

平成8年度 農林水産省補助事業
技術開発研究推進事業
技術開発推進事業

性能標準作成事業報告書

平成9年3月

財団法人 日本住宅・木材技術センター

まえがき

接着加工され製造されている木材製品は、その用途に応じた接着耐久性を確保することが重要である。接着性能に関しては、J A S規格等に基準が定められているが、①各種規格を通じた見直しを行いより適切な基準を明らかにする必要があること、②使用する接着剤の品質を評価する方法をより充実する必要があること、③国際的な観点から見直しが必要になっていること、④開発された新しい接着剤を弾力的に使用する体制にないことなどの問題がある。

本事業は、こうした状況に鑑み、国際的な視点にも留意しつつ、木材用各種接着剤の品質性能を適切に評価するための試験方法及び各種木質建材の接着性能を適切に評価するための試験方法を明らかにし、J A S等公的規格の合理的な運用と接着剤で接合された木製品に対する利用者の信頼の昂揚を図り、もって、消費者保護並びに木材及び接着剤の関係業界の発展に資することを目的とするものである。

本年度は、性能評価と試験法及び構造用集成材に使用される接着剤の試験方法とその評価基準について検討してとりまとめた。

事業の実施に当たっては、下記の委員会を設置して調査、検討を進めてきた。限られた期間内に精力的な調査、検討をしていただいた委員各位のご尽力に対して謝意を表する次第である。

接着性能評価委員会 委員名簿

(五十音順)

委員長	吉田 弥明	静岡大学農学部	教授
委員	小野 擴邦	東京大学農学部	助教授
〃	作野 友康	鳥取大学農学部	教授
〃	滝 欽二	静岡大学農学部	教授
〃	立花 光雄	日本接着剤工業会	
〃	田村 彰	(財)日本合板検査会本部研究室	主任研究員
〃	樋口 光夫	九州大学農学部	教授
〃	水野 泰嗣	合成樹脂工業協会	
〃	本橋 健司	建築研究所有機材料研究室	室長

平成9年3月

財団法人 日本住宅・木材技術センター
理事長 岡 勝 男

要 約

第1章では、①接着力の試験方法及び評価方法に関する国内規格について、それぞれの耐水処理条件を中心に整理し、諸外国規格の試験方法の耐水処理条件との関連性などを検討した。②水の影響を除外し、熱だけによる劣化をみること及び簡便で、短時間で可能な試験方法を設定し、それが適切かどうか検証を試みた。③火災の際を想定した加熱下における接着強さの挙動について検討し、大断面集成材用接着剤として必要な耐熱接着強さを検討した。④耐クリープ性を評価する試みとして、バネによる負荷時間と破壊の比を応力レベル、環境温湿度によってどのように変化するか検討を行った。⑤接着剤の動的粘弾性及び接着剤の硬化過程の熱分析測定を行った。⑥RF、PRFの接着操作条件及びはく離試験条件の検討を行った。⑦RF、PRFについてその分子量分布および硬化特性を検討した。

第2章では、構造用集成材に使用される接着剤の試験方法とその評価基準について、接着性能、温度依存性、耐クリープ性能について検討した。

キーワード

接着性能、耐熱性能、熱劣化性、非感温性、温度依存性、耐クリープ性能、動的粘弾性、RF、PRF、硬化挙動、接着剤硬化フィルム、熱分析、ブロックせん断試験、はく離試験、

目 次

第1章 性能評価と試験法

1	既往の接着性能試験法と評価法	1
1. 1	内外諸規格・試験法の整理及び体系化	1
1. 2	試験・処理法の統一化案の作成	3
2	耐熱性能	19
2. 1	熱劣化性（熱劣化性能試験による熱劣化評価）	19
3	非感温性(常温と高温における接着強さの比)による温度依存性評価	29
3. 1	はじめに	29
3. 2	要旨	29
3. 3	試験	29
3. 4	結果	32
3. 5	結果と考察	33
4	耐クリープ性能	41
4. 1	実験方法	42
4. 2	結果と考察	42
5	接着剤の物性試験および熱分析試験	49
5. 1	接着剤硬化フィルムの動的粘弾性	49
5. 2	熱硬化性接着剤の硬化過程の熱分析	54
5. 3	物性試験（動的粘弾性、熱的性質）の規格試験としての可能性	62
6	RF、PRFの試験法	63
6. 1	接着条件と接着性	63
6. 2	レゾルシノール系木材用接着剤の分子量分布と硬化挙動の検討	70

第2章 構造用集成材に使用される接着剤の試験方法とその評価基準

1	接着性能	78
1. 1	試験方法	78
2	温度依存性	79
2. 1	試験	79
2. 2	規格	80
3	耐クリープ性能	81

第1章 性能評価と試験法

1 既往の接着性能試験法と評価法

1.1 内外諸規格・試験法の整理及び体系化

我が国における木材及び木質材料の接着及びこれらに用いられる接着剤、あるいは関連接着製品は原材料が農林物質及び工業製品の両方にわたるため、それらの接着性能をみる試験方法及び評価法については日本農林規格（JAS）と日本工業規格（JIS）の両方に規定されている。両規格について、それぞれの耐水処理条件を中心に整理し、両規格の関連性などについてまとめた。これらをさらに整理し、諸外国規格の試験方法の耐水処理条件との関係などを検討してまとめた。

1.1.1 JAS及びJISの耐水処理法と処理条件

JASに規定される製品毎の接着性能試験について、耐水性試験とその処理方法について整理してまとめ、前年度の報告書に報告した。また、平成8年1月に改正された集成材及び構造用集成材のJASについて試験方法及び処理方法をまとめて同様に報告した。

これらのうち、集成材及び構造用集成材の改正JASの用途別・使用環境別に適用すべき接着性能試験一覧を表1-1に、また試験法の処理条件毎のまとめを表1-2（1）-（3）に示す。

これらのJAS規格試験法に対して、JIS規格の試験法における耐水処理方法（JIS K6857）の耐水処理条件を表1-3に示す。また、この処理に適合する試験方法の一覧を表1-4、5に示す。JIS規格ではいずれも接着性能の試験には「はくり試験」はみられず、すべて引っ張りまたは圧縮せん断試験である。耐水試験処理法についてJASと比較対応させてみると、集成材あるいは構造用集成材に直接対応し、条件の同じ処理法はみられない。ただし、処理項目としては、室温または温水、あるいは煮沸水中への浸せき、さらに乾燥の繰り返しなど同様の処理が上げられている。そして、（D）温水浸せき処理は普通合板のJASと同一条件であり、その他、（E）連続煮沸処理は足場用合板、（F）室温水中浸せき一乾燥繰り返し処理は防火戸用合板、（G）煮沸一乾燥繰り返し処理は構造用合板とそれぞれ各種合板のJASに対応する同一条件となっている。

これらの処理条件は各種木材接着剤及び木材の接着強さ試験における処理方法にあてはめられている（表1-4及び5）。ところが、構造用集成材の改正JASでは前述のとうり接着性能試験としては室温水または煮沸水中への浸せき一乾燥（繰り返しを含む）、あるいは室温水浸せきによる減圧・加圧一乾燥（繰り返しを含む）処理後の接着層のはく離率を測定する。そして、ブロックせん断試験については耐水処理をすることは規定されていない。このように、JASとJISとは挽板を用いた接着性能試験では、常態におけるブロックせん断試験でのみ対応し、耐水性については全く対応しないのは問題である。そ

のため、今後 J I S にはく離試験を取り入れる方向にするか、あるいは J A S の試験はあくまで集成材の製品試験であり、J I S のせん断試験は接着性能の評価試験であるとして、区別するか検討すべきではなからうか。いずれにしても、「J I S K 6 8 5 1 接着剤の木材引っ張りせん断接着強さ試験方法」及び「J I S K 6 8 5 2 接着剤の圧縮せん断接着強さ試験方法」はともに接着剤の接着性能を評価するための試験方法であり、接着製品の評価試験ではない。また、同様に、各接着剤毎の接着性能試験が規定されており、圧縮せん断接着強さ試験を行うようになっている。これらについて、いずれも耐水性の試験法として前述のように耐温水及び煮沸繰り返し試験が規定されており、処理後に圧縮せん断の接着力試験を行うようになっている。そこで、新しい接着剤が登場した場合などにその接着剤の接着性能を評価するためには J I S の試験法が妥当ではなからうか。

接着性能を評価する試験用被着材として J I S ではマカンバを指定しており、J A S では常態のブロックせん断試験の評価には被着材の種類毎に基準値を定めている。しかし、耐水性能を試験するはく離試験には被着材に関係なく、木口面接着層のはく離長さが基準になっているが、被着材の種類による適合基準が必要のように思われる。とにかく、J A S のはく離試験のみで耐水性能も含めた構造用集成材の接着性能の評価をする試験法としては不十分であると思われる。

1. 1. 2 諸外国の接着性能試験方法と J A S、及び J I S との関連性

アメリカの A S T M 規格では「D 1 1 5 1 接着剤の耐水性試験方法」で処理条件を、温度は -5.7°C から 31.6°C まで21段階に分けている。そして処理方法として、水中浸せき、あるいは乾燥などをあげており、これらを組み合わせて試験を行い、耐水性の程度によってその組み合わせを選択できる(表1-6)。集成材用接着剤の試験方法として、非構造用(表1-7)及び構造用(表1-8)がある。非構造用については湿潤使用と乾燥使用に分け、処理後の接着性試験法としては接着層のブロックせん断試験を行うことになっている。湿潤使用に対しての煮沸処理条件は J I S K 6 8 5 7 (表1-3)の処理条件 G と全く同じである。減圧-加圧試験では単に室温水中に浸せきして減圧-加圧処理した後試験するもので、これに対応する J I S、J A S はない。乾燥使用に対する試験法としては水中浸せき繰り返しがあり、同様の試験法が J I S にあるが、浸せき処理時間が異なるほか、ブロックせん断試験を J I S では湿潤状態で行うのに対して、A S T M では乾燥処理後常態で行うことの2点が異なっている。

構造用集成材(湿潤使用)について「D 2 5 5 9-9 2」では、減圧・加圧-乾燥処理後のはく離抵抗を測定する試験があげられている。この場合の処理法の第1サイクルで室温水中に浸せきし、減圧加圧する条件は、改正 J A S 化粧ばり構造用集成柱及び構造用集成材(使用環境1及び2)と同一である。その後の乾燥は $65.5 \pm 2^{\circ}\text{C}$ で、J A S の $70 \pm 3^{\circ}\text{C}$ とほぼ同一温度で、時間が21~22時間となっており、化粧ばり構造用集成柱の J A S (18時間以上)に匹敵する。

米国構造用集成材自主規格（P S - 5 6 - 7 3）も湿潤使用についてはこのASTM D 2 5 5 9 - 9 2に適合するように規定している。

次に英国規定ではBS 4 1 6 9 - 8 8に構造用集成材の接着剤として暴露条件毎に、接着剤の種類をあげているが（表1-9）、JASにもほぼ同様に接着剤の種類があげられている。これを比較すると、レゾルシノール（RF）及びフェノール・レゾルシノール（PRF）及びメラミン・ユリア（MUF）は両方にあげられている。これに対して、日本で構造用集成材JASの使用環境1以外に適合する接着剤として水性高分子-イソシアネート（API）があげられており、実際によく用いられているが、この接着剤がBSにはみられない。そして、JASで認められない変性ユリア（modUF）があげられている。

英国、欧州規格（BS・EN 3 0 1 - 9 2）の「構造用フェノール及びアミノ系合成接着剤の性能区分」においては水中浸せき減圧・加圧-乾燥繰り返し処理後のはく離試験があげられている。この処理では減圧15分、加圧2時間とJASと同一の5分、1時間の2条件が設定されている。乾燥も $28 \pm 1^{\circ}\text{C}$ で96時間と $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ で22時間の2条件になっている。同様にBS・EN 3 0 2 - 2 - 9 2構造用接着剤の試験方法におけるはく離試験ではやはり減圧・加圧-乾燥処理が設定されている。タイプ1と2の接着剤に分けられているが、両方とも減圧は5分で加圧時間が1時間と2時間とされ、乾燥条件も $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ で22時間と $28 \pm 1^{\circ}\text{C}$ で91時間30分の2条件が設定されている。

さらに、欧州規格「EN 2 0 4 非構造用木材接着及び木質製品用接着剤の分類」では耐久性の適用条件を4つに区分し、それぞれに対応する処理条件と接着強さを示している。また、構造用集成材のEUROCODE規格では、はく離試験に対する処理条件を4種設定している（表1-11）。処理条件AはJAS化粧ばり集成柱の規格に対応する。B、Cでは減圧時間が30分と長く、その後常圧にした後加圧（2時間）する。そして、Bでは乾燥を10時間とし、Cでは減圧・加圧を4回繰り返して乾燥を90時間と非常に長くする苛酷な処理法となっている。

1. 2 試験・処理法の統一化案の作成

集成材及び構造用集成材のJASに規定されている試験法とそのための処理法について検討した。すなわち、JASとJIS、ASTM、BS、ENなど内外諸規格を対比させて、統一化する条件を定めるよう検討した。

試験法としてははく離試験とブロックせん断試験を行うことがほとんどの規格で規定されており、両試験を行うことが妥当であろう。

はく離試験に対する耐水処理としてはJASに定められている室温水または煮沸水中への浸せき-乾燥処理を行うのか、あるいは減圧・加圧浸せき-乾燥処理を行うことになる。諸外国の試験法において、耐水処理は減圧・加圧浸せき-乾燥とする規格が多いことから、この処理方法を提案する。この処理条件はJASに定められている条件とする。ただし、乾燥時間をすべて24時間以上とする。

表1-1 用途別・使用環境別に適用すべき接着性能試験

規格の種類		集成材の J A S		構造用集成材の J A S	
		造作用 集成材	化粧張り構 造用集成柱	使用環境 1	使用環境 2
接 着 の 程 度 試 験 法	浸せきはくり試験 (1)	○	○ (薄板) 択一	択一	択一
	浸せきはくり試験 (2)		○		
	浸せきはくり試験 (3)				○
	浸せきはくり試験 (4)			○	
	煮沸はくり試験 (1)		○		
	煮沸はくり試験 (2)				○
	煮沸はくり試験 (3)			○	
	煮沸はくり試験 (4)			○	
	煮沸はくり試験 (5)				○
	減圧加圧試験 (1)			○	
	減圧加圧試験 (2)				○
	減圧加圧試験 (3)			○	
	ブロックせん断試験		○	○	○

表 1 - 2 (1) 試験法の処理条件

試験名	浸せき (1)	乾燥 (1)	浸せき (2)	乾燥 (2)	適用集成材
浸せきはくり 試験 (1)	10-25℃ 6 Hr	40±3℃ 18 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)			造作用、 化粧ばり構造 用集成柱の化 粧薄板
浸せきはくり 試験 (2)	10-25℃ 6 Hr	70±3℃ 18 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)			化粧ばり構造 用集成柱
浸せきはくり 試験 (3)	10-25℃ 24 Hr	70±3℃ 24 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)			構造用集成材 (使用環境 2)
浸せきはくり 試験 (4)	10-25℃ 24 Hr	70±3℃ 24 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)	10-25℃ 24 Hr	70±3℃ 24 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)	構造用集成材 (使用環境 1)

(注：浸せきはくり試験 (2) ・ (3) は、浸せき時間と乾燥時間が異なった。)

表 1 - 2 (2) 試験法の処理条件

試験名	浸せき (1)	乾燥 (1)	浸せき (2)	乾燥 (2)	適用集成材
煮沸はくり 試験 (1)	煮沸 4 Hr 10-25℃ 1Hr	70±3℃ 18 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)			化粧ばり構造 用集成柱
煮沸はくり 試験 (2)	煮沸 4 Hr 10-25℃ 1Hr	70±3℃ 24 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)			構造用集成材 (使用環境 2)
煮沸はくり 試験 (3)	煮沸 4 Hr 10-25℃ 1Hr	70±3℃ 24 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)	煮沸 4 Hr 10-25℃ 1Hr	70±3℃ 24 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)	構造用集成材 (使用環境 1)
煮沸はくり 試験 (4)	煮沸 5 Hr 10-25℃ 1Hr	60±3℃ 18 Hr以上 (含水率が 19%以下に なるまで)	前サイクルを 2回繰り返し		構造用集成材 (使用環境 2) たて継ぎラミ ナ
煮沸はくり 試験 (5)	煮沸 5 Hr 10-25℃ 1Hr	60±3℃ 18 Hr以上 (含水率が 19%以下に なるまで)	前サイクルを 3回繰り返し		構造用集成材 (使用環境 1) たて継ぎラミ ナ

(注：煮沸はくり試験 (1) ・ (2) は、乾燥時間が異なった。)

(注：煮沸はくり試験 (4) (5) は「構造用集成材の製造基準」内の「初期試験」で規定。)

表 1-2 (3) 試験法の処理条件

試験名	浸せき (1)	乾燥 (1)	浸せき (2)	乾燥 (2)	適用集成材
減圧加圧 試験 (1)	10-25℃の水 635mmHg減圧 5Min, 5.2kgf/ cm ² 加圧 1Hr 635mmHg減圧 5Min, 5.2kgf/ cm ² 加圧 1Hr	70±3℃ 18 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)			化粧ばり構造 用集成柱
減圧加圧 試験 (2)	10-25℃の水 635mmHg減圧 5Min, 5.2kgf/ cm ² 加圧 1Hr 635mmHg減圧 5Min, 5.2kgf/ cm ² 加圧 1Hr	70±3℃ 24 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)			構造用集成材 (使用環境 2)
減圧加圧 試験 (3)	10-25℃の水 635mmHg減圧 5Min, 5.2kgf/ cm ² 加圧 1Hr 635mmHg減圧 5Min, 5.2kgf/ cm ² 加圧 1Hr	70±3℃ 24 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)	10-25℃の水 635mmHg減圧 5Min, 5.2kgf/ cm ² 加圧 1Hr 635mmHg減圧 5Min, 5.2kgf/ cm ² 加圧 1Hr	70±3℃ 24 Hr以上 (試験前の 含水率以下に なるまで)	構造用集成材 (使用環境 1)
ブロック せん断試験	(前処理はしない)				化粧ばり構造 用集成柱 構造用集成材

(注：減圧加圧試験 (1) ・ (2) は、最低乾燥時間が異なった。)

表 1 - 3 接着剤の耐水性試験方法 (JIS K6857) に規定する耐水処理条件

処理条件の 記号	処理条件		
	処理時間 (h)	処理温度 (°C)	水分条件
A	3	30±1	水に浸せき
	1/6	20±1	水に浸せき
B	72	室温	水に浸せき
C	720	室温	水に浸せき
D	3	60±3	水に浸せき
	流水で室温まで冷却		
E	72	97~100	水に浸せき
	流水で室温まで冷却		
F	48	20±1	水に浸せき
	8	60±3	乾燥
	16	20±1	水に浸せき
	8	60±3	乾燥
	16	20±1	水に浸せき
	8	60±3	乾燥
	16	20±1	水に浸せき
	16	20±1	水に浸せき
G	4	97~100	水に浸せき
	20	60±3	乾燥
	4	97~100	水に浸せき
	流水で室温まで冷却		
H	72	室温	85~90% R H
I	24	20±2	85~90% R H
	24	50±3	乾燥
	72	20±1	85~90% R H
	48	50±3	乾燥

注) 処理条件が 2 行以上にわたる場合は、順次連続して処理するものとする。

表 1 - 4 木材接着剤の耐水性試験とその処理法方一覧

- 日本工業規格 (J I S) -

規格の名称 (番号)	試験の名称	処理の名称	処理条件
ユリア樹脂木材接着剤 (K 6801)	圧縮せん断接着強さ	常態	
		耐温水 (浸せき)	D
	合板接着強さ	常態	
		耐温水 (浸せき)	D
フェノール樹脂木材接着剤 (K 6802)	圧縮せん断接着強さ	常態	
		煮沸繰り返し	G
	合板接着強さ	常態	
		煮沸繰り返し	G
カゼイン木材接着剤 (k 6803)	圧縮せん断接着強さ	常態	
		耐水 (浸せき)	A
酢酸ビニル樹脂エマルジョン 木材接着剤 (k 6804)	接着強さ	常態	
		耐水 (浸せき)	A
メラミン・ユリア共縮合樹脂 木材接着剤 (k 6805)	合板接着強さ	常態	
		煮沸繰り返し	G
水性高分子・イソシアネート 系木材接着剤 (k 6806)	圧縮せん断接着強さ	常態	
		耐温水 (浸せき)	D
		煮沸繰り返し	G
	合板引張りせん断 接着強さ	常態	
		耐温水 (浸せき)	D
		煮沸繰り返し	G

注) 処理条件 (記号) は表 1 - 3 JIS K6857に規定する耐水処理条件による。

表 1 - 5 木材接着の耐水性試験とその処理方法一覧

- 日本工業規格 (J I S) -

規格の名称 (番号)	処理による試験の名称	処理条件
木れんが接着剤の接着強さ及びその接着工法の接着強さ試験方法 (A 1611)		24h/20±2℃ (水中に浸せき)
接着剤の引張り接着強さ試験方法 (k 6849)		少なくとも40時間、温湿度は JIS Z8703 (試験場所の標準状態) に基づき、標準温度状態3級 (20±5℃) 及び標準湿度状態3級 (65±20%RH) で処理しなければならない
接着剤の木材引張りせん断接着強さ試験方法 (k 6851)	常態試験	
	耐水試験	A
	耐温水試験	D
	煮沸繰り返し試験	G (ただし、乾燥時間は24時間とする)
	連続煮沸試験	E
接着剤の圧縮せん断接着強さ試験方法 (k 6852)	常態試験	
	耐水試験	A
	耐温水試験	D
	煮沸繰り返し試験	G
	連続煮沸試験	E

注) 処理条件 (記号) は表 1 - 3 JIS K6857に規定する耐水処理条件による。

表 1 - 6 米国 A S T M 規格 (1)

規格	前処理条件	処理条件			
		番号	温度 ¹⁾		状態
			°C	°F	
ASTM D1151-72 接着剤の耐水性 試験方法	7日間、 50±2%RH、 23±1°C (73.4± 1.8°F)	1	-57	-70	あらかじめ浸せき ²⁾
		2	-34	-30	
		3	-34	-30	
		4	0	32	50%RH
		5	23	73.4	
		6	23	73.4	
		7	38	100	88%RH
		8	63	145	乾燥器中、湿度調節せず
		9	63	145	水面上の空間 ³⁾
		10	63	145	水中浸せき
		11	70	158	乾燥器中、湿度調節せず
		12	70	158	水面上の空間 ³⁾
		13	82	180	乾燥器中、湿度調節せず
		14	82	180	水面上の空間 ³⁾
		15	100	212	乾燥器中、湿度調節せず
		16	100	212	水中浸せき
		17	105	221	乾燥器中、湿度調節せず
		18	149	300	乾燥器中、湿度調節せず
		19	204	400	乾燥器中、湿度調節せず
		20	260	500	乾燥器中、湿度調節せず
		21	316	600	乾燥器中、湿度調節せず

¹⁾ 試験温度の範囲は82°C (180°F) までは±1°C (±1.8°F)、82°C (180°F) 以上では±1% (華氏換算)

²⁾ 51cm (20in) Hgの減圧下で恒量に達するまで水中に浸せきする。

³⁾ 関係湿度は通常95~100%となる。

表 1 - 7 米国 ASTM 規格 (2)

規格	試験方法	処理条件
ASTM D3110-90 非構造用集成材 用接着剤試験方 法	積層接着： ブロックせん断 試験 フィンガー-ジョイント： 曲げ試験 引張り試験	湿潤使用 常態：MC10～12% 煮沸：・沸騰水浸せき, 4h ・乾燥 145±5°F (63±3°C), 20h, MC8～ 10% ・沸騰水浸せき, 4h ・流水 65～80°F (18～27°C) 冷却, 1h 1 時間以内に試験を行う 減圧加圧： 水中浸せき 65～80°F (18～27°C) 後 ・減圧 25 in. Hg (84.4kPa), 30min ・加圧 75±2psi (517±14kPa), 30min 1 時間以内に試験を行う 乾燥使用 常態：MC10～12% 水中浸せき繰り返し： ・水中浸せき 65～80°F (18～27°C), 4h ・乾燥 105±5°F (41±3°C), 19h, MC8～ 10% 上記の 2 処理を 3 回繰り返し後 ・冷却 70±5°F (21±3°C) 常態で試験を行う 高温暴露：次のいずれか一方で行う 1) ・165±5°F (74±3°C), 6h 放置 ・ラップをし 176±2°F (80±1°C), 12～22min 30秒以内に常温で試験を行う 2) ・165±5°F (74±3°C), 6h 放置 同じ条件下で試験を行う 湿潤暴露： ・湿潤 80±5°F (27±3°C), 80±5% RH ・ラップをし 150±2°F (65±1°C), 12～20min 30秒以内に常温で試験を行う

