

受熱環境にあった舞台幕の防火性能の測定と 防火性能評価法の研究（第2報）

小室 修*, 荻野 恭久*

概 要

第1報¹⁾では、劇場等で使用される舞台幕の防火性能を低下させる要因の解明と、消防法に定める45°法燃焼性試験のほかに、わずかな試験片での防火性能評価方法についての報告をした。

本実験は、昨年度の研究で課題とされた防火薬剤の成分、付着量及び受熱温度等を考慮し、検証実験を行ったものである。

その結果は次のとおりであった。

- 1 受熱温度が高いほど、防火性能に大きな影響を与えた。また、低温度の受熱であっても、防火性能に影響を与えることが確認された。
- 2 45°法燃焼性試験の炭化面積と酸素指数値とに相関性が確認された。

1 はじめに

本研究は、舞台幕と舞台用照明器具が接触して火災となった事例から、経年使用による舞台幕を確認したところ、防火性能が低下していることが確認された。

昨年、防火性能を有する既製の舞台幕を用いて、防火性能を低下させる一要因として考えられる熱による防火性能の低下を促進する実験を行った結果、受熱により防火性能が低下することが確認された。

そこで、今回は、受熱温度が低い環境下での防火性能の確認並びに防火薬剤付着量からの性能評価方法等を研究するため、3種類の防火薬剤を用いて実験を行った。

2 実験項目等

(1) 供試体

供試体は、綿100%の素材（貫八別珍、認定単位重量：206.18 g/m²）を浸漬法により市販の認定されている3種類の防火薬剤を各々付着処理したものをを用いた。（表1「供試体の仕様」を参照）

(2) 供試体の受熱温度及び受熱時間

ア 供試体の受熱温度は、90℃及び40℃とした。

イ 供試体の受熱時間を0、600、1200、1800、2400、3000時間に区分して受熱させ、防火性能の低下を促進させた。

表1 供試体の仕様

防火薬剤	主な成分の化学名	認定単位重量 (g/m ²)	認定付着率 (%)
A薬剤	リン酸グアニジン 他	218.96	6.19
B薬剤	ポリリン酸カルバメート ポリ硫酸カルバメート 臭化アンモニウム 他	224.37	8.82
C薬剤	スルファミン酸アンモニウム メチロール化リン酸グアニル尿素 他	237.11	15.00

3 実験方法等

供試体を人工的に受熱させた試験体を用いて防火性能の経時変化を把握するため、次の実験を行った。

(1) 45°法燃焼性試験

45°法燃焼性試験（以下「45°法」という）により、炭化面積を把握し、以下に行う各試験結果と相関性等について検討を加えるため、消防法施行規則第4条の3第

* 第二研究室

4項の規定に基づき試験体を裁断し、縦方向の表（起毛地側）、横方向の表、縦方向の裏の3試験体について炭化面積の測定を行った。

(2) 示差熱重量同時測定試験

示差熱重量同時測定試験（以下「TG/DTA法」という）で、試験体の発熱特性及び熱重量変化を把握するため、示差熱分析装置により、各試験体から試料約10mgを秤取り、空気量300ml/min、昇温速度20°C/minで40°Cから600°Cまでの28分間の熱重量変化と発熱温度を測定した。

(3) 酸素指数式燃焼性試験

酸素指数式燃焼性試験（以下「酸素指数法」という）で試験体の燃えやすさの目安として酸素指数値を把握するため、「酸素指数法による高分子材料の燃焼試験」JIS K7201に定める試験片をU字形保持具に取り付けて試験を行うB法により測定した。

(4) イオンクロマトグラフによる防災薬剤の分析

イオンクロマトグラフによる防災薬剤の定性・定量分析試験（以下「IC法」という）では、試験体に付着している防災薬剤の定性及び定量値の確認を行うため、各試験体の試料約1.0gを超純水150ml中に入れウォーターバス（湯温60°C）で40分湯洗し、ろ紙3番でろ過した水溶液をイオンクロマトグラフで防災薬剤の定性・定量分析を行った。

ア 陰イオン

分離カラム 4×250mm
 溶離液 1.8mM Na₂CO₃/1.7mM NaHCO₃
 流量 1.5ml/min
 検出器 電気伝導度検出器

イ 陽イオン

分離カラム 4×250mm
 溶離液 1.8mM メタン sulfon 酸
 流量 1.0ml/min
 検出器 電気伝導度検出器

(5) 環境制御型走査電子顕微鏡による試験体の確認

環境制御型走査電子顕微鏡による試験体の確認（以下「電顕法」という）により、試験体に付着している防災薬剤の確認及び防災薬剤の元素の同定を行った。

4 実験結果及び考察

(1) 45°法

受熱温度90°Cの炭化面積と受熱時間の関係を図1に、また、図2に受熱温度40°Cの炭化面積と受熱時間の関係を示す。

ア 図1では、A薬剤及びC薬剤で浸漬させた試験体は、防災性能基準適合値の範囲内であったが、B薬剤で浸漬させた試験体は受熱1800時間で炭化面積30cm²を超え、防災性能基準適合値の範囲を超える値となった。

