

乙酰化杨木的热压缩工艺与性能分析

柴宇博, 刘君良, 吕文华

(中国林科院木材工业研究所, 北京 100091)

摘要: 采用不同的工艺参量对乙酰化杨木进行横纹热压缩处理, 分析增重率、压缩率、热压时间和温度对乙酰化杨木物理力学性能的影响。结果表明: 选择增重率为 20.56% 的乙酰化杨木, 设计压缩率为 40%, 在 180 °C 下压缩 60 min, 压缩木的物理力学性能大幅提高, 且压缩回弹被有效固定, 可用于实木地板、家具及户外木栈道等产品的制造。

关键词: 杨木; 乙酰化; 热压缩; 变形恢复率; 力学性能

中图分类号: S792.11; S781.7

文献标识码: A

文章编号: 1001-8654 (2017) 01-0015-04

Hot-pressing Process and Properties Evaluation on Poplar Wood Acetylated with Acetic Anhydride

CHAI Yu-bo, LIU Jun-liang, LV Wen-hua

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

Abstract: In this study, plantation poplar wood samples were acetylated with acetic anhydride and then densified by hot pressing along the transverse direction. The effects of weight percentage gain (WPG), compression rate, hot pressing time and hot pressing temperatures on physical and mechanical properties of the samples were investigated. Results showed that the acetylated wood with 20.56% WPG at 180°C for 60 min to a 40% compression rate showed superior physical and mechanical properties as well as less compression rebound. The finished product could be used for manufacturing solid wood floors, furniture and plank road.

Key words: poplar wood; acetylation; hot compressing; deformation recovery rate; mechanical properties

杨树是我国主要人工速生林树种之一, 储量丰富, 但其木材存在材质疏松、密度和强度低、尺寸不稳定及易霉变腐朽等问题, 无法满足建筑、家具以及中高档木制品的用材要求, 产品的附加值较低。

压缩处理是一种有效提高木材密度和力学强度的物理改性方法, 但当压缩木材暴露在潮湿环境时, 压缩变形很容易恢复^[1-2]。有研究表明, 乙酰化处理

不仅可明显改善木材的尺寸稳定性和耐腐蚀性^[3-4], 而且会赋予木材一定的热塑性^[5-6], 使其更易于压缩, 但存在降低木材力学性能的可能^[7-8]。利用乙酰化木材热塑性好的特点, 通过先将木材乙酰化预处理、再进行热压缩的联合方法处理木材, 有望在固定木材压缩变形回弹的同时, 进一步提高其密度和力学强度。

迄今为止, 尚未见将乙酰化与热压缩联合处理木材的研究报道。为了全面提高人工林杨木的物理力学性能, 笔者尝试对乙酰化杨木进行横纹热压缩处理, 旨在人工林杨木的材质改良与增值利用提供技术参考。

收稿日期: 2016-07-20; 修改日期: 2016-11-11

基金项目: 中央级公益性科研院所基本科研业务费专项资金“人工林杨木固态酯化压缩变形固定机理研究”(CAFYBB2014QA018)。

作者简介: 柴宇博 (1981—), 男, 中国林科院木材工业研究所助理研究员。

试验分两步进行:

1) 对尺寸为 100 mm×25 mm×(25~33.5) mm 的试件进行处理, 以压缩变形恢复率为评价指标, 初步筛选乙酰化木材的增重率、压缩率, 热压时间及温度等工艺因素的较优参数;

2) 按初步优选的工艺参数对尺寸为 350 mm×40 mm×(20~33.5) mm 的试件进行处理, 以多项物理力学性能为评价指标, 确定杨木乙酰化-热压缩优化工艺。

1 材料与方法

1.1 试验材料

大青杨木材 (*Populus ussuriensis*) 采自于吉林省白河林业局, 树龄 18 年, 平均胸径 30 cm, 气干密度 0.39 g/cm³。按照不同阶段的试验目的和检测指标, 加工各种试件的尺寸, 列于表 1。

表 1 杨木试件规格与数量

Tab.1 Size and quantity of the poplar wood samples

试验阶段	试件尺寸/mm (纵向×弦向×径向)	试件数量/ 个	设计压缩率/ %
1	100×25×25	15	20
	100×25×28.5	15	30
	100×25×33.5	15	40
2	350×40×20	20	0
	350×40×33.5	40	40

乙酸酐 质量分数>97.0%, 工业级, 上海焦化有限公司提供。

1.2 主要仪器与设备

乙酰化反应容器 (自制), 热压机, 真空干燥箱等。

1.3 试验方法

1) 杨木乙酰化

以乙酸酐为反应试剂, 分别在 80、100 °C 条件下对杨木进行乙酰化处理, 处理时间 1 h, 具体步骤见文献[9], 制备的乙酰化杨木增重率分别为 10.15% 和 20.56%。