表 1 - 8 米国 ASTM 規格 (3)

規格	試験方法	処理条件
ASTM D2559-92 湿潤使用構造用 集成材用接着剤 の試験方法	圧縮せん断 における抵抗性	常態 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^{\circ}\text{F}$), 50~70%RH (pref. 65%)、時間は接着剤の硬化する最少限の時間
	乾湿促進暴露 におけるはくり 抵抗性	<p>第1サイクル</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 完全水浸$18.3 \sim 26.7^{\circ}\text{C}$ ($65 \sim 80^{\circ}\text{F}$) ・ 水銀柱635mmHg以下まで吸引、5min放置 ・ 解放後、加圧1h, $5.27 \pm 0.141\text{kg}/\text{cm}^2$ ($75 \pm 2\text{psi}$) <p>以上の3処理を2回繰り返した後</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 乾燥$65.5 \pm 2^{\circ}\text{C}$, 21~22h, MC15%以下 (対木口風速$152.4 \pm 15.24\text{m}/\text{min}$) <p>第2サイクル</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ スチーミング100°C, 1.5h ・ 室温 ($18.3 \sim 26.7^{\circ}\text{C}$) 水中浸せき 加圧注水$5.27 \pm 0.141\text{kg}/\text{cm}^2$, 40min ・ 乾燥$65.5 \pm 2^{\circ}\text{C}$, 21~22h, MC15%以下 (対木口風速$152.4 \pm 15.24\text{m}/\text{min}$)
	静的荷重下にお ける変形抵抗性	ASTM D3535-92により試験し、全測定ひずみが3.63mmを越えないこと
ASTM D3535-92 湿潤使用構造用 集成材用接着剤 の静的荷重下にお ける変形抵抗 性試験方法	静的荷重下にお ける変形抵抗性	<ul style="list-style-type: none"> ・ 加圧218.2kg (480lb) / 1655kPa (240psi) ・ 1) 160°F (71°C), 常湿, 7日間放置 ・ 2) 80°F (29.7°C), 90%RH, 7日間放置

表 1 - 9 英国規格における接着剤の使用環境と接着剤

規格	暴露等級	典型的な暴露条件	接着剤	BS 1240.1
BS 4169-88 構造用集成材の 製造規格	屋外使用 ／高耐久	常時屋外暴露 船舶建造物 接着層が直接外気に 曝される屋外建造物	R F R F P R F	W B P
	屋外使用 ／低耐久	日光、雨水からは保守 外気には曝される屋根 コンクリート型枠作業のような 仮設建造物	R F R F P R F M U F * mod U F *	W B P B R B R
	屋内使用 ／高耐久	MCが18%、接着層温度が50℃を 越える湿熱条件下の建造物 ラウンドリー、換気のない 屋根裏、屋根裏部屋、科学 的に汚染されている条件下、 化学工場、染色工場、 プールこけら張り壁	R F R F P R F	W B P
	屋内使用 ／低耐久	MCが18%、接着層温度が50℃以 下の温湿度条件下の建造物 インテリア類	R F P F P R F M U F * mod U F * pur U F	W B P B R B R M R

*一部のものが使用条件によっては使用できる。

表 1-10 使用環境に対応する使用可能な接着剤

規格の種類		集成材の J A S				構造用集成材の J A S			
		造作用集成材		化粧ばり構造用集成柱		使用環境 1		使用環境 2	
接着方向		積層 & 幅方向	長さ方向	積層 & 幅方向	長さ方向	積層 & 幅方向	長さ方向	積層 & 幅方向	長さ方向
使用可能な接着剤	R F			○	○	○	○	○	○
	P R F								
	A P I			○	○			○*	○
	M F				○		○		○
	M U F				○				○

* 使用は、小断面集成材（短辺7.5cm未満、又は長辺15cm未満のもの）に限る。

表 1-11 英国・欧州規格（BS・EN）における構造用接着剤の性能区分

規格	試験方法	処理条件
BS EN301-92 構造用フェノール及びアミノ系 合成樹脂接着剤 の性能区分	引っ張りせん断 試験	A1:・20±2℃, 65±2%RH, 7日間放置 A2:・20±2℃, 65±2%RH, 7日間放置 ・水中浸せき15±2℃, 4日間 濡れたまま試験を行う A3:・20±2℃, 65±2%RH, 7日間放置 ・水中浸せき15±2℃, 4日間 ・乾燥20±2℃, 65±2%RH, 7日間 乾燥状態で試験を行う A4:・20±2℃, 65±2%RH, 7日間放置 ・煮沸水中6h ・水中浸せき15±2℃, 2h 濡れたまま試験を行う A5:・20±2℃, 65±2%RH, 7日間放置 ・煮沸水中6h ・水中浸せき15±2℃, 2h ・乾燥20±2℃, 65±2%RH, 7日間 乾燥状態で試験を行う
	はくり試験	水中浸せき15±5℃ B1:・減圧25±5kPa, 15min ・加圧600±25kPa, 2h 上記の2処理について2回繰り返す B2:・減圧25±5kPa, 5min ・加圧600±25kPa, 1h 上記の2処理について2回繰り返す 乾燥 B1:28±1℃, 30±5%RH, 風速2.25±0.25m/s, 96h B2:65±5℃, <5%RH, 風速2.25±0.25m/s, 22h
	木繊維の劣化 試験	処理はBS EN302.3と同様 20±2℃, 65±2%RH, 24hで体積が0.1%変化するまで放置
	木材の収縮試験	a)40℃, 35%RH, MC~8±1% b)20±2℃, 65±5%RH, 2週間

表 1-1-2 英国・欧州規格 (BS・EN) における構造用接着剤の試験方法

規格	試験方法	処理条件
BS EN302 構造用接着剤の 試験方法		
BS EN302.1-92	引っ張りせん断 試験	BS EN301と同様
BS EN302.2-92	はくり試験	<p><u>タイプ 1 接着剤¹</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ・水中浸せき 15±5℃ ・加圧 25±5kPa, 5min ・減圧 600±25kPa, 1h <p>上記の処理を 2 回以上繰り返す</p> <ul style="list-style-type: none"> ・乾燥 65±5℃, ≤15%RH, 風速 2.25±1.25m/s, 22h <p>浸せき - 乾燥繰り返すを 2 回以上行う</p> <p><u>タイプ 2 接着剤²</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ・水中浸せき 15±5℃ ・加圧 25±5kPa, 5min ・減圧 600±25kPa, 2h <p>上記の処理を 1 回繰り返す</p> <ul style="list-style-type: none"> ・乾燥 28±1℃, 30±5%RH, 風速 2.25±1.25m/s, 9h30min <p>浸せき - 乾燥繰り返すを 1 回行う</p>
BS EN302.3-92	引張り強さに対 する温度変化に よる木繊維の 影響	<p>耐候繰り返し暴露試験</p> <p>A : 50±2℃, ~100%RH, 24h</p> <p>B : 10±2℃, ~100%RH, 8h</p> <p>C : 50±2℃, ≤20%RH, 16h</p>
BS EN302.4-92	せん断試験に対 する木材収縮の 影響	EN301 (圧縮試験) と同様

¹ 過酷な気候条件に使用 ² 温和な気候条件に使用

表 1 - 1 3 構造用集成材のEUROCODE規格

規格	試験方法	処理条件
EUROCODE (ISO Draft 1993.6.30) 構造用集成材欧 州規格	ブロックせん断 試験	常態
	はく離試験	A・水没10～20℃ ・減圧70～85kPa, 5min ・加圧500～600kPa, 1h 上記の3処理を2回繰り返し、計130min ・乾燥60～70℃, 15%RH未満, 21～22h B・水没10～20℃ ・減圧70～85kPa, 30min ・常圧 ・加圧500～600kPa, 2h ・乾燥65～75℃, 8～10%RH, 10h, 風速2～3m/s C・水没10～20℃ ・減圧70～85kPa, 30min ・常圧 ・加圧500～600kPa, 2h 上記の4処理を2回繰り返し、計5h ・乾燥25～30℃, 25～35%RH, 90h, 風速2～3m/s

2. 耐熱性能

2. 1 熱劣化性（熱劣化性試験による熱劣化評価）

2. 1. 1 緒言

木材接着物を使用した接着剤の熱劣化についての研究報告は幾つかみられるが、規格としての木材接着物に対する熱劣化試験方法は国内にみあたらない。J A SやJ I Sの試験も煮沸処理等に見られるように、熱と水との相互作用によるものである。そこで、特に①水の影響を除外し、熱だけによる劣化をみること、②簡便で、できるだけ短時間で試験できることの2点を考慮して試験方法を設定し、それが適切かどうか検証を試みた。

2. 1. 2 劣化性と試験法の概要

接着剤の耐熱性を考える場合、物理的耐熱性（主に接着剤の温度による軟化、流動に起因し、可逆的変化である）と化学的耐熱性（主に接着剤の熱分解、劣化に起因し、不可逆変化である）とに大別できるが、前者は主として、短期的な現象であり、指標としては弾性率、粘度があり、T_gやT_mにより推定できる。すなわち温度依存性を表している。後者は主として、通常時かかる温度範囲では長期的な現象であり、すなわち、熱劣化性に関与するといえよう。したがって、熱劣化性は高分子の原子間結合エネルギーや共鳴エネルギーからもある程度推定できるが、実用上、木材接着物の接着層が熱劣化で問題となるかどうかは、木材接着物にて確認する必要がある。

“A S T M D 4 5 0 2 - 9 4 木材接着物の熱及び水分抵抗性標準試験方法”では加熱温度、環境湿度を幾つか設定している。各条件による劣化促進結果をもとに、長期の接着寿命を推定することができる。100℃までは一定湿度のもとで行われるので、熱と水分の相互作用を測定しているといえる。120℃以上は全乾状態で行うことになっているので、これは熱のみによる劣化を測定しているといえる。熱劣化は水分が存在したところで激しく、水分の存在しないところでは、接着剤の熱劣化は緩慢なことが知られている。そこで促進試験法として、高い温度が必要とみられるため、まず曝露温度を150℃に設定し検証した（前年度に報告）。この試験により、せん断接着力の残存率と処理日数の関係式を求めた。また、熱劣化の判定に有用な方法である結果を得た。しかし、150℃となることは火災以外では考えられず、直射日光や暖房の発熱源近くを考えると、高くても80℃位とみられること等から、より実用的な温度を考慮することとした。しかし、80℃では試験片の含有水分による影響がでてしまうため、水分との相互作用を除去する意味で105℃に設定した。曝露期間は150℃では50日まで試験したが、105℃では100日まで行うこととした。なお、このA S T Mの測定方法は、熱処理の前後に標準状態での調湿が必要で、この期間だけで数カ月を要する。そこで、150℃の時と同様に105℃、1日加熱処理後の試験片を冷却し、絶乾状態のまま常温で試験した接着力を標準とし、同様に所定温度、処理日数

で処理した試験片を常温で絶乾状態のまま試験する方法により、調湿期間の短縮を図った。

2. 1. 3 実験

(1) 試験体の作成

a 被着材

- ①カバ（形状 10 mm 82 mm 300 mm、密度 0.72 ~ 0.82 g/cm³、含水率 9 ~ 10 %）
 - ②米松（形状 10 mm 119 mm 300 mm、密度 0.46 ~ 0.51 g/cm³、含水率 11 ~ 14 %）
- ①、②は本委員会提供。

b 供試接着剤

表 1. 供試接着剤とその性状

接着剤	主成分 及び 配合
レゾルシノールR・リッチ	レゾルシノール（不揮発分 62%）（100部） 硬化剤（ハラホルムアルデヒド分 35%）（15部）
ユリア樹脂UF	尿素樹脂（100部）小麦粉（薄力 3 等）（15部） 硬化剤（20%塩化アンモニウム水溶液）（5部）
エポキシ樹脂	主剤（エポキシ樹脂）（100部） 硬化剤（ポリアミドアミン）（100部）
水性ビニルウレタン	主剤（水性ビニルウレタン樹脂）（100部） 硬化剤（イソシアネート系）（100部）
酢酸ビニル樹脂エマルジョン	酢酸ビニル樹脂他（41%）水（59%）
アクリル樹脂エマルジョン	アクリル樹脂、炭酸カルシウム他（72%）

接着剤提供：合成樹脂工業協会・・・レゾルシノールR・リッチ、ユリアUF
 メーカー 光洋産業株式会社・・・水性ビニルウレタン（KR7800）
 コニシ株式会社・・・酢酸ビニル樹脂エマルジョン（ボンドCH18）
 アクリル樹脂エマルジョン（ネダボンドチューブ）
 エポキシ樹脂（ボンドE250）

c 接着

各接着剤ごとに(2)の①、②、各々、7組貼り合わせた。接着剤配合は表1による。塗付量は両面塗付とし、周囲から接着剤が十分はみだすよう、標準量より多めに塗付した。なお、圧縮圧力はカバ材 12 kgf/cm²、米松 10 kgf/cm²とした。

表 2. 塗付量と圧縮条件

接 着 剤	塗付量 (g/m ³)	圧縮条件
レゾルシノール樹脂	300	30 °C 、 16 時間
ユリア樹脂	240	20 ~ 25 °C、 24 時間
エホキシ樹脂	400	23 °C 、 20 時間
水性ビニルウレタン	300	20 °C 、 7 時間
酢酸ビニル樹脂エマルジョン	280	20 °C 、 24 時間
アクリル樹脂エマルジョン	300	20 ~ 25 °C、 24 時間

接着作業は接着剤 6 種について種別に合成樹脂工業協会接着技術委員会構成会社 9 社のうち、6 社にて行う。

(2) 実験方法

乾燥器や試験機等の違いが生じないように、前項 (A) を含め以下の実験は全て一社にて実施した。

各々、7 組の接着体から、構造用集成材の J A S に準じて、ブロックせん断試験片を作成した。

各接着剤ごとに 1 試験条件につき、各 7 組の接着体より、各 1 片ずつ、計 7 片のブロックせん断試験片を供試することで、被着材による差を相殺した。

①常態試験

J A S 集成材の試験法に準じて、常温にてブロックせん断試験を行い、最大荷重を測定し、せん断強さを算出した。また、木部破断率も測定した。

②加熱処理試験

加熱温度 105 °C にて、1 日及び 7 日、10 日、30 日、100 日の各日数、加熱処理を行った。加熱処理後は直ちにシリカゲル入りのデシケータ中に移し、24 時間放冷後、ブロックせん断試験に供試した。

2. 1. 4 結果と考察

表 3、4、5、6 に各接着剤の加熱処理によるブロックせん断試験結果を示した。加熱処理に伴い、接着試験片は収縮するが、接着力算出の上では、収縮 0 すなわち、2.5 mm の幅があるものとして計算した。

105 °C 曝露 (前年度の試験結果図 1、図 2) が処理日数と共に残存率が低下したのに比べ、105 °C では 30 日までには、全体的に低下傾向は認められないが、100 日処理では低

下が認められる。

105℃、100日処理の結果を残存率で見ると、150℃、5日処理の結果と概ね一致する。ただし、この関係は熱硬化性樹脂と熱可塑性樹脂で若干異なっている。カバ材での105℃、100日処理の残存率を150℃、5日処理の残存率と比較すると、熱硬化性樹脂は105℃の方がやや低くなっているが、熱可塑性では高くなっている。また、米マツ材では前者がやや低い、後者は概ね同等である。すなわち、105℃処理では熱硬化性樹脂の方が残存率は概ね高く出る傾向にある。

熱劣化性を短期間で判定するための処理温度としては、150℃処理の方が判定し易いが、実際に曝露される最高温度としては80℃位であるとみられるため、105℃の方が実用的な温度といえる。この場合、劣化の確認には50～100日必要とみられるが、温度からして30日で大幅に低下しなければ熱劣化性は十分と考えて、30日間で推定することも可能とみられる。

表7に各接着剤の処理日数1日を基準とした場合の残存率、10日を基準とした場合の残存率を示した。*印のあるものは各々平均せん断接着力が、試験片の選定の偏り等何らかの原因により異常と推定され、数値が残存率にして約10～15異なるとみられるものを参考までに示した。今回の試験では1つの条件につき、試験片数が7片で少なかったことも異常値と考えられるものが幾つかあった原因の一つとも考えられる。したがって、大きな劣化が認められない範囲で判定する場合は試験材料の選定など試験片の作製条件を厳密にすると共に、試験片個数を増やす必要があるとみられる。また、接着剤の固化状態が異なるため、基点をどこに設定して判定すればよいのか残された課題である。

まとめ

○熱劣化性を短期間で判定するとすれば、曝露温度150℃の方が判定しやすいが、実用温度からかけ離れているのが問題である。

○105℃曝露では処理100日ではアクリル以外は強度低下し、残存率は60～85%となる。

○105℃、100日曝露では処理日数7日～30日のせん断力は同様な値を示し、安定している。よって、この間を利用した試験、判定が可能とみられる。

○105℃における判定方法として、1日熱処理後のせん断強さに対する10日熱処理後のせん断強さ残存率、及び10日熱処理後のせん断強さに対する、30日後のせん断強さ残存率を判定基準とするのが妥当であると考えられる。

表 3. 各種接着剤の熱処理によるブロッキング（圧縮）せん断強さ試験結果（カバ）

接着剤	項目	常態	105℃				
			1日	7日	10日	30日	100日
R F	平均せん断強さ	297(77)	267(84)	250(93)	247(80)	279(64)	189(14)
	最大せん断強さ	324(86)	305(90)	299(100)	274(90)	333(100)	210(0)
	最小せん断強さ	267(90)	217(100)	211(100)	215(60)	217(20)	179(0)
	残存率(%)	100	100	94	93	104	71
	残存率(%)	100	90	84	83	94	64
木破状況		6/7	6/7	3/7	5/7	6/7	6/7
U F	平均せん断強さ	267(47)	259(21)	228(34)	228(28)	213(14)	160(10)
	最大せん断強さ	307(10)	385(70)	251(20)	261(0)	297(0)	196(10)
	最小せん断強さ	217(50)	217(0)	211(100)	185(20)	152(0)	130(0)
	残存率(%)	100	100	88	88	82	62
	残存率(%)	100	97	85	85	80	60
木破状況		7/7	7/7	6/7	5/6	6/7	7/7
E	平均せん断強さ	272(81)	241(41)	260(33)	253(57)	241(39)	189(21)
	最大せん断強さ	326(90)	309(10)	295(30)	291(40)	272(60)	238(10)
	最小せん断強さ	238(60)	221(50)	192(0)	204(90)	190(80)	133(20)
	残存率(%)	100	100	108	105	100	78
	残存率(%)	100	89	96	93	88	69
木破状況		4/7	6/7	1/7	6/7	7/7	7/7

上表のせん断強さは各7片の平均値である。単位 kg f / cm²、()内は木部破断率 %

P F : レゾルシンノール樹脂接着剤

U F : エポキシ樹脂接着剤

E : エポキシ樹脂接着剤

* 木破状況 : 木部破断率 0 ~ 90 % の試験片数 / そのロットの試験片数 (7片)

表 4. 各種接着剤の熱処理によるプロック（圧縮）せん断強さ試験結果（カバ）

接着剤	項目	常態	105℃				
			1日	7日	10日	30日	100日
I v	平均せん断強さ	273(74)	262(70)	254(94)	255(77)	260(94)	218(97)
	最大せん断強さ	350(90)	299(40)	312(100)	280(100)	305(90)	257(100)
	最小せん断強さ	211(100)	213(60)	198(80)	215(90)	204(100)	168(100)
	残存率(%)	100	100	97	97	99	83
	残存率(%)	100	96	93	93	95	80

木破状況							
V	平均せん断強さ	309(39)	308(51)	294(63)	300(64)	268(59)	258(79)
	最大せん断強さ	343(20)	371(0)	375(40)	362(20)	312(80)	337(60)
	最小せん断強さ	278(10)	202(60)	225(100)	269(20)	219(0)	223(70)
	残存率(%)	100	100	95	97	87	83
	残存率(%)	100	100	95	97	87	84

木破状況							
A	平均せん断強さ	208(0)	155(2)	182(1)	188(0)	166(1)	189(14)
	最大せん断強さ	227(0)	185(0)	198(10)	213(0)	185(0)	210(0)
	最小せん断強さ	192(0)	120(0)	170(0)	177(0)	139(0)	179(0)
	残存率(%)	100	100	117	121	107	122
	残存率(%)	100	75	88	90	80	91

木破状況							
		7/7	7/7	6/7	5/7	6/7	6/7
		5/6	5/6	7/7	7/7	7/7	6/7

上表のせん断強さは各7片の平均値である。単位 kg f/cm²、()内は木部破断率 %

I v : 水性高分子樹脂接着剤

V : 酢酸ビニル樹脂接着剤

A : アクリル樹脂接着剤

* 木破状況 : 木部破断率 0 ~ 90 % の試験片数 / そのロットの試験片数 (7片)

表 5. 各種接着剤の熱処理によるブロッック（圧縮）せん断強さ試験結果（米松）

接着剤	項目	常態	105℃						
			1日	7日	10日	30日	100日		
R F	平均せん断強さ	155(76)	139(80)	122(79)	128(89)	125(91)	102(93)		
	最大せん断強さ	182(80)	168(90)	152(60)	154(100)	145(90)	168(90)		
	最小せん断強さ	139(70)	101(100)	93(80)	86(90)	95(100)	61(90)		
	残存率(%)	100	100	88	92	90	74		
	残存率(%)	100	90	79	83	81	66		
木破状況		6/7	2/7	1/7	4/7	2/7	5/7		
U F	平均せん断強さ	154(69)	127(77)	121(74)	127(37)	127(65)	105(83)		
	最大せん断強さ	164(100)	171(40)	130(100)	189(0)	190(100)	156(60)		
	最小せん断強さ	139(10)	74(55)	110(90)	103(40)	104(60)	88(100)		
	残存率(%)	100	100	95	100	100	83		
	残存率(%)	100	82	79	82	82	68		
木破状況		3/7	4/7	3/7	6/7	4/6	3/7		
E	平均せん断強さ	158(99)	173(77)	151(97)	149(91)	169(66)	101(100)		
	最大せん断強さ	177(100)	217(20)	183(100)	171(100)	210(0)	139(100)		
	最小せん断強さ	137(100)	118(100)	124(100)	131(100)	152(30)	53(100)		
	残存率(%)	100	100	87	86	97	58		
	残存率(%)	100	109	96	94	107	64		
木破状況		1/7	3/7	6/7	3/7	3/7	0/7		

上表のせん断強さは各7片の平均値である。単位 kg f / cm²、()内は木部破断率 %

P F : レゾルシンノール樹脂接着剤

U F : エポキシ樹脂接着剤

E * : 木部破断状況

0 ~ 90 % の試験片数 / そのロットの試験片数 (7片)

表 6. 各種接着剤の熱処理によるプロック（圧縮）せん断強さ試験結果（米松）

接着剤	項目	常態	105℃						
			1日	7日	10日	30日	100日		
I v	平均せん断強さ	168(76)	149(96)	167(90)	164(100)	164(84)	116(99)		
	最大せん断強さ	187(100)	168(100)	183(100)	189(90)	189(90)	145(90)		
	最小せん断強さ	149(100)	128(100)	131(100)	118(100)	118(100)	84(100)		
	残存率(%)		100	113	111	111	78		
	残存率(%)	100	88	99	98	98	69		
	木破状況	3/7	1/7	1/7	0/7	3/7	1/7		
V	平均せん断強さ	174(86)	182(70)	147(77)	149(59)	154(96)	113(97)		
	最大せん断強さ	215(30)	200(30)	194(30)	194(10)	217(100)	152(100)		
	最小せん断強さ	150(80)	149(100)	118(100)	109(100)	105(100)	70(100)		
	残存率(%)		100	81	82	85	62		
	残存率(%)	100	105	84	86	88	65		
	木破状況	3/7	3/7	3/7	4/7	2/7	2/7		
A	平均せん断強さ	177(43)	167(81)	161(93)	167(91)	182(100)	128(93)		
	最大せん断強さ	187(10)	177(100)	194(100)	189(100)	213(100)	164(80)		
	最小せん断強さ	173(60)	150(100)	65(100)	133(90)	168(90)	63(100)		
	残存率(%)		100	96	100	109	77		
	残存率(%)	100	94	91	94	103	72		
	木破状況	7/7	4/7	1/7	2/7	0/7	2/7		

上表のせん断強さは各7片の平均値である。単位 kg f/cm²、()内は木部破断率 %

I v : 水性高分子酢酸ク

V : アクリル樹脂接着剤

A : アクリル樹脂接着剤

* 木破状況 : 木部破断率 0 ~ 90 % の試験片数 / そのロットの試験片数 (7片)