また、A薬剤及びC薬剤でも、受熱時間が長くなるほど炭化面積が増加する傾向であることが明らかとなっ

た。

このことから、熱による影響を受けやすい防災薬剤もあることが明らかとなった。

イ 図2では、A、B、C薬剤で浸漬させた試験体全てが防災性能基準適合値の範囲内であった。しかし、90°C受熱試験体と同様に受熱時間が長くなるほど炭化面積が増加する傾向が見られた。

以上の結果から、舞台幕はが受熱温度40°Cの場合においても、炭化面積が増加する傾向にあることが明らかになるとともに、浸漬する防災薬剤への影響も確認された。

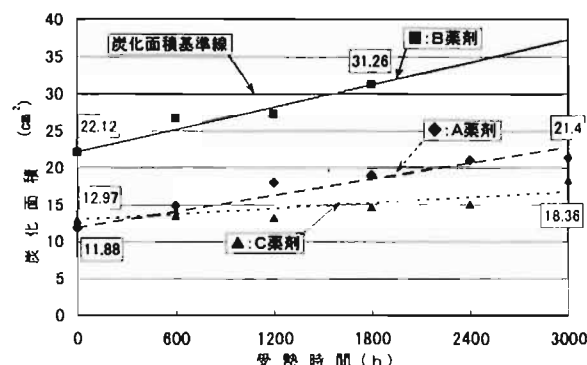


図1 受熱90°Cの受熱時間と炭化面積

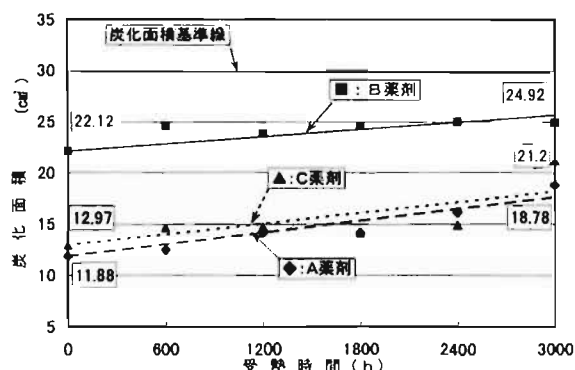


図2 受熱40°Cの受熱時間と炭化面積

(2) TG/DTA法

TG/DTA法の結果を図3から図8に示す。

それぞれの防災薬剤に浸漬した試験体の発熱開始温度は、A薬剤が292°C、B薬剤が257°C、C薬剤が260°Cであり、熱重量変化開始温度は、A薬剤が286°C、B薬剤が233°C、C薬剤が252°Cであった。防災薬剤の種類により発熱特性が異なることが明らかとなった。

今回実施した防災性能低下促進試験では、受熱時間にかかわらず顕著な変化を見ることはできず、第1報の時の防災薬剤と異なり、二段階のピークを確認することができなかった。また、受熱することにより、防災処理を施してない試験体に発熱開始温度及び熱重量変化が近づくものと推測していたが、第1報の防災薬剤も含めどの防災薬剤も熱特性が異なっていることから、本試験法から