2) 杨木热压缩

将不同尺寸的未处理杨木及乙酰化杨木试件置于热压机中进行径向压缩, 用厚度规控制试件最终径向尺寸为 20 mm, 上下压板闭合后在无压状态下接触木材表面进行 10 min 预热, 缓慢加压至预定厚度后

保压一定时间, 然后冷却至常温后卸压, 进行性能测试。

采用阶段试验筛选法, 依次进行木材压缩工艺因子的筛选与优化。其中试验 1 采用正交试验, 工艺因子及水平列于表 2, 每种条件各处理 5 个试件, 结果取平均值; 试验 2 采用单因素试验, 每种条件各处理 10 个试件, 结果取平均值。

表 2 压缩变形恢复率优化试验因子与水平

Tab.2 Factors and levels of orthogonal experiment for compression deformation recovery rate optimization for poplar wood samples

因子	水平 1	水平 2	水平 3
A 增重率 /%	0	10.15	20.56
B 热压时间 /min	30	45	60
C 热压温度 /°C	160	180	200
D 压缩率 /%	20	30	40

1.4 性能测试

1) 杨木试件的压缩变形恢复率。

其检测方法目前尚无标准规定, 参考文献[10], 通过测量杨木试件的径向厚度, 来反映其压缩变形恢复率。

具体步骤:

首先测量杨木试件的径向厚度, 然后在 -0.098 MPa 的条件下, 置于水中浸泡 4 h 至饱和 (步骤 1), 再通过阶段干燥 (60 °C/12 h, 100 °C/8 h) 将试件烘至绝干 (步骤 2), 重复步骤 1、步骤 2 累计 8 次, 再次测量试件的径向厚度, 按照公式 1 计算木材的压缩变形恢复率^[10]。

$$R = (T_r - T_c) / (T_o - T_c) \times 100\% \quad (1)$$

其中: R —变形恢复率, %; T_r —循环水浸泡试验后的试件厚度, cm; T_c —压缩后试件厚度, cm; T_o —压缩前试件厚度, cm。

2) 杨木试件性能。

吸湿率^[11]、抗胀率、密度、弹性模量、抗弯强度, 分别按照 GB/T 1934.2-2009《木材湿胀性测定方法》、GB/T 1933-2009《木材密度测定方法》、GB/T 1936.1-2009《木材抗弯强度试验方法》及 GB/T 1936.2-2009《木材抗弯弹性模量测定方法》, 进行测试; 表面硬度按照日本 JIS Z 2101-2009《木材的试验方法》进行测试与计算, 测试面均为弦切面。

2 结果与分析

2.1 乙酰化杨木的压缩变形恢复率

压缩变形恢复率是评价木材压缩效果的一项重要指标,压缩变形恢复率越小,即木材回弹率越小,尺寸越稳定。在不同条件下,乙酰化杨木试件压缩变形恢复率的检测结果列于表 3。

表 3 正交试验分析结果
Tab.3 Orthogonal test $L_9(3^4)$ and analytical results

序号	因子与水平				变形恢复率/ %
	A 增重率	B 热压时间	C 热压温度	D 压缩率	
1	1	1	1	1	78.8
2	1	2	2	2	65.6
3	1	3	3	3	48.5
4	2	1	2	3	23.4
5	2	2	3	1	9.8
6	2	3	1	2	27.6
7	3	1	3	2	4.2
8	3	2	1	3	19.6
9	3	3	2	1	3.1
均值 1	64.30	35.47	42.00	30.57	
均值 2	20.27	31.67	30.70	32.45	
均值 3	8.96	26.41	20.83	30.50	
极差	55.33	9.07	21.16	1.97	

由表 3 极差分析结果可知,增重率对压缩变形恢复率的影响最大,其次是热压温度、热压时间,压缩率的影响最弱;各因子水平对应压缩变形恢复率均值的比较结果表明,杨木的压缩变形恢复率随着增重率和热压温度的提高,以及热压时间的延长而逐渐降低。采用较高的热压温度和较长的热压时间对高增重率的乙酰化杨木进行压缩,可明显降低压缩杨木的变形恢复率。

据此结果,后续试验选择乙酰化木材的增重率 20.56% (A3),设定压缩率为 40% (D3)。考虑到延长热压时间和提高热压温度,会对木材力学强度造成一定的损失,故对热压温度和时间两个因子各筛选两个水平: B2、B3 及 C2、C3,进一步考察其对杨木的尺寸稳定性和力学性能的影响,从而确定乙酰化杨木热压缩处理的最优工艺参数。

