

制板工艺因子对异氰酸酯超低密度阻燃纤维板性能的影响

詹满军^{1,2}, 陈志林¹, 储富祥¹

(1. 中国林科院木材工业研究所, 北京 100091; 2. 广西丰林木业集团股份有限公司, 广西南宁 530221)

摘要: 采用异氰酸酯胶(PMDI)制备超低密度阻燃纤维板, 考察工艺因子对试板性能的影响。结果表明: 随着热压温度升高、热压时间延长、PMDI用量增加, 板材的力学性能及耐水性能均呈上升趋势, 阻燃性能基本不变; 而阻燃剂用量增加, 使得板材阻燃性能增强, 但耐水性能和力学性能有所降低。按优化工艺制备的板材, 耐水性和力学性能满足LY/T 1718-2017干状家具型超低密度纤维板的要求, 阻燃性能达到GB 8624-2012的难燃B₁-C级。

关键词: 超低密度纤维板; 阻燃; 异氰酸酯胶; 性能; 氧指数

中图分类号: S792.39; TS653.6

文献标识码: A

文章编号: 1001-8654(2019)03-0001-04

Effect of Manufacture Technology on Properties of Ultra-low Density Flame-Retardant Fiberboard Made with Isocyanate Resins

ZHAN Man-jun^{1,2}, CHEN Zhi-lin¹, CHU Fu-xiang¹

(1. Research Institute of Wood Industry, Chinese Academy of Forestry, Beijing 100091, China;

2. Guangxi Fenglin Wood Industry Group Co. Ltd., Nanning 530221, Guangxi, China)

Abstract: Ultra-low density flame-retardant fiberboard samples were manufactured with isocyanate (PMDI) resin and P-N-B flame-retardants. Effects of hot pressing temperature, pressing time, PMDI dosage and flame-retardant dosage on properties of the fiberboards were investigated.

Test results showed that mechanical properties of the samples were enhanced with increase of pressing temperature and time as well PMDI dosage, while 24 h thickness swelling (TS) of the samples presented a decrease trend with unchanged oxygen index (OI). But the mechanical properties of the samples were getting poor with increase of flame-retardant dosage, while oxygen index of the samples enhanced. Mechanical properties and flame-retardant properties of the samples made with optimized manufacturing technology could meet the requirement of LY/T 1718-2017 standard and B₁-C grade requirement of GB 8624-2012 standard, respectively.

Key words: ultra-low density fiberboard; flame-retardant; isocyanate resin; property; oxygen index (OI)

收稿日期: 2019-01-09; 修改日期: 2019-04-17

基金项目: 广西主要用材林高效培育与利用项目“环保功能型复合纤维板制造的关键技术研发与产业化示范”(桂科AA17204065-18)。
作者简介: 詹满军(1982—), 男, 中国林科院木材工业研究所博士研究生。

责任作者: 陈志林, 男, 中国林科院木材工业研究所研究员。

林业行业标准LY/T 1718-2017《低密度和超低密度纤维板》规定, 干法制成密度低于550 kg/m³的纤维板, 称为超低密度纤维板(U-LDF)。20世纪90年代初, 日本学者曾以针叶材磨成的纤维为原料, 分别添加异氰酸酯和聚氨酯胶黏剂, 利用喷蒸方法

制备密度为 350~500 kg/m³ 的超低密度纤维板^[1]; 也有美国和日本学者利用乙酰化、水蒸气处理木纤维, 压制密度为 200~500 kg/m³ 轻质纤维板^[2]。

超低密度阻燃纤维板, 是以人工林间伐材及小径材或其他植物纤维为原材料, 采用非醛系列胶黏剂和阻燃剂, 热压制造而成, 具有轻质节材、低密度、阻燃防火及无游离甲醛释放等特点, 在建筑装修、家具及其他非结构用构件制备领域, 市场需求日益增长^[3-4]。但到目前为止, 尚未见低密度阻燃纤维板的研究报道及工业化生产。

