

镁铝水滑石复配三聚氰胺磷酸盐 制备阻燃中密度纤维板的工艺

张丽芳, 梁善庆, 张龙飞, 姜鹏, 陈志林

(中国林科院木材工业研究所, 北京 100091)

摘要: 采用无机镁铝水滑石和三聚氰胺磷酸盐以1:1质量比复配的阻燃剂, 以及异氰酸酯MDI胶制备中纤板(MDF), 探讨施胶量、热压温度和热压时间对MDF力学性能的影响。结果表明: 各因子对MOE、MOR和IB影响顺序为: MDI施胶量>热压温度>热压时间; 确定较优工艺参数为: 热压温度160℃, 热压时间6 min, MDI施胶量10%。在此条件下, 阻燃MDF的MOE、MOR与IB均达到GB/T 11718-2009潮湿状态下使用的家具型产品的要求, 氧指数为30.3%。

关键词: 镁铝水滑石(MgAl-LDH); 三聚氰胺磷酸盐(MP); 中密度纤维板(MDF); 工艺参数; 力学性能

中图分类号: S781.73; TS653.6

文献标识码: A

文章编号: 1001-8654(2018)01-0006-04

Manufacturing Parameters for Fire-Retardant Medium Density Fiberboard with Magnesium-Aluminum Layered Double Hydroxide and Melamine Phosphate

ZHANG Li-fang, LIANG Shan-qing, ZHANG Long-fei, JIANG Peng, CHEN Zhi-lin

(Research Institute of Wood Industry, Chinese Academy of Forestry, Beijing 100091, China)

Abstract: In order to improve both fire retardant and mechanical properties of medium density fiberboard (MDF), the authors prepared a flame retardant composed of magnesium-aluminum layered double hydroxide (MgAl-LDH) and melamine pyrophosphate (MP) having a mass ratio of 1:1, and selected MDI resin as the adhesive.

The results showed that MOE, MOR and IB were influenced as MDI resin consumption, hot-pressing temperature and hot-pressing time changed. The optimal manufacturing parameters were 160℃ hot-pressing temperature, 6 minute hot-pressing time and 10% MDI resin consumption. Under these conditions, all the MOE, MOR and IB of the flame-retardant MDF samples met the specifications for furniture grade MDF used in humid conditions according to the National Standard GB/T 11718-2009. The limiting oxygen index(LOI) was 30.3%.

Key words: MgAl-LDH; melamine pyrophosphate; medium density fiberboard; manufacturing parameter; mechanical property

收稿日期: 2017-05-18; 修改日期: 2017-10-12

基金项目: 中国林科院林业新技术研究所基本科研业务费专项资金“镁铝水滑石与磷氮阻燃剂协效阻燃技术研究”(CAFINT2015C09)。

作者简介: 张丽芳(1991—), 女, 中国林科院木材工业研究所硕士研究生。

责任作者: 梁善庆, 男, 中国林科院木材工业研究所副研究员, 博士。

阻燃人造板的使用, 有助于降低火灾风险, 保护生命财产安全^[1-2]。阻燃技术的开发成为近年来的研究热点。木质材料的阻燃研究主要集中在多种阻燃剂的协同作用开发, 以同时有效提高木质材料的阻燃和抑烟性能, 克服单一阻燃剂的缺点^[3-4]。

无机阻燃剂因具有环保、安全、阻燃效果优异等特点,逐渐成为阻燃剂研究热点^[5-7]。笔者前期研究采用镁铝水滑石(MgAl-layered double hydroxide, MgAl-LDH)作为单一阻燃剂,结合脲醛树脂(UF)胶制备阻燃中纤板(MDF),发现当 MgAl-LDH 添加量达 15%时,其阻止热量释放的效果与三聚氰胺磷酸盐(Melamine phosphate, MP)添加量 10%的效果接近,抑烟性更优,但会使 MDF 的力学性能降低^[6]。在此基础上,笔者尝试以 MgAl-LDH 和 MP 复配,利用两者优势,制备一种新型无机阻燃剂,并采用异氰酸酯(MDI)胶制备 MDF,旨在保证板材良好阻燃性能的同时,提升力学性能。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1) 镁铝水滑石(MgAl-LDH),白色粉末,难溶于水,平均粒径 260 nm,镁铝质量比 3:1, MgO、Al₂O₃ 的质量分数分别为 33.1%、20.5%。外购。

