



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETÀ INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UTBM

DOMANDA NUMERO	101980900000106
Data Deposito	29/02/1980
Data Pubblicazione	29/08/1981

Priorità	023.051
Nazione Priorità	US
Data Deposito Priorità	22-MAR-79

Priorità	091.030
Nazione Priorità	US
Data Deposito Priorità	05-NOV-79

Titolo

PROCEDIMENTO PER IL TRATTAMENTO DEL LEGNO E PRODOTTO RELATIVO.
--

DOCUMENTAZIONE RILEGATA

48053 A/80

Descrizione dell'invenzione avente per titolo:

MIN/vt/1008p

"PROCEDIMENTO PER IL TRATTAMENTO DEL LEGNO E PRODOTTO
RELATIVO"

a nome della ditta

ENVIROSOL SYSTEMS INTERNATIONAL, LTD.

a Orinda, California (U.S.A.)

Inventori: Sigg. Ramesh Chander Vasishth

Dodwell Palitha De Silva

RIASSUNTO DELL'INVENZIONE

Nella sua realizzazione particolare, la presente invenzione realizza il deposito permanente di miscele chimiche specifiche all'interno delle pareti cellulari delle fibre legnose, la miscela delle sostanze chimiche da depositare essendo stata sciolta in acqua oppure in miscele acqua-solvente miscibile in acqua, in modo da far rigonfiare la parete cellulare legnosa per raggiungere la massima penetrazione delle sostanze chimiche nella parete stessa. Le sostanze chimiche prescelte sono tali che almeno uno dei componenti la miscela comprende molecole di piccole dimensioni capaci di entrare nello spazio vuoto all'interno delle pareti cellulari in presenza del solvente e di essere trasformate a condizioni ambiente, sia da sole che con l'aiuto di altre sostanze chimiche presenti che posso

RACHELI - FIAMMENGHI - FIAMMENGHI
Via Quattro Fontane 31 - 00184 ROMA

no agire da catalizzatori, in forma insolubile in acqua, catturando contemporaneamente altre sostanze chimiche solubili in acqua che possono essere presenti nella miscela, in modo da eliminare o ridurre notevolmente la tendenza dell'intera miscela a essere lisciviata durante il trattamento successivo del legno con acqua oppure con soluzioni contenenti acqua.

DESCRIZIONE DELL'INVENZIONE

Procedimento di trattamento del legno per migliorarne le proprietà comprendente: contatto del legno da trattare con una quantità sufficiente di resina diluibile in acqua in un solvente miscibile con acqua ed acqua per far depositare detta resina sulle pareti cellulari delle fibre del legno, detta resina contenendo molecole di grandezza tale da entrare negli spazi vuoti in dette pareti cellulari, e trasformazione della resina su dette pareti cellulari in forma idroinsolubile. Il trattamento migliora la stabilità dimensionale e la resistenza al restringimento del legno a contatto con l'acqua.

Ulteriori miglioramenti delle proprietà del legno possono essere ottenuti facendo depositare additivi quali preservanti o agenti per il rallentamento della propagazione di incendio sulle pareti cellulari del legno e fissando all'interno detti additivi con la resi

na resa solubile.

La presente invenzione si riferisce ad un trattamento per il miglioramento delle proprietà del legno. Più in particolare, si riferisce all'impregnazione del legno con resina e facoltativamente con vari additivi quali preservanti ed agenti di rallentamento di incendio.

E' ben noto che il legno si espande e contrae in funzione del grado di rigonfiamento delle sue pareti cellulari.

Le pareti cellulari del legno presentano vari livelli di rigonfiamento a seconda del particolare solvente o vapore di solvente a cui il legno è esposto e della sua affinità con detto solvente o vapore di solvente. Pertanto, l'esposizione ad acqua o vapor acqueo causa un alto grado di rigonfiamento mentre l'esposizione a solventi meno polari o a miscele di solventi, quali una miscela etanolo-xilene, provoca la disidratazione delle pareti cellulari del legno con conseguente contrazione. Inoltre, quando la parete cellulare del legno, costituita essenzialmente da catene cellulari, si rigonfia, essa presenta porosità massima, vale a dire, lo spazio vuoto tra le catene cellulari effettive è elevato, mentre quando non è gonfia la porosità è molto bassa.

Di conseguenza, la dimensione e la quantità delle mo-

lecole che possono essere depositate all'interno delle pareti cellulari dipende dal grado di rigonfiamento delle pareti cellulari stesse. Questa proprietà del legno è stata usata in diversi modi per impartire al legno proprietà specifiche.

A questo scopo, i poliglicoli idrosolubili, quali polietilenglicol con peso molecolare compreso tra 3000 e 6000 circa, possono essere introdotti nelle pareti cellulari allo stato umido o di rigonfiamento (vedasi "New and Better Ways to Dimensionally Stabilize Wood", A.J. Stam, Forest Products Journal, 9 (1959): 3, 107-110, e "PEG of the Woodworker's Heart", Harry C. Leslie, Man Society Technology, A Journal of Industrial Arts Education, 33 (1): 13-16, Sept., Oct., 1973).

Tali poliglicoli presentano bassa tensione di vapore e, contrariamente all'acqua, evaporano solo molto lentamente.

Di conseguenza, detto trattamento è molto efficace per la prevenzione del restringimento e dell'incrinatura del legno. Tale trattamento viene spesso usato per trattare xilografia, statue, etc., al fine di rendere questi oggetti di legno più durevoli quando immagazzinati in atmosfera secca.

Tuttavia, i poliglicoli rimangono solubili in acqua e sono soggetti a lisciviazione quando il legno con essi

trattato viene esposto a condizioni umide. L'utilità di detto trattamento è pertanto molto limitata.

Utilizzando più o meno lo stesso concetto, resine fenoliche e di urea a basso peso molecolare sono state usate per trattare il legno. Per fissare dette resine all'interno delle pareti cellulari del legno è richiesto un successivo trattamento a caldo per rendere insolubile in acqua la resina fenolica. Molto spesso si usa una combinazione di calore e pressione per ispessire ulteriormente il legno. Anche se efficace, tale trattamento richiede un'apparecchiatura particolare e viene pertanto utilizzato solo per la produzione industriale di articoli speciali, per i quali è richiesta resistenza all'acqua oppure resistenza ad agenti chimici o robustezza strutturale oppure una combinazione di detti elementi.

Molti altri polimeri sono stati utilizzati per impregnare il legno. Ad esempio, sono stati usati monomeri del tipo acrilico, poliisocianato e dibromopropilglicidil etero.

Tutti questi trattamenti richiedono un trattamento secondario del legno, dopo lo stadio di saturazione, per polimerizzare in situ i monomeri, al fine di fissare il polimero all'interno del legno. Il trattamento secondario usato più spesso consiste nel riscaldamento

del legno impregnato, quantunque nel caso di monomeri del tipo vinilico, quali gli acrilici, si usi anche l'esposizione ai raggi gamma.

Un eventuale trattamento secondario di impregnazione successiva risulta costoso e scomodo.

Di conseguenza, nessuna delle dette tecniche è risultata particolarmente vantaggiosa a livello industriale.

Anche quando le pareti cellulari del legno sono bagnate oppure rigonfie, solo le molecole di dimensioni relativamente ridotte possono penetrare nelle pareti cellulari del legno. La dimensione effettiva della molecola che penetra nelle pareti cellulari del legno dipende dal grado di rigonfiamento e dai tipi di legno.

I polimeri con elevata dimensione molecolare non penetrano neppure in una parete cellulare del legno rigonfiata. Così, per esempio, le emulsioni di polivinilacetato e di poliacrilato sono state usate per anni per produrre adesivi e vernici per legno.

Contrariamente ai polimeri ottenuti per condensazione, quali la resina fenolica citata in precedenza, la preparazione di dette emulsioni evita la polimerizzazione radicalica oppure a catena, escludendo la presenza di quantità apprezzabili di componenti a basso peso molecolare (vedasi: Text Book of Polymer science, F.W. Billmeyer, Jr., Interscience Publishers, 1966).

Di conseguenza, quando il legno viene trattato con dette emulsioni, le pareti cellulari del legno si rigonfiano a causa della presenza di acqua, ma le molecole del polimero sono troppo grandi per poter penetrare anche nella parete cellulare del legno rigonfiata. Pertanto, il legno acquista un rivestimento protettivo che, però, non influenza le altre caratteristiche del legno, quali la resistenza al restringimento e all'incrinatura. Non è quindi conveniente usare un polimero di grandi dimensioni molecolari impregnato di acqua per raggiungere gli obiettivi della presente invenzione. Si conoscono resine viniliche a basso peso molecolare come le resine acriliche, ma la loro utilità per il trattamento di pareti cellulari del legno per migliorare la resistenza al restringimento, la stabilità dimensionale ed altre proprietà non è stata riconosciuta.

Ad esempio, tali resine sono state consigliate per l'uso in cere per pavimenti come aiuto-livellante. Gli alchidi sono polimeri condensati contenenti una quantità apprezzabile di costituenti a basso peso molecolare ("Text Book of Polymer Science", come sopra). Inoltre, gli alchidi formano reticoli e vulcanizzano, vale a dire, diventano resistenti al solvente e parzialmente infusibili per reazione con aria. In passato,

solo gli alchidi solubili in solventi organici erano comunemente preseti in commercio. I solventi organici in detti alchidi non rigonfiavano le pareti cellulari del legno.

Molti di essi fanno effettivamente restringere le pareti cellulari del legno rimuovendo l'acqua e riducendo la porosità del legno. Più o meno nel corso dell'ultimo decennio, gli alchidi solubili in acqua oppure in una miscela di solventi polari e acqua sono stati ampiamente usati in finiture industriali quali rivestimenti per macchine lavatrici, frigoriferi, automobili, ecc. Tuttavia, non ci si era resi conto del fatto che detti alchidi costituiscono anche una base per impartire le tanto richieste proprietà di riduzione del restringimento e della spaccatura e di introduzione di una certa stabilità dimensionale, oltre a prevenire o ritardare l'incendio del legno in modo sostanziale e permanente, senza richiedere il trattamento secondario di impregnazione successiva per riscaldamento o esposizione ai raggi gamma.

La semplice esposizione all'aria è sufficiente a farli reticolare per formare un polimero in situ.

Inoltre, essendo in soluzione in acqua e contenendo un'elevata quantità di molecole piccole ma reattive, essi sono dotati di un'eccellente potere di penetra-

zione nelle pareti cellulari del legno.

Il componente chimico in grado di essere trasformato in forma idrosolubile usato nella presente invenzione può essere un alchide diluibile in acqua oppure un alchide modificato diluibile in acqua. Esempi di tali alchidi sono alchidi molto, poco, medio-oleosi diluibili in acqua, attualmente messi in commercio da numerosi produttori e ben noti nell'industria dei rivestimenti industriali.

Anche alchidi modificati, quali alchidi uretano modificati, sono disponibili in commercio e conosciuti nel campo.

Tali alchidi oppure alchidi modificati sono generalmente solubili in acqua oppure in miscele acqua-solvente polare in soluzioni quasi neutre o leggermente alcaline.

Esempi di solventi polari sono butanolo o alcoli superiori, chetoni, butil cellosolve, butil carbitolo, propasolo, e N-metil pirrolidone. Per informazione, ricordiamo che le resine alchidiche vengono preparate combinando acidi sintetici dibasici, quali anidride ftalica, anidride isoftalica, anidride trimelitica, con olii grassi sintetici o naturali, cioè gliceridi di acidi grassi. Gli acidi grassi o i loro gliceridi generalmente usati contengono miscele di acidi grassi

con catena di lunghezza variabile e grado di insaturazione nella catena variabile. Gli alchidi possono venire addizionalmente modificati per combinazione con vari glicoli. Esempi di glicoli comunemente usati sono il pentaeritritoldietilenglicol. Cambiamenti più drastici delle proprietà degli alchidi possono essere realizzati provocandone la reticolazione per addizione di isocianati, quali toluendiisocianato. Questi ultimi alchidi sono normalmente chiamati alchidi uretano-modificati. Gli alchidi uretano-modificati essiccati danno finiture molto più resistenti rispetto agli alchidi diversamente modificati.

Altri esempi di alchidi modificati includono alchidi modificati per reazione con resine naturali, quali rosina, oppure con altre resine sintetiche quali le fenoliche, ammino resine, resine siliconiche, oppure per reazione con ammidi, stirene e simili. Il peso molecolare finale o il grado di polimerizzazione degli alchidi viene controllato aggiungendo quantità controllate di un eccesso di uno dei reagenti, acidi grassi o glicoli. Di conseguenza, gli alchidi finiti contengono in genere piccole quantità di gruppi idrossilici oppure di gruppi acidi o di entrambi che non hanno reagito.

Gli alchidi prodotti usando rapporti relativamente bas

si di acidi polibasici sintetici- acidi grassi sono chiamati alchidi molto oleosi, quelli prodotti con rapporti molto elevati sono detti alchidi poco oleosi, e quelli prodotti usando un rapporto intermedio sono chiamati alchidi medio oleosi.

Le resine alchidiche del tipo suddetto sono solubili nei solventi di idrocarburi sia aromatici che alifatici, ed insolubili nella maggior parte dei solventi polari quali acqua, metanolo e butanolo. Recentemente, le resine alchidiche sono state fatte reagire con varie sostanze chimiche per migliorare la loro solubilità nei solventi polari. Ciò può essere ottenuto incorporando gruppi molto polari nella struttura alchidica. Ad esempio, l'alchide può essere preparato usando un eccesso di acido, il prodotto finale avendo un numero acido variabile tra 10 e 100 circa, preferibilmente tra 20 e 60 circa. I gruppi acidi vengono poi parzialmente o totalmente neutralizzati usando un'ammina oppure ammoniacca od una combinazione di ammine ed ammoniacca. I prodotti così preparati sono poi solubili in tali solventi polari quali metanolo, butanolo, carbitolo, butil cellosolve (etilenglicol monobutil-etero) e miscele di tali solventi con acqua.

Per raggiungere la solubilità totale, si possono usare miscele di solventi del tipo suddetto. Ad esempio,

alcuni di questi alchidi sono dotati di maggiore solubilità in solventi più alti bollenti quali butil carbitolo (dietilenglicol monobutiletere) o butil cellosolve, e l'aggiunta di tali solventi può aumentare la quantità di acqua che può essere usata come parte del sistema solvente.