按照 GB 50222-2017《建筑内部装修设计防火规范》及 GB 20286-2006《公共场所阻燃制品及组件燃烧性能要求和标识》规定, 建筑各个部位的装饰及装修材料(含固定家具), 应达到难燃或不燃的要求, 以消除火灾隐患, 保证安全。为适应市场需求, 赋予超低密度纤维板防火性能, 笔者以桉木纤维为原料, 异氰酸酯为胶黏剂, 制备非醛系超低密度阻燃纤维板, 并探讨工艺因子对板材性能的影响, 旨在为低密度纤维板的功能化开发及生产应用, 提供技术依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1) 桉树(*Eucalyptus* spp.)纤维: 筛分值在 28~100 目范围内的纤维占比 68%, 含水率 13%~14%, 广西丰林人造板有限公司提供。

2) 异氰酸酯胶黏剂(PMDI): 质量分数≥99.6%, $m(4,4\text{-MDI}) \geq 97.0\%$, 万华化学集团提供。

3) 磷-氮-硼复合阻燃剂(P-N-B型): 白色粉状, $m(\text{P}_2\text{O}_5) \geq 35\%$, $m(\text{N}) \geq 20\%$, $m(\text{B}) \geq 10\%$, 自行配制。

1.2 试验设备

纤维搅拌机; 人造板试验压机; 低温恒温水槽; 氧指数测定仪; 万能力学试验机等。

1.3 试验方法

按 $L_9(3^4)$ 设计正交试验, 借鉴企业的生产经验, 设定考察因素为: 热压温度(A)、热压时间(B)、PMDI 施加量(C)及 P-N-B 阻燃剂施加量(D), 热压压力为 1.0~5.5 MPa。因素及水平见表 1。

纤维板试板的目标密度设计为 520~550 kg/m³。

表 1 试验因素与水平

Tab.1 Experiment factors and levels

因素	水平		
	1	2	3
A 热压温度/℃	180	190	200
B 热压时间/(s·mm ⁻¹)	15	20	25
C PMDI 施加量/%	3.0	3.5	4.0
D 阻燃剂施加量/%	5	6	7

采用喷枪施胶, 纤维干燥至含水率 12%。粉状阻燃剂直接添加到施胶后的纤维中, 混合均匀, 手工铺装。试板规格为 400 mm×400 mm, 厚度 12±0.2 mm。

每个试验条件制备 3 块试板。

1.4 性能测试

1) 物理力学性能: 参照 LY/T 1718-2017《低密度和超低密度纤维板》, 检测纤维板试板的静曲强度(MOR)、弹性模量(MOE)、内结合强度(IB)和 24 h 吸水厚度膨胀率(24h TS)。

每项指标取 3 个有效试件的平均值。

2) 阻燃性能: 参照 GB 8624-2012《建筑材料及制品燃烧性能分级》和 Q/GXFL 11-2017《阻燃纤维板燃烧性能-氧指数试验方法及评定》, 检测试板的氧指数(OI)。

取 9 个有效试件的平均值。

2 结果与分析

采用正交试验制备纤维板试板的性能测试结果及极差分析结果, 列于表 2。

2.1 吸水厚度膨胀率(TS)

工艺因子对试板吸水厚度膨胀率影响的方差分析(ANOVA)结果, 见表 3。

由表 2 和表 3 可知, 随着热压温度的升高、热压时间的延长, 以及 PMDI 施加量的增大, 试板的 24 h TS 呈下降的趋势。

主要原因是, 随着板材热压温度升高以及热压时间延长, 热传导速率及 PMDI 树脂固化反应速度加快, 纤维板试板中 PMDI 树脂固化较充分; 随着 PMDI 施加量的增加, 高反应活性的异氰酸酯基、酯基、醚基、酰胺基成分相应增多, 能够充分与木质纤维发生化学交联反应, 并生成稳定、高强度的聚合物^[5]。

表2 试板的性能及极差分析结果

Tab.2 Properties and range analysis of ultra-low density flame-retardant fiberboard samples