2) 三聚氰胺磷酸盐(MP),白色粉末,分解温度≥250℃,密度 1.8~1.9 g/cm³。外购。

3) 异氰酸酯胶黏剂(MDI),半透明状棕色液体,相对密度 1.22~1.25 g/cm³ (25℃),黏度 200 mPa·s (25℃),外购。

4) 木纤维,含水率 10%~12%,长度 1~4 mm,直径 100~800 μm,外购。

1.2 主要设备

鼓风干燥箱、搅拌机、球磨机、喷枪、热压机;木材万能力学试验机;电子天平。

1.3 制备工艺

1) 阻燃剂配制

将 MgAl-LDH 和 MP 两种阻燃剂按 1:1 质量比,在球磨机中机械混合均匀^[8],备用。

球磨机设置:转速 200 r/min,正/反转时间各 6 min,总运行时间 18 min,运行间隔 6 min。

2) 工艺流程

木纤维→干燥→施胶→施加阻燃剂→组坯→热压→阻燃 MDF。

木纤维先施胶,再喷洒阻燃剂,采用集尘机将木纤维吸集、分散,循环 3 次,使阻燃剂均匀分散于木纤维中。

预设密度 0.75 g/cm³,幅面为 360 mm×340 mm,厚度约 9 mm,手工铺装组坯并预压,上下面分别铺脱模纸。

依据前期试验结果^[6],设置复配阻燃剂添加量为 15%,热压单位压力 3.5 MPa。选取热压温度、热压时间、施胶量为变量因子,每个因子设置三个水平(表 1),选用 L₉(3⁴) 表进行正交试验设计。每种组合条件制备 6 块试板。

表 1 热压工艺的因子及水平

Tab.1 Variable factors and levels for hot-pressing process

水平	因素		
	A 温度/℃	B 时间/min	C 施胶量/%
1	140	6	6
2	160	9	8
3	180	12	10

1.4 性能检测

1) 按照 GB/T 17657-2013《人造板及饰面人造板理化性能试验方法》和 GB/T 11718-2009《中密度纤维板》,检测试板的弹性模量(MOE)、静曲强度(MOR)和内结合强度(IB)。

2) 根据 GB/T 2406.2-2009《塑料用氧指数法测定燃烧行为 第 2 部分:室温试验》测试氧指数。

2 结果与讨论

表 2 列出不同工艺条件下制备的阻燃 MDF 试板的力学性能检测结果,以及 GB/T 11718-2009 对潮湿状态使用的家具型 MDF 的限值要求。

表 2 不同工艺条件下阻燃 MDF 的力学性能

Tab.2 Mechanical properties for flame-retardant MDF under various manufacturing conditions

序号	因子及水平			MOE/ MPa	MOR/ MPa	IB/ MPa
	A 温度	B 时间	C 施胶量			
1	1	1	1	2 149	13.1	0.38
2	1	2	3	2 628	21.6	0.85
3	1	3	2	2 702	21.0	0.53
4	2	1	3	3 378	31.1	0.98
5	2	2	2	3 099	26.0	0.72
6	2	3	1	2 829	22.3	0.58
7	3	1	2	2 894	22.7	0.52
8	3	2	1	2 386	17.5	0.63
9	3	3	3	2 869	27.9	0.96
GB/T 11718-2009 限值(厚度 9 mm)				≥2 400	≥24	≥0.50

2.1 工艺因子对试板 MOE 的影响

由表 2 结果可知,在 9 种工艺条件下,1 号和 8 号试板的 MOE 未达到 GB/T 11718-2009 的要求;4 号试板的 MOE 最高,达到 3 378 MPa。

根据正交试验数据,对不同工艺条件制备试板的 MOE 进行极差分析,结果列于表 3。根据表 3 中热压温度、热压时间和 MDI 施胶量对应的 MOE 极差值,可知热压温度对试板 MOE 的影响最大,热压时间的影响最小。

表 3 试板弹性模量极差分析
Tab.3 MOE range analysis

项目	MOE/MPa			统计值
	A 温度	B 时间	C 施胶量	
T_{1j}	7 479	8 421	7 364	$T=24\ 936$
T_{2j}	9 306	8 113	8 695	
T_{3j}	8 149	8 400	8 875	
T_{Rj}	1 827	308	1 511	
$\bar{y}_{1j}$	2 493	2 807	2 455	$\bar{y}=2\ 771$
$\bar{y}_{2j}$	3 102	2 704	2 898	
$\bar{y}_{3j}$	2 716	2 800	2 958	
R_j	609	103	503	
SS_j	566\ 774	17\ 440	451\ 453	