表7. 105℃熱処理における各接着剤のブロックせん断強さ残存率

	カバ材		米松材	
	$b_{10}/b_1 \times 100$	$b_{30}/b_{10} \times 100$	$b_{10}/b_1 \times 100$	$b_{30}/b_{10} \times 100$
RF	93	113 * ₂	92	98
UF	88	93	100 * ₁	100
E	105 * ₁	95	89	113 * ₂
Iv	97	102	111 * ₁	100
V	97	89	82	103
A	121 * ₁	88	100	108 * ₂

RF : レゾルシノール樹脂接着剤

単位 (%)

UF : ユリア樹脂接着剤

E : エポキシ樹脂接着剤

b_1 : 1日加熱処理後のせん断強さ

Iv : 水性高分子イソシアネート接着剤

b_{10} : 10日加熱処理後のせん断強さ

V : 酢酸ビニル樹脂接着剤

b_{30} : 30日加熱処理後のせん断強さ

A : アクリル樹脂接着剤

[注]

*₁ : b_1 が異常値(低い)と推定されるもの

*₂ : b_{30} が異常値(高い)と推定されるもの

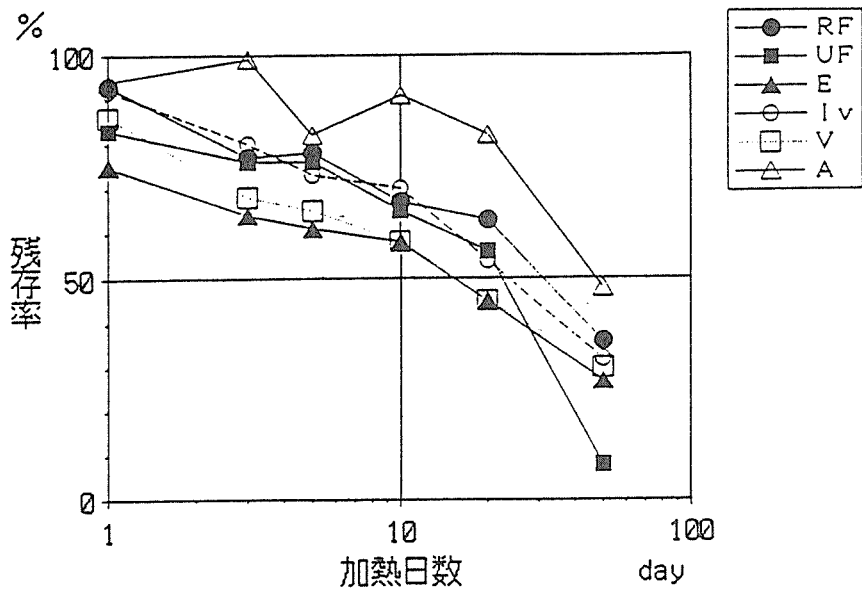


図1 加熱処理日数と圧縮せん断接着強さ残存率の関係/カバ (処理温度 150 °C)

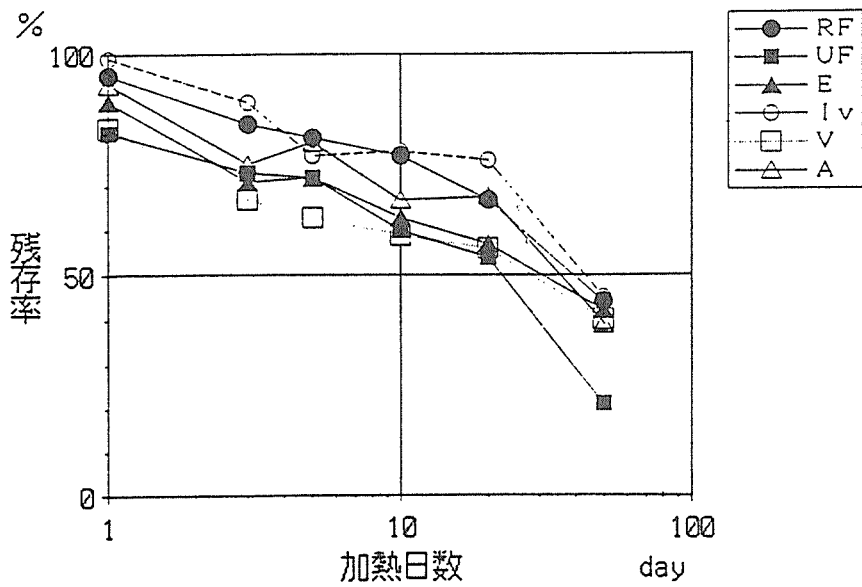


図2 加熱処理日数と圧縮せん断接着強さ残存率の関係/米松 (処理温度 150 °C)

3 非感温性（常温と高温における接着強さの比）による温度依存性評価

3.1 はじめに

前回の報告で「接着強さの温度依存性試験方法」により、接着剤の耐熱接着強さがある温度を境に急激に変化する傾向があり、ある温度での耐熱接着強さを論じる際には、この変極点がどこにあるかを確認の上することが必要であることを示した。

一方、大断面集成材用接着剤を検討するにあたっては、火災の際の熱で接着層が軟化し構造破壊をもたらす現象は重要課題である。本報告は火災の際を想定した加熱下における接着強さの挙動を報告し、大断面集成材用接着剤として必要な耐熱接着強さを報告する。

3.2 要旨

火災の際、必要とされる強度維持時間を加熱を受けてから30分、その温度は200℃とし、前報で耐熱接着強さが比較的良好であった接着剤を選び試験に供した。その結果、レゾルシノール系接着剤、水性ビニルウレタン系接着剤、1液湿気硬化ウレタン系接着剤が良好な結果を示し、尿素系接着剤、エポキシ系接着剤はかなりの耐熱接着強さの低下を示した。

3.3 試験

3.3.1 試験方法

試験の一般条件は J I S K 6 8 4 8 の 3 . 1（試験室の状態）による。

(1) 接着剤の状態調節

接着剤の状態調節は J I S K 6 8 4 8 の 3 . 2（接着剤の状態調節）による。

(2) 接着剤の取扱い

接着剤の取扱いは J I S K 6 8 4 8 の 4（接着剤の取扱い方）による。

(3) 試験値の丸め方

試験値の丸め方は J I S K 6 8 4 8 の 3 . 3（試験値の丸め方）による。

3.3.2 接着方法

試験材はカバ桎目 25*30*10mm 含水率 7-10% 表面かんながけを使用。

接着剤は製造業者の指示に従う。

接着に必要な養生時間は

23℃ 50%RHで 閉鎖堆積時間 30分
圧縮時間 約1MPa 24時間
解圧放置時間 144時間

試験前 105℃ 24時間

3.3.3 試験規格

J I S K 6 8 5 2 圧縮せん断接着強さ試験方法に準じる。

1) 常温強度測定

23℃ 50%試験室にて測定

2) 耐熱強度測定

負荷温度は 試験前日より 105℃24時間養生し、十分に木材中の湿気水分を除去したのち、200℃チャンバー中に30分置き、その後、同温度に設定された試験機内にすばやく移し、強度試験に供する。

試験機器：最大荷重5トンタイプ。ヘッドスピード 3mm/min.

試験機内が200℃に維持できないときでも 200℃チャンバーから室温下の試験機内で素早く測定すれば、木材の保温性のため同温度付近で測定できる。

その確認試験結果を次に示す。

チャンバー内での試験片の温度挙動

2枚の25*30*10mm角の試験片に薄型温度センサーをはさみ、クリップで止め、接着状態と同様な状態として 200℃にセットされたチャンバー内に置き、その後上昇する試験片内部（仮想接着層）の温度を時間と共に観測した。

30分後に、室温下（23℃）に取り出し、時間と共に低下する試験片内部温度を測定した。

表3-2 200℃チャンバー内での試験片内部温度

経過時間（分）	0	1	4	5	6	11	22	24	26	27	28
内部温度（℃）	23	40	95	100	115	123	160	182	192	195	200

表3-3 200℃チャンバーから室温に取り出した時の試験片内部温度

経過時間（秒）	0	10	30	40	50	60	75	90
内部温度（℃）	204	203.7	203.0	201.7	200.0	198.0	195.0	190.5

表2から、200℃チャンバーに30分置くことで、内部温度（仮想接着層）は200℃に上昇し、炎をあてたときの結果を再現できることが読みとれる。

又、表3から、200℃チャンバーから室温に取り出したときの内部温度低下はそれほどでもなく 実際の耐熱試験を完了する20-30秒以内では 200℃を維持できるので 室温で素早く測定することが有効であることが読みとれる。

(2) 記録

接着が破壊した最大荷重及び破断面の表面状態（材破率）記録した。
 試験個数 各試験 1接着剤につき30個

3.4 結果

3.4.1 結果

1) データの取り扱い

データは各30個のデータから上下2個ずつのデータを捨て 残りの26個のデータを結果に取り込んだ。

2) 結果の表示

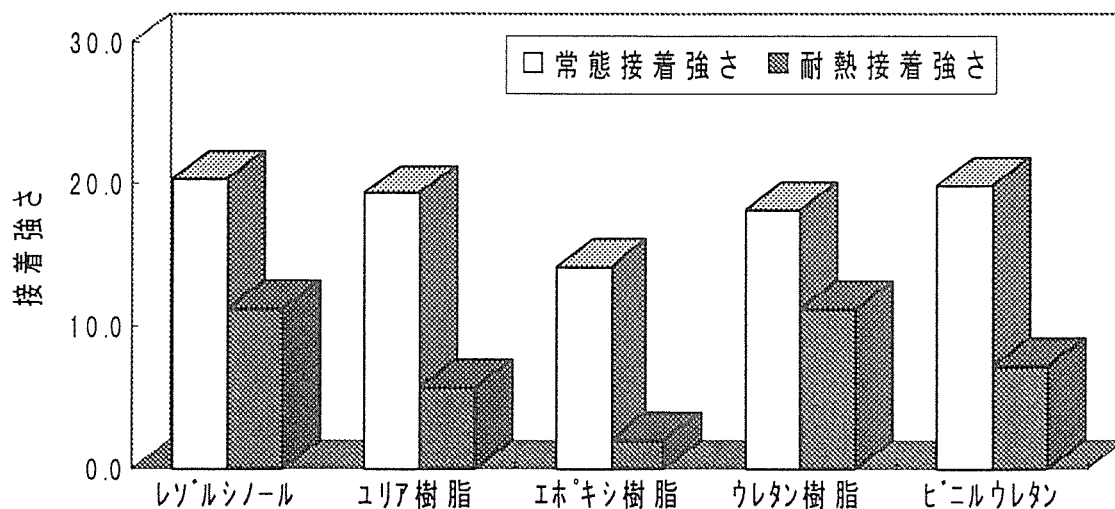
- ①常温接着強さ、最大、最小、平均、標準偏差、変動係数、破壊状態
- ②耐熱接着強さ、最大、最小、平均、標準偏差、変動係数、破壊状態
- ③維持率 (%) (耐熱接着強さ/常温接着強さ) * 100

表3-4 常温接着強さ、耐熱接着強さ及び維持率

	レゾルシノール	ウリア樹脂 UF	エポキシ樹脂	ウレタン樹脂	ビニルウレタン
A : 常温接着強さ N/mm ²	20.3	19.3	14.2	18.1	19.8
B : 耐熱接着強さ N/mm ²	11.2	5.7	2.0	11.2	7.2
維持率 B/A*100 %	55.2	29.5	14.1	61.9	36.4

詳細なデータは 表3-5～表3-14を参照。

図3-1 表3-4の図表化



3.5 結果及び考察

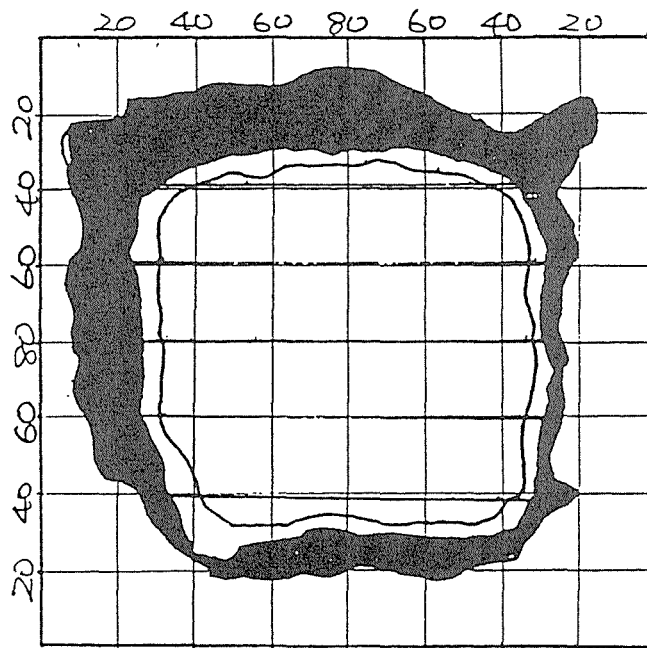
エポキシ樹脂接着剤及び尿素樹脂接着剤は、200℃ほどの高温になると感温性が激しく、かなりの接着強さの低下をもたらし、維持率は30%以下となった。

一方、レゾルシノール樹脂接着剤、1液湿気硬化型ウレタン接着剤は200℃での耐熱接着強さは10 N/mm²、維持率50%以上を示した。

以上

- 1) 昭和58年度「構造用集成材の耐火接合法研究会」報告書（昭和59年3月発行）
建設省建築研究所・（社）建築研究振興会共同研究報告書

40分後でもう
20mm深くまで炭化している



柱 試験体NO. 2 160×160mm

加熱時間：40分

樹種：とどまつ

40分加熱後の炭化状況

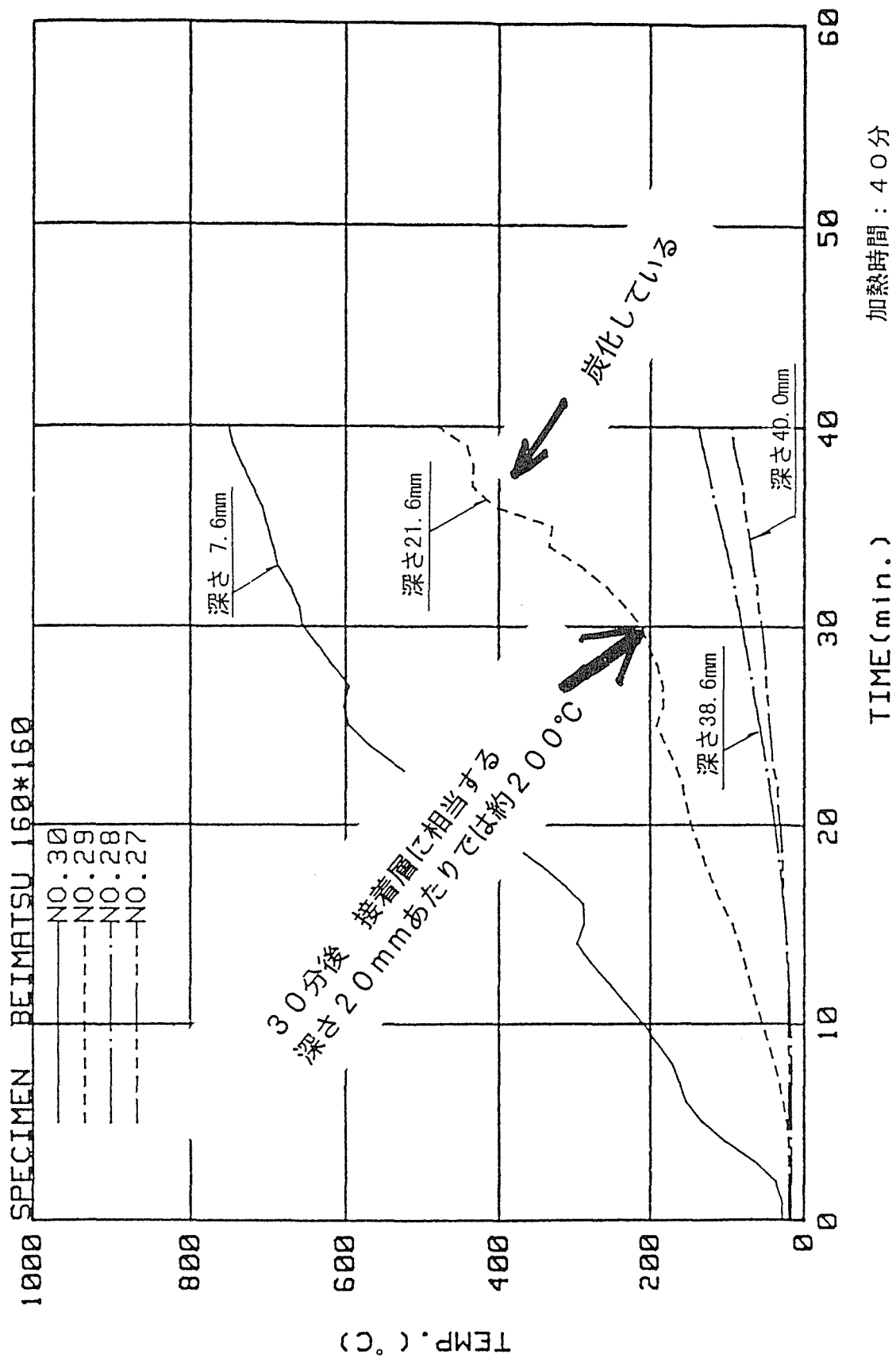


図 57 柱内部の温度 (試験体 No. 2)

表3-5 レゾルシノール樹脂(室温)

n	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	13.0	133.1	100
4	13.2	135.0	80
5	14.6	148.8	95
6	14.6	149.1	20
7	16.2	165.4	95
8	19.1	194.9	90
9	19.1	194.9	30
10	19.3	196.8	80
11	19.8	201.9	30
12	20.1	204.8	60
13	20.1	204.8	95
14	20.2	205.8	100
15	20.2	206.4	100
16	20.8	212.5	100
17	22.3	227.2	80
18	22.3	227.8	100
19	22.4	228.8	50
20	22.5	229.4	100
21	22.5	229.8	50
22	22.8	233.0	100
23	22.9	233.6	100
24	23.2	236.8	100
25	23.6	241.3	100
26	23.9	243.8	100
27	24.4	249.0	100
28	24.6	250.9	95
平均	20.3	207.1	83
標準偏差	3.4	34.9	26
変動係数	17%	17%	31%
最大値	24.6	250.9	100
最小値	13.0	133.1	20

表3-6 レゾルシノール樹脂(200°C)

n	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	6.9	70.7	100
4	7.0	71.4	100
5	7.4	75.2	90
6	7.5	76.8	100
7	8.1	82.6	100
8	8.3	85.1	80
9	8.7	89.3	100
10	8.8	89.6	100
11	9.0	91.8	100
12	9.7	98.9	100
13	9.9	101.0	90
14	9.9	101.1	100
15	10.0	101.6	100
16	10.3	105.3	85
17	10.8	109.8	100
18	11.4	116.8	100
19	13.2	135.0	95
20	13.9	141.6	100
21	14.1	144.0	50
22	14.2	144.5	100
23	14.3	146.2	100
24	14.7	150.1	75
25	15.0	153.0	95
26	15.4	157.4	95
27	15.6	159.4	100
28	16.3	166.1	75
平均	11.2	114.0	93
標準偏差	3.1	31.3	12
変動係数	27%	27%	13%
最大値	16.3	166.1	100
最小値	6.9	70.7	50

表3-7 ユリア樹脂(室温)

n	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	12.5	127.4	100
4	13.1	134.1	100
5	14.3	146.2	95
6	15.3	156.5	100
7	16.0	162.9	100
8	16.1	163.8	85
9	16.4	167.4	80
10	16.6	169.3	100
11	17.0	173.4	60
12	18.5	188.5	85
13	19.3	196.5	65
14	19.9	202.9	90
15	20.1	205.1	95
16	20.6	209.9	50
17	20.6	209.9	80
18	20.9	212.8	100
19	21.5	219.2	40
20	21.5	219.8	50
21	21.6	220.8	100
22	22.0	224.0	100
23	22.2	226.6	100
24	22.6	230.4	70
25	22.7	232.0	95
26	22.9	233.9	30
27	23.4	238.4	100
28	24.5	249.9	100
平均	19.3	197.0	83
標準偏差	3.4	34.4	21
変動係数	17%	17%	26%
最大値	24.5	249.9	100
最小値	12.5	127.4	30

表3-8 ユリア樹脂(200°C)

n	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	3.5	35.8	100
4	3.6	36.8	100
5	3.6	36.8	100
6	3.8	38.7	100
7	4.0	40.6	100
8	4.0	41.3	100
9	4.2	42.7	100
10	4.2	43.0	100
11	4.4	44.8	100
12	4.6	47.2	100
13	5.0	50.6	100
14	5.0	51.2	100
15	5.4	55.4	100
16	5.6	57.0	100
17	5.6	57.3	100
18	6.2	63.0	100
19	6.7	68.2	100
20	6.7	68.2	100
21	7.0	71.0	100
22	7.0	71.4	100
23	7.1	72.0	100
24	7.1	72.5	100
25	7.3	74.2	100
26	7.8	80.0	100
27	8.7	89.0	100
28	9.3	94.7	100
平均	5.7	57.8	100
標準偏差	1.7	17.0	0
変動係数	29%	29%	0%
最大値	9.3	94.7	100
最小値	3.5	35.8	100

表3-9 エポキシ樹脂(室温)

	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	6.4	65.6	5
4	8.2	84.2	10
5	8.4	86.1	15
6	8.9	90.9	3
7	9.4	95.7	5
8	9.5	97.0	5
9	10.7	109.6	45
10	11.1	113.3	5
11	12.6	129.0	0
12	13.6	138.6	1
13	14.2	144.8	50
14	14.2	145.3	25
15	14.4	147.2	3
16	14.8	151.0	5
17	16.4	167.0	20
18	16.5	168.2	10
19	16.6	169.1	0
20	16.7	169.9	3
21	16.7	170.2	3
22	17.3	177.0	5
23	17.7	180.8	0
24	17.8	181.4	0
25	18.8	191.7	0
26	19.0	193.6	1
27	19.1	195.2	15
28	20.3	207.4	0
平均	14.2	145.0	9
標準偏差	4.0	40.6	13
変動係数	28%	28%	145%
最大値	20.3	207.4	50
最小値	6.4	65.6	0

表3-10 エポキシ樹脂(200°C)

n	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	1.0	10.2	0
4	1.1	11.5	0
5	1.2	12.5	0
6	1.2	12.5	0
7	1.3	13.4	0
8	1.4	14.4	0
9	1.4	14.7	0
10	1.4	14.7	0
11	1.5	15.7	0
12	1.6	16.0	0
13	1.8	18.7	0
14	1.9	18.9	0
15	1.9	19.8	0
16	2.1	21.8	0
17	2.3	23.0	0
18	2.4	24.3	0
19	2.4	25.0	0
20	2.5	25.4	0
21	2.6	26.2	0
22	2.6	26.6	0
23	2.6	26.9	0
24	2.7	27.8	0
25	2.9	29.1	0
26	2.9	29.8	0
27	3.0	31.0	0
28	3.1	31.7	0
平均	2.0	20.8	0
標準偏差	0.7	6.8	0
変動係数	32%	32%	
最大値	3.1	31.7	0
最小値	1.0	10.2	0

表3-11 ウレタン樹脂(室温)

n	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	14.1	144.3	80
4	14.4	146.6	100
5	14.6	149.4	100
6	14.8	150.7	100
7	15.3	156.2	100
8	15.4	157.1	100
9	16.5	168.0	90
10	16.9	172.2	100
11	16.9	172.5	100
12	17.1	174.4	100
13	17.4	177.8	100
14	17.9	183.0	100
15	18.5	188.5	95
16	18.5	188.8	100
17	18.9	192.6	100
18	18.9	193.3	100
19	18.9	193.3	90
20	19.2	196.3	90
21	19.6	200.0	70
22	20.0	203.8	60
23	20.4	208.0	90
24	20.5	208.8	100
25	20.8	212.2	100
26	21.3	217.0	100
27	21.3	217.3	100
28	21.3	217.6	100
平均	18.1	184.2	95
標準偏差	2.3	23.5	10
変動係数	13%	13%	11%
最大値	21.3	217.6	100
最小値	14.1	144.3	60