Proprio queste resine alchidiche modificate per dissoluzione in solventi polari sono utili per la presente invenzione e sono quindi indicate come alchidi diluibili in acqua. Oltre a questi alchidi semplici poco, medio oppure molto oleosi, alchidi modificati per reazione con isocianati, composti acrilici o altre sostanze chimiche adatte, usate comunemente per modificare gli alchidi, possono essere usati per attuare la presente invenzione. Queste modifiche sono uguali a quelle usate con alchidi a base di solvente organico che vengono successivamente modificati con gruppi acidi neutralizzabili per renderli solubili in solventi polari. E' da notare che la presente invenzione non è limitata ai tipi di alchidi modificati qui discussi. La presente invenzione può essere realizzata con qualsiasi sistema polimerico diluibile in acqua e solubile in solventi polari, oppure miscele di solventi polari, oppure miscele di solventi polari e acqua, e convertibile in forma idroinsolubile, ad esempio attraverso vulcanizzazione per esposizione alla _____

aria, evaporazione dell'acqua, oppure volatilizzazione di un componente amminico solubilizzante in acqua a temperatura e pressione ambiente.

Per ottenere i risultati migliori, qualunque sia la resina prescelta, essa dovrebbe contenere almeno il 5% in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa. Ciò favorisce la penetrazione nello spazio vuoto all'interno della parete cellulare legnosa. Le molecole più grandi, le quali sono troppo grandi per entrare nello spazio vuoto nella parete cellulare legnosa, formano uno strato protettivo e decorativo sulla superficie del legno. Quantunque tutti i sistemi polimerici diluibili in acqua del tipo descritto in precedenza siano adatti per la presente invenzione, è comprensibile come alcune resine siano più soddisfacenti di altre in una particolare applicazione. Ad esempio, la stabilità del sistema solvente della resina è diversa e la precipitazione della resina può avvenire più velocemente in certi sistemi che in altri. E' stato notato che la scelta della resina è più critica, per quanto riguarda la stabilità, in soluzioni di resina più diluite contenenti meno del 20% in peso circa della resina. In tali soluzioni si possono esaminare diverse resine per selezionarne una avente proprietà ottimali.

Esempio III riportato di seguito illustra un sistema resina-solvente dotato di stabilità relativamente a lungo termine a basse concentrazioni di resina.

Così come gli alchidi diluibili in olio oppure in solvente organico, gli alchidi diluibili in acqua oppure gli alchidi modificati reagiscono con l'ossigeno in presenza di aria e formano un reticolato per dar luogo ad un prodotto insolubile in acqua. La velocità di reticolazione può essere aumentata in modo sostanziale aggiungendo piccole quantità, in genere dallo 0,05 allo 1,0% in peso, di catalizzatori, quali essiccanti.

Esempi di essiccanti che possono essere usati sono naftenati di calcio, cobalto, manganese e zirconio oppure sali chelati di calcio, cobalto, manganese oppure zirconio. E' stato sorprendentemente scoperto che le suddette soluzioni di alchide diluibile in acqua penetrano, quando applicate al legno, nella parete cellulare legnosa e diventano insolubili in acqua per successiva esposizione all'aria. Esse possono pertanto essere usate per stabilizzare le pareti cellulari del legno, in modo da impartire una stabilità dimensionale notevolmente migliore oppure una tendenza ridotta all'espansione ed alla contrazione collegate a variazioni di umidità. E' stato anche sorprendentemente scoperto che altre sostanze chimiche che sono

normalmente solubili in acqua oppure nella suddetta soluzione alchidica, quando usate insieme a dette soluzioni di alchidi o alchidi modificati, penetrano anch'esse nelle pareti cellulari legnose e per successiva vulcanizzazione all'aria dell'alchide o dell'alchide modificato si fissano al legno e sono sostanzialmente non lisciviabili con acqua.

Pertanto, oltre ad impartire stabilità dimensionale al legno, la presente scoperta può essere usata per trattare il legno con un certo numero di sostanze chimiche che conferiscono al legno lunga durata ed altre proprietà speciali.

In questo modo, sostanze chimiche per il rallentamento di incendio, che sono normalmente solubili in acqua, possono essere usate per impartire al legno con esse trattato le proprietà dei ritardanti di incendio durevoli e non lisciviabili con acqua. In modo analogo, preservanti del legno solubili in acqua, sia organici che inorganici, possono essere introdotti nel legno e, per vulcanizzazione dell'alchide o dell'alchide modificato, resi non lisciviabili, il che conferisce al legno la capacità di trattenere detti composti anche quando usato bagnato ed umido.

La presente invenzione può essere utilizzata in vari modi.

Ad esempio, se si desidera impartire al legno resistenza al restringimento e stabilità dimensionale, può bastare un semplice trattamento con una soluzione di alchide diluibile in acqua contenente essiccanti opportuni, seguito da essiccamento all'aria. La quantità di materiale depositato nelle pareti cellulari legnose è proporzionale alla concentrazione del materiale nella soluzione di trattamento.

Questo vale sia per il polimero legante che per gli altri ingredienti, quali i preservanti o i ritardanti di incendio.

Il polimero legante può essere usato sia concentrato al 70% in peso circa sia a bassa concentrazione pari al 5% in peso circa. In genere si preferiscono le miscele a concentrazione compresa tra 5 e 30% in peso circa poichè al di sopra di questo intervallo di concentrazione la viscosità della soluzione è molto elevata. Le soluzioni molto viscose impiegano molto tempo per saturare il legno.

La viscosità può essere almeno in parte abbassata riscaldando la soluzione. Comunque, da un punto di vista esclusivamente pratico è più conveniente usare temperatura ambiente ed intervalli di concentrazione più bassa.

Quantunque concentrazioni di circa il 5% in peso di

legante della resina mostrino un chiaro miglioramento nella stabilità dimensionale del legno trattato e nel fissaggio di altri additivi all'interno, una concentrazione pari ad almeno l'8% in peso circa di resina dovrebbe essere usata quando si desidera evitare in modo sostanziale la lisciviazione con acqua degli additivi. La quantità di preservanti del legno oppure di miscele di preservanti del legno usata dipende dal grado di protezione desiderato.

Il pentaclorofenolo, ad esempio, può essere usato in intervalli di concentrazione compresi tra 0,5 e 6% in peso circa, preferibilmente tra 2 e 5% in peso circa.

Gli addotti dell'ossido di tributil-stagno, d'altronde, vengono generalmente usati in intervalli di concentrazione tra 5 e 15% in peso circa, in funzione ancora del grado di protezione richiesto. Altre sostanze chimiche contemplate per il trattamento del legno sono rame-8-chinolinolato e ammonio borato di rame. Il legno può essere trattato successivamente oppure contemporaneamente con preservanti, ritardanti di incendio e legante di resina.

Nel caso in cui il legno venga trattato prima con un ritardante di incendio oppure con un preservante del legno e poi con il legante del sistema in oggetto, si possono ottenere livelli di protezione superiori a

quelli raggiungibili con un trattamento simultaneo.

Ad esempio, un ritardante di incendio quale borace può essere compatibile con il sistema legante in oggetto solo fino a 4% in peso, mentre è necessario depositare all'interno del legno una quantità superiore per raggiungere il livello di protezione anti-incendio desiderato. In tali circostanze il legno potrebbe essere trattato prima con 10-15% in peso di borace in acqua e poi con il legante del sistema in oggetto per fissare una concentrazione superiore di borace nelle pareti cellulari. Il legante della resina ed altre sostanze per il trattamento del legno possono essere portati a contatto con il legno usando una qualsiasi tecnica opportuna.

I procedimenti convenzionali quali spazzolatura, vaporizzazione, immersione oppure esposizione del legno al vuoto prima e alla soluzione di trattamento poi, sotto pressione, a temperatura ambiente o superiore, sono tutti contemplati in funzione del legno e del grado di penetrazione desiderato. Pigmenti, coloranti, concentratori, agenti diluenti e riempitivi, sia organici che inorganici, del tipo convenzionale possono essere inclusi a scelta nelle formulazioni.

Esempio I

Il miglioramento delle proprietà del legno apportato

dalla presente invenzione si riflette sulla resistenza del legno a alterazioni dimensionali dovute a cambiamenti di umidità ed anche ad alterazioni dimensionali del legno stesso.

Su campioni di acero di circa $1,5 \text{ cm}^3$ impregnati con soluzioni al 20, 40 e 60% (in peso) di resina, ed essiccati all'aria per due settimane, sono state rilevate le seguenti variazioni percentuali nelle dimensioni al livello di umidità di saturazione ed allo stato secco.

Resina in soluzione	Tangenziale	Radiale
(% in peso)	(%)*	(%)*
0	112.18	105.46
20	110.25	103.86
40	109.24	103.34
60	104.94	101.83

* Dimensione a saturazione x 100

Dimensione su essiccamento in stufa

I suddetti risultati sono stati ottenuti immergendo per una notte i campioni di legno nelle soluzioni di resina riportate nella tabella che segue.

Dopo un periodo di essiccamento all'aria per due settimane, detti campioni sono stati immersi nuovamente in acqua per una notte. L'essiccamento in stufa a 150°C fino a peso costante è stato poi attuato (gene-

ralmente in tre ore circa).

Ingredienti

(in peso)	60%	40%	20%
Alchide medio oleoso	627.0	412.0	200.0
diluibile in acqua.			
80% in butil Cellosolve			
Idrossido d'ammonio 28%	36.0	24.0	12.0
Butil Cellosolve	34.6	77.6	120.0
Acqua	138.4	310.4	480.0
6% Cobalto Naftenato*	4.0	2.7	1.3
18% Zr Naftenato*	2.0	1.3	0.7
Activ-8*	2.8	1.9	0.9
BYK 301**	6.0	4.0	2.0
TOTALE	836.0	824.0	812.0

*6% Co Naftenato, 18% Zr Naftenato e Activ-8 sono essiccanti.

**BYK 301 è un agente di bagnatura.

L'aver impregnato il legno con la soluzione ha ovviamente prodotto un notevole miglioramento, della stabilità dimensionale ed ha impartito una maggiore stabilità dimensionale in direzione tangenziale. E' anche significativo il fatto che il trattamento rende uguali i cambiamenti dimensionali sia nella direzione tangenziale che radiale.

Il miglioramento nella stabilità dimensionale dimostra

anche la penetrazione efficace del polimero nella parete cellulare. Risultati simili sono stati ottenuti trattando con le soluzioni di cui sopra campioni di legno di tiglio americano, pino da zucchero, pioppo giallo.

In questa ricerca si è anche scoperto che il legno trattato con la soluzione di resina e poi vulcanizzato all'aria per una settimana non riacquista le sue dimensioni originarie. La variazione percentuale delle dimensioni a seguito di tale trattamento per l'acero è riportata di seguito.

Concentrazione di resina (% in peso)	Tangenziale (%)*	Radiale (%)*
0	0	0
20	103.4	101.45
40	103.86	102.15
60	105.81	102.64

* $\frac{\text{Lunghezza del campione trattato (essiccamento in stufa)}}{\text{Lunghezza del campione non trattato (essiccamento in stufa)}} \times 100$

Ciò è un'ulteriore dimostrazione del fatto che il polimero penetra in modo efficace nelle pareti cellulari del legno.

Esempio II

Oltre ad impartire stabilità dimensionale, il tratta-

RACHELI - FRAMMERCH - FRAMMERCH
Via Quattro Fontane 31 - 40134 BOLOGNA

mento del legno in oggetto produce anche un notevole miglioramento nella resistenza al restringimento. Ciò è stato dimostrato prendendo in esame tre campioni equivalenti di quercia rossa.

Campione 1 è stato semplicemente essiccato in forno ed appariva relativamente privo di segni di restringimento.

Campione 2 è stato essiccato in forno, saturato con acqua mediante immersione in acqua per circa 20 minuti e quindi essiccato in stufa. Numerosi segni di restringimento sono visibili.

Campione 3 è stato essiccato in forno e poi immerso nel sistema polimerico riportato nella tabella che segue. Dopo essiccamento in stufa solo pochi segni di restringimento erano visibili.

Ingredienti (in peso)

Alchide medio oleoso diluibile in acqua	248.70
80% in butil Cellosolve	
Idrossido d'Ammonio 28%	15.00
Butil Cellosolve	59.51
Acqua	493.93
Tinuvin 328*	4.46
6% Cobalto Naftenato	1.24
18% Zr Naftenato	0.62
Active-8	1.36

BYK 301	2.60
---------	------

TOTALE	827.42
--------	--------

* Tinuvin 328 è un assorbitore u.v.

Esempio III

E' stato detto in precedenza che i preservanti del legno ed i ritardanti d'incendio normalmente lisciviati dal legno per esposizione all'acqua, ad esempio pioggia, possono essere fissati in modo sostanziale nel legno e resi non lisciviabili con la presente invenzione.

Pentaclorofenolo viene comunemente usato come preservante per il legno. Per la presente applicazione il pentaclorofenolo viene in genere sciolto in una soluzione di idrocarburi aromatici ed alifatici. Tavole di legno trattate con pentaclorofenolo, su lisciviazione con acqua perdono il preservante ad una velocità molto elevata. In questo modo una tavoletta di legno da 1 cm^3 è stata trattata con pentaclorofenolo 5 per cento in peso ed il suo contenuto di cloro è stato analizzato prima e dopo lisciviazione con acqua (un mese) usando l'analisi di dispersione di energia ai raggi X (EDXA. L'analisi per l'assenza di cloro nel campione lisciviato mostra chiaramente che la maggior parte del pentaclorofenolo è stato lisciviato.

Un'altra tavoletta di legno da 1 cm^3 è stata trattata

con una soluzione di pentaclorofenolo 5 per cento in peso e di alchide diluibile in acqua 14 per cento in peso. Il blocco è stato essiccato all'aria per 30 giorni. Anche in questo caso il suo contenuto di cloro è stato analizzato con la tecnica EDXA prima e dopo lisciviazione con acqua (un mese). I risultati mostrano chiaramente che solo una piccola quantità di cloro era scomparsa (il polimero avendo fissato il pentaclorofenolo all'interno del legno).

Questo stesso procedimento può essere usato per aggiungere altre sostanze chimiche al legno quali ritardanti di incendio e renderle non lisciviabili.

* La soluzione di trattamento è stata preparata combinando le miscele A e B illustrate nella tabella che segue.

Miscela A

Pentaclorofenolo	823
Butil Cellosolve	3837
Ammoniaca 28%	<u>180</u>
	4840

Miscela B

Arolon [*] 385	955
Ammoniaca 28%	22
Butil Cellosolve	64
Cobalto idrovulcanizzatore	6.5

Activ-8 4.0

Miscela A 1190

Mescolare per 15 minuti e aggiungere:

Acqua 2700

Regolare il pH a 8.5 con ammoniaca (28%)

*Resina alchidica diluibile con acqua venduta dalla
Ashland Chemical Company.