は防災性能に係る一定の変化を確認することはできなかったものである。

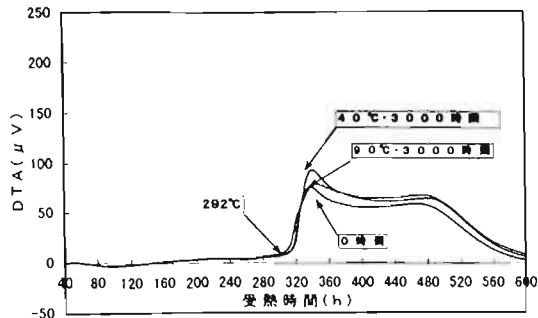


図3 A薬剤の示差熱曲線

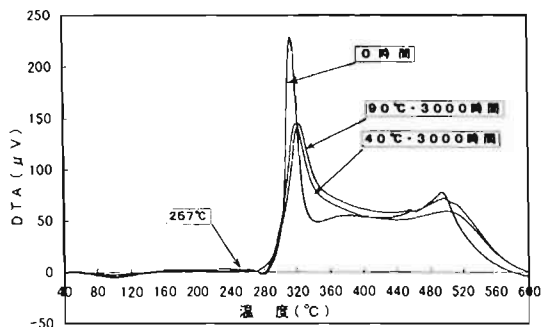


図4 B薬剤の示差熱曲線

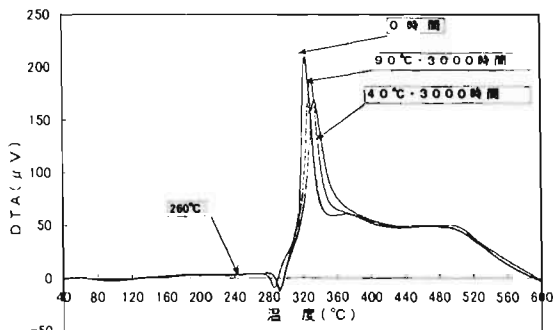


図5 C薬剤の示差熱曲線

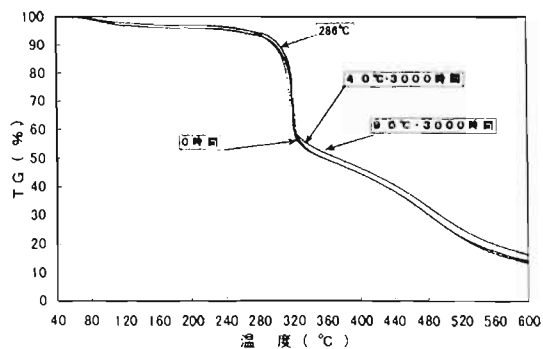


図6 A薬剤の熱重量曲線

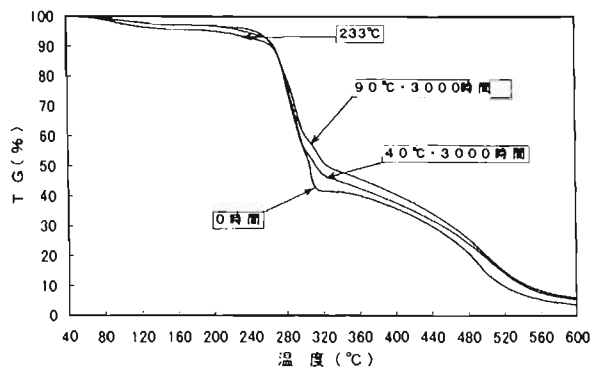


図7 B薬剤の熱重量曲線

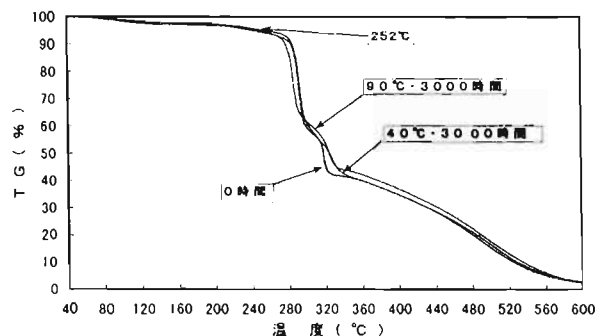


図8 C薬剤の熱重量曲線

(3) 酸素指数法

酸素指数法による受熱時間と酸素指数値の関係を図9に示す。

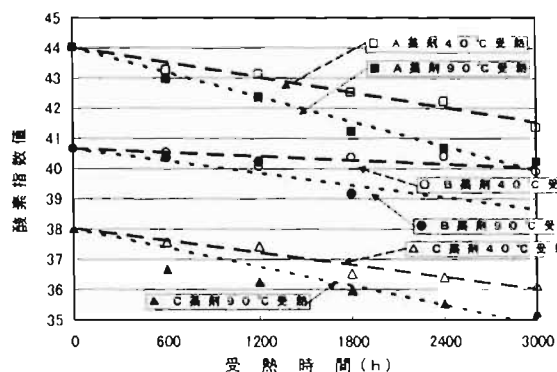


図9 受熱時間と酸素指数値

ア 90°C受熱の試験体は、受熱時間が長くなるほど酸素指数値が低下する傾向を示した。

イ 40°C受熱の試験体でも、酸素指数値の減少率は少ないものの低下傾向を示した。

このことから、酸素指数値が低下したことは、低い温度で受熱しても、燃え易くなることを示している。

また、A、B、Cの各防災薬剤において、90°C受熱の試験体同様、40°C受熱の試験体についても、炭化面積の増加と酸素指数値の減少傾向に相関性を確認することが

できた。

なお、45°法の炭化面積と酸素指数法の相関関係を図10から図12に示す。

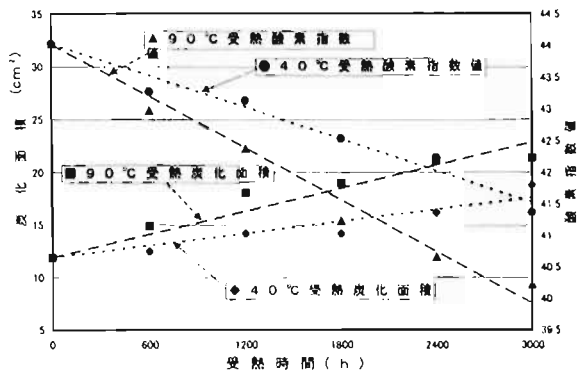


図10 A薬剤の炭化面積と酸素指数値の相関関係

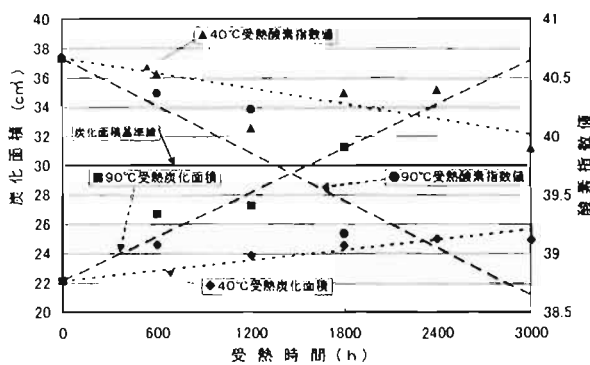


図11 B薬剤の炭化面積と酸素指数値の相関関係