注 1: $T_{1j}/T_{2j}/T_{3j}$ 分别为第 j 列“1”、“2”、“3”水平所对应的试验指标的数值之和; T_{Rj} 为第 j 列“R”水平所对应的试验指标的数值之和;
注 2: $\bar{y}_{1j}/\bar{y}_{2j}/\bar{y}_{3j}$ 分别为第 j 列“1”、“2”、“3”水平所对应的试验指标的数值之和的平均值;
注 3: R_j 为第 j 列的极差; SS_j 为第 j 列的极差平方和。下表同。

进一步对试验数据进行方差分析,在显著水平 $\alpha=0.05$ 时,热压温度对试板的 MOE 影响为显著 ($F_A=21.95>F_{0.05}(2, 2)=19.00$)。在 $\alpha=0.10$ 时,热压温度和施胶量对试板 MOE 均存在显著影响 ($F_C=17.45>F_{0.10}(2, 2)=9.00$),热压时间无显著影响。

方差分析与极差分析结果均表明,本试验范围内,各因子对试板 MOE 影响的顺序为:热压温度>施胶量>热压时间。由此筛选出较优的工艺参数为: $\bar{y}_{2A}$ 、 $\bar{y}_{1B}$ 和 $\bar{y}_{3C}$,即 4 号试板的工艺条件,温度 160 ℃、时间 6 min、MDI 施胶量 10%。

2.2 工艺因子对试板 MOR 的影响

对不同工艺条件制备 MDF 试板的 MOR 进行极差分析,结果列于表 4。

由热压温度、热压时间和施胶量对应的 MOR 极差值可知,各因子对 MOR 的影响顺序为:施胶量>

表 4 试板静曲强度极差分析
Tab.4 MOR range analysis

项目	MOR/MPa			统计值
	A 温度	B 时间	C 施胶量	
T_{1j}	55.7	67.0	52.9	$T=203.1$
T_{2j}	79.4	65.1	69.6	
T_{3j}	68.1	71.1	80.6	
T_{Rj}	23.7	6.0	27.7	
$\bar{y}_{1j}$	18.6	22.3	17.6	$\bar{y}=22.6$
$\bar{y}_{2j}$	26.5	21.7	23.2	
$\bar{y}_{3j}$	22.7	23.7	26.9	
R_j	7.9	2.0	9.3	
SS_j	94.0	6.4	129.7	

热压温度>热压时间。不同因子水平下 MOR 最大值分别为 $\bar{y}_{2A}$ 、 $\bar{y}_{3B}$ 和 $\bar{y}_{3C}$,由此可筛选出较优的工艺参数为:热压温度 160 ℃、热压时间 12 min、MDI 施胶量 10%。

方差分析结果显示:在 $\alpha=0.05$ 时, $F_C=72.06>F_A=52.77>F_{0.05}(2, 2)=19.00>F_B=3.56$,表明施胶量和热压温度对 MOR 具有极显著影响,而热压时间无显著影响,与极差分析结果一致。

9 种工艺条件下,4、5 和 9 号试板的 MOR 满足 GB/T 11718-2009 要求,其中 4 号试板的 MOR 最大。4 号试板的工艺参数与依据 $\bar{y}$ 值确定的较优工艺参数仅存在时间上的差异;而方差分析表明,时间对阻燃 MDF 的 MOR 无显著影响,考虑到生产效率,选取较优的热压时间为 6 min。

2.3 工艺因子对试板 IB 的影响

对不同试板的 IB 进行极差分析,结果见表 5。

表 5 试板内结合强度的极差分析
Tab.5 IB range analysis

项目	IB/MPa			统计值
	A 温度	B 时间	C 施胶量	
T_{1j}	1.76	1.88	1.59	$T=6.14$
T_{2j}	2.27	2.20	1.76	
T_{3j}	2.12	2.07	2.80	
T_{Rj}	0.51	0.32	1.21	
$\bar{y}_{1j}$	0.59	0.63	0.53	$\bar{y}=0.68$
$\bar{y}_{2j}$	0.76	0.73	0.59	
$\bar{y}_{3j}$	0.71	0.69	0.93	
R_j	0.17	0.10	0.40	
SS_j	0.05	0.02	0.28	

根据3个因子对应的IB极差值可知,各因子的影响顺序为:MDI施胶量>热压温度>热压时间。不同因子下IB的最大值分别为 $\bar{y}_{2A}$ 、 $\bar{y}_{2B}$ 和 $\bar{y}_{3C}$,依据 $\bar{y}$ 值确定的较优工艺参数为:热压温度160℃,热压时间10min,MDI施胶量10%。