Esempio IV

Il presente esempio dimostra che, così come il preservante di Esempio III, un ritardante di incendio può essere depositato all'interno delle pareti cellulari del legno e fissato dalla resina contro la lisciviazione con acqua.

Il procedimento di Esempio II è stato ripetuto con l'unica variante di aggiungere alla miscela legante di Esempio II 42 gms (5%) di borato di sodio. Le tavolette di legno usate avevano dimensioni 5 cm x 10 cm x 1/2 cm. Dopo il trattamento, la tavoletta è stata essiccata all'aria a temperatura ambiente per due settimane. E' stata poi tagliata a metà nel senso della larghezza. Una delle metà è stata lavata ripetutamente con acqua ed essiccata all'aria. Le parti della tavoletta lavate con acqua e quelle non lavate sono state esposte ad una torcia accesa mantenuta ad una distanza di 10 cm dal lato di fondo della grana della tavoletta. Entrambe

le tavolette hanno impiegato 8 minuti per carbonizzarsi. Per confronto, una tavoletta non trattata impiegava, sotto le stesse condizioni, 4 minuti per carbonizzarsi.

La descrizione ed il lavoro sperimentale che precedono illustrano la presente invenzione con resine alchidiche diluibili con acqua. Come indicato, l'invenzione può essere realizzata con qualsiasi sistema polimerico diluibile con acqua che sia solubile in solventi polari o miscele di solventi polari ed acqua e possa essere convertito in forma insolubile in acqua. Sotto questo aspetto, le resine che formano uno strato diluibile con acqua, preparate a partire da monomeri vinilici, presentano proprietà vantaggiose per la presente invenzione. Queste resine diluibili con acqua derivate da monomero vinilico vengono convertite in forma insolubile in acqua mediante evaporazione di acqua e formazione di un rivestimento e/o mediante volatilizzazione di ammoniacca o di un'ammina fatta reagire con gruppi acidi nella resina.

Le resine diluibili con acqua a base di monomero vinilico sono convenienti perchè possono essere formulate con una quantità molto inferiore di solvente organico polare rispetto alle resine alchiliche diluibili con acqua. Infatti, certi tipi di dette resine vinili

che non richiedono affatto solvente organico e vengono formulate usando solo acqua come solvente.

Nel caso in oggetto, piccole quantità di solvente organico miscibile con acqua possono essere usate per fornire resina vinilica che forma un rivestimento a condizioni ambiente. L'uso di solo piccole quantità di solvente (in genere meno di 10% in peso circa, e di preferenza meno di 5% in peso della formula) offre vantaggi sia ambientali che economici. I vantaggi funzionali sono più significativi.

A questo proposito, i co-solventi organici utilizzati per rendere diluibile in acqua la miscela di polimero alchidico sono solventi adatti anche per parte delle sostanze chimiche di colore scuro normalmente presenti nel legno. Di conseguenza, l'applicazione di queste soluzioni al legno porta in superficie questi composti di colore scuro, inscurendo il legno e deteriorandone l'aspetto. Inoltre, i solventi organici miscibili con acqua creano difficoltà con alcuni tipi di sostanze chimiche solubili in acqua, quali preservanti del legno e ritardanti di incendio, che vengono aggiunti alla formula. L'aggiunta di alcuni di questi composti alla formula contenente maggiori quantità di solvente organico fa separare la miscela in due strati: uno strato resina - colorante ed uno strato acqua -

RACHELI - FIAMMENCHI - FIAMMENCHI

preservante del legno e/o ritardante di incendio.

Questo fenomeno esclude l'uso della maggior parte di composti solubili in acqua per la formulazione di una soluzione di trattamento unico del legno ed i sistemi contenenti maggior quantità di solvente organico sono pertanto utili solo quando usati insieme a sostanze chimiche dotate di una discreta solubilità nella miscela, quali pentaclorofenolo o ritardanti di incendio solubili in solventi polari. Tali composti sono costosi rispetto ai composti solubili in acqua e spesso non sono così efficaci in quantità simili. L'uso di resine formate da monomeri simili che permettono l'uso di una quantità relativamente piccola di co-solventi organici evita i problemi precedenti presenti nei sistemi che richiedono quantità maggiori di co-solventi organici.

Polimeri formati da monomeri vinilici, quali i polimeri acrilici, sia copolimeri che omopolimeri, vengono generalmente prodotti mediante reazioni che danno luogo ad una distribuzione di peso molecolare relativamente ristretta.

Come per le resine alchidiche, la resina vinilica prescelta dovrebbe contenere almeno il 5 per cento in peso delle molecole di resina presenti con peso molecolare inferiore a 1000 circa e di preferenza al-

meno il 10 per cento in peso circa delle molecole di resina con peso molecolare inferiore a 1000 circa. Nella realizzazione particolare è opportuno che nella formulazione siano presenti molecole sufficientemente più grandi che non possono penetrare nella parete cellulare legnosa e pertanto formano un rivestimento superficiale esterno di protezione e decorazione. A questo scopo, le formulazioni da preferirsi in genere implicano la combinazione di due diversi polimeri vinilici, uno a base di molecole piccole, per la penetrazione nel legno, e l'altro a base di molecole relativamente più grandi, per la formazione di un rivestimento sulla superficie del legno. Le molecole più grandi hanno in genere peso molecolare pari a circa 20.000-200.000 con una formulazione tipica contenente il 95% delle molecole con peso molecolare compreso nell'intervallo di 90.000-110.000.

E' stato scoperto che la maggior parte delle emulsioni preparate mediante polimerizzazione in emulsione di monomeri contenenti gruppi vinilici può essere usata per formulare la soluzione di trattamento. Esempi di monomeri contenenti un gruppo vinilico sono acetato di vinile, metil metacrilato, acrilammide, acrilonitrile, stirene, isoprene ed anidride malica. Questi polimeri possono essere fatti polimerizzare

tra loro per formare omopolimeri. Tuttavia, si preferisce usare una miscela di monomeri selezionata con criterio per controllare proprietà quali la temperatura minima di formazione del rivestimento, la durezza del rivestimento essiccato, ecc.

La polimerizzazione viene generalmente condotta in assenza di ossigeno usando un iniziatore con radicale libero, quale un perossido, avendo sospeso in acqua mediante agitazione il monomero oppure la miscela di monomero e controllandone la temperatura al di sopra della temperatura richiesta per la decomposizione dell'iniziatore. Molte emulsioni acriliche vendute in commercio contengono α -solventi organici che agiscono come concentratori e/o come agenti fondenti. Quando ad essi si aggiungono preservanti del legno solubili in acqua oppure ritardanti di incendio, può intervenire la flocculazione dell'emulsione oppure di uno o più additivi.

Esempi di emulsioni risultate adatte verranno dati in seguito. Si possono usare anche altre emulsioni che formano rivestimenti alla o al di sotto della temperatura ambiente e che sono stabili in presenza degli additivi. I polimeri a basso peso molecolare, sia in forma di emulsione che come soluzioni limpide vengono sintetizzati nel modo descritto in precedenza per la

reazione di polimerizzazione, tranne che un opportuno agente di trasferimento di catena viene incluso nella miscela di reazione. Polimeri in emulsione ad alto o basso peso molecolare, se preparati usando un acido; quale acido acrilico oppure acido metacrilico, oppure una miscela di tali acidi, come parte della miscela monomerica, tendono a formare soluzioni limpide quando ammine oppure ammoniaca vengono aggiunte ad essi per innalzare il pH in campo alcalino, in genere oltre 8 oppure 8.5. Quantunque solubili in questa forma, se usati come leganti oppure formatori di rivestimento, detti polimeri perdono ammoniaca oppure l'ammina volatile (se si usa un'ammina volatile per regolare il pH) per evaporazione e diventano insolubili in acqua.

Quando si usa una miscela di un polimero ad alto peso molecolare e di un polimero a basso peso molecolare, il polimero a basso peso molecolare penetra, insieme all'acqua e agli additivi, nelle pareti cellulari del legno e si deposita all'interno per evaporazione dell'acqua. La frazione ad alto peso molecolare viene aggiunta per formare un rivestimento sulla superficie esterna, onde proteggere il legno dai fattori esterni e per aggiungere un richiamo estetico. L'inclusione di detto componente che forma un rive-

stimento superficiale permette di aggiungere alla soluzione di trattamento anche pigmenti e coloranti, formando così in un'unica miscela una soluzione di trattamento del legno insieme ad un sistema di rivestimento oppure di tintura del legno. Il rapporto in peso ad alto peso molecolare e resina a basso peso molecolare varia in genere tra 95:5 e 50:50 e più spesso tra 90:10 e 70:30 circa. Quando si usano tali sistemi pigmentati, i pigmenti servono anche come assorbitori di luce ultravioletta (UV). E' noto che la luce UV degrada il legno. Di conseguenza, l'inclusione del pigmento serve anche per migliorare la durata del legno. Nei rivestimenti incolori lo stesso obiettivo può essere raggiunto aggiungendo assorbitori UV.

Esempi tipici di assorbitori UV sono dati negli esempi che precedono. Gli esempi che seguono illustrano delle formulazioni tipiche che usano resine formate a partire da monomeri vinilici e che possono essere formulate con una quantità relativamente piccola di co-solvente organico polare.

In Esempio V, sia le resine ad alto peso molecolare che quelle a basso peso molecolare contengono numerosi gruppi acidi che vengono neutralizzati con idrossido d'ammonio.

Il risultato è una soluzione bianca trasparente molto solubile in acqua. Esempio VIII illustra la possibilità da parte della formulazione di incorporare ritardante di incendio e preservante a base di sali inorganici senza causare separazione di fase a causa della concentrazione relativamente bassa di co-solvente organico polare.

Esempio V

Rhoplex B-505*	45.00
Acrisol 527**	4.44
Idrossido d'ammonio, 28%***	1.00
Acqua	46.56
Metil carbitolo	<u>3.00</u>
Totale	100.00

* Rhoplex 505 è un copolimero acrilico ad alto peso molecolare prodotto da Rohm & Haas Company, 40% n.v.

** Acrisol 527 è una soluzione di resina completamente acrilica (basso peso molecolare) prodotta da Rohm & Haas Company, 45% n.v.

*** Idrossido d'ammonio viene usato per regolare il pH e ottenere chiarificazione. I solidi totali della resina della formula di cui sopra sono pari a 20%. Il rapporto tra 8 - 505 e Acrisol 527 sulla base dei solidi è 9.0:1.0.

Esempio VI

Synthemul 40-450*	32.65
-------------------	-------

Acrisol 527	8.88
Idrossido d'ammonio, 28%	2.00
Acqua	52.47
Butil carbitolo	<u>4.00</u>
Totale	100.00

* Synthemul 40-450 è un'emulsione di acetato di polivinile, emulsione di copolimero acrilico, 49% n.v., prodotta da Reichhold Chemicals Inc.

Solidi totali della resina = 20%

Rapporto S- 40 - 450/ Ac 527 = 80:20

Esempio VII

E-1630, 45% n.v.*	40.00
Acrisol 527	4.44
Acqua	52.06
Metil carbitolo	<u>3.50</u>
Totale	100.00

* E-1630 è un'emulsione acrilica sperimentale prodotta da Rohm & Haas Company, n.v. = 45%

Rapporto E-1630/AC-527 = 90:10

Solidi totali della resina: 20%

Esempio VIII

E-1630	40.00
Acrisol 527	4.44
Ritardante di incendio*	10.00
Nylate-10**	2.00

Acqua	40.56
Metil carbitolo	<u>3.00</u>
Totale	100.00

* Il ritardante di incendio viene prodotto mediante neutralizzazione completa di dimetilammina con acido fosforico.

** Nylate-10 è un preservante del legno prodotto da Seymore Chemicals Co. L'ingrediente attivo è rame-8-chinolinolato.

Esempio IX

La formulazione di Esempio VIII è stata usata per essere applicata a due tavolette di cedro giallo 10.16 cm x 20.32 cm.

Il legno è stato immerso nella formulazione per 15 minuti e poi lasciato essiccare all'aria per una notte a temperatura ambiente. Una delle due tavole è stata poi lavata sotto l'acqua corrente di rubinetto per 6 ore e poi lasciata di nuovo per una notte a temperatura ambiente. Le tavole sono state poi esposte alla fiamma di una torcia a fusione mantenuta a 15.24 cm dalla loro superficie.

La fiamma non persisteva su nessuna delle due tavole dopo l'allontanamento della torcia a fusione. Tuttavia, una carbonizzazione locale era visibile dopo un periodo di tempo di 3 minuti. In una tavola di legno

di controllo che non era stata trattata affatto, il legno prendeva fuoco entro 1 minuto dall'esposizione alla fiamma ed il fuoco continuava a bruciare dopo l'allontanamento della torcia.

Questo esperimento dimostra che il ritardante di incendio è risultato efficace nel ridurre la propagazione della fiamma ed è divenuto non lisciviabile, pur essendo in origine un composto solubile in acqua.

Esempio X

Una tavola di quercia bianca di circa 2.54 - 1.27 cm 7.62 cm x 10.16 cm è stata immersa nella formulazione di Esempio VIII per 12 ore ed essiccata all'aria per 24 ore. Una tavola della stessa misura è stata usata come controllo interno.

La tavola trattata e la tavola di controllo sono poi state immerse in acqua per 2 ore ed essiccate in stufa a 121,1°C. L'esame di dette tavole essiccate ha rivelato che la tavola non trattata si era ristretta lungo le cellule radiali mentre la tavola trattata non presentava alcun restringimento in nessuna sua parte. Questo esperimento dimostra che la formulazione di Esempio VIII aveva stabilizzato il legno in modo efficace. Tutto l'esperimento è stato ripetuto omettendo però Acrisol 527 dalla formulazione di Esempio VIII. In questo caso si è notato che sia la

tavola di controllo che quella trattata si restringevano per essiccamento in stufe. Questo esperimento dimostra che il polimero acrilico ad alto peso molecolare non stabilizza in modo efficace il legno, se usato da solo.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per il trattamento del legno allo scopo di migliorarne le proprietà comprendente: messa a contatto del legno da trattare con una quantità sufficiente di resina diluibile con acqua in un solvente miscibile in acqua al fine di depositare una quantità efficace di detta resina nelle pareti cellulari di detto legno, detta resina contenendo molecole di dimensioni tali da poter entrare nello spazio vuoto all'interno di dette pareti cellulari in presenza di detto solvente, e trasformazione della resina all'interno delle pareti cellulari in una forma insolubile in acqua a condizioni ambiente.