表3-12 ウレタン樹脂(200°C)

n	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	5.4	55.2	20
4	5.8	59.5	75
5	6.3	64.0	80
6	6.6	67.8	50
7	6.9	70.7	40
8	8.4	85.3	70
9	8.4	85.4	20
10	9.3	94.4	30
11	10.0	102.4	50
12	10.5	107.5	60
13	11.0	112.0	10
14	11.1	113.6	40
15	11.6	118.7	80
16	11.7	119.7	80
17	11.9	121.0	10
18	12.4	126.4	100
19	12.6	128.3	90
20	13.2	134.7	95
21	13.5	137.6	30
22	13.6	138.9	50
23	13.7	139.8	70
24	14.5	148.2	95
25	14.8	150.7	85
26	15.4	157.1	100
27	15.7	160.0	40
28	15.7	160.0	60
平均	11.2	113.8	59
標準偏差	3.2	32.5	28
変動係数	29%	29%	48%
最大値	15.7	160.0	100
最小値	5.4	55.2	10

表3-13 水性ビニルウレタン(室温)

n	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	15.3	155.7	100
4	16.2	165.8	100
5	16.6	169.6	100
6	16.7	170.2	100
7	17.0	173.0	100
8	17.0	173.6	100
9	17.2	175.2	100
10	18.0	184.2	90
11	18.3	187.2	100
12	18.9	192.8	100
13	19.0	194.1	100
14	19.4	198.1	100
15	19.8	201.8	100
16	20.4	208.5	30
17	20.7	210.9	50
18	20.7	210.9	100
19	20.8	212.2	50
20	21.1	215.2	100
21	21.3	217.8	70
22	21.7	221.9	0
23	22.1	225.6	30
24	23.0	235.2	100
25	23.2	236.5	100
26	23.2	236.8	80
27	23.4	238.4	0
28	23.4	239.2	80
平均	19.8	201.9	80
標準偏差	2.5	25.7	32
変動係数	13%	13%	40%
最大値	23.4	239.2	100
最小値	15.3	155.7	0

表3-14 水性ビニルウレタン(200°C)

n	N/mm ²	kg/cm ²	材破率(%)
3	4.2	43.2	20
4	4.5	46.1	20
5	4.6	46.7	20
6	4.8	48.6	20
7	4.9	49.9	20
8	5.0	50.6	20
9	5.4	55.5	0
10	6.1	62.1	20
11	6.2	63.4	0
12	6.6	67.7	60
13	6.6	67.8	0
14	6.6	67.8	10
15	6.7	68.8	0
16	6.9	70.4	10
17	7.1	72.0	70
18	7.1	72.3	0
19	7.7	78.2	10
20	7.8	80.0	60
21	7.8	80.0	0
22	8.6	87.7	20
23	9.5	97.0	20
24	9.9	101.3	60
25	10.1	103.4	10
26	10.5	106.9	10
27	10.9	111.0	20
28	11.1	113.3	10
平均	7.2	73.5	20
標準偏差	2.1	21.4	20
変動係数	29%	29%	103%
最大値	11.1	113.3	70
最小値	4.2	43.2	0

4. 耐クリープ性能

平成8年度では、ASTM D4680に準じて温湿度を変えた条件下でクリープ試験を行い、破壊時間（対数表示）－応力レベルの直線関係を求め、これより接着剤の耐クリープ性を評価しようとした。この試験法の特徴は広い応力範囲で幾つかの応力レベルをとり破壊時間との関係を求めるところにあり、応力レベルが低くなるとどうしても長時間に及び、図4-1に示すよに最も破壊時間の短いと予想される酢酸ビニル樹脂エマルジョン接着剤においてさえ、応力レベルを10%では1,000時間（40日）もの試験時間を要し、標準試験法としては現実的ではないと考えられた。

そこで、バネによって荷重を負荷する試験装置はそのままに、ある現実的な一定負荷時間を設けその間に破壊する試験片の割合が応力レベル、環境温湿度によってどのように変わるかを追跡し、その変化の差によって耐クリープ性能を評価できないかという考えの基に試みたものである。

具体的には、例えばレゾルシノール樹脂接着剤（RF）では相当高い応力レベルの荷重を常温及び高温、あるいは低湿及び高湿の下で負荷してもクリープ破壊する試片は認められず、環境条件の変化による破壊試片数の増大も殆ど無いであろう。一方、耐クリープ性に劣る接着剤にこのような試験を施せば、その間の差が大きく出現するであろう。RFを標準とすれば少なくともこれに匹敵する耐クリープ性能を持つ

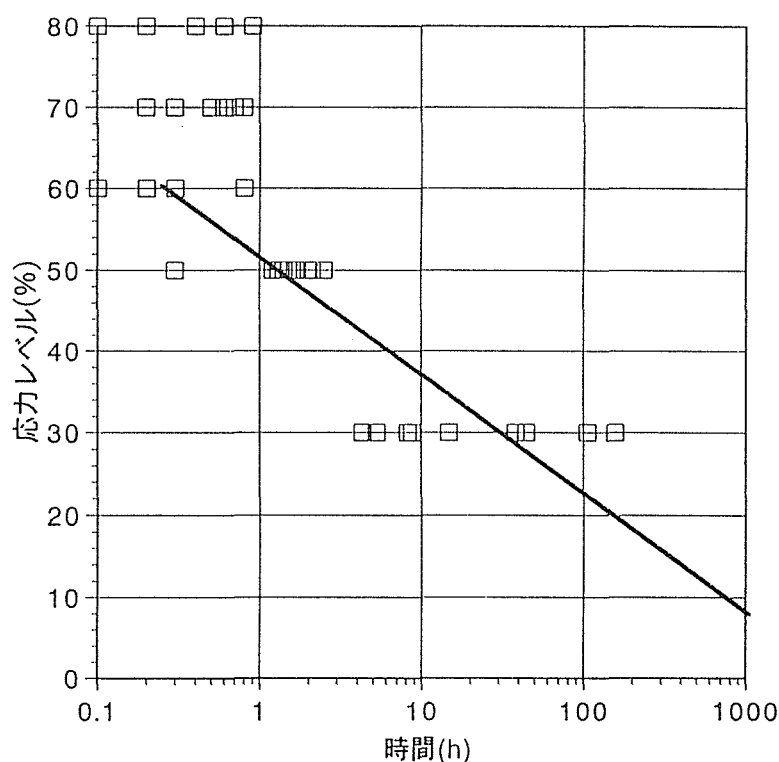


図4-1 破壊時間－応力レベル図（PVAc）
 接着剤：コニシCH-18 被着材：マカンバ(12%MC)
 塗布量：300g/cm² 圧縮：15kgf/cm², 24hr

か否かという定性的な判断は可能であり、その接着剤がRF相当であるか否かという耐クリープ性に関して現実的な判断は容易にできよう。

実験は、まだ継続中で本計画の終了時限の本報告書で結論を得るまでには至っていないが、現時点での結果について報告する。

4. 1 実験方法

4. 1. 1 試験片

被着材にマカンバ(12%MC, 12×22×1cm)の板材を用い、供試接着剤により2枚合わせの試験体を常法により作成し、これよりJIS型のブロックせん断試験片を裁断し試験片とした。1条件あたりの試験片個数は10片とした。

なお、応力レベルを求めるために1接着剤につき原則的に20片の試片を20℃、65%RHで調湿の後常態せん断試験に供した。

・供試接着剤

レゾルシノール樹脂接着剤 (RF) : フェノライト6000

酢酸ビニル樹脂エマルジョン接着剤 (PVAc) : コニシCH-18

水性高分子イソシアネート接着剤 (API, 架橋剤3,5部) : KR7800/AJ-1

変性(架橋型)酢酸ビニル樹脂接着剤 : (未着手)

・接着条件

塗布量 : 250~300g/m²

閉鎖堆積時間 : 30min

圧縮 : 15kgf/cm², 24hr

養生 : 20℃, 65%RH, 7days

4. 1. 2 クリープ試験

・負荷方法と試験装置

クリープ試験装置としては、作製したブロックせん断型治具(ASTM D4680)をもちい、万能試験機により所定の荷重を負荷し、スプリングを介してその負荷を維持した(図4-2)。

・応力レベル

適当な応力レベルを決定するため常態ブロックせん断試験の平均接着強さの90%レベルから開始し、順次10%刻みで取ることにした。

・荷重期間

720時間とし、その間にクリープ破壊する試験片の数をカウントし、同時に破壊時間、木破率を記録した。

・温湿度条件

20℃, 65%RHを標準とし、以下の温湿度を予定している。

温度 : 30, 40, 50℃

湿度 : EMC12, 18, 24%相当

4. 2 結果と考察

試験結果を表4-1~4に示した。各応力レベル下での個々の試験片の破壊時間と木は率が示されている。また、付表1には応力レベルを決めるために実施した常態ブロックせ

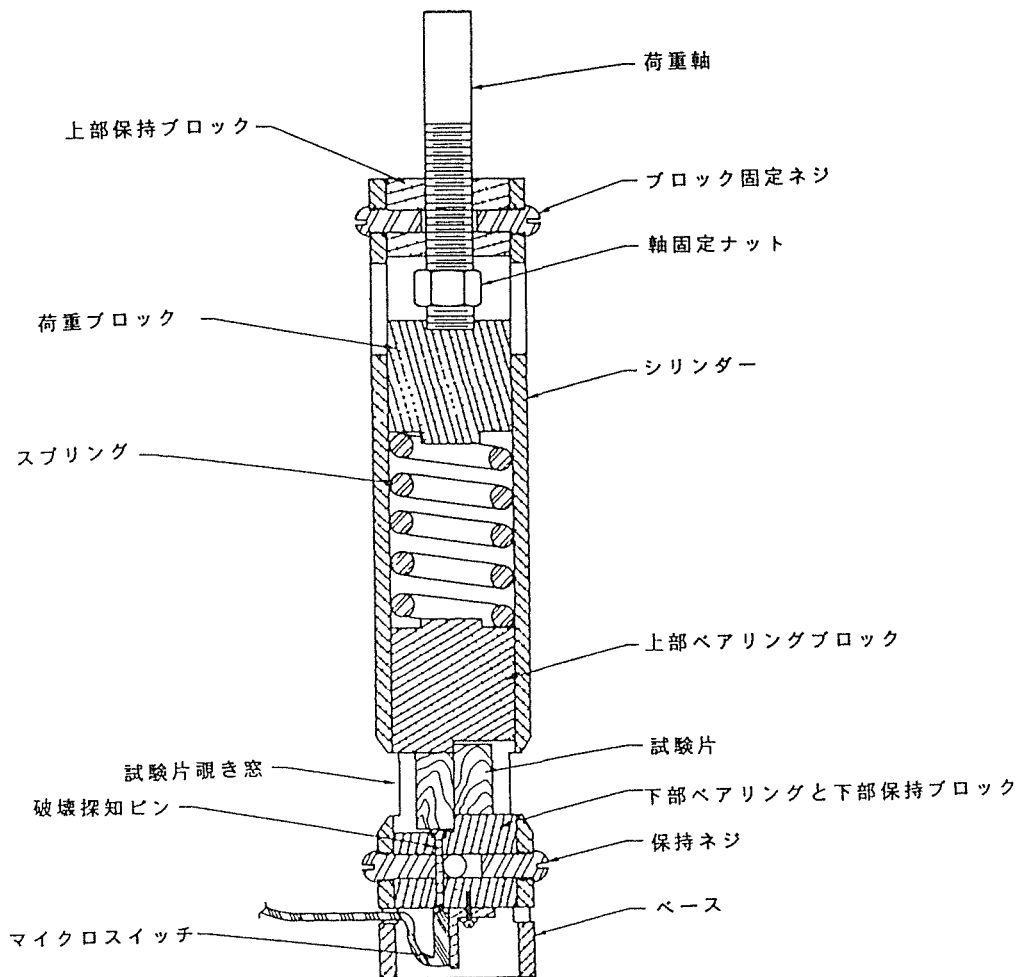


図4-2 スプリング式クリープ試験ジグ(ASTM D4680)

ん断試験の結果を参考のために付した。

RFについてみると(表4-1)、応力レベル95、90%にクリープ破壊した試験片が認められるが、これらは付表を見ても解るようにベース強度のバラツキによるものである。したがってこれらの試験片はすべてかなり高い木破率を示している。応力レベル80、70%では720時間の負荷ではクリープ破壊する試験片はなく、RFが優れた耐クリープ性を持つことを示している。

APIについてみると(表4-2)、まず架橋剤添加5部のものでは応力レベル50%では10片のうちクリープ破壊した試験片は3片のみしか認められないが、これらの試験片の木破はゼロであり、明らかに接着層でクリープ破壊したものと考えられる。さらに、RFでは全く破壊の認められなかった70%、80%レベルの応力では大半の試験片がクリープ破壊をしょうじており、耐クリープ性に欠けることを示している。架橋剤添加3部のものでは(表4-2)、この傾向はさらに明確になり、応力レベル50%でも1片を除き破壊しており、破壊時間も最長のもので約80時間である。

熱可塑性樹脂であるPVAcでは（表4-2）、30%とというさらに低レベルの応力レベルでも全試片がクリープ破壊生じており、耐クリープ性が劣悪なことを示している。

図4-3～6にこれらの状況を図示した。すなわち、きわめて耐クリープ性に優れたRFでも応力レベル90%以上では、ベース強度のバラツキにより負荷後すぐに破壊するものが生じ、適当な応力レベルとしては少なくとも80%以下をとるべきことを示している（図4-3）。このような観点から架橋剤添加5及び3部のAPI、PVAcをみるとそれぞれのクリープに対する抵抗性が現われており、720時間以内にすべての試験片がクリープ破壊する応力レベルは、耐クリープ性のないPVAcでは30%、APIでは架橋剤添加3部のものが70%、架橋剤添加5部では80%と比較的明確に差が生じている。

このことは、720時間（30日）といったかなり短期間の荷重期間でも負荷応力を適当に選ぶことによって耐クリープ特性の差別化が可能であることを示唆している。また、今回の実験では環境条件として20°C/65%RHの標準条件のみしか行うにいたらなかったが、さらに過酷な温湿度条件を設定すれば、これらの挙動は顕在化してくることから簡便な簡便な実験法として十分検討に値するものと考えられる。

表4-1. 720時間クリープ試験結果(RF)

No.	応力レベル95%		応力レベル90%		応力レベル80%		応力レベル70%	
	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率
1	5.8	90	0	80	破壊せず		破壊せず	
2	595.3	70	破壊せず		破壊せず		破壊せず	
3	破壊せず		破壊せず		破壊せず		破壊せず	
4	0.2	30	破壊せず		破壊せず		破壊せず	
5	破壊せず	0	2.0	70	破壊せず		破壊せず	
6	破壊せず		30.1	80	破壊せず		破壊せず	
7	破壊せず		破壊せず		破壊せず		破壊せず	
8	373.3	80	破壊せず		破壊せず		破壊せず	
9	29.2	30	破壊せず		破壊せず		破壊せず	
10	破壊せず		破壊せず		破壊せず		破壊せず	

表4-2. 720時間クリープ試験結果(API/5部)

No.	応力レベル90%		応力レベル80%		応力レベル70%		応力レベル50%	
	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率
1	14.5	20	0.1	30	10.5	0	97	0
2	57.2	30	49	0	77.6	0	破壊せず	
3	27.7	50	43.8	30	5.8	10	破壊せず	
4	0.3	50	339.1	10	44.4	10	8.9	0
5	7.8	30	8	10	198	0	7.8	0
6	破壊せず		42.2	0	破壊せず		破壊せず	
7	81.3	50	破壊せず		破壊せず		破壊せず	
8	618.5	10	18.4	0	56.3	0	破壊せず	
9	0.5	10	341.1	0	14.1	10	破壊せず	
10	破壊せず		1.1	30	3.2	0	破壊せず	

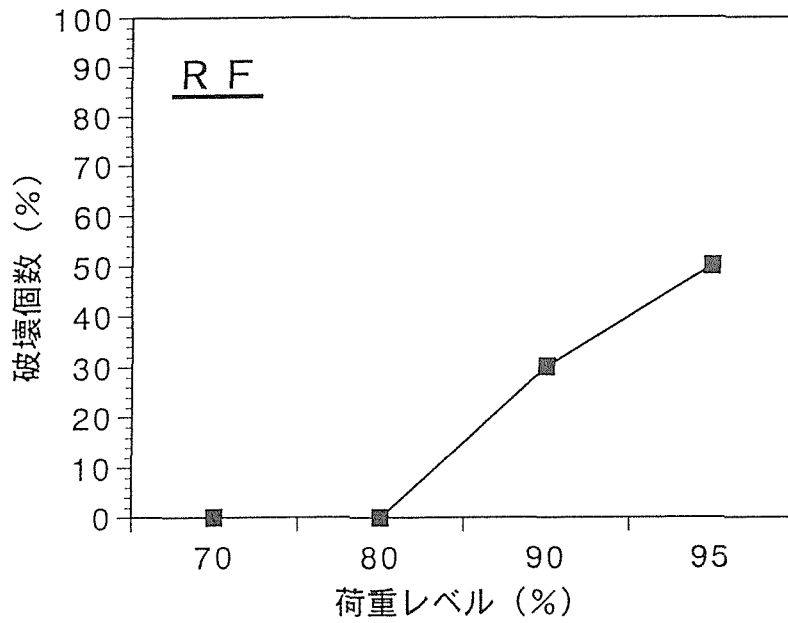
表4-3. 720時間クリープ試験結果(API/3部)

No.	応力レベル90%		応力レベル80%		応力レベル70%		応力レベル50%	
	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率
1	0.7	0	0	10	3.1	0	8.0	10
2	0	10	0	10	3	10	5.8	0
3	0	0	0	0	6.9	0	1.1	10
4	0	30	0	0	0	0	3.2	0
5	0	10	0	10	2.8	0	13.0	20
6	0	30	0	0	1.8	30	破壊せず	
7	0	10	59.1	0	0.8	10	2.9	10
8	0.1	40	0.2	30	0.4	50	0.0	30
9	0	20	3.8	40	3.5	0	1.6	30
10	0.3	10	4.1	0	7.4	0	79.8	0

表4-4. 720時間クリープ試験結果(PVAc)

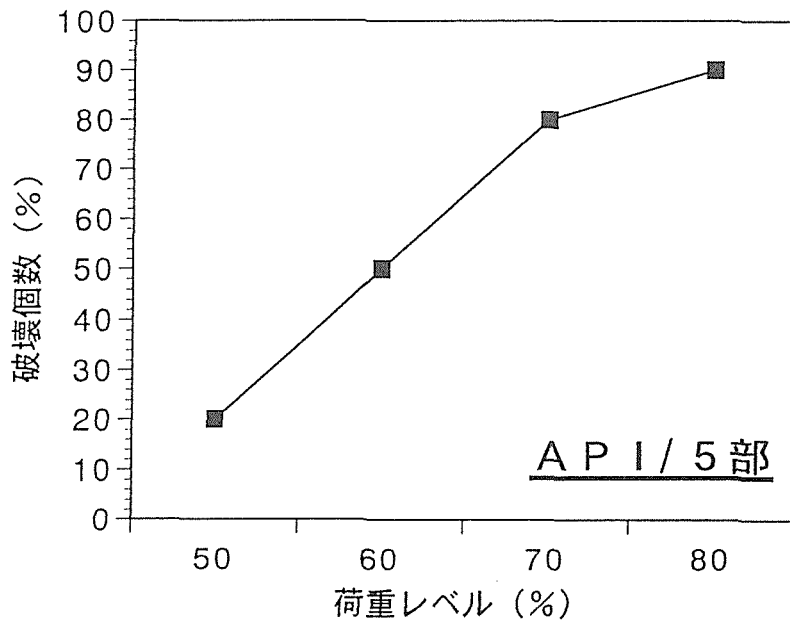
No.	応力レベル70%		応力レベル50%		応力レベル30%		応力レベル10%	
	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率	破壊時間	木破率
1	0.7	0	2.1	0	156.5	0	181.7	0
2	0.6	0	0.3	0	105.5	0	破壊せず	
3	0.8	0	1.5	0	8.2	0	破壊せず	
4	0.2	0	2.5	20	44.5	0	破壊せず	
5	0.2	0	1.2	0	4.3	0	破壊せず	
6	0.3	10	2	10	8.7	5	破壊せず	
7	0.5	5	1.3	10	14.8	0	破壊せず	
8	0.5	5	1.7	10	38.4	0	破壊せず	
9	0.2	0	1.4	0	5.3	0	破壊せず	
10	0.3	5	1.4	0	200.3	0	394.8	0

* すべての表の単位は破壊時間: 時間、木破率: %。



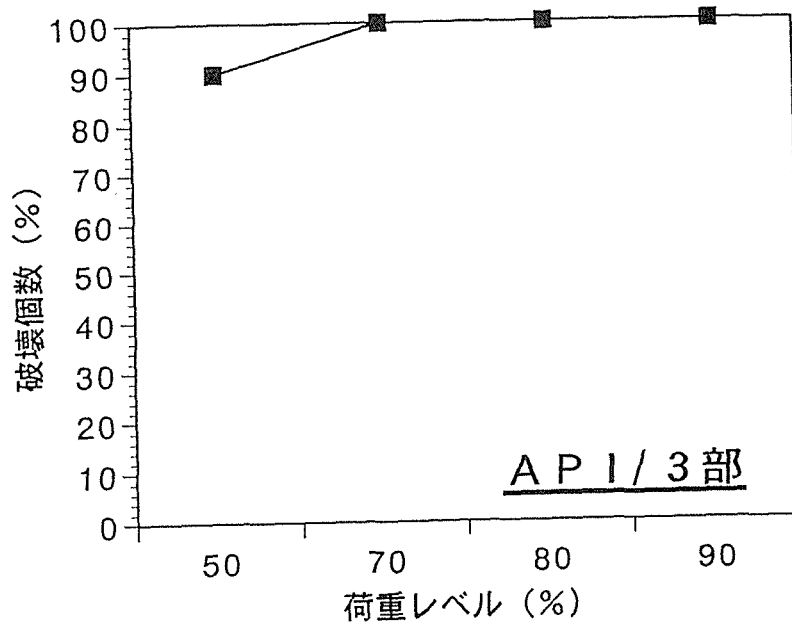
* 荷重レベル：平均破壊荷重に対する比

図4-3 720時間クリープ試験における破壊試験片数 (RF)



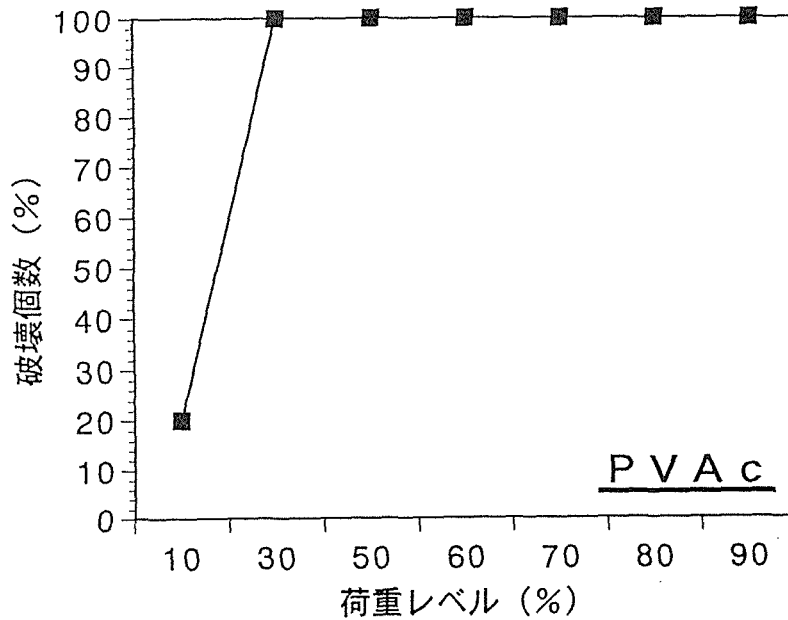
* 荷重レベル：平均破壊荷重に対する比

図4-4 720時間クリープ試験における破壊試験片数 (API/5部)



* 荷重レベル：平均破壊荷重に対する比

図4-5 720時間クリープ試験における破壊試験片数 (API/3部)



* 荷重レベル：平均破壊荷重に対する比

図4-6 720時間クリープ試験における破壊試験片数 (PVAc)