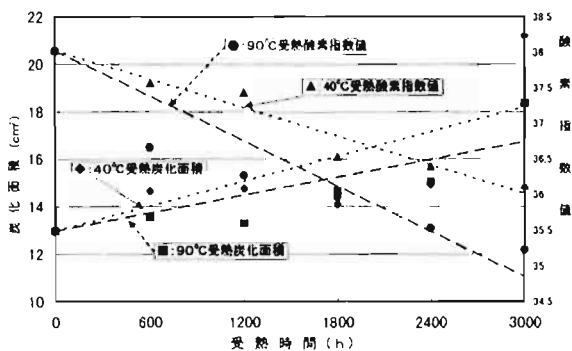


図12 C薬剤の炭化面積と酸素指数値の相関関係

(4) IC法

IC法において、定性・定量分析された防疫薬剤のイオンを単位重量に換算したものが表2から表5である。

その結果を検出薬剤と受熱時間の関係を図13から図14に示す。

ア A薬剤で浸漬した試験体

A薬剤は、有機窒素グアニジン系の防疫薬剤である。A薬剤で浸漬した試験体のIC法による定性分析を見ると、リン酸イオンが検出されたが、他のイオンは極微量な検出量といえる。(グアニジウムイオンを分析すること

はカラム及び検出器等からイオンクロマトグラフでは困難である。)

一方、A薬剤の成分でない硫酸イオンが検出される結果となった。このことから、幕を染める時の硫化染料が湯洗した時に溶出したものと思われる。また、硫酸イオンの定量値を見ると、受熱温度90℃及び40℃とも受熱時間が長くなるほど多く定量された。(表2及び図13を参照)

表2 A薬剤で浸漬させた幕のIC分析結果

90℃受熱			
イオン受熱	リン酸 (mg/g)	硫酸 (mg/g)	アンモニウム (mg/g)
0時間	76.411	1.566	0.103
600時間	72.089	4.397	0.392
1200時間	82.178	5.083	0.247
1800時間	57.278	5.476	0.189
2400時間	60.879	6.071	0.184
3000時間	50.165	6.094	0.185
40℃受熱			
イオン受熱	リン酸 (mg/g)	硫酸 (mg/g)	アンモニウム (mg/g)
0時間	76.411	1.566	0.103
600時間	92.302	1.814	0.547
1200時間	76.597	1.965	0.425
1800時間	73.147	2.219	0.315
2400時間	95.293	2.893	0.304
3000時間	66.618	2.744	0.237