2. Procedimento come a rivendicazione 1, in cui detto solvente include acqua.

3. Procedimento secondo rivendicazione 2, in cui detto solvente include un fluido organico miscibile con acqua.

4. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui detta resina è un alchide vulcanizzabile^{all'aria} per essere re-

RACHELI - FIAMMERCHI - FIAMMERCHI
Via Quattro Fontane 21 - 00147 Roma

so insolubile in acqua.

5. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui det
ta resina viene prodotta a partire da un monomero
vinilico.

6. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui det-
ta resina viene prodotta a partire da un monomero
acrilico.

7. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui detta
resina comprende un'emulsione che forma un rivestimento
reso insolubile in acqua per evaporazione del solve
nte.

8. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui det
ta resina contiene gruppi acidi neutralizzati con am-
mina oppure ammoniacca per rendere la resina solubile
in acqua, la volatilizzazione di detta ammina o ammo-
niaca causando l'insolubilizzazione in acqua di det-
ta resina.

9. Procedimento secondo rivendicazione 2, in cui det-
ta resina contiene almeno il 5 per cento in peso di
molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa.

10. Procedimento secondo rivendicazione 9, in cui det
ta resina contiene almeno il 10 per cento in peso cir
ca di molecole con peso molecolare inferiore a 1000
circa.

11. Procedimento secondo rivendicazione 10, in cui

detta resina contiene una percentuale consistente di molecole aventi dimensione molecolare superiore a quella che consente la penetrazione nello spazio vuoto all'interno delle pareti cellulari, dette molecole essendo selezionate per formare un rivestimento superficiale su detto legno.

12. Procedimento secondo rivendicazione 11, in cui dette molecole di dimensione molecolare superiore hanno un peso molecolare pari a circa 20.000-200.000.

13. Procedimento secondo rivendicazione 9, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari a circa 5-70.

14. Procedimento secondo rivendicazione 10, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari a circa 5-30.

15. Procedimento secondo rivendicazione 14, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari ad almeno 8 circa.

16. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui un prodotto chimico addizionale per il trattamento del legno viene portato a contatto con detto legno per depositare una quantità efficace del prodotto chimico all'interno delle pareti cellulari del legno prima di trasformare la resina all'interno delle pareti cellulari in forma insolubile in acqua, e poi fis-

RACHELI - FIZIORELLI - FUMIGLI
Via Galileo Ferraris 31 - 00134 ROMA

saggio del prodotto chimico di trattamento del legno nelle pareti cellulari mediante conversione di detta resina in forma insolubile in acqua.

17. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui un prodotto chimico addizionale per il trattamento del legno in un solvente miscibile con acqua viene portato a contatto con detto legno per depositare una quantità efficace del prodotto chimico all'interno delle pareti cellulari del legno prima di trasformare detta resina all'interno delle pareti cellulari in forma insolubile in acqua, dopodichè detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene fissato nelle pareti cellulari mediante conversione di detta resina in forma insolubile in acqua.

18. Procedimento secondo rivendicazione 16, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è presente nello stesso solvente della resina e viene simultaneamente portato a contatto con la resina in modo da depositare contemporaneamente il prodotto chimico per il trattamento del legno e la resina all'interno delle pareti cellulari.

19. Procedimento secondo rivendicazione 17, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è presente nello stesso solvente della resina e viene simultaneamente portato a contatto con la resina in modo

da depositare contemporaneamente il prodotto chimico per il trattamento del legno e la resina all'interno delle pareti cellulari.

20. Procedimento secondo rivendicazione 16, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene selezionato tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

21. Procedimento secondo rivendicazione 17, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene selezionato tra preservanti del legno e ritardanti di incendio e detto fluido organico miscibile con acqua comprende non più del 10 per cento in peso circa della combinazione resina-solvente.

22. Procedimento secondo rivendicazione 21, in cui detto fluido organico miscibile con acqua comprende non più del 5 per cento in peso circa della combinazione resina-solvente.

23. Procedimento secondo rivendicazione 21 o 22, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è solubile in acqua.

24. Miscela per trattamento del legno comprendente: una resina diluibile in acqua e trasformabile in forma insolubile in acqua per esposizione all'aria a condizioni ambiente, un solvente miscibile con acqua per detta resina, ed una quantità efficace di un prodotto

chimico per il trattamento del legno disperso in detti resina e solvente, detta resina contenendo almeno il 10 per cento in peso circa di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa.

25. Miscela secondo rivendicazione 24, in cui detto solvente include acqua ed un fluido organico miscibile con acqua.

26. Miscela secondo rivendicazione 25, in cui detta resina è a base di monomeri vinilici polimerizzati.

27. Miscela secondo rivendicazione 26, in cui detta miscela contiene meno del 10 per cento in peso circa di fluido organico miscibile in acqua.

28. Miscela secondo rivendicazione 24, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari a 5-70 circa.

29. Miscela secondo rivendicazione 28, in cui detta resina è presente in percentuale in peso pari a 8-30 circa.

30. Miscela secondo rivendicazione 24, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene scelto tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

31. Miscela secondo rivendicazione 26, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è un sale solubile in acqua e detta miscela contiene meno del 5 per cento in peso di fluido organico miscibile in

acqua.

32. Miscela secondo rivendicazione 27, in cui detta miscela contiene una percentuale consistente di molecole aventi dimensione molecolare superiore a quella che consente la penetrazione nello spazio vuoto allo interno delle pareti cellulari del legno, molecole selezionate per formare un rivestimento superficiale sul legno trattato con dette miscele.

33. Miscela per il trattamento del legno come a rivendicazione 32, in cui il rapporto in peso tra la resina ad alto peso molecolare e la resina a basso peso molecolare varia tra 95:5 e 50:50 circa.

34. Miscela secondo rivendicazione 33, in cui il rapporto in peso tra la resina ad alto peso molecolare e la resina a basso peso molecolare varia tra 90:10 e 70:30 circa.

35. Miscela per il trattamento del legno come a rivendicazione 34, in cui detta resina contiene un copolimero acrilico.

36. Miscela secondo rivendicazione 32, in cui detta resina è presente come emulsione.

37. Miscela secondo rivendicazione 32, in cui detta resina contiene gruppi acidi sufficienti per la solubilità in soluzione alacalina.

RACHELI - FIAMMENCHI - FIAMMENCHI
Via Quattro Fontane 31 - 00184 ROMA

1773

MINOTTI/me/5998

J^v

N. d'Ordine (Serie del 1970) 091030

Numero del Brevetto: / Data del Brevetto: /

Numero d'ordine: 06/091,030 Data di deposito 5-11-79

Classe 422 Sottoclasse / Unità tecnica del gruppo:

173 Esaminatore: /

Richiedente (i): RAMESH C. VASISHTH, DANVILLA, CA;

DODWELL P. DE SILVA, VANCOUVER, CANADA'

TITOLO DELL'INVENZIONE: PROCEDIMENTO PER IL TRATTA-
MENTO DEL LEGNO E PRODOTTO RELATIVO

Inviare la corrispondenza a: TOWNSEND & TOWNSEND

STEUART STREET TOWER, ONE MARKET PLA.

SAN FRANCISCO, CA 94105

Procuratore Principale:

Procuratore Associato:

N. d'ordine: / Stato o Paese: CA Tavole di
disegni 0 Rivendicazioni Totali: 42 Rivendica-
zioni indipendenti: 4 Tassa di deposito ricevuta:

U.S Doll 161 Casellario del: 3686-267-1

Procuratore: Rivendicazioni consentite

Classe Sottoclasse:

Si certifica che allegata alla presente
vi é una copia fedele tratta dall'archivio
dell'Ufficio dei Brevetti e dei Marchi de-
/ gli Stati Uniti della domanda, come origi-
nariamente depositata, che é sopra indicata.

D'autorità del

DIRETTORE DELL'UFFICIO DEI BREVETTI e DEI MARCHI

(firma illeggibile)

Funzionario ROGANTE

29 Gennaio 1980

PROCEDIMENTO PER IL TRATTAMENTO DEL LEGNO E PRODOT-
TO RELATIVO

RIASSUNTO DELL'INVENZIONE

Procedimento di trattamento del legno per migliorar-
ne le proprietà comprendente: contatto del legno da
trattare con una quantità sufficiente di resina di-
luibile in acqua in un solvente miscibile con acqua
ed acqua per far depositare detta resina sulle pare-
ti cellulari delle fibre del legno, detta resina con-
tenendo molecole di grandezza tale da entrare negli
spazi vuoti in dette pareti cellulari, e trasforma-
zione della resina su dette pareti cellulari in for-
ma idroinsolubile. Il trattamento migliora la stabi-
lità dimensionale e la resistenza al restringimento
del legno a contatto con l'acqua.

Ulteriori miglioramenti delle proprietà del legno
possono essere ottenuti facendo depositare additivi
quali preservanti o agenti per il rallentamento del-
la propagazione di incendio sulle pareti cellulari
del legno e fissando all'interno detti additivi con

la resina resa solubile.

Questa domanda fa seguito alla domanda di brevetto statunitense Serie N°.26,051 depositata il 22 Marzo 1979.

CAMPO DI APPLICAZIONE DELL'INVENZIONE

La presente invenzione si riferisce ad un trattamento per il miglioramento delle proprietà del legno.

Più in particolare, si riferisce all'impregnazione del legno con resina e facoltativamente con vari additivi quali preservanti ed agenti di rallentamento di incendio.

DESCRIZIONE DELLA TECNICA PRECEDENTE

E' ben noto che il legno si espande e contrae in funzione del grado di rigonfiamento delle sue pareti cellulari.

Le pareti cellulari del legno presentano vari livelli di rigonfiamento a seconda del particolare solvente o vapore di solvente a cui il legno é esposto e della sua affinità con detto solvente o vapore di solvente. Pertanto, l'esposizione ad acqua o vapore acquoso causa un alto grado di rigonfiamento mentre l'esposizione a solventi meno polari o a miscele di solventi, quali una miscela stanol-xilene, provoca la disidratazione delle pareti cellulari del legno con conseguente contrazione. Inoltre, quando la pare-

te cellulare del legno, costituita essenzialmente da catene cellulari, si rigonfia, essa presenta porosità massima, vale a dire, lo spazio vuoto tra le catene cellulari effettive è elevato, mentre quando non è gonfia la porosità è molto bassa.

Di conseguenza, la dimensione e la quantità delle molecole che possono essere depositate all'interno delle pareti cellulari dipende dal grado di rigonfiamento delle pareti cellulari stesse. Questa proprietà del legno è stata usata in diversi modi per impartire al legno proprietà specifiche.

A questo scopo, i poliglicoli idrosolubili, quali polietilenglicol con peso molecolare compreso tra 3000 e 6000 circa, possono essere introdotti nelle pareti cellulari allo stato umido o di rigonfiamento (veda-
si "New and Better Ways to Dimensionally Stabilize Wood", A.J. Stam, Forest Products Journal, 9 (1959):3, 107-110, e "PEG of the Woodworker's Heart", Harry C. Leslie, Man Society Technology, A Journal of Industrial Arts Education, 33 (1):13-16, Sept., Oct., 1973).

Tali poliglicoli presentano bassa tensione di vapore e, contrariamente all'acqua, evaporano solo molto lentamente.

Di conseguenza, detto trattamento è molto efficace per la prevenzione del restringimento e dell'inci-

natura del legno. Tale trattamento viene spesso usato per trattare xilografia, statue, etc., al fine di rendere questi oggetti di legno più durevoli anche quando immagazzinati in atmosfera secca.

Tuttavia, i poliglicoli rimangono solubili in acqua e sono soggetti a lisciviazione quando il legno con essi trattato viene esposto a condizioni umide.

L'utilità di detto trattamento è pertanto molto limitata.

Utilizzando più o meno lo stesso concetto, resine fenoliche e di urea a basso peso molecolare sono state usate per trattare il legno. (Vedasi i brevetti Statunitensi N° 3,968,276, 3,519,476 e 3,493,417).

Per fissare dette resine all'interno delle pareti cellulari del legno è richiesto un successivo trattamento a caldo per rendere insolubile in acqua la resina fenolica. Molto spesso si usa una combinazione di calore e pressione per ispessire ulteriormente il legno. Anche se efficace, tale trattamento richiede un'apparecchiatura particolare e viene pertanto utilizzato solo per la produzione industriale di articoli speciali, per i quali è richiesta resistenza all'acqua oppure resistenza ad agenti chimici o robustezza strutturale oppure una combinazione di detti elementi. -

Molti altri polimeri sono stati utilizzati per impregnare il legno. Ad esempio, sono stati usati monomeri del tipo acrilico (Brevetto Statunitense N°3,663,261), poliisocianato (Brevetto Statunitense N°3,539,386) e dibromopropilglicidil etero, (Brevetto Statunitense N°3,483,021).

Tutti questi trattamenti richiedono un trattamento secondario del legno, dopo lo stadio di saturazione, per polimerizzare in situ i monomeri, al fine di fissare il polimero all'interno del legno. Il trattamento secondario usato più spesso consiste nel riscaldamento del legno impregnato, quantunque nel caso di monomeri del tipo vinilico, quali gli acrilici, si usi anche l'esposizione ai raggi gamma.

Un eventuale trattamento secondario di impregnazione successiva risulta costoso e scomodo.

Di conseguenza, nessuna delle dette tecniche è risultata particolarmente vantaggiosa a livello industriale. Anche quando le pareti cellulari del legno sono bagnate oppure rigonfie, solo le molecole di dimensioni relativamente ridotte possono penetrare nelle pareti cellulari del legno. La dimensione effettiva della molecola che penetra nelle pareti cellulari del legno dipende dal grado di rigonfiamento e dai tipi di legno. I polimeri con elevata dimensione mo-

lecolare non penetrano neppure in una parete cellulare del legno rigonfiata. Così, per esempio, le emulsioni di polivinil-acetato e di poliacrilato sono state usate per anni per produrre adesivi e vernici per legno.

Contrariamente ai polimeri ottenuti per condensazione, quali la resina fenolica citata in precedenza, dette emulsioni vengono preparate mediante polimerizzazione radicalica oppure a catena, e non contengono quantità apprezzabili di componenti a basso peso molecolare (vedasi: Text Book of Polymer science, F.W. Billmeyer, Jr., Interscience Publishers, 1966).