2.2 乙酰化-压缩杨木的性能

2.2.1 尺寸稳定性

在不同条件下,乙酰化-压缩杨木与未处理杨木的性能检测结果,列于表 4。

表 4 不同条件下乙酰化-压缩杨木的尺寸稳定性

Tab.4 Dimensional stability of acetylated compressed-wood samples under different conditions

试件类型 及编号	热压 温度	热压 时间	变形恢复 率/%	吸湿率/ %	抗胀率/ %
未处理 S				10.51	0
乙酰化 W0				3.71	62.7
乙酰化-压缩 W1	180	45	7.8	2.66	63.6
乙酰化-压缩 W2	180	60	3.2	2.54	65.4
乙酰化-压缩 W3	200	45	3.0	2.21	66.5
乙酰化-压缩 W4	200	60	1.8	1.85	67.7

由表 4 结果可知,相比未处理杨木试件,乙酰化杨木试件的吸湿率明显降低,抗胀率明显提高;而 4 种不同工艺条件制备的乙酰化-压缩杨木试件,与单一乙酰化杨木试件相比,吸湿率均有所降低,抗胀率略微增大。

随着热压温度的提高和热压时间的延长,乙酰化-压缩杨木试件的压缩变形恢复率和吸湿率逐渐降低,抗胀率逐渐增大。综合来看,热压处理条件为 200 ℃、60 min 时,乙酰化-压缩杨木的变形回弹最小,尺寸稳定性最好。

以上结果说明,乙酰化可显著降低木材的吸湿性、提高木材的尺寸稳定性,而乙酰化后再进行热压缩的木材,由于热压过程中的高温作用,吸湿性较强的半纤维素部分热解^[12],使得木材吸湿性进一步降低、抗胀率提高。但压缩后的乙酰化木材内部存在残余应力,其压缩变容易回弹,如将温度控制在 180~200 ℃,且热压时间 45 min 以上,即可将杨木的压缩变形恢复率控制在 5% 以下,基本克服了压缩回弹变形问题。

2.2.2 力学性能

压缩木材的密度增加,力学强度亦会有不同程度的提高。未处理对照杨木 (C)、单一乙酰化杨木 (W0) 及不同工艺条件制备的乙酰化-压缩杨木 (W1~W4),其密度、表面硬度、弹性模量及抗弯强度检测结果,如图 1 所示。

由图 1a 可知,杨木经乙酰化处理后,其密度和表面硬度比未处理材略有提高,增幅分别为 15.6% 和 21.5%;而 4 种不同工艺制备的乙酰化-压缩杨木,其平均密度和表面硬度相对未处理材大幅提高,增幅分别为 61.8% 和 133.8%。

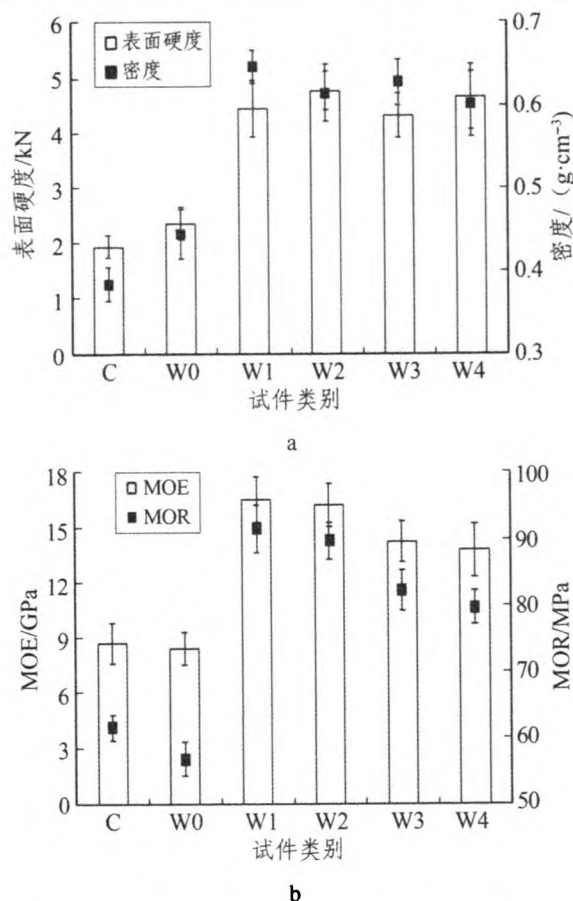


图1 不同条件下乙酰化-压缩杨木的力学性能

Fig.1 Mechanical properties of acetylated compressed-wood samples under different conditions