方差分析结果表明,在 $\alpha=0.05$ 时, $F_C=47.50>F_{0.05}(2,2)=19.00>F_A=7.67>F_B=2.83$,MDI施胶量对IB的影响显著,而热压温度和时间无显著影响,因子的影响顺序亦与极差分析结果相同。

9种条件中,亦以4号试板的IB最大,其工艺参数与依据 $\bar{y}$ 值确定的较优工艺参数仅存在热压时间上的差异。考虑热压时间对试板的IB无显著影响,为提高生产效率,确定热压时间6min。

2.4 阻燃性能

氧指数是指在氧气与氮气的模拟空气环境中,试件维持燃烧时的氧气浓度。根据我国标准GB 8624-2012《建筑材料及制品燃烧性能分级》对平板状建筑材料的规定,B₁级难燃材料的氧指数需满足LOI≥30%。

本试验添加15%阻燃剂制备的阻燃MDF试样的氧指数为30.3%,高于对照试样的氧指数23.5%,从等级划分上属于难燃材料。

3 结论

1)在本试验条件下,采用MgAl-LDH和MP复配的阻燃剂制备阻燃MDF,以MOE为评价指标时,因子影响顺序为:热压温度>施胶量>热压时间;

以MOR和IB为评价指标时,因子影响顺序为:施胶量>热压温度>热压时间。

2)综合考虑因子影响及生产效率等因素,确定较优制板工艺参数为:热压温度160℃,热压时间6min,MDI施胶量10%。在此条件下,当MgAl-LDH和MP复配阻燃剂的添加量为15%时,MDF的力学性能达到GB/T 11718-2009要求,氧指数为30.3%,达到B₁级难燃材料的要求。

3)通过正交试验获得了使用MgAl-LDH和MP复配阻燃剂制备阻燃MDF的较优工艺参数,后续有待进一步开展大规模的验证试验。

参考文献:

- [1] 纪磊,陈志林,傅峰.磷酸三聚氰胺阻燃中密度纤维板燃烧性能[J].消防科学与技术,2010,29(4):279-281.
- [2] 黄精明,詹满军,唐荣燕,全霞芳,龙慈明.磷-氮-硼复合阻燃剂在中密度纤维板中的应用[J].林产工业,2013(5):46-48.
- [3] 郝畅,郭垂根.复配阻燃剂对木材阻燃与力学性能的影响[J].消防科学与技术,2016,35(5):663-667.
- [4] 王琼琼,钱俊,林鹏,胡天怡,徐文.磷酸氢二铵复配硼酸锌处理麦秸秆纤维板的阻燃性能[J].林产工业,2016,43(11):50-52.
- [5] 夏燎原,胡云楚,吴义强,袁利萍,姚春花.层状磷酸铝/聚磷酸铵复合阻燃剂对木材的阻燃抑烟性能研究[J].中南林业科技大学学报,2012,32(1):32-36.
- [6] 张丽芳,梁善庆,张龙飞,陈志林.无机镁铝水滑石制备阻燃MDF的性能分析[J].木材工业,2016,30(6):9-13.
- [7] 顾忠基,姜彬,朱萍,孙香,连海兰.Mg/Al-LDHs纳米阻燃剂的制备及其在饰面人造板中的应用[J].林业工程学报,2016,1(4):39-44.
- [8] Liang S, Zhang L, Chen Z, Fu F. Flame retardant efficiency of melamine pyrophosphate with added Mg-Al-layered double hydroxide in medium density fiberboards[J]. BioResources, 2017, 12(1): 533-545.

(责任编辑 向琴)

行业简讯

AHEC 举行可持续性环保设计研讨会

美国阔叶木外销委员会(American Hardwood Export Council, AHEC)东南亚及大中华区办事处,携手美国建筑师学会(American Institute of Architects, AIA)亚洲分会,于2017年11月29日在北京举行可持续性环保设计研讨会。

会上,Carol Bentel博士的主题演讲为与会者展现了本特尔的餐饮建筑,深入交流了美国阔叶木在餐饮建筑与室内设计中的应用。

AHEC东南亚及大中华区负责人陈席镇表示,美国阔叶木因其无可替代的环保优势,在全球市场受欢迎,对大中华区的出口量更是屡屡刷新纪录。此次研讨会旨在帮助更多业内人士了解美国阔叶木对环保事业的意义,并为建筑师及室内设计师提供世界顶级的专业指导。

劳万里