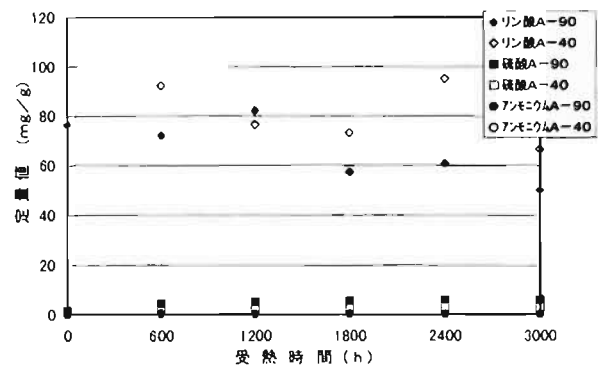


図13 A薬剤のIC法によるイオン分析結果

イ B薬剤で浸漬した試験体

B薬剤は、有機リン化合物であるポリリン酸カルバメート(リン酸-尿素の縮合物)と有機硫黄化合物であるポリ硫酸カルバメート(硫酸-尿素の縮合物)及び臭化アンモニウムの混合物であり、IC法の分析結果を見ると、リン酸イオン、臭素イオン、硫酸イオン、アンモニウムイオンが検出され、定量値は、受熱時間に関係なくほぼ一定の定量値となった。

湯洗した幕からは、A薬剤のような硫酸イオンの増加傾向は見られなかった。(表3及び図14参照)

表3 B薬剤で浸漬させた幕のIC分析結果

90℃受熱				
イオン受熱	リン酸 (mg/g)	臭素 (mg/g)	硫酸 (mg/g)	アンモニウム (mg/g)
0時間	11.638	27.677	5.291	8.632
600時間	12.422	32.151	8.697	7.177
1200時間	13.251	26.052	8.800	7.370
1800時間	13.894	27.316	9.227	7.255
2400時間	17.042	31.389	8.157	7.020
3000時間	11.462	26.878	6.861	5.878
40℃受熱				
イオン受熱	リン酸 (mg/g)	臭素 (mg/g)	硫酸 (mg/g)	アンモニウム (mg/g)
0時間	11.638	27.677	5.291	8.632
600時間	24.024	35.457	6.995	9.606
1200時間	21.440	30.607	6.619	8.271
1800時間	21.604	28.953	6.583	7.918
2400時間	19.912	27.324	6.489	7.712
3000時間	21.690	29.204	7.010	7.821

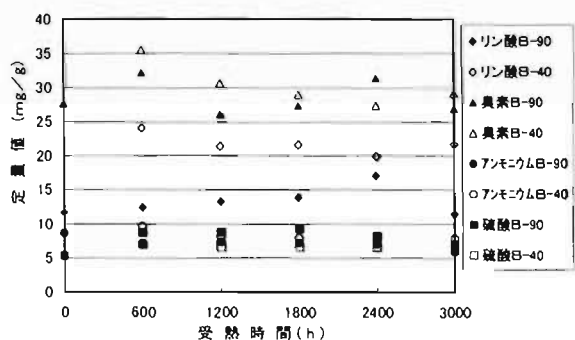


図14 B薬剤のIC法によるイオン分析結果

ウ C薬剤で浸漬した試験体

C薬剤は、スルファミン酸アンモニウムとメチロール化リン酸グアニル尿素の混合物であり、IC法の分析結果を見ると、リン酸イオン、硫酸イオン及びアンモニウムイオンが検出され、定量値は、受熱温度が高いほど定量値が大きい結果となった。(表4及び図15参照)

今回のIC法は、防災薬剤の定量値による防災性能の変化を把握することはできなかった。その理由として、防災薬剤成分の含有量が不明であったことである。

しかし、今回の実験で、防災薬剤に使用されていない硫酸イオンが検出されたこと。並びに、防災薬剤であるリンや有機硫黄含有物や有機窒素含有物は、受熱温度による影響の違いや定量値に差がでるなどの問題点が生じたため、防災薬剤の成分や構造並びに、舞台幕に使用される染料等との関わりについて今後調べる必要があると

思われる。

表4 C薬剤で浸漬した幕のIC分析結果

90℃受熱			
イオン受熱	リン酸 (mg/g)	硫酸 (mg/g)	アンモニウム (mg/g)
0時間	8.224	1.399	8.003
600時間	3.304	42.993	10.264
1200時間	3.575	51.645	10.301
1800時間	5.841	69.805	11.863
2400時間	5.457	62.328	10.231
3000時間	8.252	73.163	11.206
40℃受熱			
イオン受熱	リン酸 (mg/g)	硫酸 (mg/g)	アンモニウム (mg/g)
0時間	8.224	1.399	8.003
600時間	9.385	1.888	8.554
1200時間	8.686	2.216	7.978
1800時間	9.553	3.170	9.323
2400時間	10.82	3.922	9.757
3000時間	10.662	5.087	9.352

