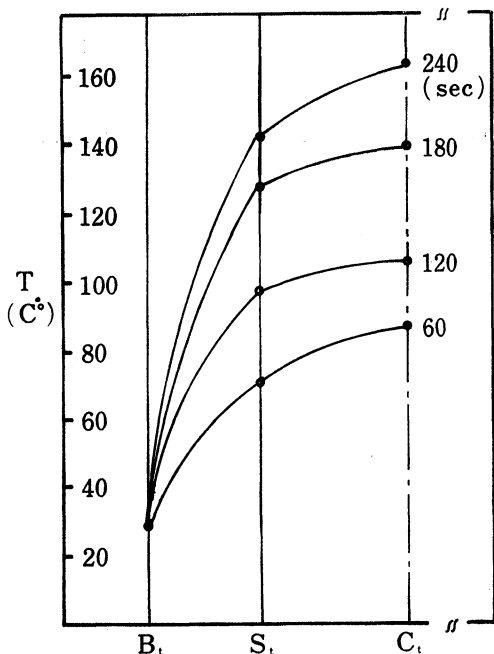


Fig. 2 マイクロ波加熱による樹脂注入木材の表層部 (S_i) と中層部 (C_i) の温度上昇特性 (B_i…加熱前材温)

硬化温度 130°C に達するのに、出力 650W で300秒、出力 1300W で120秒と短時間である。なお、加熱による材の硬化に伴って生じる視覚的变化は、出力 1300W では120秒で樹脂が材表面へ滲出しはじめ硬化、180秒で焦臭が発生してくる、さらに240秒を越えると200°C をオーバーし、材は内部破裂と発火をまねき、材の損傷は顕著となる。

Fig. 2 には、樹脂注入材の加熱時間による材内の温度分布と上昇性を示した。材の表層部と中層部との間には温度差があり、高温域になるほど、その差は広がってきて中層部が高い値となる。これは理論的にはマイクロ波加熱の場合、温度は均一的に上昇するはずであるが、材の不均質、含水率ムラ等の、また、材の表層部からの熱放散現象などの諸因が重り合う結果と推察される。

3.2 樹脂注入硬化材の強度

Fig. 3 は、それぞれの加熱条件下で硬化した材の機械的性質に関する改良効果を、曲げ強さと、

曲げヤング係数について検討したものである。ただし、この強さは含水率、樹脂、温度などの諸因子が複合された形であられる相対的なものであることを付記しておく。外部加熱による樹脂注入硬化材の σ_{cb} は、無処理材の σ_{sb} にくらべて25%の強度増が認められた。これに対してマイクロ波出力650Wで加熱処理した樹脂注入硬化材の σ_{mb} は加熱時間にかかわる材内温度が関与している。つまり、加熱時間60~180秒では熱不足で樹脂の硬化が期待できないが、240~300秒の時間帯では材に損傷を発生することなく材内のフェノール樹脂の硬化が完了している。この時点での材質は、従来の外部加熱による樹脂注入硬化材の σ_{cb} に匹敵するだけの σ_{mb} を示した。曲げヤング係数の

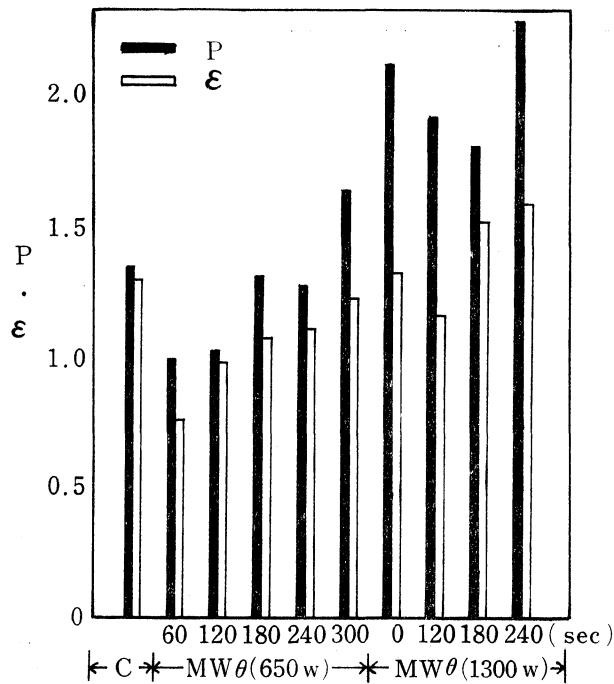


Fig. 3 マイクロ波出力別、加熱時間別の樹脂注入硬化木材と外部加熱樹脂注入硬化木材(C)の無処理木材に対する曲げ破壊係数比(P)と曲げヤング係数比(ε)について