Di conseguenza, quando il legno viene trattato con dette emulsioni, le pareti cellulari del legno si rigonfiano a causa della presenza di acqua, ma le molecole del polimero sono troppo grandi per poter penetrare anche nella parete cellulare del legno rigonfiata. Pertanto, il legno acquista un rivestimento protettivo che, però, non influenza le altre caratteristiche del legno, quali la resistenza al restringimento e all'incrinatura. Non è quindi conveniente usare un polimero di grandi dimensioni molecolari impregnato di acqua per raggiungere gli obiettivi della presente invenzione. Si conoscono resine viniliche a basso peso molecolare come le resine acriliche, ma la loro utilità per il trattamento di pareti cellulari del legno per migliorare la resistenza al restringimento, la stabilità dimensionale ed altre proprietà non è stata riconosciuta.

Ad esempio, tali resine sono state consigliate per l'uso in cere per pavimenti come aiuto-livellante.

Gli alchidi sono polimeri condensati contenenti una quantità apprezzabile di costituenti a basso peso molecolare ("Text Book of Polymer Science", come sopra).

Inoltre, gli alchidi formano reticoli e vulcanizzano, vale a dire, diventano resistenti al solvente e parzialmente infusibili per reazione con aria. In passato,

solo gli alchidi solubili in solventi organici erano comunemente preseti in commercio. I solventi organici in detti alchidi non rigonfiavano le pareti cellulari del legno.

Molti di essi fanno effettivamente restringere le pareti cellulari del legno rimuovendo l'acqua e riducendo la porosità del legno. Più o meno nel corso dell'ultimo decennio, gli alchidi solubili in acqua oppure in una miscela di solventi polari e acqua sono stati ampiamente usati in finiture industriali quali rivestimenti per macchine lavatrici, frigoriferi, automobili, ecc. Tuttavia, non ci si era resi conto del fatto che detti alchidi costituiscono anche una base per impartire le tanto richieste proprietà di riduzione del restringimento e della spaccatura e di introduzione di una certa stabilità dimensionale, oltre a prevenire o ritardare l'incendio del legno in modo sostanziale e permanente, senza richiedere il trattamento secondario di impregnazione successiva per riscaldamento o esposizione ai raggi gamma.

La semplice esposizione all'aria è sufficiente a farli reticolare per formare un polimero in situ.

Inoltre, essendo in soluzione in acqua e contenendo un'elevata quantità di molecole piccole ma reattive, essi sono dotati di un'eccellente potere di penetra-

zione nelle pareti cellulari del legno.

Sommario dell'invenzione

Nella realizzazione modello della presente invenzione miscele di composti chimici specifici vengono depositate all'interno delle pareti cellulari delle fibre legnose dopo la dissoluzione di detta combinazione di sostanze in acqua o in miscele di acqua-solvente miscibile in acqua, in modo da rigonfiare la parete cellulare del legno ed ottenere di conseguenza la massima penetrazione di dette sostanze chimiche nella parete stessa. Le sostanze chimiche scelte sono tali che almeno uno dei componenti della miscela contiene molecole di piccole dimensioni in grado di inserirsi nello spazio vuoto nelle pareti cellulari in presenza del solvente e di essere trasformate a condizioni ambiente, sia da sole che stimulate dalla presenza di altre sostanze chimiche che possono agire da catalizzatori, in forma insolubile in acqua, bloccando contemporaneamente altre sostanze chimiche solubili in acqua che possono essere presenti nella miscela in modo da eliminare o ridurre notevolmente la tendenza alla lisciviazione di tutta la miscela nel trattamento successivo del legno con acqua o soluzioni contenenti acqua.

DESCRIZIONE DELLA REALIZZAZIONE MODELLO

Il componente chimico in grado di essere trasformato in forma idrosolubile usato nella presente invenzione può essere un alchide diluibile in acqua oppure un alchide modificato diluibile in acqua. Esempi di tali alchidi sono alchidi molto, poco, medio-oleosi diluibili in acqua, attualmente messi in commercio da numerosi produttori e ben noti nell'industria dei rivestimenti industriali.

Anche alchidi modificati, quali alchidi uretano modificati, sono disponibili in commercio e conosciuti nel campo.

Tali alchidi oppure alchidi modificati sono generalmente solubili in acqua oppure in miscele acqua-solvente polare in soluzioni quasi neutre o leggermente alcaline.

Esempi di solventi polari sono butanolo o alcoli superiori, chetoni, butil cellosolve, butil carbitolo, propasolo, e N-metil pirrolidone. Per informazione, ricordiamo che le resine alchidiche vengono preparate combinando acidi sintetici dibasici, quali anidride ftalica, anidride isoftalica, anidride trimelitica, con olii grassi sintetici o naturali, cioè gliceridi di acidi grassi. Gli acidi grassi o i loro gliceridi generalmente usati contengono miscele di acidi grassi con catena di lunghezza variabile e grado di

insaturazione nella catena variabile. Gli alchidi possono venire addizionalmente modificati per combinazione con vari glicoli. Esempi di glicoli comunemente usati sono il pentaeritritoldietilenglicol. Cambiamenti più drastici delle proprietà degli alchidi possono essere realizzati provocandone la reticolazione per addizione di isocianati, quali toluendiisocianato. Questi ultimi alchidi sono normalmente chiamati alchidi uretano-modificati. Gli alchidi uretano-modificati essiccati danno finiture molto più resistenti rispetto agli alchidi diversamente modificati.

Altri esmpi di alchidi modificati includono alchidi modificati per reazione con resine naturali, quali rosina, oppure con altre resine sintetiche quali le fenoliche, ammino resine, resine siliconiche, oppure per reazione con immidi, stirene e simili. Il peso molecolare finale o il grado di polimerizzazione degli alchidi viene controllato aggiungendo quantità controllate di un eccesso di uno dei reagenti, acidi grassi o glicoli. Di conseguenza, gli alchidi finiti contengono in genere piccole quantità di gruppi idrossilici oppure di gruppi acidi o di entrambi che non hanno reagito.

Gli alchidi prodotti usando rapporti relativamente bas-

si di acidi polibasici sintetici- acidi grassi sono chiamati alchidi molto oleosi, quelli prodotti con rapporti molto elevati sono detti alchidi poco oleosi, e quelli prodotti usando un rapporto intermedio sono chiamati alchidi medio oleosi.

Le resine alchidiche del tipo suddetto sono solubili nei solventi di idrocarburi sia aromatici che alifatici, ed insolubili nella maggior parte dei solventi polari quali acqua, metanolo e butanolo. Recentemente, le resine alchidiche sono state fatte reagire con varie sostanze chimiche per migliorare la loro solubilità nei solventi polari. Ciò può essere ottenuto incorporando gruppi molto polari nella struttura alchidica.

Ad esempio, l'alchide può essere preparato usando un eccesso di acido, il prodotto finale avendo un numero acido variabile tra 10 e 100 circa, preferibilmente tra 20 e 60 circa. I gruppi acidi vengono poi parzialmente o totalmente neutralizzati usando un'ammina oppure ammoniacca od una combinazione di ammine ed ammoniacca. I prodotti così preparati sono poi solubili in tali solventi polari quali metanolo, butanolo, carbitolo, butil cellosolve (etilenglicol monobutil-etero) e miscele di tali solventi con acqua.

Per raggiungere la solubilità totale, si possono usare miscele di solventi del tipo suddetto. Ad esempio,

alcuni di questi alchidi sono dotati di maggiore solubilità in solventi più alti bollenti quali butil carbitolo (dietilenglicol monobutiletere) o butil cellosolve, e l'aggiunta di tali solventi può aumentare la quantità di acqua che può essere usata come parte del sistema solvente.

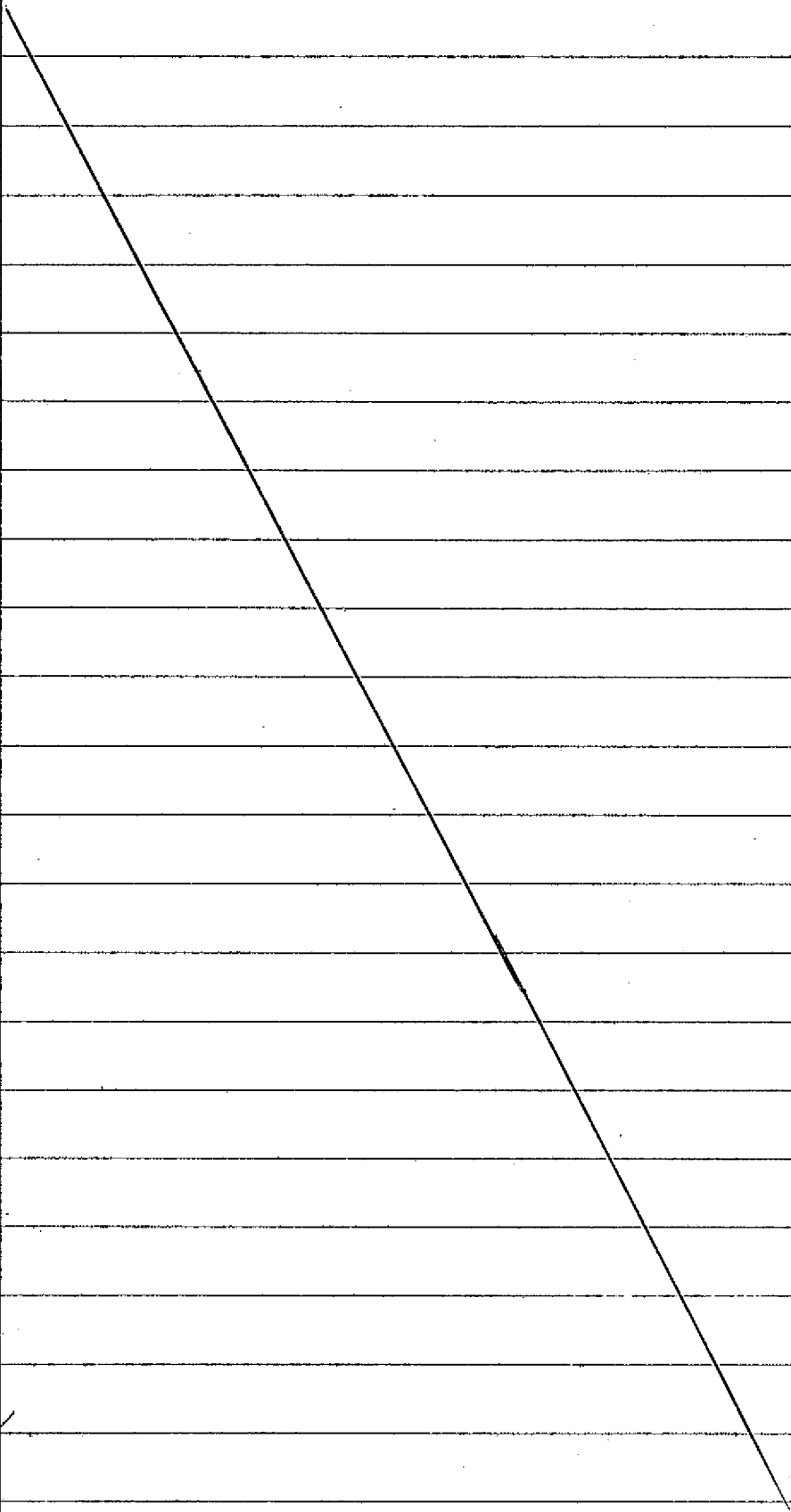
Proprio queste resine alchidiche modificate per dissoluzione in solventi polari sono utili per la presente invenzione e sono quindi indicate come alchidi diluibili in acqua. Oltre a questi alchidi semplici poco, medio oppure molto oleosi, alchidi modificati per reazione con isocianati, composti acrilici o altre sostanze chimiche adatte, usate comunemente per modificare gli alchidi, possono essere usati per attuare la presente invenzione. Queste modifiche sono uguali a quelle usate con alchidi a base di solvente organico che vengono successivamente modificati con gruppi acidi neutralizzabili per renderli solubili in solventi polari. E' da notare che la presente invenzione non è limitata ai tipi di alchidi modificati qui discussi. La presente invenzione può essere realizzata con qualsiasi sistema polimerico diluibile in acqua e solubile in solventi polari, oppure miscele di solventi polari, oppure miscele di solventi polari e acqua, e convertibile in forma idroinsolubile, ad esempio attraverso vulcanizzazione per esposizione alla _____

aria, evaporazione dell'acqua, oppure volatilizzazione di un componente amminico solubilizzante in acqua a temperatura a pressione ambiente.

Per ottenere i risultati migliori, qualunque sia la resina prescelta, essa dovrebbe contenere almeno il 5% in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa, di preferenza il 10% in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa. Ciò favorisce la penetrazione nello spazio vuoto all'interno della parete cellulare legnosa. Le molecole più grandi, le quali sono troppo grandi per entrare nello spazio vuoto nella parete cellulare legnosa, formano uno strato protettivo e decorativo sulla superficie del legno. Quantunque tutti i sistemi polimerici diluibili in acqua del tipo descritto in precedenza siano adatti per la presente invenzione, è comprensibile come alcune resine siano più soddisfacenti di altre in una particolare applicazione. Ad esempio, la stabilità del sistema solvente della resina è diversa e la precipitazione della resina può avvenire più velocemente in certi sistemi che in altri.

E' stato notato che la scelta della resina è più critica, per quanto riguarda la stabilità, in soluzioni di resina più diluite contenenti meno del 20% in pe-

so circa della resina. In tali soluzioni si possono
esaminare diverse resine per selezionarne una avente
proprietà ottimali.



Esempio III riportato di seguito illustra un sistema resina-solvente dotato di stabilità relativamente a lungo termine a basse concentrazioni di resina.

Così come gli alchidi diluibili in olio oppure in solvente organico, gli alchidi diluibili in acqua oppure gli alchidi modificati reagiscono con l'ossigeno in presenza di aria e formano un reticolato per dar luogo ad un prodotto insolubile in acqua. La velocità di reticolazione può essere aumentata in modo sostanziale aggiungendo piccole quantità, in genere dallo 0,05 allo 1,0% in peso, di catalizzatori, quali essiccanti.