编号	A	B	C	D	TS/ %	MOR/ MPa	MOE/ MPa	IB/ MPa	OI/ %
1	1	1	1	1	8.53	10.8	998	0.25	31.2
2	1	2	2	2	8.55	11.4	1186	0.30	32.1
3	1	3	3	3	8.65	12.1	1215	0.33	33.1
4	2	1	2	3	8.47	13.1	1323	0.32	33.2
5	2	2	3	1	8.67	14.5	1488	0.44	31.5
6	2	3	1	2	8.56	13.7	1398	0.34	32.5
7	3	1	3	2	8.49	13.5	1344	0.31	32.3
8	3	2	1	3	8.57	11.6	1208	0.31	33.4
9	3	3	2	1	8.49	14.2	1390	0.43	31.0
TS	x_1	8.58	8.50	8.55	8.56				
	x_2	8.57	8.60	8.50	8.53				
	x_3	8.52	8.57	8.60	8.56				
	R	0.06	0.10	0.10	0.03				
MOR	x_1	11.43	12.47	12.03	13.17				
	x_2	13.77	12.50	12.90	12.87				
	x_3	13.10	13.33	13.37	12.27				
	R	2.334	0.866	1.334	0.900				
MOE	x_1	1133	1222	1201	1292				
	x_2	1403	1294	1300	1309				
	x_3	1314	1334	1349	1249				
	R	270	113	148	61				
IB	x_1	0.29	0.29	0.30	0.37				
	x_2	0.37	0.35	0.35	0.32				
	x_3	0.35	0.37	0.36	0.32				
	R	0.074	0.074	0.060	0.056				
IO	x_1	32.13	32.23	32.37	31.23				
	x_2	32.40	32.33	32.10	32.23				
	x_3	32.23	32.20	32.30	33.23				
	R	0.267	0.133	0.267	2.000				

表3 工艺因子对试板吸水厚度膨胀率影响的方差分析

Tab.3 ANOVA for effect of technological factors on TS of ultra-low density flame-retardant fiberboard samples

因素	偏差平方和	自由度	F值	F临界值	显著性
A	0.006	2	0.615	4.460	
B	0.016	2	1.641		
C	0.015	2	1.538		
D	0.002	2	0.205		
误差	0.04	8			

而随着阻燃剂用量的增大, 板材的 24 h TS 则略上升, 说明阻燃剂对试板的耐水性能有轻微负面影

响。主要原因是 P-N-B 型阻燃剂组分中含有亲水基团, 阻燃剂用量增大, 板材内亲水基团相应增多, 在其他因子不变的情况下, 使 PMDI 胶与纤维素、半纤维素反应生成的化学键相对减少, 与纤维反应生成稳定、高强度的聚合体也相应减少^[5]。

由表 3 可知, 各因素对纤维板试板 TS 影响的顺序为:

热压时间(B) > PMDI 施加量(C) > 热压温度(A) > 阻燃剂施加量(D), 但各因子的 F 值均小于 F 临界值, 无显著性。

2.2 力学性能(MOR、MOE、IB)

工艺因子对板材力学性能影响的方差分析结果, 列于表 4。

表4 工艺因子对试板力学性能影响的方差分析

Tab.4 ANOVA for effect of technological factors on mechanical properties of ultra-low density flame-retardant fiberboard samples

指标	因素	偏差平方和	自由度	F值	F临界值	显著性
MOR	A	8.667	2	2.455	4.460	
	B	1.447	2	0.410		
	C	2.747	2	0.778		
	D	1.260	2	0.357		
	误差	14.120	8			
MOE	A	113582.000	2	2.628	4.460	
	B	19552.667	2	0.452		
	C	33908.667	2	0.784		
	D	5858.667	2	0.136		
	误差	172902.000	8			
IB	A	0.009	2	1.200	4.460	
	B	0.009	2	1.200		
	C	0.006	2	0.800		
	D	0.006	2	0.800		
	误差	0.030	8			

由表 2 和表 4 可知, 随着热压温度的升高、热压时间的延长, 以及 PMDI 施加量的增大, 试板的 MOR、MOR 和 IB 均呈上升趋势; 而随着阻燃剂用量的增大, 板材的 MOR、MOR 和 IB 则呈下降的趋势。原因同板材耐水性能变化的分析。

各因素对试板 MOR、MOE 影响的顺序为:

热压温度(A) > PMDI 施加量(C) > 热压时间(B) > 阻燃剂施加量(D), 但 F 值均小于 F 临界值, 无显著性。

对IB影响的顺序为:

热压温度(A) > 热压时间(B) > PMDI 施加量(C) > 阻燃剂施加量(D), 但F值小于F临界值。

2.3 氧指数(OI)

工艺因子对板材氧指数影响的方差分析结果, 见表5。

表5 工艺因子对试板氧指数影响的方差分析

Tab.5 ANOVA for effect of technological factors on OI of ultra-low density flame-retardant fiberboard samples

因素	偏差平方和	自由度	F值	F临界值	显著性
A	0.109	2	0.070	4.460	
B	0.029	2	0.019		
C	0.116	2	0.074		
D	6.002	2	3.838		
误差	6.26	8			

由表2和表5可知, 板材的氧指数随着阻燃剂添加量的增加呈上升趋势, 其他制备因素对氧指数基本无影响。

各因素对OI影响的顺序为: 阻燃剂施加量(D) > PMDI 施加量(C) > 热压温度(A) > 热压时间(B), 但F值均小于F临界值, 亦无显著性。

2.4 验证试验

综合考虑生产效率、物料用量的经济成本, 以及试板的性能等因素, 通过调整, 以 $A_3B_2C_3D_2$ 作为优化方案, 即热压温度200℃, 热压时间20 s/mm, PMDI 施加量4.0%, 阻燃剂施加量6%, 压制3块试板。各项性能指标的检测结果, 列于表6。

表6 优化工艺制备试板的性能

Tab.6 Properties of ultra-low density flame-retardant fiberboard samples made with optimized technology

指标	检测值	LY/T 1718-2017 标准限值	GB 8624-2012 标准限值
TS/%	8.42	≤14	
MOR/MPa	14.50	≥14	
MOE/MPa	1472		
IB/MPa	0.40	≥0.35	
OI/%	32.70		≥32

表6显示, 采用优化工艺制备试板的性能, 满足LY/T 1718-2017中干燥状态下使用的家具型超低密度纤维板的要求; 阻燃性能达到国标GB 8624-2012《建筑材料及制品燃烧性能分级》中规定的难燃B₁-C级的要求。

3 结论

1) 在本试验范围内, 随着热压温度升高、热压时间延长及PMDI 施加量的增加, 异氰酸酯超低密度阻燃纤维板的力学性能提高, 耐水性能增强, 阻燃性能基本保持不变; 而阻燃剂用量增大, 虽然板材的阻燃性能增强, 但对耐水和力学性能有轻微负面影响。

2) 在优化工艺条件下, 制备异氰酸酯超低密度阻燃纤维板的耐水和力学性能达到LY/T 1718-2017《低密度和超低密度纤维板》中干燥状态下使用的家具型超低密度纤维板的要求, 阻燃性能达到GB 8624-2012《建筑材料及制品燃烧性能分级》中难燃B₁-C级的要求。

3) 异氰酸酯超低密度阻燃纤维板, 具有轻质、木材原料消耗低等显著优点, 产品可广泛用于高档家具制造、包装材料、非承重墙板、吊顶装修及公共场所装饰装修等领域, 市场应用前景可观。

参考文献:

- [1] KAWASAKI T, ZHANG M, KAWAI S. Manufacture and properties of ultra-low-density fiberboard[J]. Journal of Wood Science, 1998, 44(5): 354-360.
- [2] Roger M, Rowell, Shuichi Kawai. Dimensionally stabilized very low density fiberboard[J]. Wood and Fiber Science, 1995, 27(4): 429-436.
- [3] 江福昌. 超轻质中密度纤维板生产的可行性[J]. 林产工业, 2000, 27(4): 25-27.
- [4] 黄玉亭, 王旭, 江福昌. 杉木超轻质中密度纤维板的试制[J]. 林产工业, 2003, 30(3): 15-17.
- [5] 宫成, 辛波, 晋艳丽. PMDI 在人造板行业中的应用[J]. 国际木业, 2016, 46(9): 31-32.

(责任编辑 孟凡丹、向琴)

本刊微信公众号: mucaigongye 微信扫码(见封面)订阅更便捷、更优惠
全国各地邮局办理订阅(邮发代号: 2-311) 投稿请认准本刊唯一官网: mcgy.criwi.org.cn