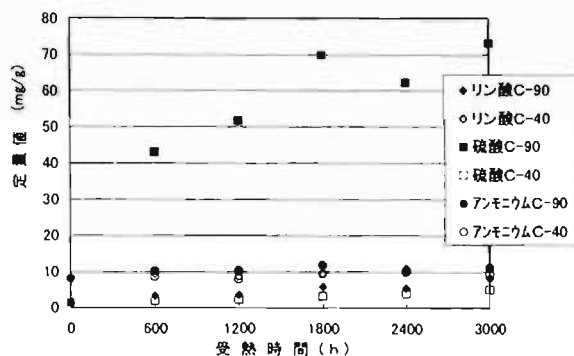


図15 C薬剤のIC法によるイオン分析結果

(5) 電顕法

ア 防災薬剤の付着状況の確認

C薬剤で浸漬した試験体の付着状況の経時的変化を確認するため、走査型電子顕微鏡により倍率500倍で撮影したものが写真1から写真6である。

防災未処理の繊維と防災処理を施したものとを比較すると、防災薬剤の付着状況が確認できる。また、受熱温度90℃により、300時間、600時間、900時間、1200時間受熱した薬剤の付着状況の比較を試みたが、薬剤の変化を捉えることはできなかった。

イ 防災薬剤の同定

A, B, C薬剤で浸漬した試験体の主な元素分析の結果について写真7から写真16に示す。

(ア) 写真7は、A薬剤で浸漬した試験体である。写真8では、写真7中央の結晶化部分が、「リン」と同定された。写真9で、白く全体的に分布しているのが「硫黄」

と同定された。

(イ) 写真10は、B薬剤で浸漬した試験体である。写真11から写真13は各元素を同定したものである。
(ウ) 写真14は、C薬剤で浸漬した試験体である。写真15及び写真16は各元素を同定したものである。

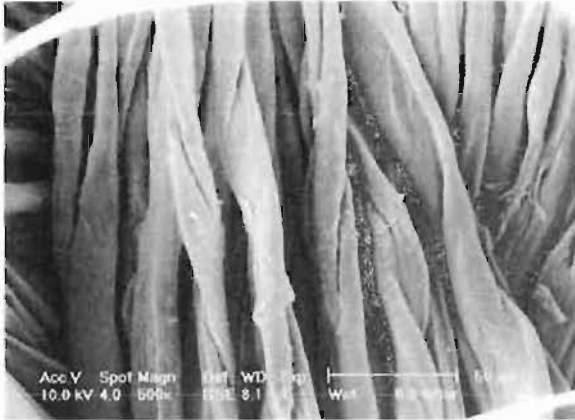


写真1 防炎未処理の幕



写真2 防炎処理した幕 (C薬剤)

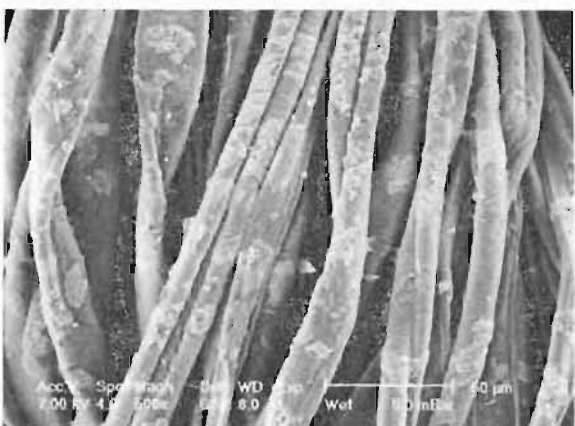


写真3 受熱90°C, 300時間 (C薬剤)



写真4 受熱90°C, 600時間 (C薬剤)

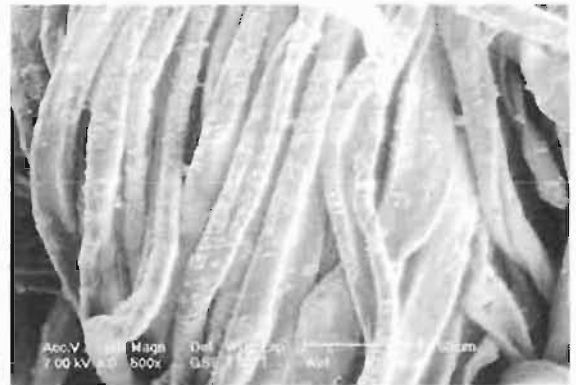


写真5 受熱90°C, 900時間 (C薬剤)