Esempi di essiccanti che possono essere usati sono naftenati di calcio, cobalto, manganese e zirconio oppure sali chelati di calcio, cobalto, manganese oppure zirconio. E' stato sorprendentemente scoperto che le suddette soluzioni di alchide diluibile in acqua penetrano, quando applicate al legno, nella parete cellulare legnosa e diventano insolubili in acqua per successiva esposizione all'aria. Esse possono pertanto essere usate per stabilizzare le pareti cellulari del legno, in modo da impartire una stabilità dimensionale notevolmente migliore oppure una tendenza ridotta all'espansione ed alla contrazione collegate a variazioni di umidità. E' stato anche sorprendentemente scoperto che altre sostanze chimiche che sono

normalmente solubili in acqua oppure nella suddetta soluzione alchidica, quando usate insieme a dette soluzioni di alchidi o alchidi modificati, penetrano anch'esse nelle pareti cellulari legnose e per successiva vulcanizzazione all'aria dell'alchide o dell'alchide modificato si fissano al legno e sono sostanzialmente non lisciviabili con acqua.

Pertanto, oltre ad impartire stabilità dimensionale al legno, la presente scoperta può essere usata per trattare il legno con un certo numero di sostanze chimiche che conferiscono al legno lunga durata ed altre proprietà speciali.

In questo modo, sostanze chimiche per il rallentamento di incendio, che sono normalmente solubili in acqua, possono essere usate per impartire al legno con esse trattato le proprietà dei ritardanti di incendio durevoli e non lisciviabili con acqua. In modo analogo, preservanti del legno solubili in acqua, sia organici che inorganici, possono essere introdotti nel legno e, per vulcanizzazione dell'alchide o dell'alchide modificato, resi non lisciviabili, il che conferisce al legno la capacità di trattenere detti composti anche quando usato bagnato ed umido.

La presente invenzione può essere utilizzata in vari modi.

Ad esempio, se si desidera impartire al legno resistenza al restringimento e stabilità dimensionale, può bastare un semplice trattamento con una soluzione di alchide diluibile in acqua contenente essiccanti opportuni, seguito da essiccamento all'aria. La quantità di materiale depositato nelle pareti cellulari legnose è proporzionale alla concentrazione del materiale nella soluzione di trattamento.

Questo vale sia per il polimero legante che per gli altri ingredienti, quali i preservanti o i ritardanti di incendio.

Il polimero legante può essere usato sia concentrato al 70% in peso circa sia a bassa concentrazione pari al 5% in peso circa. In genere si preferiscono le miscele a concentrazione compresa tra 5 e 30% in peso circa poichè al di sopra di questo intervallo di concentrazione la viscosità della soluzione è molto elevata. Le soluzioni molto viscosi impiegano molto tempo per saturare il legno.

La viscosità può essere almeno in parte abbassata riscaldando la soluzione. Comunque, da un punto di vista esclusivamente pratico è più conveniente usare temperatura ambiente ed intervalli di concentrazione più bassa.

Quantunque concentrazioni di circa il 5% in peso di

legante della resina mostrino un chiaro miglioramento nella stabilità dimensionale del legno trattato e nel fissaggio di altri additivi all'interno, una concentrazione pari ad almeno l'8% in peso circa di resina dovrebbe essere usata quando si desidera evitare in modo sostanziale la lisciviazione con acqua degli additivi. La quantità di preservanti del legno oppure di miscele di preservanti del legno usata dipende dal grado di protezione desiderato.

Il pentaclorofenolo, ad esempio, può essere usato in intervalli di concentrazione compresi tra 0,5 e 6% in peso circa, preferibilmente tra 2 e 5% in peso circa. Gli addotti dell'ossido di tributil-stagno, d'altronde, vengono generalmente usati in intervalli di concentrazione tra 0,1 e 0,5% in peso circa. In modo analogo ritardanti o miscele di ritardanti di incendio possono essere usati in intervalli di concentrazione tra 5 e 15% in peso circa, in funzione ancora del grado di protezione richiesto. Altre sostanze chimiche contemplate per il trattamento del legno sono rame-8-chinolinolato e ammonio borato di rame. Il legno può essere trattato successivamente oppure contemporaneamente con preservanti, ritardanti di incendio e legante di resina.

Nel caso in cui il legno venga trattato prima con

un ritardante di incendio oppure con un preservante del legno e poi con il legante del sistema in oggetto, si possono ottenere livelli di protezione superiori a quelli raggiungibili con un trattamento simultaneo.

Ad esempio, un ritardante di incendio quale borace può essere compatibile con il sistema legante in oggetto solo fino a 4% in peso, mentre è necessario depositare all'interno del legno una quantità superiore per raggiungere il livello di protezione anti-incendio desiderato. In tali circostanze il legno potrebbe essere trattato prima con 10-15% in peso di borace in acqua e poi con il legante del sistema in oggetto per fissare una concentrazione superiore di borace nelle pareti cellulari. Il legante della resina ed altre sostanze per il trattamento del legno possono essere portati a contatto con il legno usando una qualsiasi tecnica opportuna.

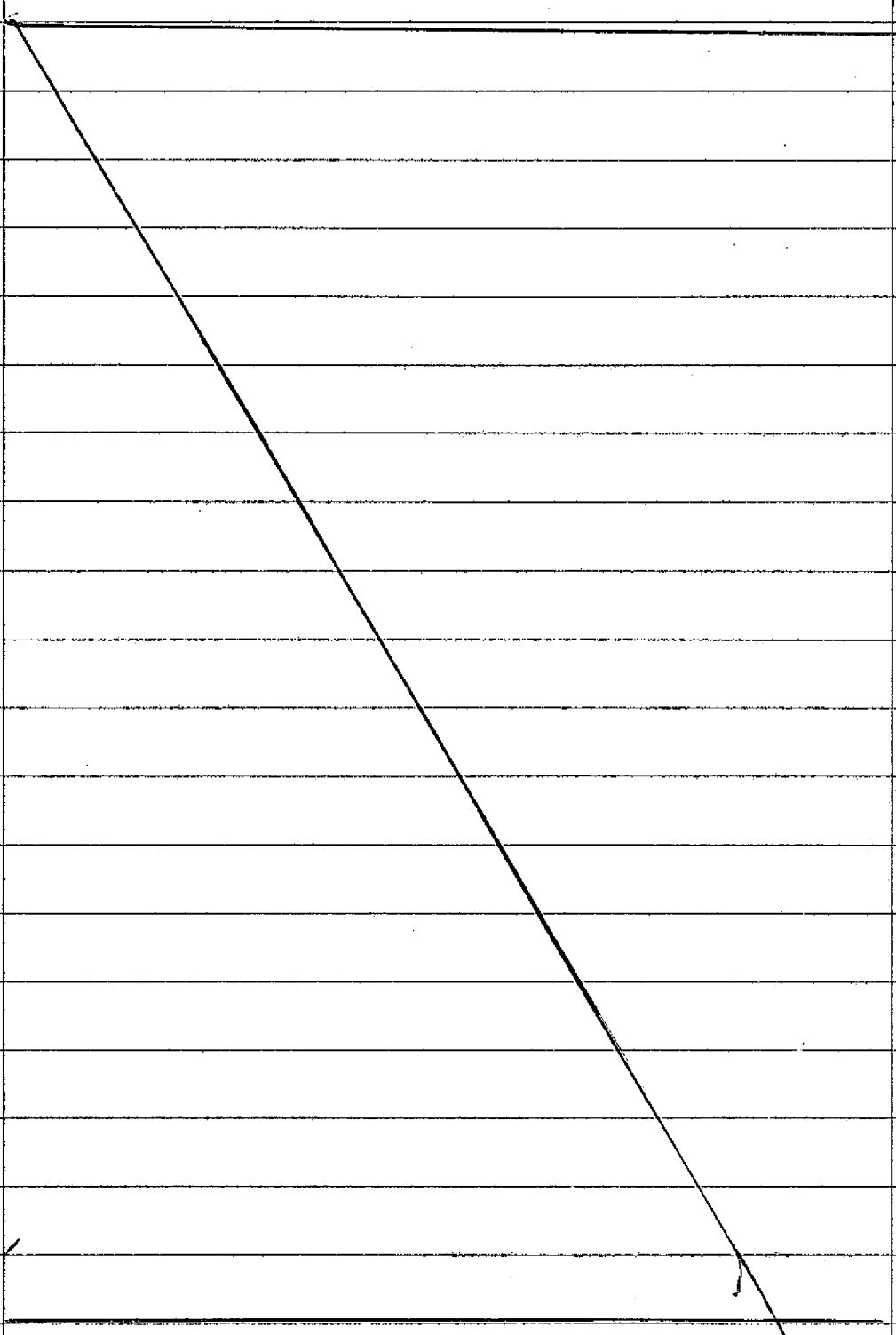
I procedimenti convenzionali quali spazzolatura, vaporizzazione, immersione oppure esposizione del legno al vuoto prima e alla soluzione di trattamento poi, sotto pressione, a temperatura ambiente o superiore, sono tutti contemplati in funzione del legno e del grado di penetrazione desiderato. Pigmenti, coloranti, concentratori, agenti diluenti e riempitivi, sia orga-

nici che inorganici, del tipo convenzionale possono essere inclusi a scelta nelle formulazioni.

PARTE SPERIMENTALE

Esempio I

Il miglioramento delle proprietà del legno apportato



dalla presente invenzione si riflette sulla resistenza del legno a alterazioni dimensionali dovute a cambiamenti di umidità ed anche ad alterazioni dimensionali del legno stesso.

Su campioni di acero di circa $1,5 \text{ cm}^3$ impregnati con soluzioni al 20, 40 e 60% (in peso) di resina, ed essiccati all'aria per due settimane, sono state rilevate le seguenti variazioni percentuali nelle dimensioni al livello di umidità di saturazione ed allo stato secco.

Resina in soluzione	Tangenziale	Radiale
(% in peso).	(%) $\times$	(%) $\times$
0	112.18	105.46
20	110.25	103.86
40	109.24	103.34
60	104.94	101.83

$\times$ Dimensione a saturazione $\times 100$

Dimensione su essiccamento in stufa

I suddetti risultati sono stati ottenuti immergendo per una notte i campioni di legno nelle soluzioni di resina riportate nella tabella che segue.

Dopo un periodo di essiccamento all'aria per due settimane, detti campioni sono stati immersi nuovamente in acqua per una notte. L'essiccamento in stufa a 150°C fino a peso costante è stato poi attuato (gene-

ralmente in tre ore circa).

Ingredienti

(in peso)	80%	40%	20%
Alchide medio oleoso	527.0	412.0	200.0
diluibile in acqua.			
80% in butil Cellosolve			
Idrossido d'ammonio 28%	36.0	24.0	12.0
Butil Cellosolve	34.6	77.6	120.0
Acqua	138.4	310.4	480.0
6% Cobalto Naftenato [*]	4.0	2.7	1.3
18% Zr Naftenato [*]	2.0	1.3	0.7
Activ-8 [*]	2.8	1.9	0.9
BYK 301 ^{**}	6.0	4.0	2.0
TOTALE	836.0	824.0	812.0

^{*}6% Co Naftenato, 18% Zr Naftenato e Activ-8 sono essiccanti.

^{**}BYK 301 è un agente di bagnatura.

L'aver impregnato il legno con la soluzione ha ovviamente prodotto un notevole miglioramento della stabilità dimensionale ed ha impartito una maggiore stabilità dimensionale in direzione tangenziale. E' anche significativo il fatto che il trattamento rende uguali i cambiamenti dimensionali sia nella direzione tangenziale che radiale.

Il miglioramento nella stabilità dimensionale dimostra

anche la penetrazione efficace del polimero nella parete cellulare. Risultati simili sono stati ottenuti trattando con le soluzioni di cui sopra campioni di legno di tiglio americano, pino da zucchero, pioppo giallo.

In questa ricerca si è anche scoperto che il legno trattato con la soluzione di resina e poi vulcanizzato all'aria per una settimana non riacquista le sue dimensioni originarie. La variazione percentuale delle dimensioni a seguito di tale trattamento per l'acero è riportata di seguito.

Concentrazione di resina (% in peso)	Tangenziale (%)*	Radiale (%)*
0	0	0
20	103.4	101.45
40	103.86	102.15
60	105.81	102.64

* $\frac{\text{Lunghezza del campione trattato (essiccamento in stufa)}}{\text{Lunghezza del campione non trattato (essiccamento in stufa)}} \times 100$

Ciò è un'ulteriore dimostrazione del fatto che il polimero penetra in modo efficace nelle pareti cellulari del legno.

Esempio II

Oltre ad impartire stabilità dimensionale, il tratta-

mento del legno in oggetto produce anche un notevole miglioramento nella resistenza al restringimento. Ciò è stato dimostrato prendendo in esame tre campioni equivalenti di quercia rossa.

Campione 1 è stato semplicemente essiccato in forno ed appariva relativamente privo di segni di restringimento.

Campione 2 è stato essiccato in forno, saturato con acqua mediante immersione in acqua per circa 20 minuti e quindi essiccato in stufa. Numerosi segni di restringimento sono visibili.

Campione 3 è stato essiccato in forno e poi immerso nel sistema polimerico riportato nella tabella che segue. Dopo essiccamento in stufa solo pochi segni di restringimento erano visibili.

Ingredienti (in peso)

Alchide medio oleoso diluibile in acqua	248.70
80% in butil Cellosolve	
Ipossido d'Ammonio 28%	15.00
Butil Cellosolve	59.51
Acqua	493.93
Tinuvin 328 ²	4.46
6% Cobalto Naftenato	1.24
18% Zr Naftenato	0.62
Active-8	1.36

BYK 301	<u>2.60</u>
TOTALE	827.42

*Tinuvin 328 è un assorbitore u.v.

Esempio III

E' stato detto in precedenza che i preservanti del legno ed i ritardanti d'incendio normalmente lisciviati dal legno per esposizione all'acqua, ad esempio pioggia, possono essere fissati in modo sostanziale nel legno e resi non lisciviabili con la presente invenzione.

Penta-clorofenolo viene comunemente usato come preservante per il legno. Per la presente applicazione il pentaclorofenolo viene in genere sciolto in una soluzione di idrocarburi aromatici ed alifatici. Tavole di legno trattate con pentaclorofenolo, su lisciviazione con acqua perdono il preservante ad una velocità molto elevata. In questo modo una tavoletta di legno da 1 cm^3 è stata trattata con pentaclorofenolo 5 per cento in peso ed il suo contenuto di cloro è stato analizzato prima e dopo lisciviazione con acqua (un mese) usando l'analisi di dispersione di energia ai raggi X (EDXA). L'analisi per l'assenza di cloro nel campione lisciviato mostra chiaramente che la maggior parte del pentaclorofenolo è stato lisciviato. Un'altra tavoletta di legno da 1 cm^3 è stata trattata

con una soluzione di pentaclorofenolo 5 per cento in peso e di alchide diluibile in acqua 14 per cento in peso.