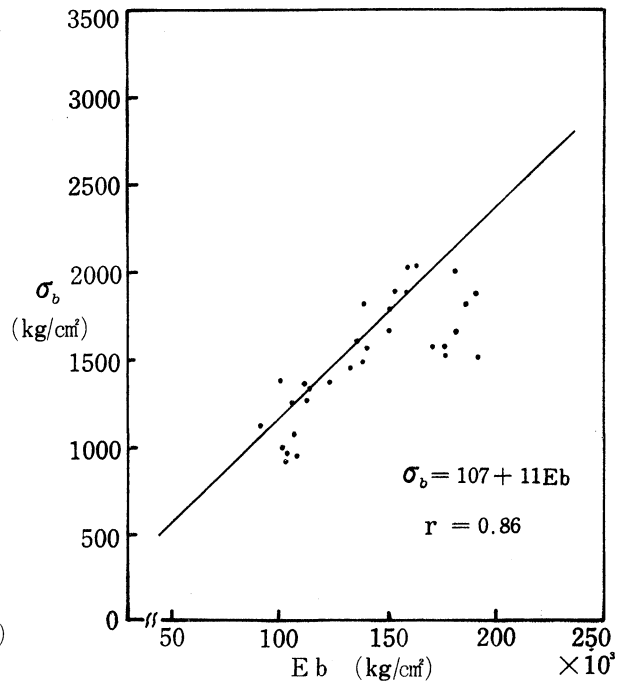


Fig. 4 樹脂注入硬化材の曲げ破壊係数 σ_b と曲げヤング係数 E_b との相関

効果については、外部加熱の樹脂注入硬化材の E_{cb} は無処理材の E_{sb} よりも約20%増となっている。ところが、マイクロ加熱した材の E_{mb} は無処理材の E_{sb} よりも増加するが、外部加熱した材の E_{cb} と比較すると全般に低下する傾向にある。すなわち、曲げ強さ増にくらべて、曲げヤング係数の方は比例的には増加しないことを意味する。この傾向はマイクロ波出力が高域になるほど顕著にあらわれてくる。この原因はマイクロ波加熱処理において出力650Wの場合、わずか300秒で所要温度をえて樹脂の硬化がなされているが、この短時間での急激な温度変化が材の組織、フェノール樹脂等の組成に影響をおよぼし材質の脆弱化と申すか樹脂注入硬化材の靱性を損じる結果をまねき、注入樹脂と、熱のために曲げ強さはますが脆くなって曲げヤング係数を低下させるものと思われる。Fig. 4に曲げ強さと、曲げヤング係数についての相関性を示した。

3.3 樹脂注入硬化材の硬度

Fig. 5 には、硬度変化を示した。外部加熱の樹脂注入硬化材の硬さは、無処理材の硬さに対して2倍強に改良されている。さらに、この硬さを木口面と柾目面の二面に分けて測定すると、木口面の中層部の硬さで1.7倍、柾目面の表層部の硬さが2.2倍と、材内で異った硬度増となっている。マイクロ波加熱の樹脂注入硬化材の硬さは向上して樹脂注入の効果がみられる。この材の木口面の中層部の硬さ H_{me} 、柾目面の表層部の硬さ H_{mr} の2測定面は、加熱時間が長くなるに従って共に硬さはましてゆく。しかし、樹脂の硬化適温になる時間帯（180秒）あたりから、2面の間に硬度の上昇傾向が異なってくる。すなわち、外部加熱の場合と比較すると、 H_{mr} の値は H_{cr} の値をこえることはなく横バイ状態を呈している。 H_{me} の方はわずかであるが、 H_{ce} の値を上まわる硬さになっている。これはマイクロ波の内部発熱による内部硬化現象をあらわしている。しかし Fig. 6 から察しうるように、マイクロ波加熱による H_{me} と H_{mr} についての相関は低く、マイクロ波加熱による樹脂注入硬化材の材部の硬度形成にはバラツキがあることを知る。この原因としては、樹