写真6 受熱90°C, 1200時間 (C薬剤)



写真7 A薬剤を浸漬した試験体
(観察条件 1000倍)

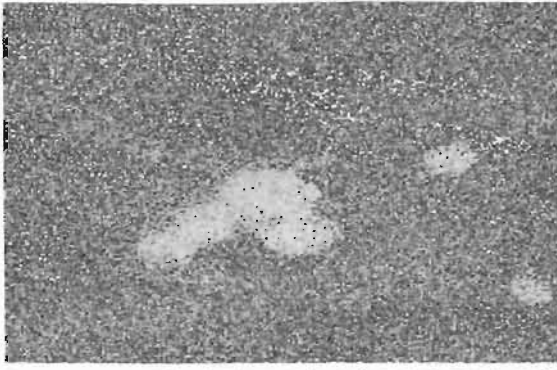


写真8 リンの同定 (写真7の中央部の原系表面に結晶化した白色部分が「リン」と同定)

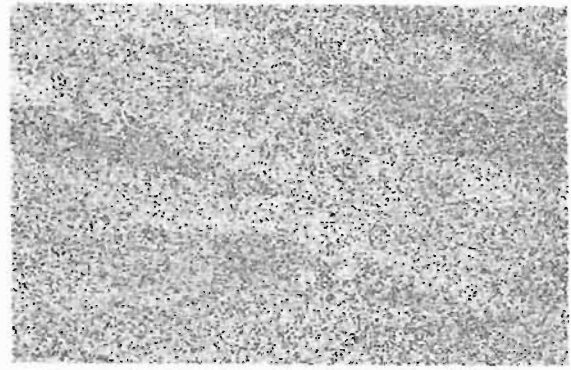


写真12 硫酸の同定 (全体的に白色が分布している部分が「硫酸」と同定)

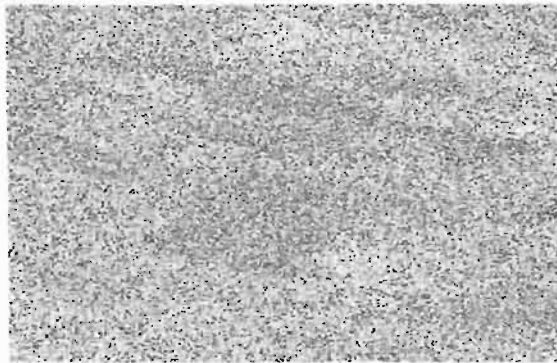


写真9 硫酸の同定 (全体的に白色が分布している部分が「硫酸」と同定)

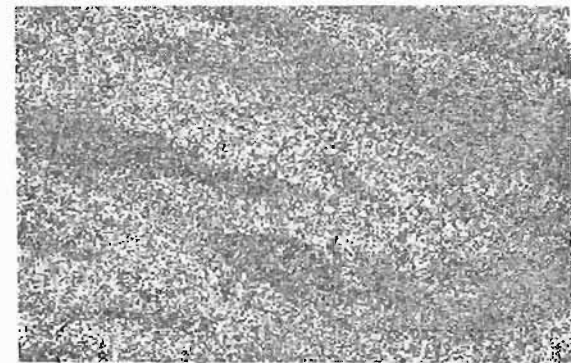


写真13 臭素の同定 (白色部分が「臭素」と同定)



写真10 B薬剤を浸漬した試験体 (観察条件 1000倍)

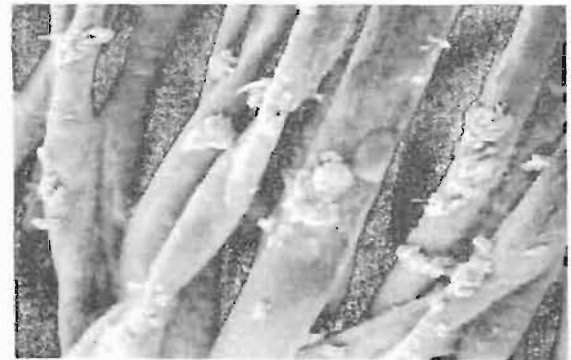


写真14 C薬剤を浸漬した試験体 (観察条件 1000倍)

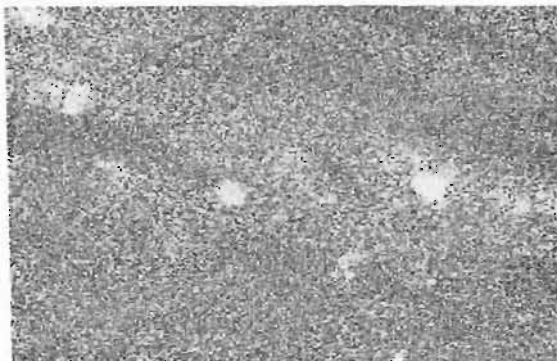


写真11 リンの同定 (原系表面に結晶化した白色部分が「リン」と同定)

