

改性三聚氰胺树脂处理杨木密实化的研究

刘艳萍, 张 洋*, 李 艳, 袁少飞

(南京林业大学 木材工业学院, 江苏 南京 210037)

摘 要:以杨木为试材,通过改性三聚氰胺树脂处理,并对其进行径向横纹方向压缩密实化处理,通过测定其回复率,确定最优的热压工艺条件为:热压温度 190℃,热压时间 30 min,压缩率 50%。此工艺条件下,压缩材回复率较低,尺寸稳定性好,力学性能明显提高。并对其力学性能进行测定,观察分析 X-射线衍射曲线,结果表明:经过密实化的改性杨木纤维素的相对结晶度较高。

关键词:杨木;三聚氰胺树脂;密实化;力学性能;X-射线衍射分析

中图分类号:S781.7

文献标识码:A

文章编号:1001-7461(2009)03-0156-03

Densification of Poplar Wood by Modified MF Resin

LIU Yan-ping, ZHANG Yang, LI Yan, YUAN Shao-fei

(College of Wood Science and Technology, Nanjing Forestry University, Nanjing, Jiangsu 210037, China)

Abstract: Densification experiment was carried out on poplar wood. First, it was treated by modified melamine resin, and then compressed in cross striations radial direction. Optimal technological conditions determined by measuring restoration ratio were: pressing temperature 190℃, pressing time 30 min, compressing rate 50%. Mechanical properties were measured, and X-ray diffraction curves were analyzed. The size stability and mechanical properties of the compressed poplar wood were improved greatly. The analysis of X-ray diffraction spectrum showed that the cellulose crystallinity was relatively higher.

Key words: poplar wood; MF resin; compression; mechanics quality; X-ray diffraction analysis

为了提高低质速生杨木的物理力学性能,对木材进行各种处理在学术界已达成共识,其中对低质软木材进行压缩处理以提高其物理力学性能的加工方法一直是各国学者研究的主要课题。目前,国内外对杉木、柳杉和杨木材压缩变形的机理进行了定性研究,探讨了固定压缩木的变形机理^[1-3],其方法主要集中在利用低分子 PF、MF 等树脂处理或通过交联化反应等处理,提高木材的密度、强度和变形的永久固定^[4-5]。采用改性三聚氰胺树脂作为填充材料,在一定条件下对木材进行真空填充处理后,采用特殊工艺对填充后的木材进行热压压缩处理,提高其强度及尺寸稳定性,为使密实化木材成为一种实用的工业化加工技术奠定良好的基础^[6]。

1 材料与方 法

1.1 材 料

试材采自江苏宿迁市郊区,为 16 a 生的杨木,在其胸高(1.3 m)处截取长 50 cm 的木段,取第 12~16 年轮的木材作为试材。用于测定回复率及顺纹抗压强度的试件尺寸为 30 mm(长)×20 mm(宽)×20 mm(高),用于测定弹性模量及静曲强度的试件尺寸为 300 mm(长)×20 mm(宽)×20 mm(高)。试材浸胶后气干至含水率 12%~15%,以备压缩试验之用。

改性三聚氰胺树脂购于滁州肯帝亚皖华人造板厂。外观为无色透明液体,固体含量 52.3%,粘度

收稿日期:2008-05-07 修回日期:2008-11-28

基金项目:江苏省农业科技攻关项目(BE2007326);江苏省高校自然科学研究项目(KJA22019)

作者简介:刘艳萍,女,博士研究生,从事木质复合材料的研究。

*通讯作者:张洋,男,教授,博士生导师。

为 45 mPa · s(28℃),pH9.0,贮存期 13 d。

1.2 方法

1.2.1 正交试验 根据预备试验结果,确定杨木浸胶工艺条件为:浸胶前抽真空 1 h,浸胶期间真空度 0.05 MPa,浸胶时间 5 h,浸胶处理后试材的树脂含量达到 60%。浸胶杨木气干至含水率 12%~15%后,进行加压实化。以热压温度、热压时间及压缩率为影响因子,采用 $L_9(3^3)$ 正交试验(表 1),对密实化后杨木回复率进行分析,得出处理材回复率最小的工艺参数^[7]。

表 1 $L_9(3^3)$ 正交试验

Table 1 The $L_9(3^3)$ orthogonal experiment

处理	A	B	C
	热压温度/℃	热压时间/min	压缩率/%
1	150	10	25
2	170	20	50
3	190	30	60

1.2.2 压缩变形回复率测定 采用水煮法测定压缩变形回复率。将压缩后的试件置于沸水中煮 2 h,取出烘干后测量其厚度方向的尺寸,计算其厚度方向的压缩变形回复率。试样回复率的计算公式为^[8]:

$$L=\frac{L_r-L_c}{L_0-L_c}\times 100\%$$
 (1)