付表4-1. 常態ブロックせん断試験結果

No.	R F			API/5部			API/3部			PVAc		
	比重	接着強さ kgf/cm2	木破率 %	比重	接着強さ kgf/cm2	木破率 %	比重	接着強さ kgf/cm2	木破率 %	比重	接着強さ kgf/cm2	木破率 %
1	0.71	198.4	100	*0.71	*54.7	*40	0.76	220.8	50	0.76	227.2	90
2	0.67	169.6	100	0.74	133.3	100	0.77	156.8	70	0.76	185.6	10
3	0.82	240	50	0.85	226.7	100	0.77	233.6	50	0.72	190.4	100
4	0.79	217.6	100	0.83	214.7	100	0.79	169.6	0	0.81	172.8	20
5	0.78	204.8	50	0.69	149.3	100	0.76	124.8	51	0.72	214.4	100
6	0.67	198.8	20	0.71	154.7	100	0.76	209.6	10	0.71	228.8	50
7	0.75	222.4	90	0.78	122.7	70	*0.79	*121.6	*30	*0.77	*121.6	*40
8	0.73	224	40	0.78	210.7	100	*0.77	*83.2	*10	0.77	244.5	10
9	0.73	136	90	*0.86	*41.3	*0	0.74	153.6	20	0.73	201.6	40
10	0.75	176	50	*0.84	*25.3	*10	0.75	116.8	10	*0.79	*99.2	*10
11	0.8	195.2	20	0.69	188.0	100	0.77	172.8	50	*0.79	*64.0	*10
12	0.8	219.2	80	0.70	189.3	100	0.74	169.6	50	0.68	198.7	70
13	0.73	206.4	10	0.75	174.7	20	0.83	172.8	50	0.73	188.6	50
14	0.73	193.6	100	*0.74	*30	*10	*0.85	*102.4	*0	0.77	217.6	50
15	0.77	216	100	0.76	221.3	100	0.80	184.0	20	0.74	177.6	100
16	0.77	200	100	0.77	200.0	100	0.78	233.6	70	0.78	190.4	100
17	0.83	264	80	0.72	162.7	70	*0.76	*102.4	*30	0.76	233.6	0
18	0.83	246.4	10	0.72	213.3	80	0.69	225.6	80	0.75	203.2	40
19	0.8	211.2	90	0.80	218.7	60	0.70	198.4	80	0.80	201.6	0
20	0.77	208	0	0.72	136.0	50	0.75	230.4	80	0.75	201.6	100
21										0.78	185.6	0
22										0.67	124.8	50
23										0.72	222.4	95
24										0.80	228.8	0
25										0.69	192.0	100
26										0.67	219.2	90
27										0.80	230.4	30
28										*0.76	*164.8	*30
29										0.66	225.6	100
30										0.76	169.9	30
平均	0.76	207.4	64	0.76	153.4	71	0.77	169.1	41	0.75	190.9	51
標準偏差	0.046	27.1	36	0.05	65.5	35	0.036	47.07128	27	0.03	44.1	37
平均*				0.75	182.3	84	0.76	185.8	46	0.75	204.6	55
標準偏差				0.047	33.9	23	0.033	36.5	26	0.032	19.7	37

* 接着不良と見られる試験片を除いて平均した値

5 接着剤の物性試験および熱分析試験

5.1 接着剤硬化フィルムの動的粘弾性

(1) 供試接着剤

エポキシ樹脂	E 2 5 0 (主剤：硬化剤=1：1)
アクリル系樹脂	ネダボンドチューブ
水性高分子・イソシアネート接着剤 (A P I)	K R 7 8 0 0 (主剤：硬化剤=100：15)
ポリ酢酸ビニルエマルジョン接着剤 (P V A c)	C H 1 8

(2) 動的粘弾性の測定

各接着剤をテフロン製の型に流し込み、乾燥後の厚さが約0.3mmになるようにキャストイングし、接着剤フィルムを作成した。

常温(約20℃)で1日間放置後、フィルムをテフロン板からはずし、約5×6mmにカットし、常温で減圧乾燥を3日間行い、水分を除去した。

この接着剤試料を動的粘弾性測定機(東洋精機製作所製レオログラフソリッド)を用いて、測定周波数10Hz、平均昇温速度2℃/minで、-50~200℃、または測定不能となるまで動的粘弾性測定した。冷却には液体窒素を用い、測定炉内の結露を防止するため窒素ガスを流入した。

(3) 測定結果

図5-1にエポキシ樹脂E250、図5-2にアクリル系樹脂ネダボンドチューブ、図5-3に水性高分子・イソシアネート接着剤(API)KR7800、図5-4にポリ酢酸ビニルエマルジョン接着剤(PVAc)CH18のそれぞれ動的粘弾性の測定結果を示す。これらの結果よりエポキシ樹脂E250のC''(損失弾性率、一般にはE'')は約62℃、アクリル系樹脂ネダボンドチューブのそれは約33℃、水性高分子・イソシアネート接着剤KR7800では約32℃にブロードなC''のピークがみられ、ポリ酢酸ビニルエマルジョン接着剤CH18では約31℃にC''の大きなピークが現われている。

(4) 硬化温度が動的粘弾性に及ぼす影響

図5-5にエポキシ樹脂を常温で1日硬化したのち静置温度条件が異なったときの動的粘弾性の結果を1例として示す。20℃で1週間静置したときの損失弾性率(E'')のピーク温度は前図5-1の場合よりも約10℃低温側に存在している。また、静置温度が極端に低い-20℃の場合にはピーク温度は46℃に、60℃にしたときは架橋が進行して

73℃に存在している。

すなわち、接着剤の硬化温度は架橋構造をとるような接着剤（ここではPVAcを除いた接着剤）の場合にはその物性に大きく影響するので、接着剤硬化温度条件に留意する必要がある。

（5）室温水浸せき処理したあとの接着剤の動的粘弾性

水溶性ポリマーや吸湿性のポリマーが接着剤に含まれている場合は、水分の影響を受けやすく、それによって可塑化されてガラス転移温度（ T_g 、損失弾性率と近い温度）が低温側に移行することはAPIレジンでも云われていることである。図5-6にはエポキシ樹脂を室温水に浸せき処理した後、硬化フィルムの表面の水分を軽く取りのぞいたあとのフィルムの動的粘弾性測定した結果を示す。

これによると水分が含まれていないコントロールの損失弾性率のピーク温度（51℃）と比較して、1日室温水浸せき後には38℃、1週間後には19℃まで低下していることがわかる。と同時に貯蔵弾性率（一般的には硬さを表す）も低温の0℃付近から50℃前後の温度領域まで全般に大きく低下し、接着剤が少し軟化していることを表している。

これらの粘弾的特性は接着剤の耐水性とも関係してくるものと思われるので、接着剤硬化フィルムの水浸せき処理前後の動的粘弾性測定が可能な場合には、接着剤の粘弾性測定を物性試験に加えることを推奨したい。

E 250

[RHEOLOGRAPH SOLID]

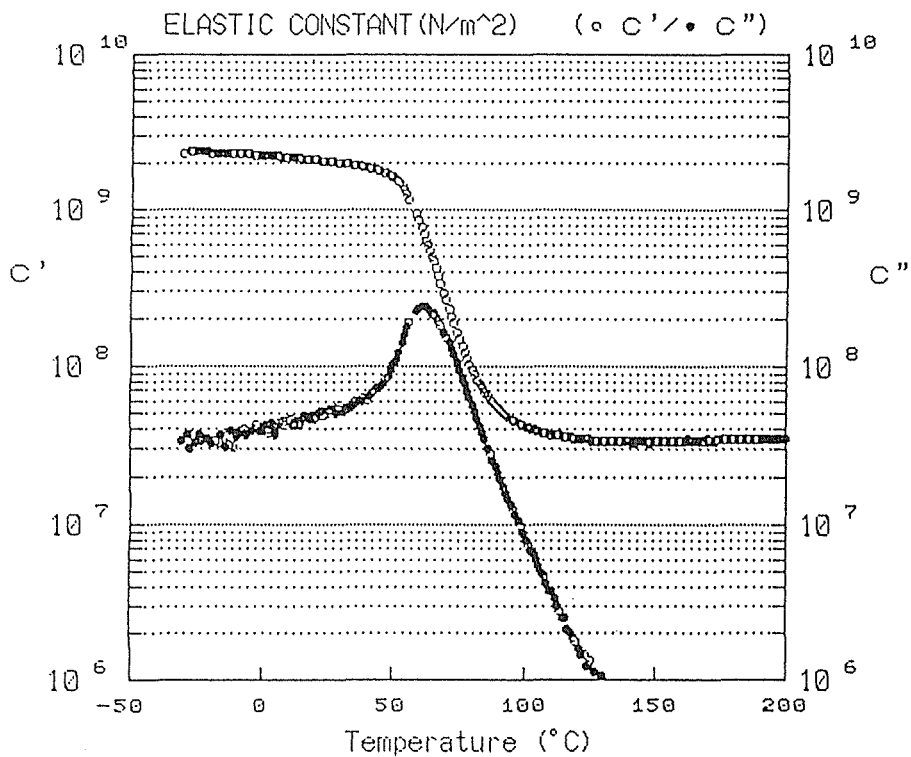


図 5-1 接着剤の動的粘弾性 (エポキシ樹脂 E 250)
C' : 貯蔵弾性率、C'' : 損失弾性率

ネダボント

[RHEOLOGRAPH SOLID]

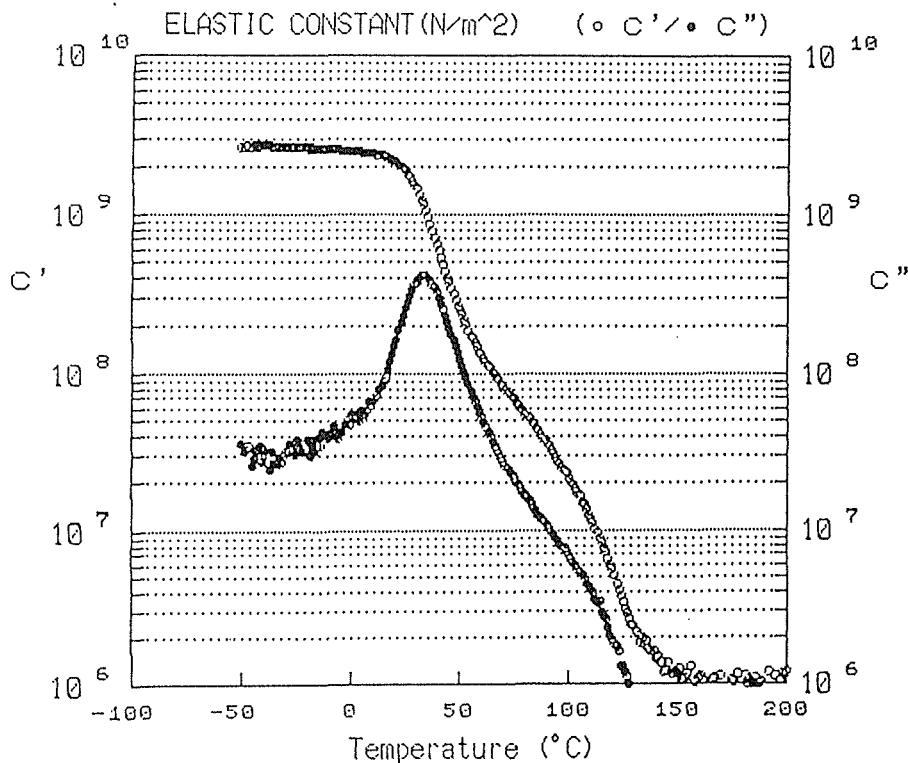


図 5-2 接着剤の動的粘弾性 (アクリル系樹脂ネダボンドチューブ)

KR 7800

RHEOLOGRAPH SOLID 1

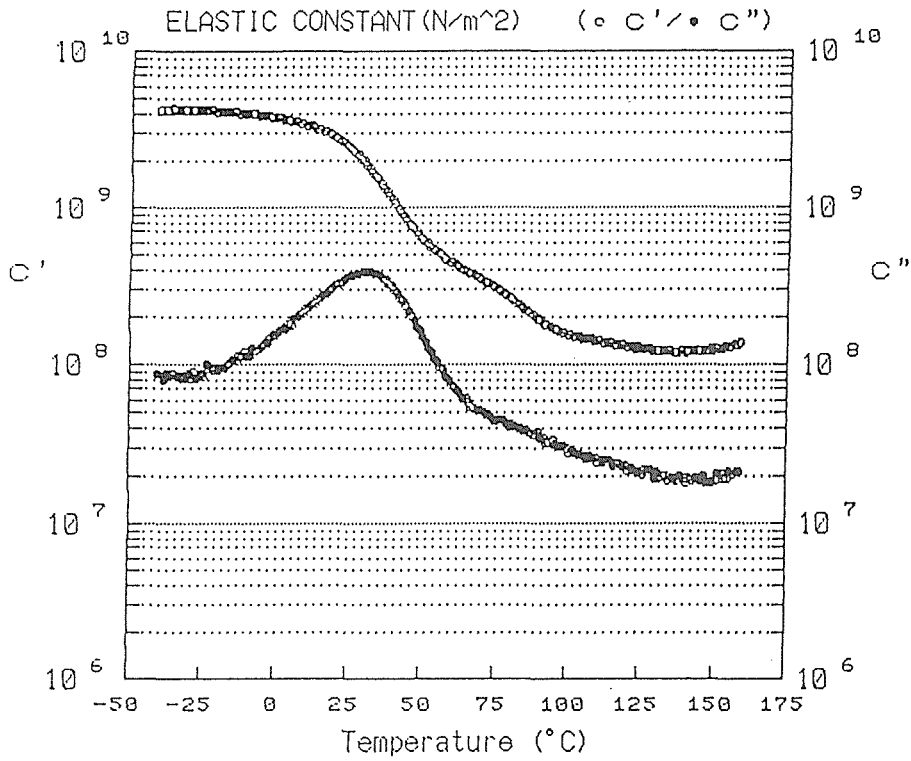


図 5-3 接着剤の動的粘弾性 (水性高分子・イソシアネート系接着剤KR 7800)

CH-18

RHEOLOGRAPH SOLID 1

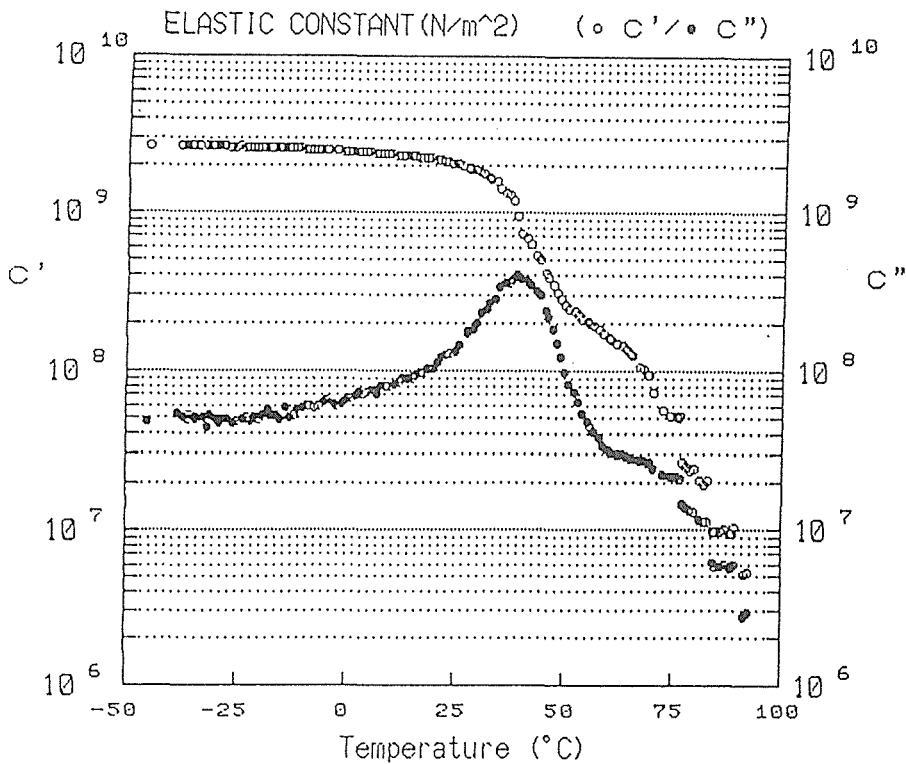


図 5-4 接着剤の動的粘弾性 (ポリ酢酸ビニルエマルジョン接着剤CH 18)

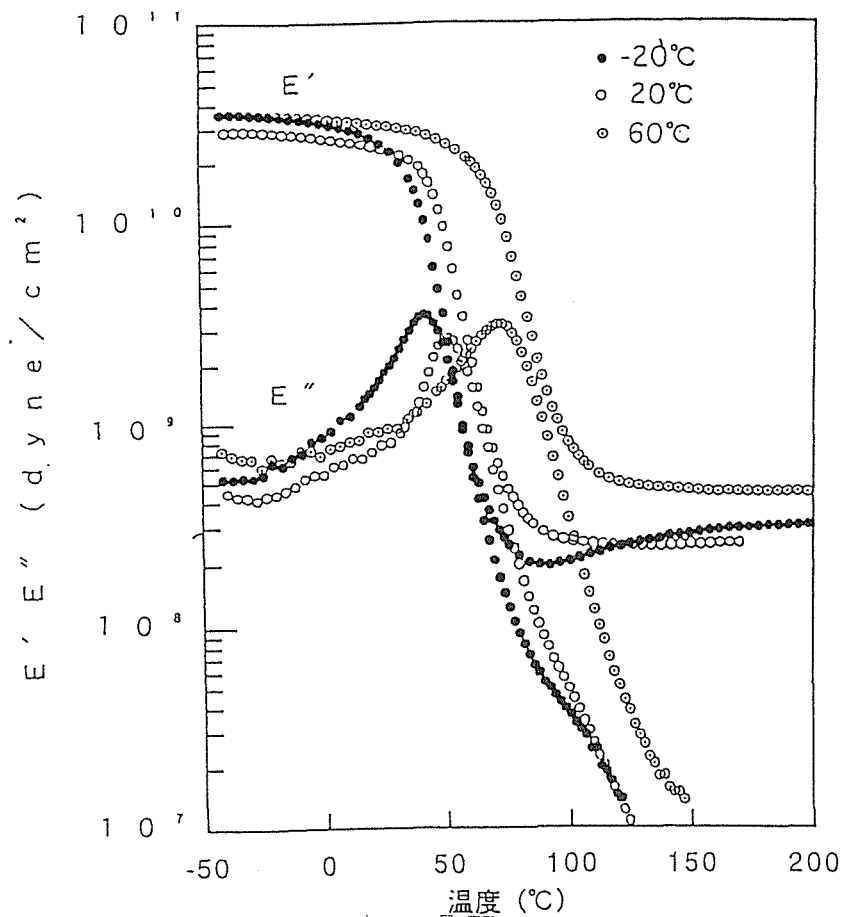


図 5-5 エポキシ樹脂 1 日硬化 (20°C) 後、1 週間静置した場合の動的粘弾性

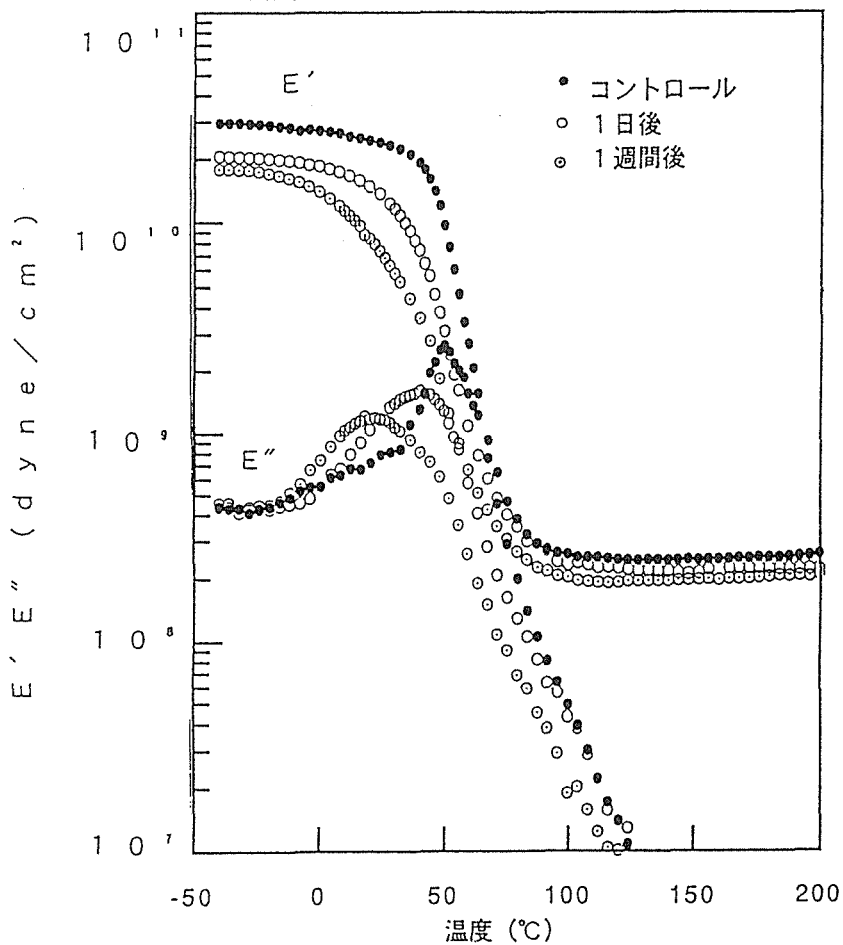


図 5-6 室温水浸せき処理後のエポキシ樹脂の動的粘弾性

5. 2 熱硬化性接着剤の硬化過程の熱分析

接着剤のなかで硬化した場合フィルムになりにくい接着剤、たとえばユリア樹脂、フェノール樹脂などのいわゆる熱硬化性ホルムアルデヒド系接着剤は前節に述べたような硬化フィルムを用いた接着剤の動的粘弾性の測定は困難であるので、ここでは接着剤の硬化過程の熱分析測定を行なった。

なお、これらの接着剤の熱分析については日本木材学会でも最近報告が少しみられる程度であり、接着剤の硬化挙動の解析とともに今後究明が進むものと期待される。しかしあとで言及するように熱硬化樹脂の硬化挙動には温度と養生時間等が大きく影響するので、接着剤を使用していく場合にはこれらの熱分析を付随的に参考資料として提出したほうがよい。

(1) 供試接着剤

エポキシ樹脂	E 2 5 0	(主剤：硬化剤 = 1 : 1)
ユリア樹脂	(塩化アンモニウム	1 部)
レゾルシノール樹脂	A 社 R リッチ	(硬化剤 1 5 部)
レゾルシノール樹脂	A 社 R ミドル	(硬化剤 1 5 部)
レゾルシノール樹脂	B 社 純 R F	(パラホルムアルデヒド 1 0 部)
レゾルシノール樹脂	B 社 低 R F	(パラホルムアルデヒド 1 0 部)

(2) 示差走査熱量 (D S C) 測定

各接着剤をそれぞれ調合したあと、約 1 0 m g 程度の試料をアルミパンにとり、レファレンスには同程度量のアルミナを準備し、室温から 2 0 0 ° C 付近まで D S C 測定を行なった。測定にはマックサイエンス熱分析システム 0 0 1 D S C 3 2 0 0 を用い、昇温速度 5 ° C / m i n で行なった。

(3) 接着剤硬化過程の D S C 測定結果

図 5 - 7 にはエポキシ樹脂、図 5 - 8 にはユリア樹脂、図 5 - 9、1 0 にはレゾルシノール樹脂 A 社 R リッチ、R、ミドル、図 5 - 1 1、1 2 には B 社 純 R F、B 社 低 R のそれぞれ D S C 曲線を示す。曲線では上に発熱、下に吸熱ピークを表す。これらのデータからはいわゆる接着剤の硬化過程に起こる発熱反応に伴う D S C 挙動はあまり明確ではない。しかし縮合硬化反応により生ずる水分の脱離、蒸発にともなう大きな吸熱ピークは図中に明白に現われているものもある。

これらのように接着剤の硬化過程における D S C 測定では接着剤の熱分析結果には明瞭なる分析データは得られにくい。この試験では接着剤の硬化後の熱分析試験については現段階では明確でないが、これについてはさらに検討する必要がある。

しかし、示査熱天秤 T G - D T A や熱機械分析 T M A などを利用して測定すれば、接着剤の熱分析は接着剤の性能評価の一つの指針となろう。

(4) 熱機械分析 (T M A) 測定

そこで接着剤の熱分析をするため、静岡大学現有装置であるスプリングを用いた熱機械分析 (T M A スプリング法) の測定結果について述べる。T M A スプリング法とは図 5 - 1 3 に示したようなステンレス製の円筒スプリング内に 1 0 ~ 2 0 m g 程度のレゾルシノール樹脂接着剤 (R F、大日本インキ、J - 6 0 0 0、パラホルムアルデヒド 1 0 部) を入れて熱分析する方法で、マックサイエンス社製 T M A - 4 0 0 を用いて温度依存性を測定した。