图1b显示,乙酰化杨木的弹性模量与抗弯强度,相比未处理材均有小幅降低,与部分研究结果一致^[13-14];而4种乙酰化-压缩杨木,其弹性模量与抗弯强度相比未处理材,均有大幅提高。但是,压缩材的弹性模量和抗弯强度,随着热压时间延长和热压温度升高,会有不同程度的降低。这是由于高温作用引起木材半纤维素和木质素发生降解,导致木材强度损失^[15-16]。综合考虑,乙酰化杨木的热压温度控制在180℃较为合适。

3 结论

1) 乙酰化杨木的增重率对控制压缩变形恢复的贡献最大,其次是热压温度、热压时间,压缩率对变形恢复率的影响最小。

2) 随着热压温度的提高和热压时间的延长,乙酰化杨木的压缩变形恢复率和吸湿率逐渐降低,抗胀率逐渐增大,弹性模量和抗弯强度有所降低。

3) 以减小压缩材变形恢复率、同时达到提高木材密度及力学强度为目标,乙酰化杨木热压缩工艺的优化参数为:增重率20.56%、压缩率40%、热压时间60 min、热压温度180℃。

处理后的杨木物理力学性能均得到提高,可用于实木地板、家具及户外木栈道等高附加值产品的加工制造。

参考文献:

- [1] 方桂珍,崔永志,常德龙.多元羧酸类化合物对木材大压缩量变形的固定作用[J].木材工业,1998,12(2):16-19.
- [2] 蔡家斌,董会军.木材压缩处理技术研究的现状[J].木材工业,2014,28(6):28-34.
- [3] Hill C A S, Ormondroyd G A. Dimensional changes in corsican pine (*Pinus nigra Arnold*) modified with acetic anhydride measured using a helium pycnometer[J]. Holzforschung, 2004, 58(5): 544-547.
- [4] Li Jian-zhang, Furuno, Takeshi, et al. Properties of acetylated wood prepared at low temperature in the presence of catalysts[J]. Journal of Wood Chemistry and Technology, 2009, 29(3): 241-250.
- [5] 余权英,李国亮.乙酰化木材的制备及其热塑性研究[J].林产化学与工业,1994,14(2):33-38.
- [6] 曲保雪,秦特夫.乙酰化木材用作家具材料的性能分析[J].木材工业,2012,26(3):25-28.
- [7] Larsson P, Simonson R. A study of the strength, hardness and deformation of acetylated Scandinavian softwoods[J]. Holz als Roh- und Werkstoff, 1994, 52(2): 83-86.
- [8] Papadopoulos A N. The effect of acetylation on bending strength of finger jointed beech wood (*Fagus sylvatica L.*) [J]. European Journal of Wood and Wood Products, 2008, 66(4): 309-310.
- [9] 柴宇博,刘君良,孙柏玲,等.无催化条件下乙酰化杨木的工艺与性能[J].木材工业,2015,29(1):5-9.
- [10] 方桂珍,刘一星.低分子量MF树脂固定杨木压缩木回弹技术的初步研究[J].木材工业,1996(4):18-21.
- [11] 陈凤义,魏路,孙照斌,等.四种木材吸湿尺寸稳定性的比较分析[J].林业机械与木工设备,2015,43(9):31-34.
- [12] 谢延军,符启良,王清文,等.木材化学功能改良技术进展与产业现状[J].林业科学,2012,48(9):154-163.
- [13] Ramsden M J, Blake F S R, Fey N J. The effect of acetylation on the mechanical properties, hydrophobicity and dimensional stability of *Pinus sylvestris*[J]. Wood Science and Technology, 1997, 31(2): 97-104.
- [14] Birkinshaw C, Hale M D. Mechanical properties and fungal resistance of acetylated fast grown softwoods[J]. Irish Forestry, 2002, 59(1-2): 49-58.
- [15] Korkut D S, Korkut S, Bekar I, et al. The effects of heat treatment on the physical properties and surface roughness of Turkish hazel(*Corylus colurna L.*) wood[J]. International Journal of Molecular Sciences, 2008, 9(9):1772-1783.
- [16] Li Yan, CAO Jin-zhen, JIN Xiao-juan. Deformation fixation, mechanical properties and chemical analysis of compressed *Populus cathayana* wood pretreated by glycerin[J]. Forestry Studies in China, 2010, 12(4): 213-217.

(责任编辑 向琴)