Il blocco è stato essiccato all'aria per 30 giorni.

Anche in questo caso il suo contenuto di cloro è stato analizzato con la tecnica EDXA prima e dopo lisciviazione con acqua (un mese). I risultati mostrano chiaramente che solo una piccola quantità di cloro era scomparsa (il polimero avendo fissato il pentaclorofenolo all'interno del legno).

Questo stesso procedimento può essere usato per aggiungere altre sostanze chimiche al legno quali ritardanti di incendio e renderle non lisciviabili.

*La soluzione di trattamento è stata preparata combinando le miscele A e B illustrate nella tabella che segue.

Miscela A

Pentaclorofenolo	823
Butil Cellosolve	3837
Ammoniaca 28%	<u>180</u>
	4840

Miscela B

Aroclon* 385	955
Ammoniaca 28%	22
Butil Cellosolve	64
Cobalto idrovulcanizzatore	6.5

Activ-8 4.0

Miscela A 1190

Mescolare per 15 minuti e aggiungere:

Acqua 2700

Regolare il pH a 8.5 con ammoniaca (28%)

*Resina alchidica diluibile con acqua venduta dalla
Ashland Chemical Company.

Esempio IV

Il presente esempio dimostra che, così come il preservante di Esempio III, un ritardante di incendio può essere depositato all'interno delle pareti cellulari del legno e fissato dalla resina contro la lisciviazione con acqua.

Il procedimento di Esempio II è stato ripetuto con l'unica variante di aggiungere alla miscela legante di Esempio II 42 gms (5%) di borato di sodio. Le tavolette di legno usate avevano dimensioni 5 cm x 10 cm x 1/2 cm. Dopo il trattamento, la tavoletta è stata essiccata all'aria a temperatura ambiente per due settimane. E' stata poi tagliata a metà nel senso della larghezza. Una delle metà è stata lavata ripetutamente con acqua ed essiccata all'aria. Le parti della tavoletta lavate con acqua e quelle non lavate sono state esposte ad una torcia accesa mantenuta ad una distanza di 10 cm dal lato di fondo della grana della tavoletta. Entrambe

le tavolette hanno impiegato 8 minuti per carbonizzarsi. Per confronto, una tavoletta non trattata impiegava, sotto le stesse condizioni, 4 minuti per carbonizzarsi.

La descrizione ed il lavoro sperimentale che precedono illustrano la presente invenzione con resine alchidiche diluibili con acqua. Come indicato, l'invenzione può essere realizzata con qualsiasi sistema polimerico diluibile con acqua che sia solubile in solventi polari o miscele di solventi polari ed acqua e possa essere convertito in forma insolubile in acqua. Sotto questo aspetto, le resine che formano uno strato diluibile con acqua, preparate a partire da monomeri vinilici, presentano proprietà vantaggiose per la presente invenzione. Queste resine diluibili con acqua derivate da monomero vinilico vengono convertite in forma insolubile in acqua mediante evaporazione di acqua e formazione di un rivestimento e/o mediante volatilizzazione di ammoniaca o di un'ammina fatta reagire con gruppi acidi nella resina.

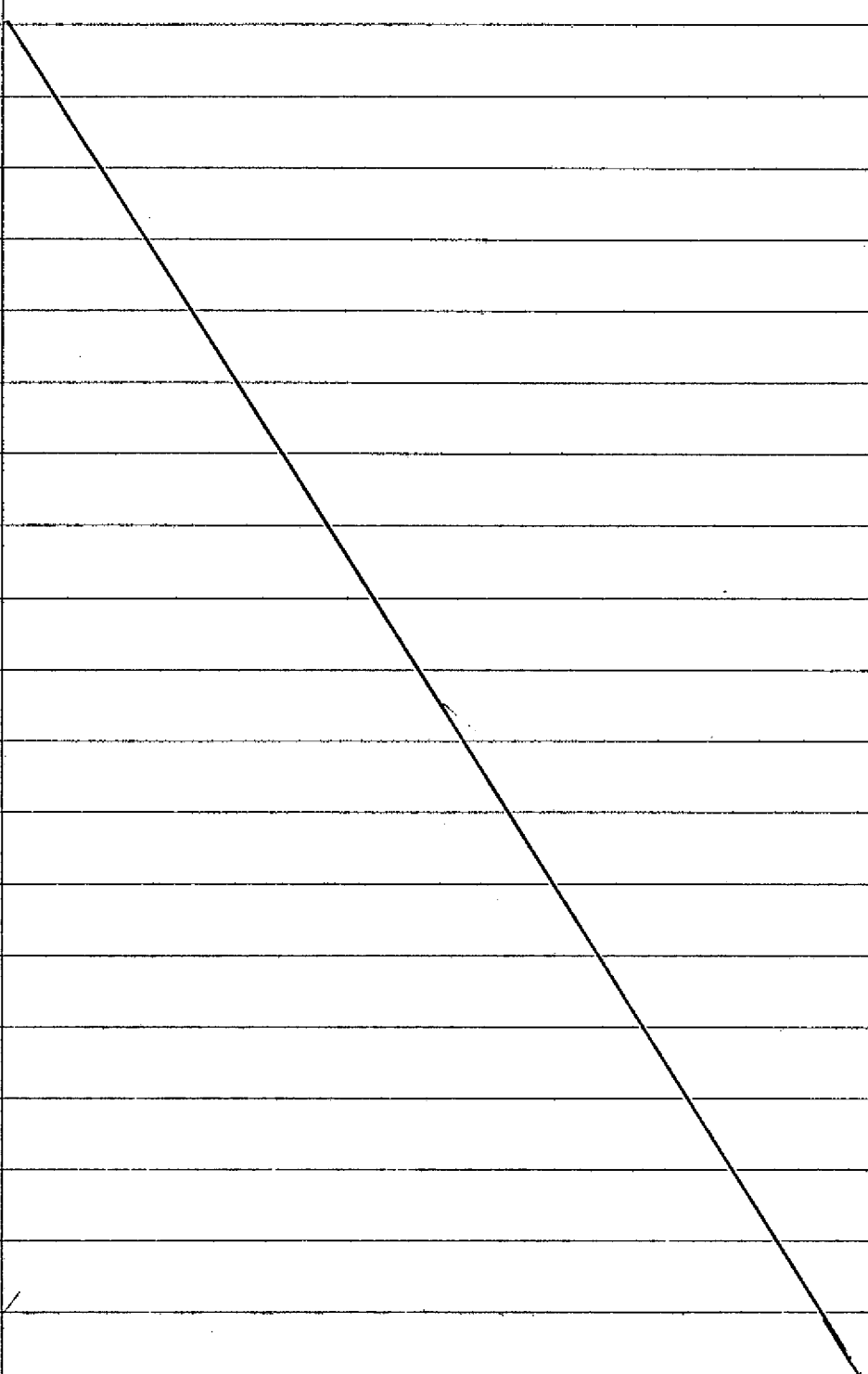
Le resine diluibili con acqua a base di monomero vinilico sono convenienti perchè possono essere formulate con una quantità molto inferiore di solvente organico polare rispetto alle resine alchiliche diluibili con acqua. Infatti, certi tipi di dette resine vinili

che non richiedono affatto solvente organico e vengono formulate usando solo acqua come solvente, come descritto e rivendicato nella domanda di brevetto in sospeso serie N° , depositata (casellario N° 3686-284).

Nel caso in oggetto, piccole quantità di solvente organico miscibile con acqua possono essere usate per fornire resina vinilica che forma un rivestimento a condizioni ambiente. L'uso di solo piccole quantità di solvente organico (in genere meno di 10% in peso circa, e di preferenza meno di 5% in peso della formula) offre vantaggi sia ambientali che economici. I vantaggi funzionali sono più significativi.

A questo proposito, i co-solventi organici utilizzati per rendere diluibile in acqua la miscela di polimero alchidico sono solventi adatti anche per parte delle sostanze chimiche di colore scuro normalmente presenti nel legno. Di conseguenza, l'applicazione di queste soluzioni al legno porta in superficie questi composti di colore scuro, inscurendo il legno e deteriorandone l'aspetto. Inoltre, i solventi organici miscibili con acqua creano difficoltà con alcuni tipi di sostanze chimiche solubili in acqua, quali preservanti del legno e ritardanti di incendio, che vengono aggiunti alla formula per deposito permanente nel le-

gno trattato con la formula in oggetto. L'aggiunta di alcuni di questi composti alla formula contenente maggiori quantità di solvente organico fa separare la miscela in due strati: uno strato resina-cosolvente ed uno strato acqua-



preservante del legno e/o ritardante di incendio.

Questo fenomeno esclude l'uso della maggior parte di composti solubili in acqua per la formulazione di una soluzione di trattamento unico del legno ed i sistemi contenenti maggior quantità di solvente organico sono pertanto utili solo quando usati insieme a sostanze chimiche dotate di una discreta solubilità nella miscela, quali pentaclorofenolo o ritardanti di incendio solubili in solventi polari. Tali composti sono costosi rispetto ai composti solubili in acqua e spesso non sono così efficaci in quantità simili. L'uso di resine formate da monomeri ^{vinilici} ~~vinilici~~ che permettono l'uso di una quantità relativamente piccola di co-solventi organici evita i problemi precedenti presenti nei sistemi che richiedono quantità maggiori di co-solventi organici.

Polimeri formati da monomeri vinilici, quali i polimeri acrilici, sia copolimeri che omopolimeri, vengono generalmente prodotti mediante reazioni che danno luogo ad una distribuzione di peso molecolare relativamente ristretta.

Come per le resine alchidiche, la resina vinilica prescelta dovrebbe contenere almeno il 5 per cento in peso delle molecole di resina presenti con peso molecolare inferiore a 1000 circa e di preferenza al-

meno il 10 per cento in peso circa delle molecole di resina con peso molecolare inferiore a 1000 circa. Nella realizzazione particolare è opportuno che nella formulazione siano presenti molecole sufficientemente più grandi che non possono penetrare nella parete cellulare legnosa e pertanto formino un rivestimento superficiale esterno di protezione e decorazione. A questo scopo, le formulazioni da preferirsi in genere implicano la combinazione di due diversi polimeri vinilici, uno a base di molecole piccole, per la penetrazione nel legno, e l'altro a base di molecole relativamente più grandi, per la formazione di un rivestimento sulla superficie del legno. Le molecole più grandi hanno in genere peso molecolare pari a circa 20.000-200.000 con una formulazione tipica contenente il 95% delle molecole con peso molecolare compreso nell'intervallo di 90.000-110.000.

È stato scoperto che la maggior parte delle emulsioni preparate mediante polimerizzazione in emulsione di monomeri contenenti gruppi vinilici può essere usata per formulare la soluzione di trattamento. Esempi di monomeri contenenti un gruppo vinilico sono acetato di vinile, metil metacrilato, ^{etil metacrilato,} acrilammide, acrilonitrile, stirene, isoprene ed anidride malica. Questi ^{polimeri} ~~monomeri~~ possono essere fatti polimerizzare

tra loro per formare omopolimeri. Tuttavia, si preferisce usare una miscela di monomeri selezionata con criterio per controllare proprietà quali la temperatura minima di formazione del rivestimento, la durezza del rivestimento essiccato, ecc.

La polimerizzazione viene generalmente condotta in assenza di ossigeno usando un iniziatore con radicale libero, quale un perossido, avendo sospeso in acqua mediante agitazione il monomero oppure la miscela di monomero e controllandone la temperatura al di sopra della temperatura richiesta per la decomposizione dell'iniziatore. Molte emulsioni acriliche vendute in commercio contengono co-solventi organici che agiscono come concentratori e/o come agenti fondenti. Quando ad essi si aggiungono preservanti del legno solubili in acqua oppure ritardanti di incendio, può intervenire la flocculazione dell'emulsione oppure di uno o più additivi.

Esempi di emulsioni risultate adatte verranno dati in seguito. Si possono usare anche altre emulsioni che formino rivestimenti alla o al di sotto della temperatura ambiente e che sono stabili in presenza degli additivi. I polimeri a basso peso molecolare, sia in forma di emulsione che come soluzioni limpide vengono sintetizzati nel modo descritto in precedenza per la

reazione di polimerizzazione, tranne che un opportuno agente di trasferimento di catena viene incluso nella miscela di reazione. Polimeri in emulsione ad alto o basso peso molecolare, se preparati usando un acido, quale acido acrilico oppure acido metacrilico, oppure una miscela di tali acidi, come parte della miscela monomerica, tendono a formare soluzioni limpide quando ammine oppure ammoniaca vengono aggiunte ad essi per innalzare il pH in campo alcalino, in genere oltre 8 oppure 8.5. Quantunque solubili in questa forma, se usati come leganti oppure formatori di rivestimento, detti polimeri perdono ammoniaca oppure l'ammina volatile (se si usa un'ammina volatile per regolare il pH) per evaporazione e diventano insolubili in acqua.

Quando si usa una miscela di un polimero ad alto peso molecolare e di un polimero a basso peso molecolare, il polimero a basso peso molecolare penetra, insieme all'acqua e agli additivi, nelle pareti cellulari del legno e si deposita all'interno per evaporazione dell'acqua. La frazione ad alto peso molecolare viene aggiunta per formare un rivestimento sulla superficie esterna, onde proteggere il legno dai fattori esterni e per aggiungere un richiamo estetico.

L'inclusione di detto componente che forma un rive-

stramento superficiale permette di aggiungere alla
 soluzione di trattamento anche pigmenti e coloranti,
 formando così in un'unica miscela una soluzione di
 trattamento del legno insieme ad un sistema di rive-
 stimento oppure di tinture del legno. Il rapporto in
 peso ad alto peso molecolare e resina a basso peso
 molecolare varia in genere tra 95:5 e 50:50 e più
 spesso tra 90:10 e 70:30 circa. Quando si usano tali
 sistemi pigmentati, i pigmenti servono anche come
 assorbitori di luce ultravioletta (UV). È noto che
 la luce UV degrada il legno. Di conseguenza, l'inclu-
 sione del pigmento serve anche per migliorare la du-
 rata del legno. Nel rivestimenti incolori lo stesso
 obiettivo può essere raggiunto aggiungendo assorbito-
 ri UV.

Esempi tipici di assorbitori UV sono dati negli esem-
 pi che precedono. Gli esempi che seguono illustrano
 delle formulazioni tipiche che usano resine formate
 a partire da monomeri vinilici e che possono essere
 formulate con una quantità relativamente piccola di
 co-solvente organico polare.