式中: L 为压缩试件的压缩变形回复率(%), L_r 为试件回复变形后的尺寸(mm), L_0 为试件压缩前的尺寸(mm), L_c 为试件压缩后的尺寸(mm)。

1.2.3 力学性能测定 顺纹抗压强度、静曲强度及弹性模量的测定分别参照国标 GB1935-91、GB1936.1-91 和 GB1936.2-91 进行。

1.2.4 X-射线衍射测定 把试样加工成 40 目的粉末。将样品按照 X-射线衍射仪测试要求装片。测试条件为:电压 40 kV,电流 30 mA。采用 $2\theta/\theta$ 连动步进扫描,扫描范围为 $5\sim 60^\circ$ 角,扫描速度为 $2^\circ\cdot\text{min}^{-1}$ 。根据 Turley 法计算试样的纤维素结晶度。计算公式为^[9]:

$$C_rI=\frac{I_{002}-I_{am}}{I_{002}}\times 100\%$$
 (2)

式中: C_rI 为相对结晶度的百分率, I_{002} 为 002 晶格衍射角的极大强度, I_{am} 为代表 2θ 角近于 18° 时非结晶背景衍射的散射强度, I_{002} 与 I_{am} 单位相同。

2 结果与分析

2.1 不同处理对杨木回复率的影响

由表 2 可以看出,压缩率的极差最大,其次是热压温度,热压时间的极差最小。从较优方案来看,使密实化杨木回复率最小的工艺是:热压温度 190℃,

热压时间 30 min,压缩率 50%。

表 2 回复率极差分析

Table 2 Range analysis of restoration ratio

	温度/℃	时间/min	压缩率/%	回复率/%
1	150	10	25	48.39
2	150	20	50	6.42
3	150	30	60	50.89
4	170	10	50	17.28
5	170	20	60	45.98
6	170	30	25	21.97
7	190	10	60	23.24
8	190	20	25	28.99
9	190	30	50	5.10
K1	105.70	88.91	99.35	
K2	85.23	81.39	28.80	
K3	57.33	77.96	120.11	
k1	35.23	29.64	33.12	
k2	28.41	27.13	9.60	
k3	19.11	25.99	40.04	
R	16.12	3.65	30.44	

2.2 顺纹抗压强度、弹性模量及静曲强度

由表 3 可知,杨木经过三聚氰胺树脂改性处理并热压压缩后,顺纹抗压强度大幅度提高,比未处理的杨木素材平均增大 201.44%,与三聚氰胺树脂处理材相比,平均增幅 96.79%。三聚氰胺树脂处理后的密实化杨木弹性模量增加量也较大,比未处理材平均增大 138.13%,比处理材平均增大 21.69%。三聚氰胺树脂处理后的密实化杨木的静曲强度值也较大,比未处理材平均增高 63.64%,比处理材平均增大 21.77%。

2.3 X-射线衍射曲线

由图 1a 计算得到改性杨木的相对结晶度为 77.36%,由图 1b 计算得到改性密实化杨木的相对结晶度为 85.32%。

计算结果表明,经过压缩的改性杨木纤维素的相对结晶度较高,说明三聚氰胺树脂的进入,填充于细胞壁微纤丝之间,并且有一部分基团和细胞壁物质中的某些基团发生交联,在 X-射线衍射测量时,出现一种准结晶形式。而实际上并非是纤维素的结晶度提高,这时三聚氰胺树脂不但进入木材细胞腔、细胞间隙中,也进入细胞壁微纤丝之间。由于三聚氰胺树脂进入木材细胞中,经高温热压压缩处理后,使得树脂进入纤维素无定形区,并使纤维素分子链重新排列,可能有部分形成新的结晶区,导致纤维素结晶度提高。所以,浸胶后的杨木经密实化处理后的强度大大提高。同时,树脂固化在木材细胞腔、细胞间隙以及细胞壁微纤丝中,抑制了木材细胞壁微纤丝的回弹,从而起到了固定横纹压缩变形的作用^[10]。