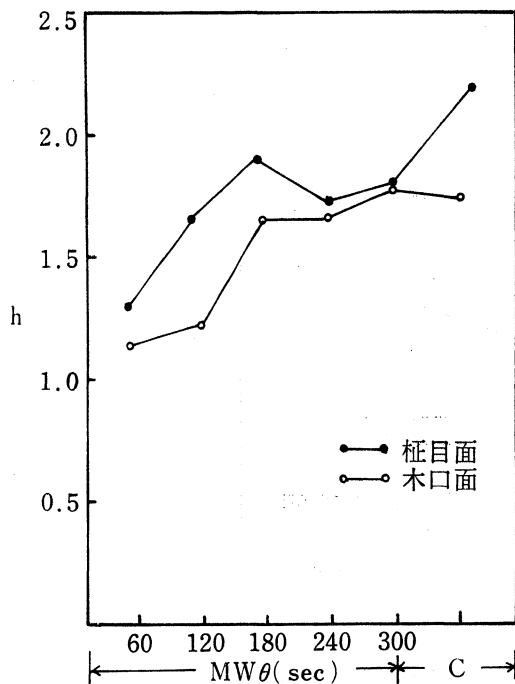


Fig. 5 マイクロ波加熱の樹脂注入硬化材と外部加熱の樹脂注入硬化材 C の無処理材に対する硬度比

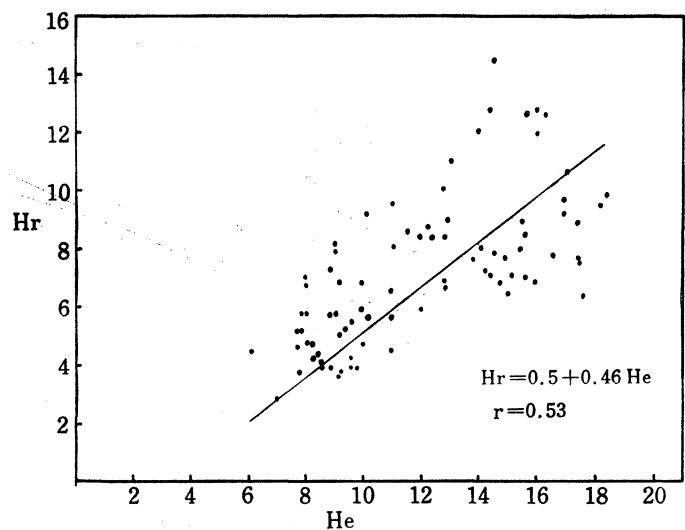


Fig. 6 樹脂注入硬化材の柾目面硬度 H_e と木口面硬度 H_r との相関

脂の含浸状態、温度分布、材質の不均質等の因子が影響することが考えられる。Fig. 7 には各材の柾目面の表層部と木口面の中層部の a 点、b 点、c 点の3点の硬さ分布を示した。この図と Fig. 5 とを関連させて検討すると、熱伝導による外部加熱方式と、内部発熱によるマイクロ波加熱方式による硬化作用の特徴を理解できる。そして硬度形成にしても、加熱時間の影響、すなわち、温度との関係が密接で、300秒程度の処理で、外部加熱の樹脂注入材の硬さに匹敵するだけの値を得るこ

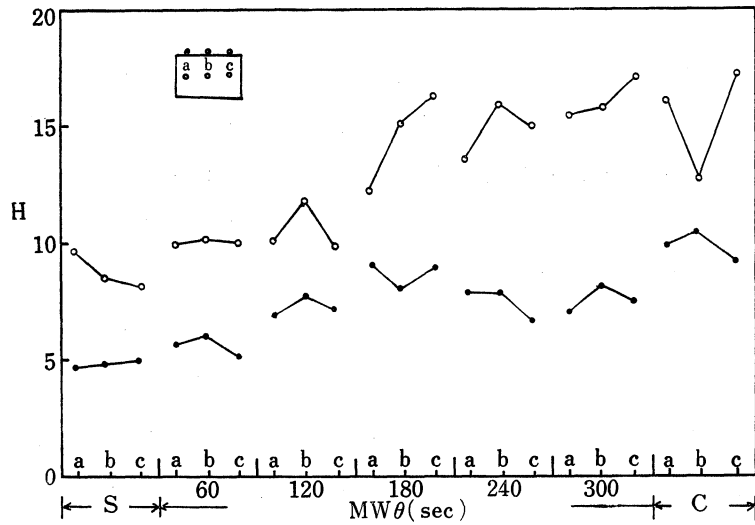


Fig. 7 マイクロ波加熱の樹脂注入硬化材, 外部加熱の樹脂注入硬化材 C, 無処理材 S の表層部 (柁目面) と中央部 (木口面) の硬度変化

とができる。また、この硬さは、硬化完了後の経時的な余効効果が生じるとしても、加熱処理直後の樹脂硬化の程度が、その材質改良に大きく影響することが判った。Fig. 8 には、硬さと曲げ強さとの関係を回帰式で示した。