(5) 熱機械分析 (T M A) による接着剤硬化挙動の検討

測定結果を図 5 - 1 4 に表す。R F 樹脂の糊液自体は昇温とともに 6 0 ℃ を越えたあたりから急激に弾性率の増加傾向を示す。2 0 ℃ 1 日放置から 1 8 0 日放置までをみると、3 0 日程度ではまだ弾性率の増加挙動が 6 0 ~ 8 0 ℃ 付近にみられるので、樹脂が完全に硬化するにはこの日数以上の放置時間が必要と思われる。

一方、硬化温度が 2 0 ℃ 以外に、冬場を想定した 5 ℃ と夏場の 3 5 ℃ の温度条件で 1 週間硬化したときの R F 樹脂の熱分析を図 5 - 1 5 に示した。温度条件が 3 5 ℃ になってもまだわずかに昇温とともに弾性率の増加がみられる。すなわち夏場を想定した 3 5 ℃ 程度の温度でも樹脂が完全硬化するのに 1 週間以上かかると推察される。

図 5 - 1 6 は 2 0 ℃ の温度条件下で R F 樹脂を用いて接着したマカバ材のラップジョイント試験結果である。1 週間 (7 日間) ではコントロール (C、常態) に比較して煮沸処理後の乾燥状態 (B d) の接着強度が逆に大きくなっている。促進劣化処理の減圧加圧試験後 (V) は常態の結果とあまり変化がみられない。また 3 0 日、9 0 日後では煮沸処理による接着強度の上昇は明らかでない。

これらの結果、R F 樹脂の接着試験の養生日数 (2 0 ℃ ~ 3 5 ℃) としては 1 週間程度では十分でなく、促進劣化試験処理とくに煮沸処理による接着剤の後硬化の影響が接着性能に影響するのは明らかである。

このように、熱硬化樹脂では硬化温度や硬化養生日数が接着性能に影響するので、樹脂の硬化挙動なども性能評価に付随して提出することを推奨する。

試料名 E250 2カイク *E250* サンプルリンク: 1.0 sec
 コメント 100:100 試料重量 10.550 mg
 測定日時 96-04-25 10:02 昇温速度 5.0 deg/min
 測定者 Y.SATOH 熱電対 PL
 ファイル名 SATOH11.RAW

DSC3200

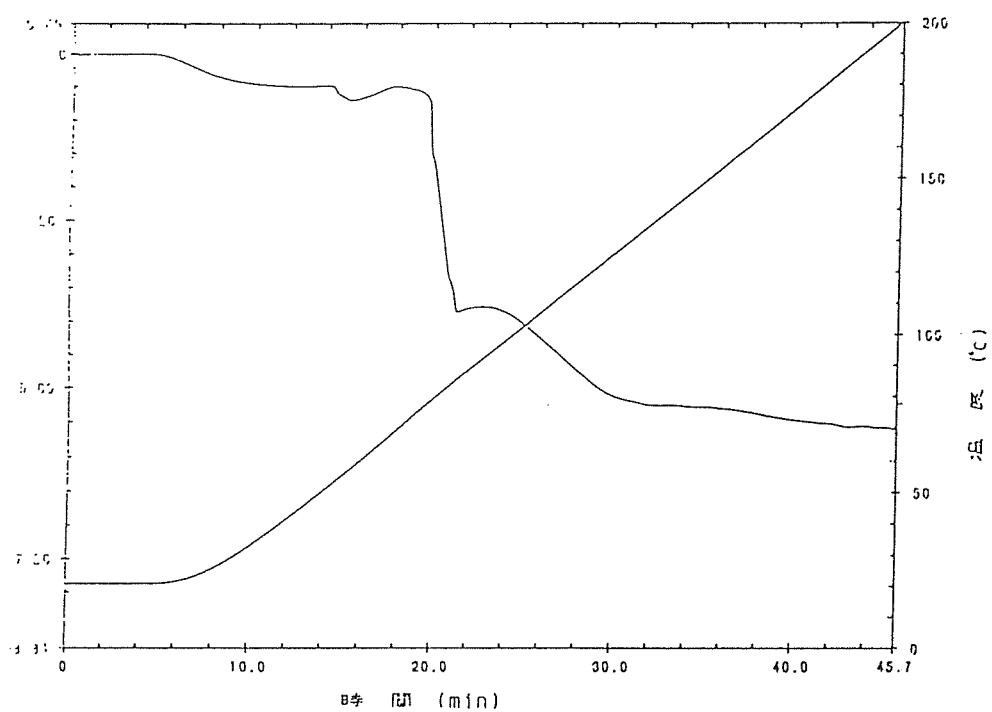


図 5-7 接着剤の硬化過程のDSC曲線 (エポキシ樹脂E250)

UF 塩化アンモニウム | 部

試料名 : UF(2) サンプルリンク: 1.0 sec
 コメント イカ77E 1phr. 試料重量 : 9.870 mg
 測定日時 96-05-01 13:46 昇温速度 : 5.0 deg/min
 測定者 Y.SATOH 熱電対 : PL
 ファイル名 SATOH19.RAW

UF

DSC3200

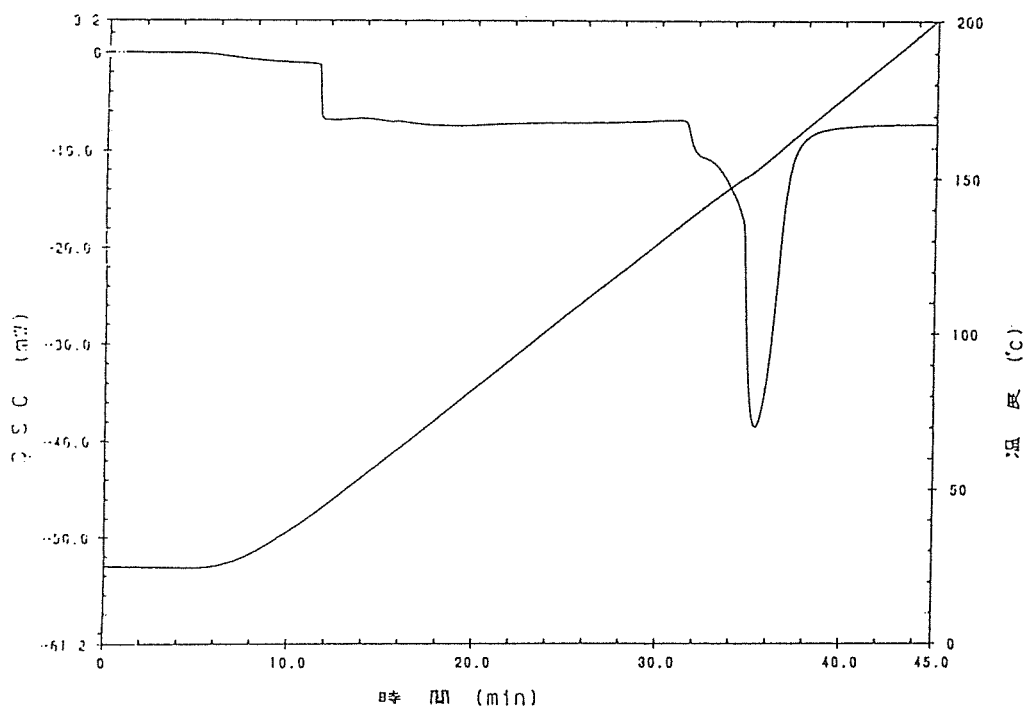


図 5-8 接着剤の硬化過程のDSC曲線 (ユリア樹脂)

A社 Rリッチ 硬化剤 15部

試料名 : A社・Rリッチ
 コメント : 15phr
 測定日時 : 96-04-18 10:43
 測定者 : Y. SATOH
 ファイル名 : SATOH6.RAW

サンプルリンク : 1.0 sec
 試料重量 : 10.080 mg
 昇温速度 : 5.0 deg/min
 熱電対 : PL

RF

DSC3200

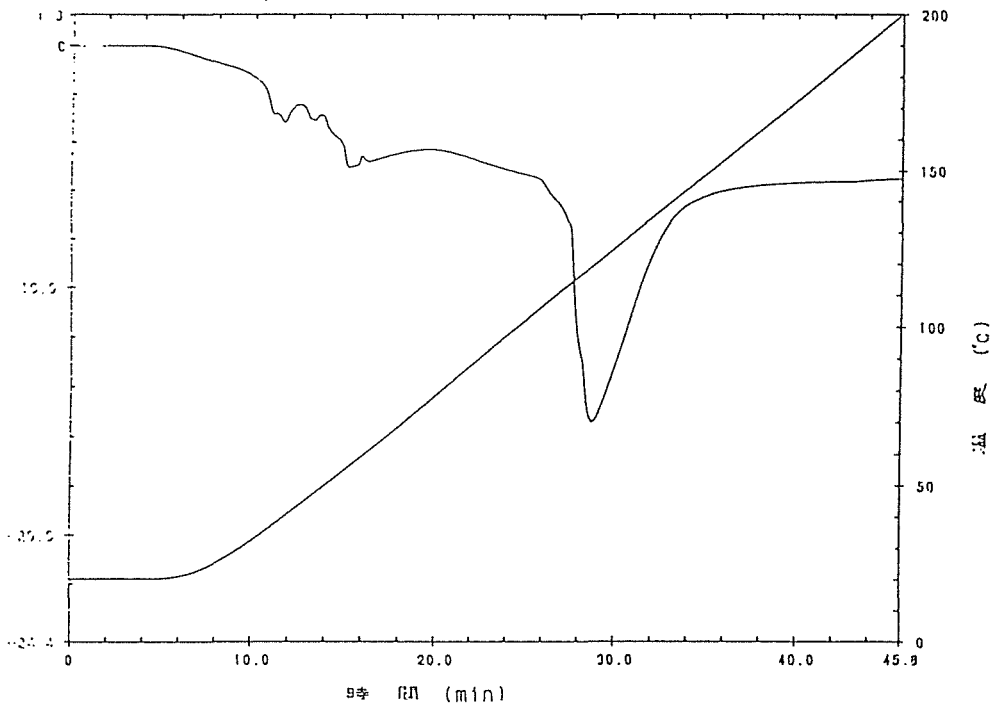


図 5-9 接着剤の硬化過程のDSC曲線 (レゾルシノール樹脂A社Rリッチ)

試料名 : A社・Rミドル
 コメント : 15phr
 測定日時 : 96-04-19 13:55
 測定者 : Y. SATOH
 ファイル名 : SATOH7.RAW

サンプルリンク : 1.0 sec
 試料重量 : 9.950 mg
 昇温速度 : 5.0 deg/min
 熱電対 : PL

RF

DSC3200

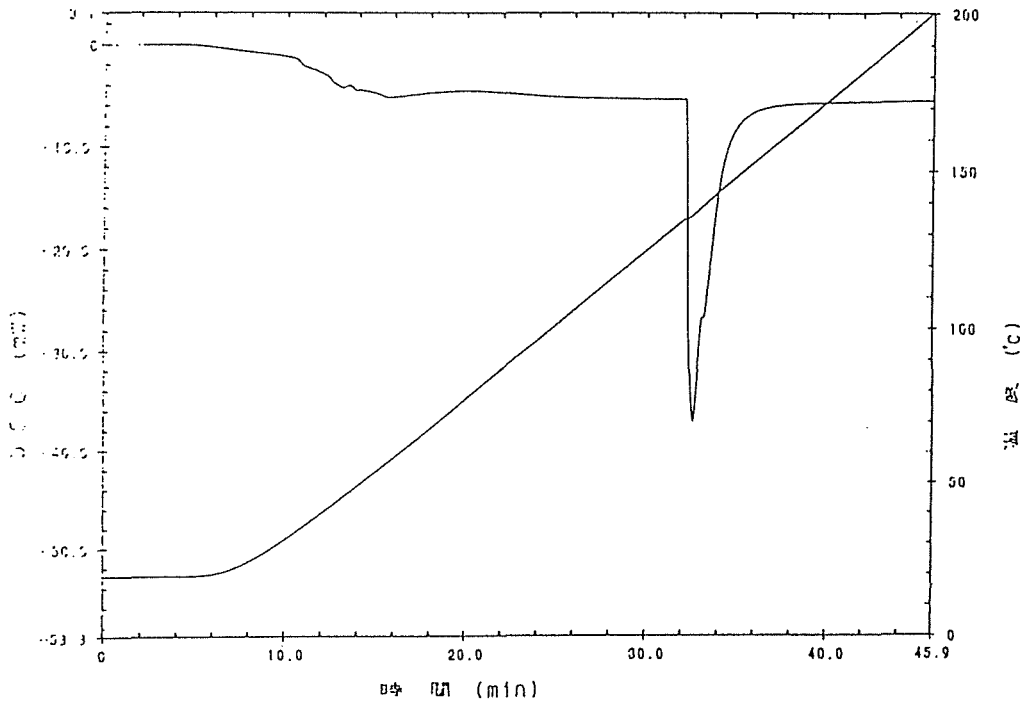


図 5-10 接着剤の硬化過程のDSC曲線 (レゾルシノール樹脂A社Rミドル)

純RF パラホルムアルデヒド 10部

試料名 シュンRF
コメント A'ウキム 10phr.
測定日時 96-04-25 15:58
測定者 Y.SATOH
ファイル名 SATOH13.RAW

RF

リソフ・リンク: 1.0 sec
試料重量 : 9.560 mg
昇温速度 : 5.0 deg/min
熱電対 : PL

DSC3200

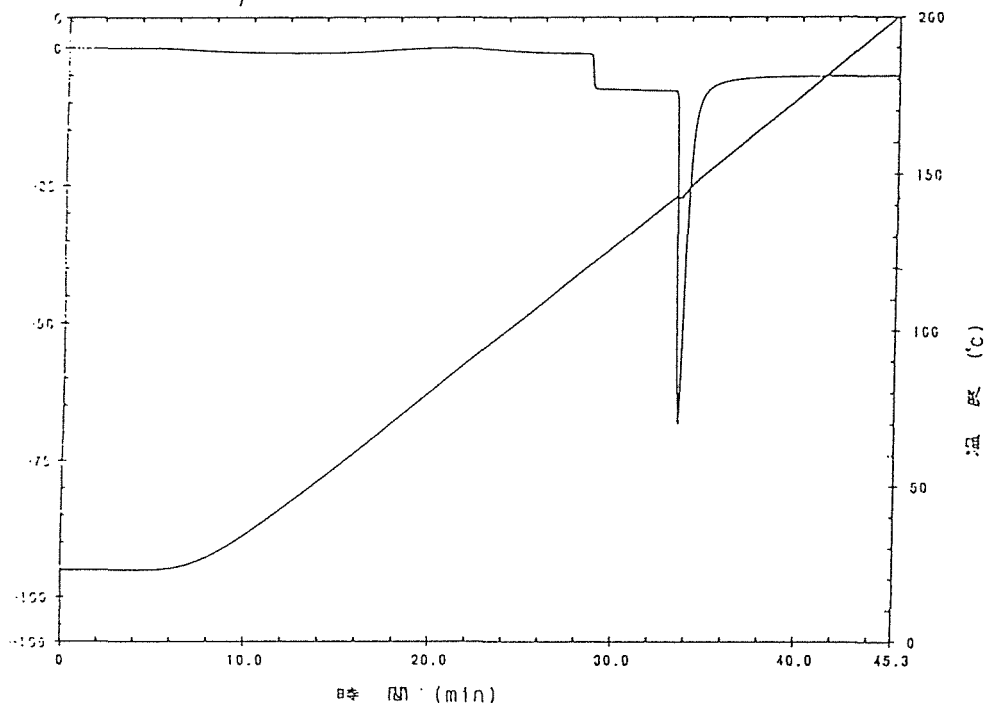


図 5-11 接着剤の硬化過程のDSC曲線 (レゾルシノール樹脂B社純RF)

低RF パラホルムアルデヒド 10部

試料名 : チイレツ
コメント A'ウキム 10phr.
測定日時 96-04-26 10:11
測定者 Y.SATOH
ファイル名 SATOH14.RAW

RF

リソフ・リンク: 1.0 sec
試料重量 : 10.680 mg
昇温速度 : 5.0 deg/min
熱電対 : PL

DSC3200

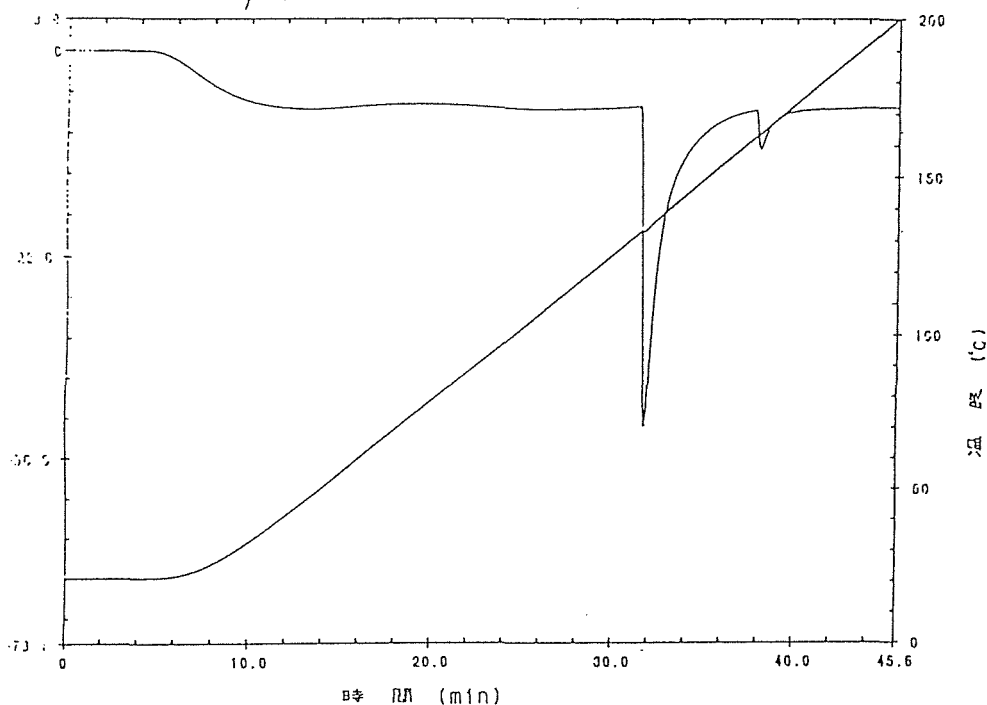


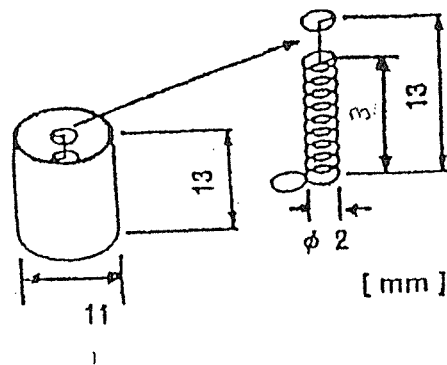
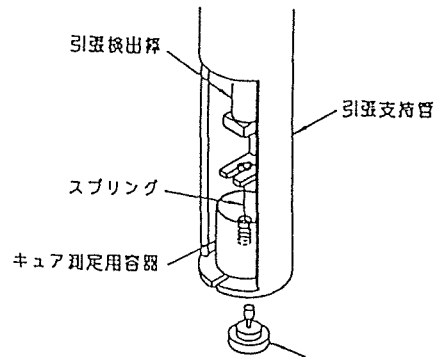
図 5-12 接着剤の硬化過程のDSC曲線 (レゾルシノール樹脂B社低RF)

TMAスプリング法の測定原理

検出棒の移動振幅は試料とスプリング間の摩擦抵抗に依存

即ち 摩擦抵抗 大→振幅 小

反応熱の検出ではなく、粘性変化を検出



TMA測定用スプリング

図 5-13 熱機械分析 (TMA) スプリング法

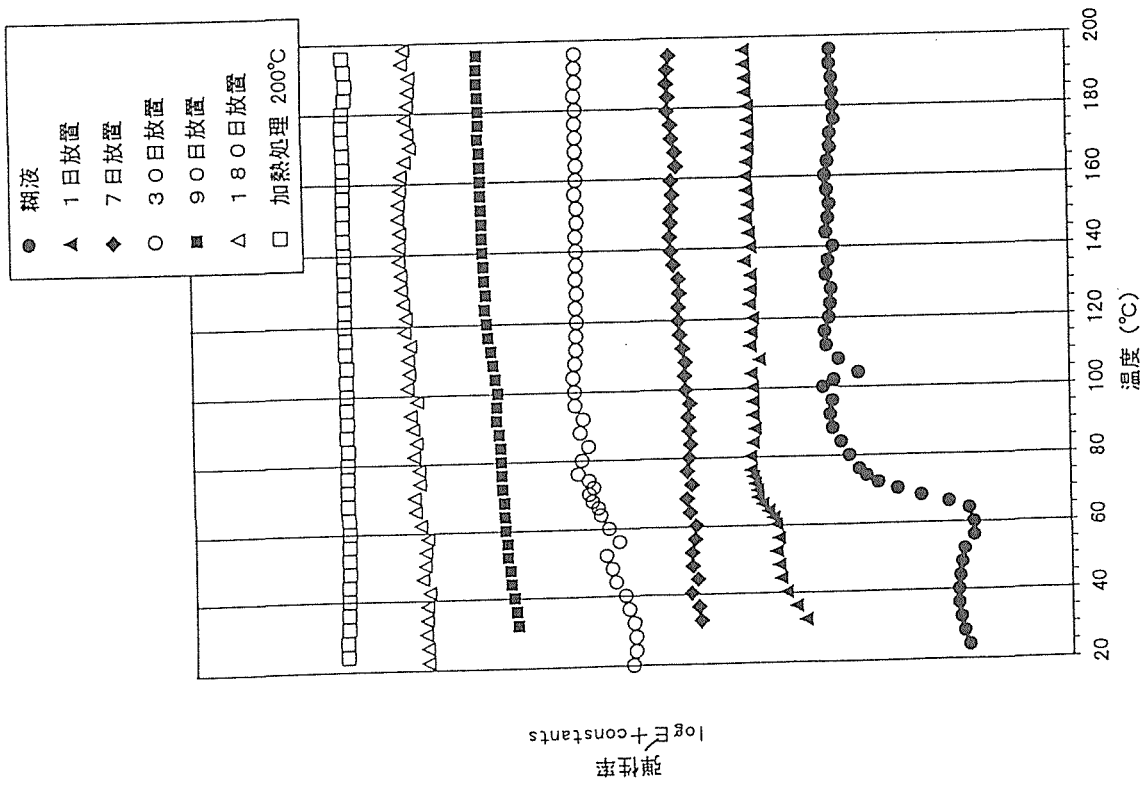


図 5-1-4 20°C放置日数を変えたR F樹脂の
TMAスプリング法による熱分析曲線

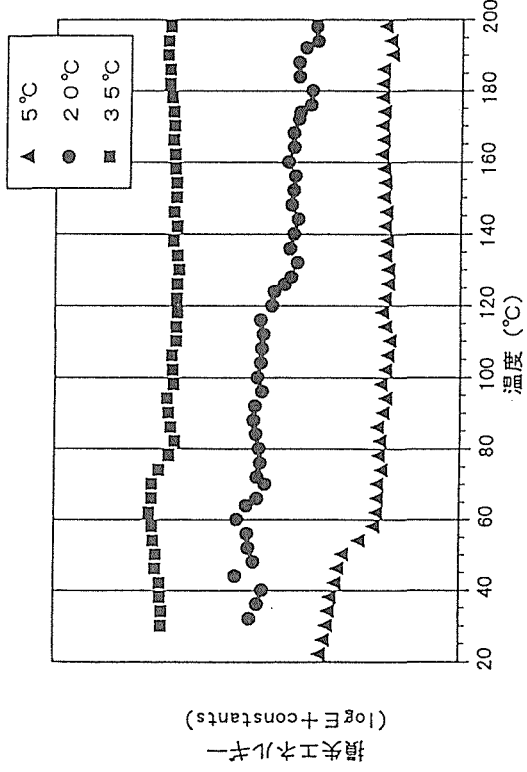
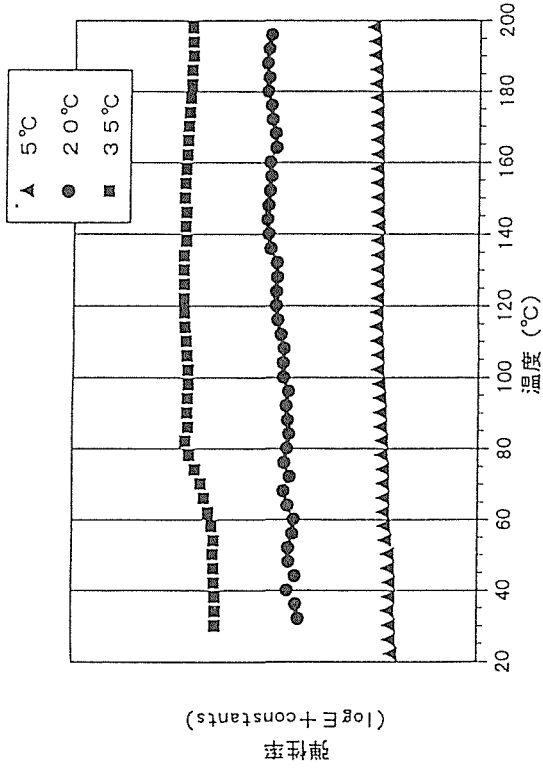