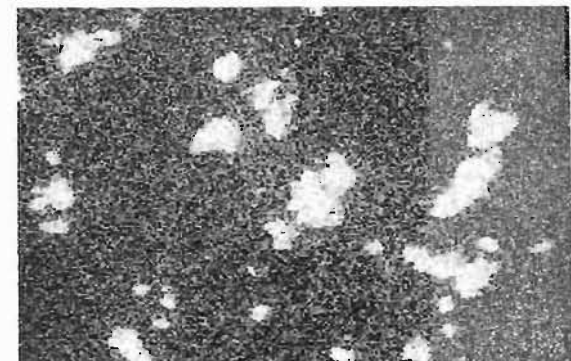


写真15 リンの同定 (原系表面に結晶化した白色部分が「リン」と同定)



写真16 全体的に白色が分布している部分が「硫黄」と同定

5 まとめ

今回、浸漬法により防炎加工を行った舞台幕は、3種類の防炎薬剤とも受熱環境における促進試験では経時的に防炎性能が低下することが45°法及び酸素指数法により確認された。また、各実験結果から考察すると次のことが言える。

- (1) 受熱温度が低くても、防炎性能が低下する。
- (2) 消防法に規定する防炎性能試験法である45°法における試験結果と酸素指数法の試験結果に相関性が確認された。
- (3) 非破壊的な試験方法として検証したIC法並びに電顕法からは、防炎性能の変化を把握するには至らなかった。

6 今後の課題等

- (1) 受熱環境下では、防炎性能が低下することが確認されたが、舞台幕の促進条件による研究データと実際に使用されていた舞台幕の防炎性能を比較することが肝要である。
- (2) IC法における防炎薬剤の定性・定量分析結果では、含有されていない薬剤が同定されたことから、染料について文献調査²⁾したところ、綿（貫八別珍）の舞台幕の多くは、綿を染色するのに硫化染料が使用されていることが明らかとなり、硫化染料から硫酸イオンが溶出したものと考えられる。
- (3) 綿の電気抵抗は、文献によるとかなり高く、乾燥状態であれば、約 $6.5 \times 10^{11} [\Omega]$ ³⁾でかなり帯電性を帯びることから、周囲の埃等を吸引し易い性質を有している。このことから、埃が付着した場合の防炎性能への影響も考慮する必要がある。
- (4) 劇場の環境は、公演中の湿度は環境基準から約60%以内に設定されているが、公演のない日等では、約70%前後となるデータも見受けられる。そこで、水溶性の防炎薬剤は、湿度の影響を受けやすいことから、多湿環境が及ぼす舞台幕の防炎性能低下への影響も今後の課題として考慮する必要がある。⁴⁾

今後もあらゆる機会を捉えて、防炎物品等の性能の確認及び周囲環境による防炎性能の変化に関する実験も併せて続けていきたいと考える。

[参考文献]

- 1) 小室修、荻野恭久：受熱環境にあった舞台幕の防炎性能の測定法と防炎性能評価法の研究、消防科学研究所報、第35号、PP. 32～38 1998年
- 2) 細田：新染料化学、技報堂、PP. 256～260、1963年
- 3) 石川欣造監修：繊維、三訂版、東京電機大学、P. 16、1997年
- 4) (財)日本防炎協会：繊維と防炎、1983年

STUDY ON THE MEASUREMENT AND THE EVALUATING METHOD CONCERNING THE FLAME RETARDANT PROPERTY OF A DROP CURTAIN IN A HEATED ENVIRONMENT (SERIES 2)

Osamu KOMURO*, Yasuhisa OGINO*

Abstract

In the Series 1, we addressed the following: determination of one of the factors lowering the flame retardant property of drop curtains, the 45-degree angle burning test prescribed in the Fire Service Law, and the method of evaluating the flame retardant property with a curtain strip as test material.

This time we furthered our study, handling what we did not do in last years research. We identified the components of a curtains flame retardant chemicals, varied the temperature of the heat experimentally applied to a curtain, and extended the curtains heat exposure duration.

The following are the results of this test:

- 1 Heat of higher temperature had a greater effect on flame retardant property.
- 2 Heat of lower temperature also had an effect on flame retardant property, and there was a correlation between the carbonized area and oxygen index.

* Second Laboratory