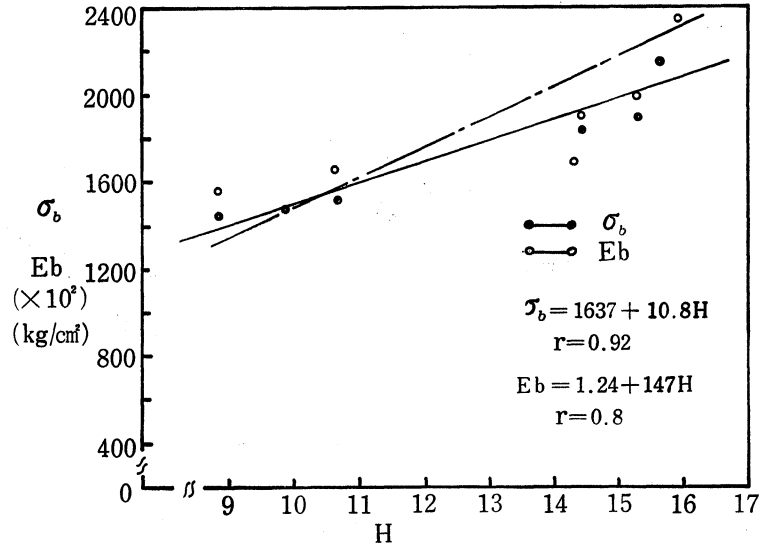


Fig. 8 樹脂注入硬化材の硬さ H と、曲げ破壊係数 σ_b ; 曲げヤング係数 E_b との相関

3.4 樹脂注入硬化材の寸度安定

木材の材質改良で要求されるのは、材質の機械的性質の改良、すなわち強度増と共に寸度の安定性である。今回は樹脂にアルコールタイプのフェノール樹脂を用いたので強度改良の目的は達したが、樹脂硬化後の注入硬化材の寸度安定性について経時的な材の収縮・膨張について測定した。その結果を Fig. 9 に示す。ISUNOKI はフェノール樹脂を注入して材質改良をはかった場合、硬化

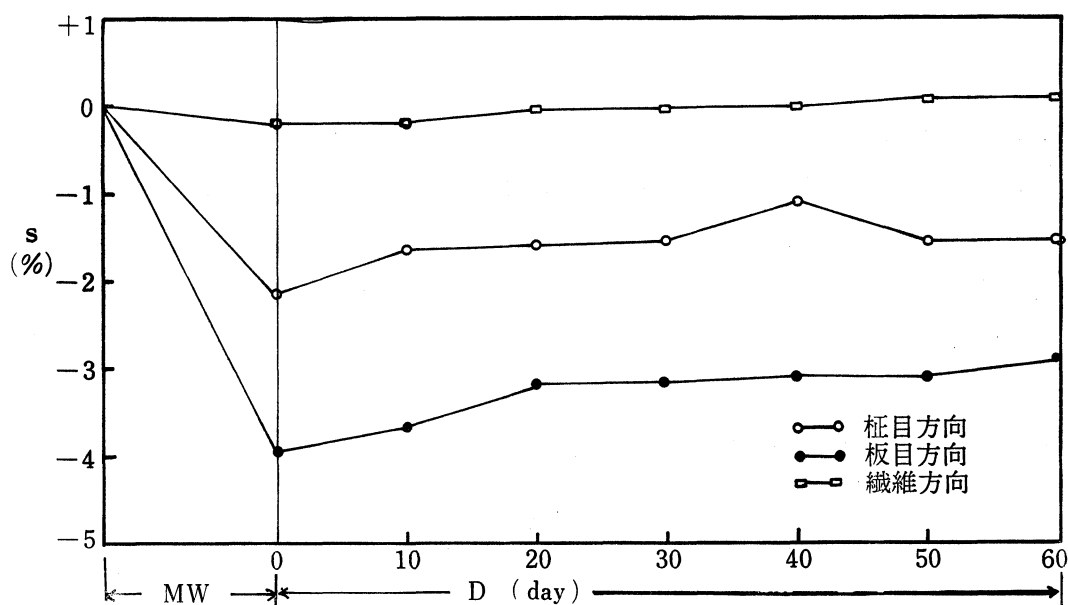


Fig. 9 樹脂注入材のマイクロ波加熱 MW 時と硬化後の経時的変化 D による収縮変化 s について

後の材の動きが、大きいことが報告されている。この点に留意して経時的な動きを測定した。Fig. 9 は、マイクロ波で 300 秒加熱処理した材の硬化に伴う動きと、硬化後の室内放置による経時的な変化をみたものである。その期間は 10 月～12 月の 2 カ月間である。