図 5-1-5 硬化温度条件を変えたR F樹脂のTMA
スプリング法による熱分析曲線
(上：弾性率、下：損失エネルギー)

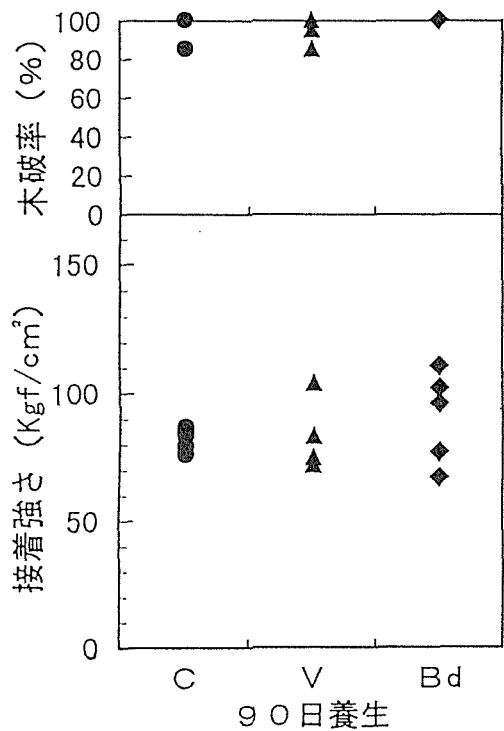
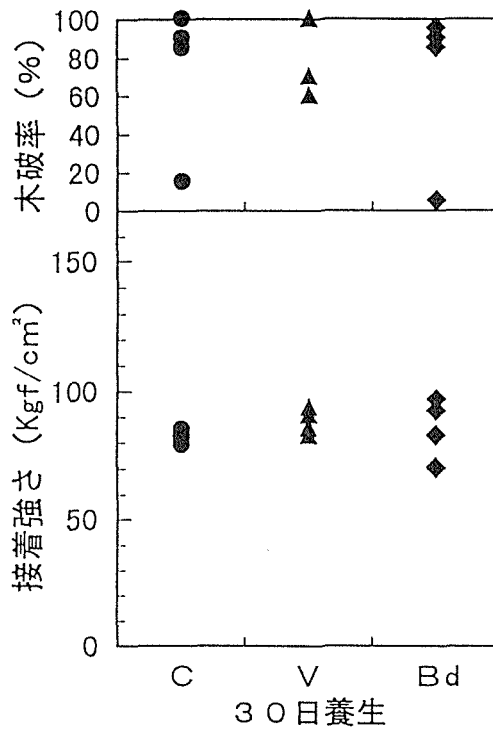
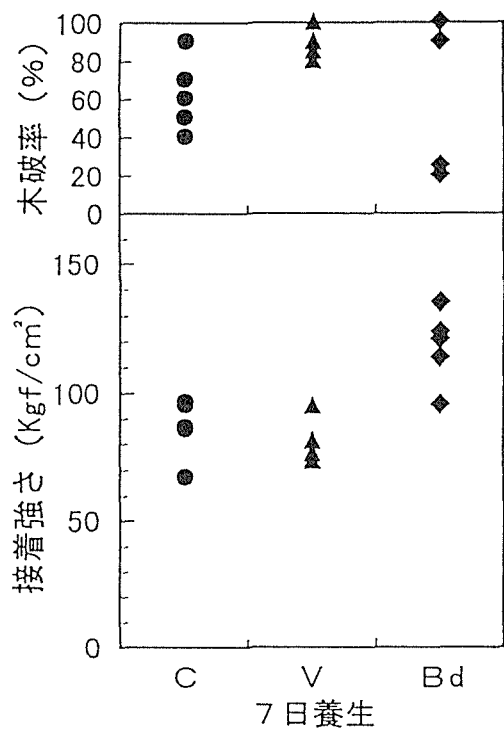


図 5-16 20℃養生日数とRF樹脂で接着したマカバ材の各接着強さとの関係

5. 3 物性試験（動的粘弾性、熱的性質）の規格試験としての可能性

これまで述べてきたように、接着剤の動的粘弾性が接着性能に関係があること、また接着剤の硬化温度条件、養生日数が接着性能に影響することが明らかである。

そこで、性能評価と試験法には接着剤がフィルムになるような場合にはそれを用いて動的粘弾性の測定を行なってとくにガラス転移温度を明確にすること、また、室温水に浸せき前後の測定が可能であれば、それによるガラス転移温度の変化、一方、硬化したときにフィルムになりにくい熱硬化性接着剤の場合にはなんらかの熱分析測定をして、硬化に必要な温度、時間が明らかであるような硬化挙動を示すことを付随的としても推奨したい。

6 RF, PRFの試験法

6.1 接着条件と接着性

95年度の実験結果を受けて、96年度には接着操作条件（圧縮温度）およびはくり試験条件（ラミナを直交させた試験片、積層数、乾燥条件）の検討を行った。以下に、先ず95年度の実験結果の概略をのべ、つぎに96年度の実験結果を述べる。

6.1.1 95年度の実験結果

合成樹脂工業協会から提供された6種類の樹脂（内4種はPRF市販品、2種は純RFおよび低レゾルシノール含量PRFでいずれも特別合成品）について、カバ材および米松材を用いて浸せきはくり試験とブロックせん断試験を行った。

①接着条件

- a. 糊液配合はメーカーの指定どおりとした。
- b. 塗布量は 350g/m^2 とした。
- c. 被着材：カバ（含水率 8.4-10.8%, 比重 0.64-0.72）
米松（含水率 11.2-12.8%, 比重 0.40-0.55）
- d. 試験材構成：はくり試験用 3枚張り合わせ（2接着層）
ブロックせん断試験用 2枚張り合わせ（1接着層）
- e. 圧縮条件および養生条件

	圧縮温度	圧縮圧力	圧縮時間	養生温度	養生時間
カバ	20℃, 40℃	14 kg/cm ²	24h	23℃	2 days, 7 days
米松	20℃, 40℃	10 kg/cm ²	24h	23℃	2 days, 7 days

②はくり試験結果

a. 冷水浸せきはくり：「室温水に浸せきし、水流ポンプで2時間減圧したのち常圧に戻し22時間放置⇒60℃での送風乾燥24時間」を1サイクルとして4サイクルの試験を行った。

カバ材の場合：接着圧縮温度20℃では5種の樹脂ではくりが見られた。ただし、1サイクルではくり率はいずれも5%以下であった。2サイクルではくり率が上昇し、5%を越えるものが出たが、3サイクル、4サイクルでは1例を除いて変化がなかった。養生時間2日と7日での比較では、養生の効果が出たものと出ないものがあり、明確でない。接着圧縮温度40℃ではいずれの樹脂でもはくりは見られなかった。なお、水浸せき後の材の含水率は67-96%であったが、乾燥後含水率は全排気の状態を送風乾燥したにも拘わらず12-16%と高かった（米松では3-6%）。乾燥機の種類や試料の量などによっては繊維飽和点以下に乾燥されない危険性が考えられる。試料の構成や寸法なども含めて試験条件を検討する必要がある。

米松材の場合：全ての樹脂、接着・養生条件ではくりは見られなかった。

b. 煮沸はくり：「沸騰水中 5 時間⇒常温水 1 時間⇒ 60℃での送風乾燥 18 時間」を 1 サイクルとして 2 サイクルの試験を行った。

カバ材の場合：接着圧縮温度 20℃、養生 2 日の場合に 2 つの樹脂で僅かなはくりが見られたが、他の条件でははくりは生じなかった。1 サイクルと 2 サイクルで差は見られなかった。冷水浸せきの場合と比較して、煮沸における熱による樹脂の硬化の進行がうかがえる。

米松材の場合：冷水浸せきの場合と同様はくりは見られなかった。

③ブロックせん断試験結果

a. 常態接着強さ：

カバ材の場合：接着圧縮温度 20℃では全ての樹脂で 150kgf/cm²（平均値）以上のせん断強さを示したが、木破率が 1 つの樹脂の 90 % 台を除いて低い。特別合成品の低 RF では養生 7 日でも木破率はゼロであった。接着圧縮温度 40℃ではこの低 RF を除く 5 つの樹脂で木破率は 70 % を越えた。接着圧縮温度 20℃では 1 つの樹脂を除いて硬化不足と考えられる。

米松材の場合：接着圧縮温度 20℃でも全ての樹脂で 110kgf/cm²（平均値）以上のせん断強さを示し、4 つの樹脂では木破率が 80 % を越えた。

b. 冷水浸せきせん断強さ：

カバ材の場合：全ての接着・養生条件、全ての樹脂で 100kgf/cm²（平均値）以上のせん断強さを示し、木破率も 70 % を越えた。

米松材の場合：カバ材の場合と同様に高い木破率を示した。

意外な結果であったが、このように冷水浸せき処理でのせん断試験では樹脂の硬化不足状態が検知できなかった。

④樹脂の種類による性能の差異

特別合成品の低 RF についてはブロックせん断試験の木破率において他の樹脂に画然と劣るという結果が得られたが、せん断強さやはくり試験の結果では特に劣る数字は得られなかった。また、特別合成品の純 RF が最も優れた成績を示さず、2 社のレゾルシノールリッチとミドルではそれぞれミドルの方が良い値を示す場合もあった。これについては、(a) 接着剤と硬化剤の配合比が適切であったかどうか、(b) 接着剤の組成（分子種分布）の適否、(c) pH その他の条件の違いなどの原因が考えられる。（多くの樹脂で性能向上の余地があるのではないか）

以上が 95 年度の実験結果の概要であるが、「レゾルシノール樹脂と同等以上の接着性能」として比較の基準とされる接着性能を規定し、接着剤の試験法を定めるには接着条件とはくり試験条件についてさらにつめる必要がある。95 年度の試験では接着温度条件を 20℃と 40℃の 2 水準としたが、20℃では全ての樹脂が硬化

不足と考えられる。40℃では十分に硬化していると考えられるが、試験温度を40℃に設定してよいかどうか。30℃での試験結果も欲しい。また、カバ材を用いたブロックせん断試験で木部破断率がゼロであった接着剤でも、平行張り合わせ3層の試験片によるはくり試験でははくり率が小さいという結果が得られており、用いたはくり試験の条件がゆるいとも考えられる。

6.1.2 96年度の実験結果

95年度の実験結果を踏まえて次の試験を行った

1. 接着圧縮温度30℃での試験
2. はくり試験条件の検討

接着剤としては95年度の試験で用いたものの内5種（1種は保存中にゲル化して使用不可能であった）と低品質の合成品1種を用いた。試験材としては95年度に用いたものと同じロットのカバ材を用いた。

使用接着剤

樹脂（略号）	不揮発分	粘度（25℃）	pH	備考
A社製 RF リッチ (A1)	60.4 %	0.65 Pa・s	7.74	
RF ミドル (A2)	61.7 %	0.64	8.40	
B社製純 RF (B1)	54.9 %	0.58	7.32	
C社製 R・リッチ (C1)	62.0 %	0.60	7.65	
R・ミドル (C2)	73.0 %	0.71	7.40	
低品質 PRF (D)	58.0 %	0.45	7.94	

数値は実測値。（95年度における各社からの提出データと若干の違いがある。粘度は保存期間中に上昇しているようである）。

(1) 接着条件

- a. 糊液配合はメーカーの指定どおりとした。
- b. 塗布量は 350g/m^2 とした。
- c. 被着材：カバ（含水率 8.4-10.8%, 比重 0.64-0.72）
- d. 試験材構成：

はくり試験用：3枚直交張り合わせ（2接着層）および2枚直交張り合わせ（1接着層）

ブロックせん断試験用：2枚平行張り合わせ（1接着層）

e. 圧縮条件

温度：20℃（はくり試験のみ）、30℃、圧力：14 kgf/cm²、時間：24時間

間

f. 養生条件

温度：23℃、時間：2日、7日

(2) はくり試験結果

集成材ではラミナの繊維方向を直交させて張り合わせることはないが、接着剤の性能試験としては直交張り合わせの試験片の方が条件としては厳しいと考えられる。そこで、直交の3層試験片と2層試験片を用いてはくり試験を行った。試験結果を表6-1に示す。

表6-1 冷水浸せきはくり試験結果 (カバ材, 直交張り合わせ)

樹脂	圧縮温度	養生時間	積層数	はくり率 (%)	
				cycle 1	cycle 2
A 社 RF リッチ (A1)	20 °C	2 日	2	0	1.7
	20 °C	7 日	2	0	0
	30 °C	2 日	2	0	0
	20 °C	2 日	3	0	2.5
	20 °C	7 日	3	0	0
	30 °C	2 日	3	0	0
A 社 RF ミドル (A2)	20 °C	2 日	2	0	0
	20 °C	7 日	2	0	0
	30 °C	2 日	2	0	0
	20 °C	2 日	3	0	5.0
	20 °C	7 日	3	0	1.5
	30 °C	2 日	3	0	0
B 社純 RF (B1)	20 °C	2 日	2	0	0
	20 °C	7 日	2	0	0
	30 °C	2 日	2	0	0
	20 °C	2 日	3	0	2.5
	20 °C	7 日	3	0	0
	30 °C	2 日	3	0	0
C 社 R・リッチ (C1)	20 °C	2 日	2	8.5	9.8
	20 °C	7 日	2	0	0
	30 °C	2 日	2	0	5.0
	20 °C	2 日	3	0	0
	20 °C	7 日	3	0	0
	30 °C	2 日	3	0	0
C 社 R・ミドル (C2)	20 °C	2 日	2	0	0
	20 °C	7 日	2	0	0
	30 °C	2 日	2	0	0
	20 °C	2 日	3	0	0

表 6.2.1 続き

C 社 R・ミドル (C2)	20 ℃	7 日	3	0	0
	30 ℃	2 日	3	0	0
低品質 PRF (D)	20 ℃	2 日	2	35	52
	20 ℃	7 日	2	18	25
	30 ℃	2 日	2	15	28
	20 ℃	2 日	3	41	100
	20 ℃	7 日	3	10	29
	30 ℃	2 日	3	6	28

圧縮温度 20 ℃ の場合について 95 年度の平行張り合わせ試験片での結果と今回の直交張り合わせ試験片での結果を比較してみると、大差はないようである。ただし、95 年度で用いた B 社の低 RF（特別合成品）がゲル化のため比較できなかった。その代替として低品質の PRF（特別合成品）を用いたが、これははくり率が非常に大きい。この樹脂はブロックせん断試験（後述）でも木部破断率が非常に小さく、他の樹脂との性能差が大きい。

積層数 2 と 3 では 3 の方がはくり率が高くである場合とその逆の場合があり、明確ではない。ただし、積層数 2 と 3 では乾燥速度にかなりの差異があり、一定の条件で乾燥させると 2 の方が速く乾燥し、一定の時間（1 日程度）での乾燥ではより低い含水率に達する。表 6-1 の試験結果は、水中に浸せきして水流ポンプで 2 時間減圧後 22 時間放置して十分に吸水させた後、内容積 80 ℓ の送風乾燥機に 12 個の試験片（試験片総体積：1.35 ℓ（積層数 2 の場合）、2.025 ℓ（積層数 3 の場合）を間隔を十分にとって配置し、全排気の状態にして 60 ℃ で 24 時間乾燥した場合のものである。水浸せき後の含水率は 71 ～ 83 %、乾燥後の含水率は 2 層張り合わせの試験片で 6 ～ 7.5 %、3 層張り合わせの試験片で 9 ～ 10.5 % であった。なお、水浸せきにおいて、減圧脱気なしに水面下 5 cm 程度に沈めて 1 日放置した場合の含水率は 20 ～ 31 % であった。

（3）ブロック剪断試験結果

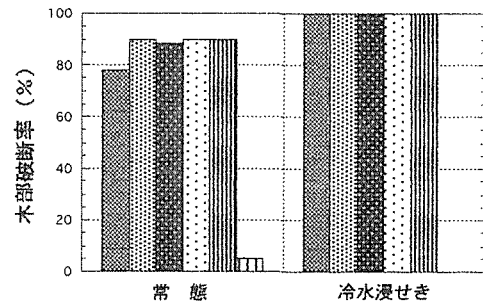
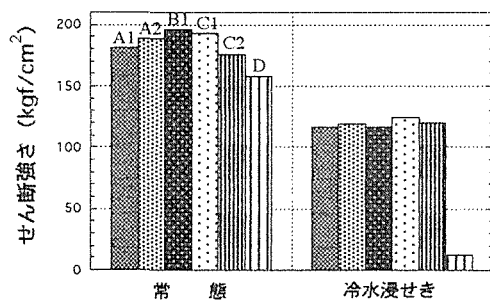
圧縮温度 30 ℃、養生 23 ℃ で 2 日の試験片のブロックせん断試験の結果を表 6-2 に示す。

今回 30 ℃ での圧縮 24 時間で作成された試験片のせん断接着強さは 95 年度で行った 40 ℃ での圧縮 24 時間で作成されたもののそれとほぼ同等である。低品質 PRF (D) 以外の樹脂では常態でのせん断強さの平均値が 175 kgf/cm² を上回り、木部破断率も 75 % を上回っている。冷水浸せきでの結果では木部破断率が 100 % を示し、問題は感じられない。低品質 PRF (D) は常態で 150 kgf/cm² というせん断強さを示

したが、木部破断率が5%と低く、冷水浸せきでは非常に弱く、はくり試験の結果とよく対応している。

表 6-2 ブロックせん断試験結果 (カバ材、圧縮: 30℃, 24h, 養生: 23℃, 2日)

樹脂		せん断強さ (kgf/cm ²)		木部破断率 (%)	
		常態 (標準偏差)	冷水浸せき (標準偏差)	常態	冷水浸せき
A社	最大	205.8	138.2	100	100
RFリッチ	最小	138.5	88.3	40	100
(A1)	平均	180.8 (17.6)	116.5 (12.6)	78	100
A社	最大	199.6	130.4	100	100
RFミドル	最小	160.4	75.6	70	100
(A2)	平均	188.6 (18.1)	119.3 (12.5)	90	100
B社	最大	213.3	135.9	100	100
純RF	最小	160.8	86.2	60	100
(B1)	平均	196.2 (24.3)	116.5 (12.4)	88	100
C社	最大	216.5	133.5	100	100
R・リッ	最小	160.4	109.4	75	100
チ(C1)	平均	193.1 (20.5)	124.4 (8.99)	90	100
C社	最大	225.6	137.6	100	100
R・ミド	最小	141.5	102.4	60	100
ル(C2)	平均	175.6 (30.4)	120.3 (10.6)	90	100
低品質	最大	181.5	35.1	30	0
PRF	最小	144.6	0	0	0
(D)	平均	157.4 (6.51)	12.2 (6.25)	5	0



6.1.3 まとめ

95年度の結果と今回の結果を総合して考えると以下のようなことになる。

- 1) 国内メーカー各社のレゾルシノール樹脂接着剤には、性能改善の余地が考えられるが、今回供試した樹脂のいずれも 20℃ 24時間の圧縮ではその性能の 100%

を發揮するには至らない。つまり、その圧縮条件では完全硬化には至らない。しかし、カバ材を用いての、ブロックせん断試験で常態での接着強さが 150 kgf/cm^2 を越え、かつ、木部破断率が 90 % を越え、さらに、はくり試験でも 5 % 以下のはくり率のものもある。標準を高く設定するならば、接着試験の圧縮条件を 20°C 24 時間、養生条件を 23°C 2 日とすることが考えられる。

2) 圧縮を 30°C で 24 時間とすれば、ほとんどの樹脂が十分な硬化度に達すると見られる。今回供試した各メーカーの製品が實際上十分な性能を持っているとすれば、接着試験の圧縮条件を 30°C 24 時間、養生条件を 23°C 2 日としてもよいと思われる。

3) はくり試験においては、減圧脱気を伴わない 24 時間の水中浸せきでは試験片の吸水が不十分になる恐れがある。浸せき後の含水率（例えば 50 % 以上）で規定した方がよい。

4) 同じくはくり試験においては、 60°C 24 時間の乾燥という規定では不十分である。乾燥機の種類、容量、換気の常態、試験片の量と配置の仕方などで乾燥の速度や到達含水率が変わる。これも乾燥後の含水率（例えば 10 % 以下）で規定した方がよい。望ましくは、24 時間でその含水率に達するように乾燥するよう規定した方がよい。

5) レゾルシノール樹脂の場合は、煮沸はくり試験よりも冷水浸せきはくり試験ではくり率が高くであるので、煮沸はくり試験は不要とも考えられる。しかし、他の接着剤との区別のためや、他の樹脂との複合タイプの接着剤で冷水浸せきはくり試験での成績は良くても煮沸に弱いものが出現する場合に備えて、残しておく方がよいかも知れない。

6) 試験材としてはカバ材（柾目）が無難であるが、接着強さは比重に支配されるので、試験材の比重を規定する必要があるだろう。例えば、絶乾比重 0.65 以上のカバ材を用い、常態でのブロックせん断強さ 200 kgf/cm^2 以上（木部破断率は問わない）か、または、 150 kgf/cm^2 以上で木部破断率 75 % 以上というように。米松材の場合は常態でのブロックせん断強さ 100 kgf/cm^2 以上で木部破断率 90 % 以上という線はどうであろうか。

6. 2 レゾルシノール系木材用接着剤の分子量分布と硬化挙動の検討

① はじめに

レゾルシノール樹脂は、木材用接着剤のなかで最も優れた耐水性をもたらすものとして知られ、室温下でも硬化する常温硬化型のものとして構造用大断面集成材などに使用されている。レゾルシノール樹脂は、以前タイヤの強化繊維を接着するものとして多用されていた。しかし、木材用としては高価であるので、一般的にフェノールとの共縮合を施すことで価格を低減する方策が採られている。ところがフェノールの含有量を多くするほど純レゾルシノール樹脂に比べて以下の点が劣ってくると言われている。

- ・ フェノール成分が多いほど木材接着試験体の促進劣化試験は劣ってくる。
- ・ 樹脂の硬化速度が遅くなる。

これらのことは、共縮合樹脂中のフェノール量が接着性能に対して多大な影響を与えることを示しており、使用に当たってはこのフェノール含有量と特性の関係を把握しなければならないことを意味するが、接着剤メーカーでは一般にフェノール成分の含有量を明示しないことの方が多い。

また、一概にレゾルシノール樹脂といってもその分子量や分子種の違いが硬化挙動や硬化後の諸特性に影響を与えることが考えられ、接着剤用樹脂の分子種の把握と硬化後の特性の関連を押しえることが重要と思われるが、この様な検討は未だ十分に着手されているとは言えない。ここではこれらの考えを基にその手始めとして純レゾルシノール樹脂とフェノールとの共縮合型レゾルシノール樹脂についてその分子量分布および硬化特性を検討した結果について述べてみたい。

② 実験

a) 試料

試料として3種の市販レゾルシノール系木材用接着剤用樹脂を用いた。資料を供与いただいたメーカーに対して発表の許可を未だ得ていないので使用した樹脂の

概要のみを表 1 に示した。

表 1. 使用したレゾルシノール系木材接着剤用樹脂の概要

名前	概要	製造メーカー
樹脂 A	純レゾルシノール樹脂	大日本インキ（株）
樹脂 B	フェノール共縮合レゾルシノール樹脂	大鹿振興（株）
樹脂 C	フェノール共縮合レゾルシノール樹脂	大鹿振興（株）

硬化剤として試薬パラホルムアルデヒドを用い、樹脂に対して 10% を添加し硬化させた。各樹脂について、それぞれのメーカーから発売されている硬化剤が推奨されているが、ここではデータの統一性をとるためにそれらの使用を敢えて避けた。その他に用いた試薬類はすべて試薬 1 級で、それ以上の精製を行わずに実験に供した。

b) 分子量分布の測定

分子量分布の測定は、ウオーターズ社製 510 型 GPC 装置を用い、SIC 社製クロマトコーダー 21 によりデータ処理を行った。カラムは昭和電工社製のポリスチレンゲルカラム； Shodex A802 および KF801 を用いた。検出には相馬製作所製 S-3702 型 UV 屈折計を用い、測定波長を 257 nm に固定して使用した。溶出溶媒に THF を用い、溶出容量は 1 ml/min でカラム温度を 35 °C に設定して測定した。各種レゾルシノール系樹脂を減圧乾燥し測定資料とした。

c) 硬化挙動の検討

各樹脂の硬化挙動を探るために、レスカ社製 TBA D-2 型を使用した。ガラスブレイドに、予め硬化剤を配合した各レゾルシノール系樹脂を含浸させ装置に設置後、室温から 120 °C まで毎分 1 °C の割合で昇温させてその相対剛性率と $\tan \delta$ の変化を追跡した。