表 3 材料强度比较^①
Table 3 Comparison of strength

试验号	顺纹抗压强度		弹性模量		静曲强度	
	较素材增幅/%	较三聚氰胺树脂处理材增幅/%	较素材增幅/%	较三聚氰胺树脂处理材增幅/%	较素材增幅/%	较三聚氰胺树脂处理材增幅/%
1	98.00	29.26	102.23	3.34	43.28	6.62
2	270.03	141.57	129.17	17.11	60.76	19.62
3	183.58	85.14	112.80	8.74	49.23	11.04
4	230.07	115.48	149.86	27.68	73.78	29.31
5	219.08	108.31	141.50	23.41	68.92	25.70
6	181.05	83.48	130.28	17.68	60.85	19.69
7	100.27	30.75	117.82	11.31	52.57	13.53
8	266.27	139.12	162.88	34.33	78.96	33.17
9	264.63	138.05	196.67	51.60	84.45	37.25

①未经处理杨木的顺纹抗压强度 35.13 MPa,弹性模量 3874.17 MPa,静曲强度 54.99 MPa,经三聚氰胺树脂处理未经压缩杨木的顺纹抗压强度 53.82 MPa,弹性模量 7581.39 MPa,静曲强度 84.65 MPa。

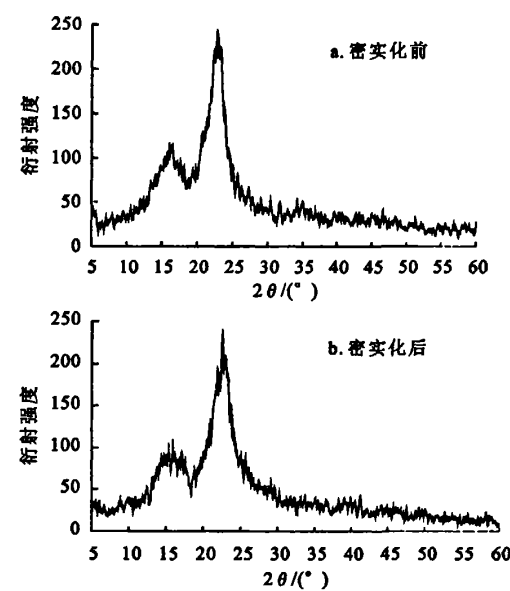


图 1 X-射线衍射曲线
Fig. 1 X-ray diffraction curves

3 结论

改性三聚氰胺树脂处理杨木密实化的最佳工艺条件为:热压温度 190℃,热压时间 30 min,压缩率 50%。

改性三聚氰胺树脂处理后的杨木经压缩密实化后,其物理力学强度明显增加,顺纹抗压强度大幅度提高,比未处理的杨木素材平均提高 201.44%,与三聚氰胺树脂处理材相比,平均提高 96.79%;三聚

氰胺树脂处理后的密实化杨木,弹性模量增加量也较大,比未处理材平均提高 138.13%,比处理材平均提高 21.69%;三聚氰胺树脂处理后的密实化杨木的静曲强度比未处理材平均提高 63.64%,比处理材平均提高 21.77%。

改性后的杨木经密实化处理后强度提高。同时,三聚氰胺树脂固化在木材细胞腔、细胞间隙以及细胞壁微纤丝中,抑制了木材细胞壁微纤丝的回弹,从而起到了固定横纹压缩变形的作用。

参考文献:

[1] 陈瑞英,胡国楠.速生杨木密实化研究[J].福建农林大学学报,自然科学版,2005,34(3):324-329.
[2] 魏新莉,向仕龙,何华.水热预处理对杨木压缩木物理力学性能的影响[J].木材工业,2004,8(3):20-22.
[3] WANG JY, ZHAO G J, IKUHO I. Effect of oxidation on heat fixation of compressed wood of Chinese fir[J]. Forestry Study in China, 2000(1):18-21.
[4] 刘占胜,张勤丽.压缩木制造技术[J].木材工业,2000,14(5):19-21.
[5] 王洁瑛,赵广杰,中野隆人.热处理过程中杉木压缩木材的材色及红外光谱[J].北京林业大学学报,2001,23(1):58-63.
[6] 钱俊,叶良明,余肖红,等.速生杉木的改性研究——UF树脂浸渍后热压法改性[J].木材工业,2001,15(2):14-16.
[7] 陈瑞英,魏萍,刘景宏.杉木间伐材压缩密化利用的研究[J].应用生态学报,2005,16(12):2306-2310.
[8] 赵钟声.木材横纹压缩变形恢复率的变化规律与影响机制[D].哈尔滨:东北林业大学,2003.
[9] 李坚.木材波谱学[M].北京:科学出版社,2003.
[10] 刘君良,李坚,刘一星.PF预聚物处理固定木材压缩变形的机理[J].东北林业大学学报,2000,28(4):16-21.