i) マイクロ波加熱硬化による材の動き

樹脂注入材は加熱処理によって全般的に収縮してゆくが、試験材の一部に加熱時間の 60～120 秒で、僅かであるが膨張するのが現れた。これは、フェノール樹脂が前記の時間帯に発生した温度では十分に硬化できない状態にあり、水分の急激な蒸気化、または、樹脂溶剤の気化現象によって蒸気圧が材の内部に発生し、この圧力が材を一時的に膨張させることが推測される。つまり、マイクロ波加熱の樹脂注入材の材質は、注入された樹脂が硬化する直前は材内の急速な水分の蒸気化で、わずかだが膨張し、その後、水分、アルコールの蒸発、樹脂硬化、材の物理的变化によって収縮をはじめ。このことから、マイクロ波加熱時間の 120 秒前後の発生温度 50～100°C が材を一時的に膨張させ、かつ収縮のはじまる分岐点と云える。

ii) 樹脂注入硬化材の経時的変化

樹脂注入硬化材は、加熱処理中の硬化過程で板目方向で 4%，柾目方向で 2% の収縮をしている。この材を 2 カ月、室内に放置しておく、時日が経つに従って、処理前、すなわち素材の寸度へと復元する徴候があらわれてくる。硬化完了後から 20 日間が三方向とも、復元値が大きく、その後 40 日を経過しても、安定せず、常時、動くのを測定した。以上から木材にフェノール樹脂を注入して材質改良を行ったといえども、完全に材の寸度安定化を図ることは困難である。よって、材の動きが一応、安定するまでの保養期間が必要で、その後加工に付すのが望ましい。

4. 結 語

樹脂注入材の硬化工程にマイクロ波加熱法を適用した。すなわち、ISUNOKI にフェノール樹脂を加圧注入してこれをマイクロ波（出力 650W, 周波数 2450±50 MHz）を60～300秒照射して加熱硬化し、硬化によって生じる諸性質について検討した。その結果、本実験に用いた試験材ではマイクロ波出力 650W で240～300秒の加熱時間で十分な硬化温度を得ることができた。マイクロ波で加熱硬化した樹脂注入材の曲げ強さや、硬さなどの機械的性質は、従来の外部加熱法による、それと比較した場合、同等、あるいはそれ以上の値がえられ、短時間処理での材質改良の効果があつた。一応、今回の実験で得た結果を総括すると次表のとおりである。

Table. 1

材 質 硬化処理	比 重	曲げ破壊係数 kg/cm ²	曲げヤング係数 kg/cm ²	硬 さ	
				柁 目 面	木 口 面
無 処 理 材	0.92	1430	127.7 ^{×10⁸}	4.5	8.9
外部加熱樹脂注入硬化材	1.05	1950	204.0	9.9	15.5
マイクロ波加熱 樹脂注入硬化材*	1.06	2370	198.8	7.8	15.9

* マイクロ波加熱 300 秒時の材質

参 考 文 献

- 1) 川瀬 薫, 早川 淨: マイクロ波照射による含浸木材の重合, 木材工業 VOL29-1, p. 12~17 (1971)
- 2) 小野和雄: 木材物理実験書, 農業図書.
- 3) 山本 孝: 高周波による木材加工に関する研究, 東京大学農学部演習林報告, 第41号, (1951)
- 4) 木材工業篇集委員会: 日本の木材, 日本木材加工技術協会.
- 5) 松田健一: 樹脂注入による木材の材質改良研究, 鹿大教育学部研究紀要 (自然科学篇), 第22巻, p. 79~89 (1971)
- 6) 松田健一, 森 稔: マイクロ波加熱による合板のコーナージョイント, 木材工業, VOL30-3, p. 10~14 (1975)
- 7) 松田健一, 上原守峰: マイクロ波加熱による木材の接着, 鹿大教育学部研究紀要 (自然科学篇), 第27巻, p. 59~68 (1976).
- 8) E. C. O KRESS: Microwave Power Engineering. II ACADEMIC PRES (New York & London) (1976)

(1978年10月23日 受理)