③ 結果と考察

a) レゾルシノール系樹脂の分子量分布

試薬レゾルシノール、試薬フェノールをGPCにかけ、実験に使用したカラム系列での分離の程度を検討した。図1にレゾルシノールの図2にレゾルシノールとフェノールの混合物のGPCクロマトグラムを示す。図2のように用いたカラム系列はフェノールとレゾルシノールを良好に分離する。図1からレゾルシノールが23.8mlに現れることからフェノールの流出容量は25.1mlであることが判明した。また、31mlに現れる低分子量ピークはレゾルシノール単独の場合にもフェノール/レゾルシノール混合系の場合にも現れることからTHFに含まれる安定剤の可能性を疑ったが、安定剤は一般的にフェノール系物質であることからこの様な低分子領域に出現するとは考えにくいので、減圧乾燥の不備からきたアルコールの可能性を考えている。いずれにしてもこのピークは、目的とするレゾルシノールやフェノールのピークからはるかに遠い位置に分離しているので、分析上は問題を生じない。

図3に樹脂Aの、図4に樹脂Bの、図5に樹脂CのGPCクロマトグラムをそ

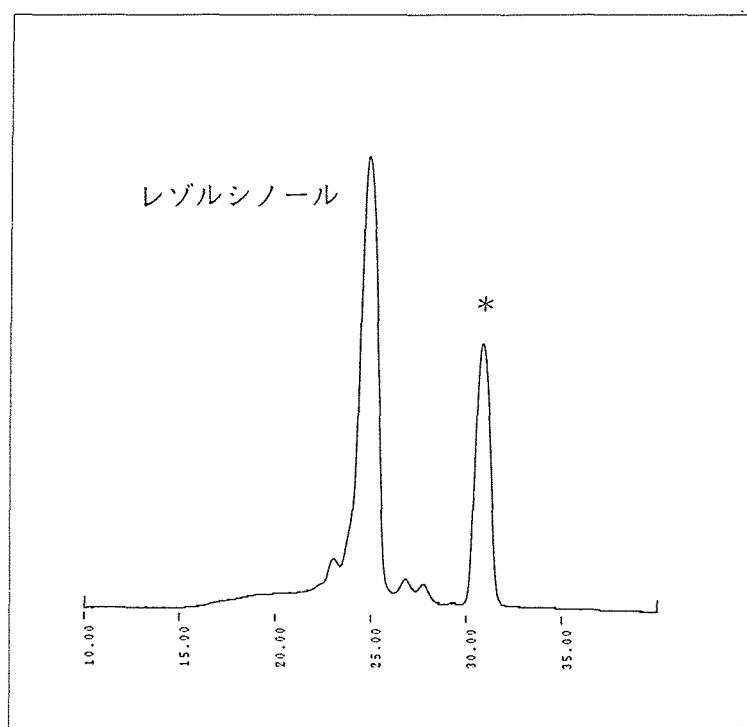


図1. レゾルシノールのGPCクロマトグラム
(* ; 不純物)

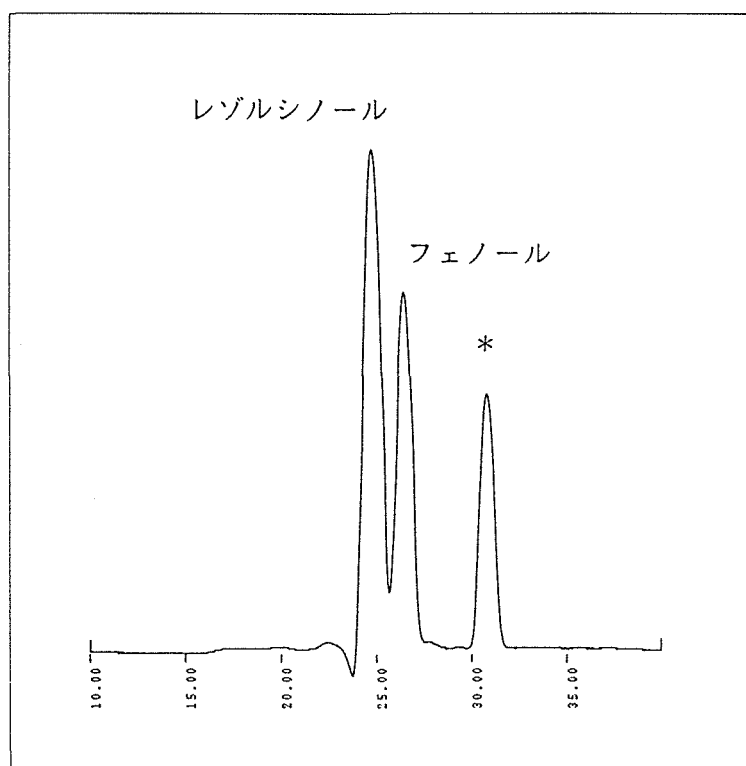


図2. レゾルシノールとフェノールの混合物のクロマトグラム (*; 不純物)

れぞれ示した。図3のクロマトグラムでは、純レゾルシノール樹脂と称している通り25.1mlのフェノールのピークは観察されない。しかし、かなり多量の未反応レゾルシノール(23.8ml)が含まれていることを確認することができる。

一方、フェノール共縮合樹脂のGPCクロマトグラムを示す図4, 5では、未反応レゾルシノールとともに未反応のフェノールのピークが観察される。UV検出計ではピーク面積と含有量の相関は少ないが、未反応レゾルシノールと未反応フェノールのピーク強度の逆転から樹脂Bの方が樹脂Cよりも多量の未反応フェノールを含んでいると考えられる。樹脂Cは樹脂Aに類似したパターンに更に未反応フェノールが添加されたような分布を示し、未反応フェノールの量は少ない。いずれの樹脂にも未反応物が確認されることから、分離の良いカラムを用いたGPC分析から、レゾルシノール系樹脂にフェノールが添加されているか否かを判別することができる。この様にGPC分析によっては比較的簡単にレゾルシノール系樹脂の判別が可能であることは興味ある結果と考えられる。今後この方法を

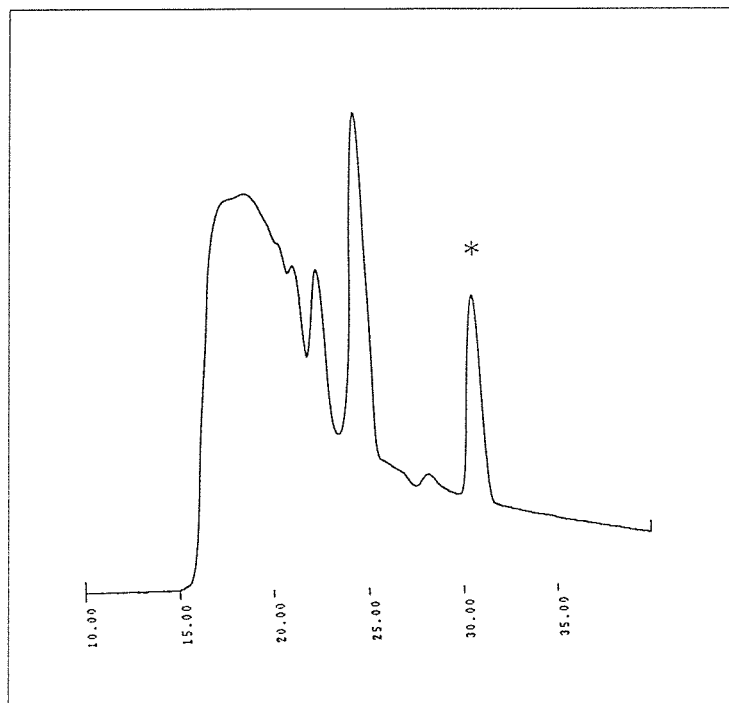


図3. 樹脂A（純レゾルシノール樹脂）の
GPCクロマトグラム（* + 不純物）

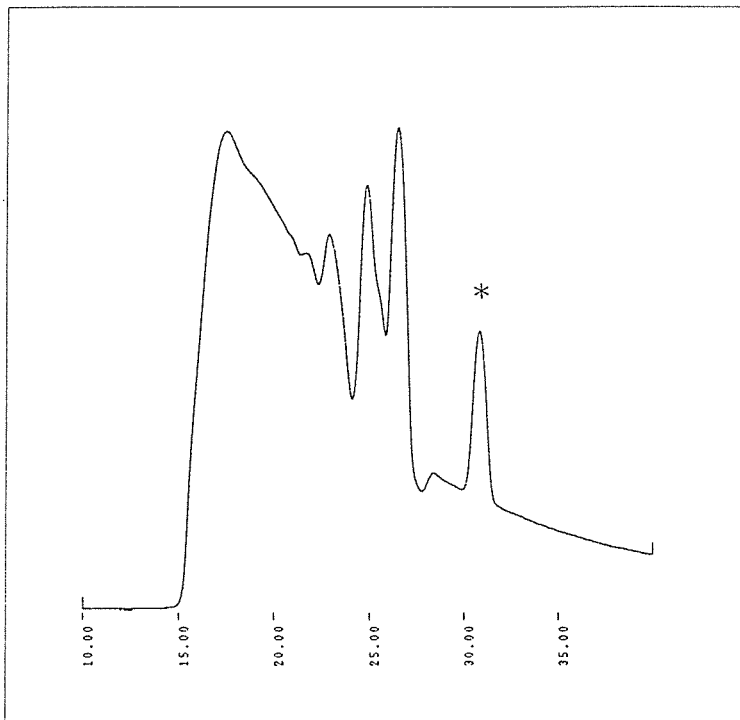


図4. 樹脂B（フェノール共縮合系）の
GPCクロマトグラム（* ; 不純物）

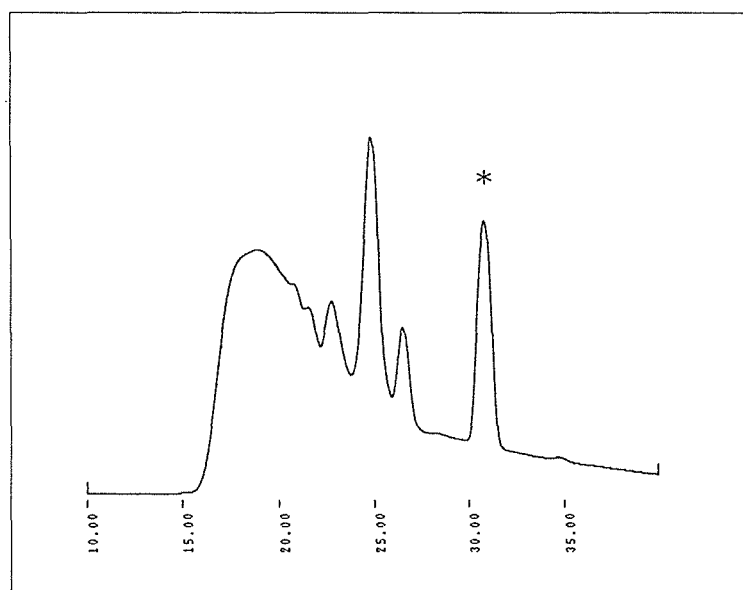


図5. 樹脂C（フェノール共縮合系）の
GPCクロマトグラム（*+不純物）

更に展開して、適切な検量線を作成すれば、樹脂中の未反応レゾルシノールと未反応フェノールの含有量の定量が可能になるはずである。

b) レゾルシノール系樹脂の硬化挙動と共縮合樹脂の硬化特異性

TBAを用いて純レゾルシノール樹脂とフェノール共縮合樹脂の硬化挙動を比較した。図6に純レゾルシノール樹脂の、図7に共縮合樹脂Cの硬化過程の様子を相対剛性率および損失正接の値と温度との関係をとって示した。両樹脂とも温度が上昇につれて相対剛性率が増大して硬化反応が促進されることが理解できる。相対剛性率から見た両者の大きな相違は、純レゾルシノール樹脂の方が早く相対剛性率がレベルオフする事である。図6では、100℃付近から剛性率の勾配が少なくなるのに対して、図7では120℃でも上昇傾向が見られる。これは、純レゾルシノール樹脂の方が共縮合樹脂より低温で硬化することを物語っている。損失正接の挙動は両者でまったく異なっていることが図から観察できる。純レゾルシノール樹脂では75℃付近に鋭いピークを持つのに対し、共縮合樹脂Cでは70℃付近から幅広いピークを示している。この幅広さの原因は添加してあるフェノールによるものであることは疑う余地がない。この幅広さはレゾルシノール

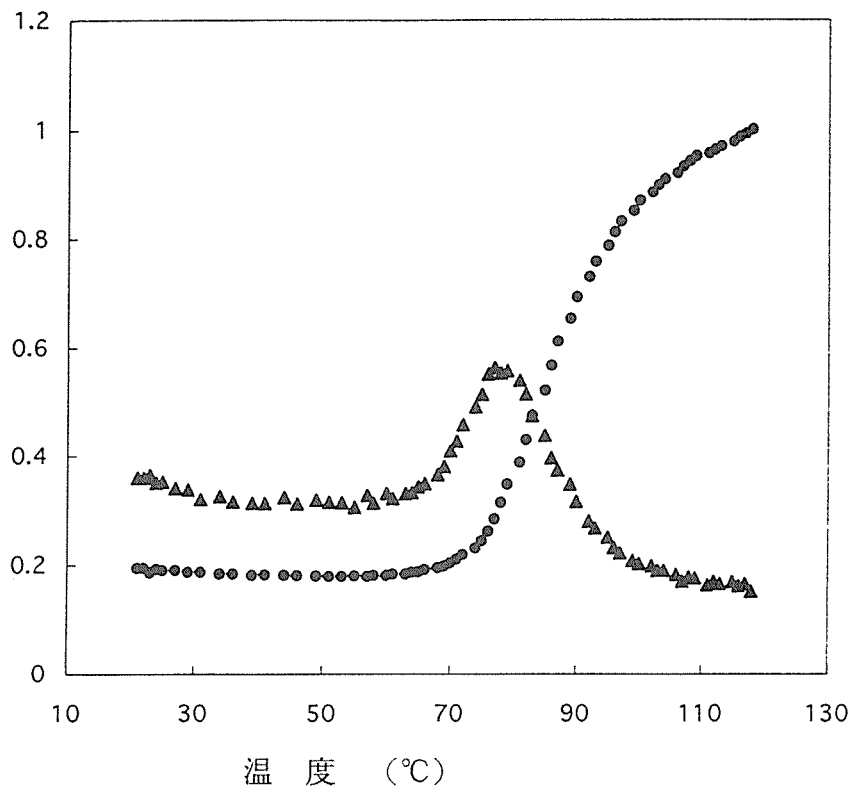


図 6. 樹脂 A (純レゾルシノール) の相対剛性率 (●) と損失正接 (▲)

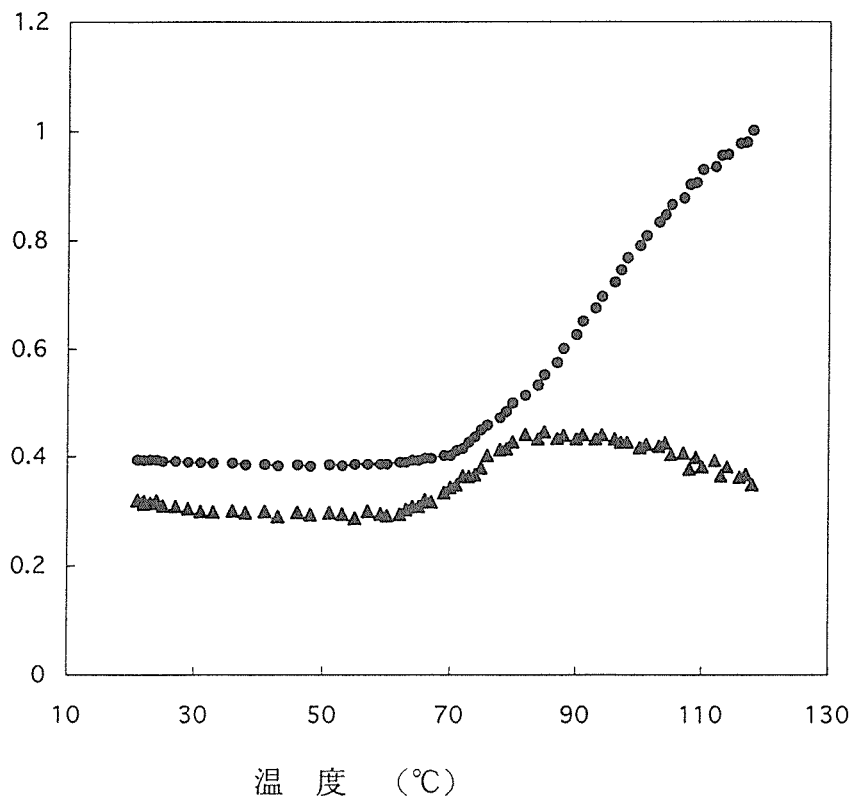


図 7. 樹脂 C (フェノール共縮合型) の相対剛性率 (●) と損失正接 (▲)

の硬化の後にもフェノール樹脂成分が硬化しきれずに残り、70℃より高温で徐々に硬化反応を続けていることを示している。

樹脂CのGPCクロマトグラムのパターンは、上述のように純レゾルシノール樹脂に樹脂Bより少ないフェノール樹脂を添加したものと思われるが、その硬化挙動はこの様に大きく異なっており、硬化速度に対するフェノールの影響が如実に示される結果となった。従って、フェノールの含有量がより多い共縮合樹脂では、その硬化速度が更に遅くなることが考えられる。

なお、この測定条件ではレゾルシノール系樹脂の常温硬化性は観察されていない。これは昇温速度が早すぎたために硬化反応が追従できなかった理由によると考えている。常温での硬化性を議論するためには、硬化温度を一定に保持し、硬化時間と相対剛性率の関連を検討すればよいが、今回は時間の関係からこの実験は行っていない。しかし、定性的にせよフェノール共縮合レゾルシノール樹脂の方が硬化が遅く後を引くことが証明されたと考えられる。

③ まとめ

純レゾルシノール樹脂とフェノール共縮合樹脂をそれらの分子量分布と硬化挙動を追跡することにより比較して以下の結果を得た。

- a) 検討した純レゾルシノール樹脂は未反応レゾルシノールを、フェノール共縮合型樹脂では未反応レゾルシノールと未反応フェノールを含んでいた。
- b) GPCで適切なカラム条件を選ぶことによりこれら未反応物の確認ができ、それによりレゾルシノール系樹脂の判別が可能となった。
- c) 硬化温度に対する相対剛性率および損失正接の挙動から、フェノール共縮合型樹脂を十分に硬化するためには純レゾルシノール樹脂よりも高い温度を必要とすることが確認された。これは従来の結果と一致する。

以上から、フェノール共縮合型レゾルシノール樹脂ではフェノールの含有量が硬化速度に大きく左右し、そして硬化後の接着特性に大きな影響をもたらすことを意味している。この結果は、樹脂構造－硬化特性－製品特性の関連をより基本的な立場から洗いなおすことの重要性を再認識させるものである。

第2章 構造用集成材に使用される接着剤の試験方法とその評価基準

1 接着性能

1. 1 試験方法

1. 1. 1 被着材

接着試験用標準材は①カバ（比重 0.60-0.75、含水率 7-10%）及び②ベイマツ（比重 0.40-0.55、含水率 7-10%）の2樹種とし、ブロックせん断試験には厚さ10mmのまさ目またはいた目材、浸せきはくり試験には厚さ10mm以上のまさ目またはいた目材を用いる。

1. 1. 2 接着条件

糊液の配合割合、塗布量、塗布方法はメーカーの指定通りとするが、塗布量は概ね25～350g/cm²とし接着面の片面または両面に塗布する。圧縮圧力はベイマツでは10kgf/cm²、カバでは13kgf/cm²とし、20～25℃でメーカーの指定した時間圧縮する。解圧後20～23℃で3日以上養生する。

1. 1. 3 試験片の作成

①ブロックせん断試験

上記 1.1.1および 1.1.2の条件でその主線繊維方向が材主軸と平行になるようはり合わせた2枚合わせの試験体から JSAに準じてブロックせん断試験片を作成する。試験片の数は10個とする。

②はくり試験

上記 1.1.1および 1.1.2の条件でその主線繊維方向が材主軸と平行になるようはり合わせた3枚合わせの試験体から JSAに準じて浸せきはくり試験片を作成する。試験片の数は1条件5個とする。

1. 1. 4 はくり及びブロックせん断試験

構造用集成材の日本農林規格（J A S）の方法による。ただし、煮沸はくり試験は省いてもよい。

1. 2 試験結果の判定

判定の基準は 構造用集成材の日本農林規格（J A S）による。

2 温度依存性

2. 1 試験

2. 1. 1 試験方法

試験の一般条件は J I S K 6 8 4 8 の 3. 1 (試験室の状態) による。

(1) 接着剤の状態調節

接着剤の状態調節は J I S K 6 8 4 8 の 3. 2 (接着剤の状態調節) による。

(2) 接着剤の取扱い

接着剤の取扱いは J I S K 6 8 4 8 の 4 (接着剤の取扱い方) による。

(3) 試験値の丸め方

試験値の丸め方は J I S K 6 8 4 8 の 3. 3 (試験値の丸め方) による。

2. 1. 2 接着方法

試験材はカバ桎目 25*30*10mm 含水率 7-10% 表面かんながけを使用。

接着剤は製造業者の指示に従う。

接着に必要な養生時間は

23℃ 50%RHで 閉鎖堆積時間 30分
圧縮時間 約1MPa 24時間
解圧放置時間 144時間

試験前 105℃ 24時間

2. 1. 3 試験規格

J I S K 6 8 5 2 圧縮せん断接着強さ試験方法に準じる。

2. 1. 4 耐熱接着強さ測定

(1) 測定

23℃ 50%試験室にて J I S K 6 8 4 8 に準じて 圧縮せん断強度を求め、実測接着面積で除し 接着強さを求める。

1) 常温強度測定

23℃ 50%試験室にて測定

2) 耐熱強度測定

負荷温度は 試験前日より 105℃24時間養生し、十分に木材中の湿気水分を除去したのち、200℃チャンバー中に30分置き、その後、同温度に設定された試験機内にすばやく移し、強度試験に供する。

試験機器：最大荷重5トンタイプ。ヘッドスピード 3mm/min.

試験機内が200℃に維持できないときでも 200℃チャンバーから室温下の試験機内で素早く測定すれば、木材の保温性のため同温度付近で測定できる。

(2) 記録及び計算

- ① 接着剤及びその調製方法
- ② 被着材：材質、寸法
- ③ 接着条件
- ④ 養生条件
- ⑤ 前処理条件：試験前養生条件
- ⑥ 試験温度：常温、耐熱および保持時間
- ⑦ (イ)常温接着強さ、最大、最小、平均、標準偏差、変動係数、破壊状態
(ロ)耐熱接着強さ、最大、最小、平均、標準偏差、変動係数、破壊状態
(ハ)維持率(%) (耐熱接着強さ/常温接着強さ) * 100
- ⑧ 試験片数

2.2 規格

耐熱接着強さ面からみて、大断面構造用集成材用接着剤として

耐熱接着強さ N/mm^2 以上

維持率 % 以上 とする。

3 耐クリープ性能

クリープ試験は長期の実験期間を必要とするため、第1章で述べたように計画年度中に所定の試験が終了していないので、具体的な試験方法及びその評価方法を提案できないが、これまで得られた結果から判断すると以下のようなことがいえよう。

①試験片としては、日本農林規格のブロックせん断試験をそのまま用いることができる。

②荷重負荷方法としてスプリングを用いるASTM D4680の治具を用い、一定期間適当なレベルの荷重を加え、その間にクリープ破壊する試験片の割合を比較検討することによって定性的な耐クリープ性の評価が可能である。少なくとも、その接着剤がレゾルシノール樹脂相当か否かという判定は可能である。

③負荷する応力レベルは常態接着強さの平均値の70～75%で、荷重期間720時間で一定の判定は可能と思われる。

④試験環境条件を過酷にすることにより、判定時間の一層の短縮および判定がより明確になることが期待できる。