In Esempio V, sia le resine ad alto peso molecolare
 che quelle a basso peso molecolare contengono numero
 di gruppi acidi che vengono neutralizzati con idros-
 sido d'ammonio.

Il risultato è una soluzione bianca trasparente molto solubile in acqua. Esempio VIII illustra la possibilità da parte della formulazione di incorporare ritardante di incendio e preservante a base di sali inorganici senza causare separazione di fase a causa della concentrazione relativamente bassa di co-solvente organico polare.

Esempio V

Rhoplex B-505*	45.00
Acrisol 527**	4.44
Idrossido d'ammonio, 28%***	1.00
Acqua	46.56
Metil carbitolo	<u>3.00</u>
Totale	100.00

* Rhoplex 505 è un copolimero acrilico ad alto peso molecolare prodotto da Rohm & Haas Company, 40% n.v.

** Acrisol 527 è una soluzione di resina completamente acrilica (basso peso molecolare) prodotta da Rohm & Haas Company, 45% n.v.

*** Idrossido d'ammonio viene usato per regolare il pH e ottenere chiarificazione. I solidi totali della resina della formula di cui sopra sono pari a 20%. Il rapporto tra B - 505 e Acrisol 527 sulla base dei solidi è 9.0:1.0.

Esempio VI

Synthemul 40-450*	32.65
-------------------	-------

Acrisol 527	8.88
Idrossido d'ammonio, 28%	2.00
Acqua	52.47
Butil carbitolo	<u>4.00</u>

Totale 100.00

* Synthemul 40-450 è un'emulsione di acetato di poli
vinile, emulsione di copolimero acrilico, 49% n.v.,
prodotta da Reichhold Chemicals Inc.

Solidi totali della resina = 20%

Rapporto S- 40 - 450/ Ac 527 = 80:20

Esempio VII

E-1630, 45% n.v.*	40.00
Acrisol 527	4.44
Acqua	52.06
Metil carbitolo	<u>3.50</u>

Totale 100.00

* E-1630 è un'emulsione acrilica sperimentale prodot-
ta da Rohm & Haas Company, n.v. = 45%

Rapporto E-1630/AC-527 = 90:10

Solidi totali della resina: 20%

Esempio VIII

E-1630	40.00
Acrisol 527	4.44
Ritardante di incendio*	10.00
Nylate-10 ^{RR}	2.00

Acqua	40.56
Metil carbitolo	<u>3.00</u>
Totale	100.00

* Il ritardante di incendio viene prodotto mediante neutralizzazione completa di dimetilammina con acido fosforico.

** Nylate-10 è un preservante del legno prodotto da Seymore Chemicals Co. L'ingrediente attivo è rame-8-chinolinolato.

Esempio IX

La formulazione di Esempio VIII è stata usata per essere applicata a due tavolette di cedro giallo 10.16 cm x 20.32 cm.

Il legno è stato immerso nella formulazione per 15 minuti e poi lasciato essiccare all'aria per una notte a temperatura ambiente. Una delle due tavole è stata poi lavata sotto l'acqua corrente di rubinetto per 6 ore e poi lasciata di nuovo per una notte a temperatura ambiente. Le tavole sono state poi esposte alla fiamma di una torcia a fusione mantenuta a 15.24 cm dalla loro superficie.

La fiamma non persisteva su nessuna delle due tavole dopo l'allontanamento della torcia a fusione. Tuttavia, una carbonizzazione locale era visibile dopo un periodo di tempo di 3 minuti. In una tavola di legno

di controllo che non era stata trattata affatto, il legno prendeva fuoco entro 1 minuto dall'esposizione alla fiamma ed il fuoco continuava a bruciare dopo l'allontanamento della torcia.

Questo esperimento dimostra che il ritardante di incendio è risultato efficace nel ridurre la propagazione della fiamma ed è divenuto non lisciviabile, pur essendo in origine un composto solubile in acqua.

Esempio X

Una tavola di quercia bianca di circa 2.54 - 1.27 cm / 7.62 cm x 10.16 cm è stata immersa nella formulazione di Esempio VIII per 12 ore ed essiccata all'aria per 24 ore. Una tavola della stessa misura è stata usata come controllo interno.

La tavola trattata e la tavola di controllo sono poi state immerse in acqua per 2 ore ed essiccate in stufa a 121,1°C. L'esame di dette tavole essiccate ha rivelato che la tavola non trattata si era ristretta lungo le cellule radiali mentre la tavola trattata non presentava alcun restringimento in nessuna sua parte. Questo esperimento dimostra che la formulazione di Esempio VIII aveva stabilizzato il legno in modo efficace. Tutto l'esperimento è stato ripetuto omettendo però Acrisol 527 dalla formulazione di Esempio VIII. In questo caso si è notato che sia la

tavola di controllo che quella trattata si restringevano per essiccamento in stufe. Questo esperimento dimostra che il polimero acrilico ad alto peso molecolare non stabilizza in modo efficace il legno, se usato da solo.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per il trattamento del legno allo scopo di migliorarne le proprietà comprendente: messa a contatto del legno da trattare con una quantità sufficiente di resina diluibile con acqua in un solvente miscibile in acqua al fine di depositare una quantità efficace di detta resina nelle pareti cellulari di detto legno, detta resina contenendo molecole di dimensioni tali da poter entrare nello spazio vuoto all'interno di dette pareti cellulari in presenza di detto solvente, e trasformazione della resina all'interno delle pareti cellulari in una forma insolubile in acqua a condizioni ambiente.

2. Procedimento come a rivendicazione 1, in cui detto solvente include acqua.

3. Procedimento secondo rivendicazione 2, in cui detto solvente include un fluido organico miscibile con acqua.

4. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui detta resina è un alchide (vulcanizzabile) ^{all'aria} per essere re-

so insolubile in acqua.

5. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui detta resina viene prodotta a partire da un monomero vinilico.

6. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui detta resina viene prodotta a partire da un monomero acrilico.

7. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui detta resina comprende un'emulsione che forma un rivestimento reso insolubile in acqua per evaporazione del solvente.

8. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui detta resina contiene gruppi acidi neutralizzati con ammina oppure ammoniacca per rendere la resina solubile in acqua, la volatilizzazione di detta ammina o ammoniaca causando l'insolubilizzazione in acqua di detta resina.

9. Procedimento secondo rivendicazione 2, in cui detta resina contiene almeno il 5 per cento in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa.

10. Procedimento secondo rivendicazione 9, in cui detta resina contiene almeno il 10 per cento in peso circa di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa.

11. Procedimento secondo rivendicazione 10, in cui

detta resina contiene una percentuale consistente di molecole aventi dimensione molecolare superiore a quella che consente la penetrazione nello spazio vuoto all'interno delle pareti cellulari, dette molecole essendo selezionate per formare un rivestimento superficiale su detto legno.

12. Procedimento secondo rivendicazione 11, in cui dette molecole di dimensione molecolare superiore hanno un peso molecolare pari a circa 20.000-200.000.

13. Procedimento secondo rivendicazione 9, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari a circa 5-70.

14. Procedimento secondo rivendicazione 10, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari a circa 5-30.

15. Procedimento secondo rivendicazione 14, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari ad almeno 8 circa.

16. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui un prodotto chimico addizionale per il trattamento del legno viene portato a contatto con detto legno per depositare una quantità efficace del prodotto chimico all'interno delle pareti cellulari del legno prima di trasformare la resina all'interno delle pareti cellulari in forma insolubile in acqua, e poi fis-

saggio del prodotto chimico di trattamento del legno nelle pareti cellulari mediante conversione di detta resina in forma insolubile in acqua.

17. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui un prodotto chimico addizionale per il trattamento del legno in un solvente miscibile con acqua viene portato a contatto con detto legno per depositare una quantità efficace del prodotto chimico all'interno delle pareti cellulari del legno prima di trasformare detta resina all'interno delle pareti cellulari in forma insolubile in acqua, dopodichè detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene fissato nelle pareti cellulari mediante conversione di detta resina in forma insolubile in acqua.

18. Procedimento secondo rivendicazione 16, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è presente nello stesso solvente della resina e viene simultaneamente portato a contatto con la resina in modo da depositare contemporaneamente il prodotto chimico per il trattamento del legno e la resina all'interno delle pareti cellulari.

19. Procedimento secondo rivendicazione 17, in cui det to prodotto chimico per il trattamento del legno è pre sente nello stesso solvente della resina e viene simul taneamente portato a contatto con ~~il legno~~ in modo

da depositare contemporaneamente il prodotto chimico per il trattamento del legno e la resina all'interno delle pareti cellulari.

20. Procedimento secondo rivendicazione 16, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene selezionato tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

21. Procedimento secondo rivendicazione 17, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene selezionato tra preservanti del legno e ritardanti di incendio e detto fluido organico miscibile con acqua comprende non più del 10 per cento in peso circa della combinazione resina-solvente.

22. Procedimento secondo rivendicazione 21, in cui detto fluido organico miscibile con acqua comprende non più del 5 per cento in peso circa della combinazione resina-solvente.

23. Procedimento secondo rivendicazione 21 o 22, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è solubile in acqua.

24. Legno stabilizzato dimensionamente a base di legno contenente una quantità stabilizzante di resina insolubile in acqua nelle sue pareti cellulari, detta resina essendo una resina diluibile in acqua prima di diventare insolubile in acqua.

25. Legno stabilizzato secondo rivendicazione 24, in cui detta resina é un alchide.

26. Legno stabilizzato secondo rivendicazione 24, in cui detta resina é costituita da monomeri vinilici polimerizzati.

27. Legno trattato a base di legno contenente una quantità efficace di composto chimico per il trattamento del legno fissato all'interno delle sue pareti cellulari per evitare la lisciviazione con acqua da una resina insolubile in acqua, detta resina essendo una resina diluibile in acqua prima di diventare insolubile in acqua.

28. Legno trattato secondo rivendicazione 27, in cui detto composto chimico per il trattamento del legno viene scelto tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

29. Miscela per trattamento del legno comprendente: una resina diluibile in acqua e trasformabile in forma insolubile in acqua per esposizione all'aria a condizione ambiente, un solvente miscibile con acqua per detta resina, ed una quantità efficace di un prodotto chimico per il trattamento del legno disperso in detti resina e solvente, detta resina contenendo almeno il 10 per cento in peso circa di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa.

30. Miscela secondo rivendicazione 29, in cui detto solvente include acqua ed un fluido organico miscibile con acqua.

31. Miscela secondo rivendicazione 30, in cui detta resina é a base di monomeri vinilici polimerizzati.

32. Miscela secondo rivendicazione 31, in cui detta miscela contiene meno del 10 per cento in peso circa di fluido organico miscibile in acqua.

33. Miscela secondo rivendicazione 29, in cui detta resina é presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari a 5-70 circa.

34. Miscela secondo rivendicazione 33, in cui detta resina é presente in percentuale in peso pari a 8-30 circa.

35. Miscela secondo rivendicazione 29, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene scelto tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

36. Miscela secondo rivendicazione 31, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno é un sale solubile in acqua e detta miscela contiene meno del 5 per cento in peso di fluido organico miscibile in acqua.

37. Miscela secondo rivendicazione 32, in cui detta miscela contiene una percentuale consistente di mo-

lecole aventi dimensione molecolare superiore a quella che consente la penetrazione nello spazio vuoto allo interno delle pareti cellulari del legno, molecole selezionate per formare un rivestimento superficiale sul legno trattato con dette miscele.

38. Miscela per il trattamento del legno come a rivendicazione 37, in cui il rapporto in peso tra la resina ad alto peso molecolare e la resina a basso peso molecolare varia tra 95:5 e 50:50 circa.

39. Miscela secondo rivendicazione 38, in cui il rapporto in peso tra la resina ad alto peso molecolare e la resina a basso peso molecolare varia tra 90:10 e 70:30 circa.

40. Miscela per il trattamento del legno come a rivendicazione 39, in cui detta resina contiene un copolimero acrilico.

41. Miscela secondo rivendicazione 37, in cui detta resina è presente come emulsione.

42. Miscela secondo rivendicazione 37, in cui detta resina contiene gruppi acidi sufficienti per la solubilità in soluzione alcalina.

DICHIARAZIONE

E LETTERA DI INCARICO-DOMANDA ORIGINALE

Come inventore sotto indicato, dichiaro che le indicazioni fornite nel presente documento sono verit-

re, che ritengo di essere l'originale, il primo e l'unico inventore dell'invenzione intitolata:

PROCEDIMENTO PER IL TRATTAMENTO DEL LEGNO E PRODOTTO
RELATIVO

che é descritta e rivendicata nell'unita descrizione;

che non so e non ritengo che la stessa sia mai stata

conosciuta od usata negli Stati Uniti d'America pri-

ma della mia relativa invenzione, né brevettata o de-

scritta in alcuna pubblicazione stampata in alcun

paese prima della mia relativa invenzione, oppure più

di un anno prima rispetto alla presente domanda, né

di uso pubblico od in vendita negli Stati Uniti d'A-

merica più di un anno prima rispetto alla presente

domanda, che l'invenzione non é stata brevettata, né

resa oggetto di un certificato d'inventore rilascia-

to prima della data della presente domanda in alcun

paese estero rispetto agli Stati Uniti su domanda

depositata da me o dai miei rappresentanti legali od

aventi causa più di 12 mesi prima rispetto alla pre-

sente domanda e che non é stata depositata alcuna do-

manda di brevetto né alcun certificato d'inventore

sulla presente invenzione da parte mia, o dei miei

rappresentanti legali od aventi causa in alcun paese

estero rispetto agli Stati Uniti d'America ad ecce-

zione di quelli sottoindicati: (Tabella con caselle

vuote)

LETTERA DI INCARICO: Quale inventore menzionato, nominino con la presente i seguenti procuratori per proseguire la presente domanda e compiere tutti gli atti ad essa inerenti presso l'Ufficio dei Brevetti e dei Marchi (Elencare nome e numero di registrazione)

STEPHEN S. TOWNSEND, Reg.Nº. 15,387

CHARLES E. TOWNSEND, " " 16,218

ANTHONY B. DIEPENBROCK, " " 20,131

DIRKS B. FOSTER, " " 17,624

ALBERT J. HILLMAN, " " 20,134

THOMAS F. SMEGAL, Jr. " " 20,732

JOHN L. Mc. GANNON, " " 22,414

PAUL W. VAPNEK, " " 24,185

WILLIAM M. HYNES, " " 24,168

J. GEORG SEKA, " " 24,491

BERTRAM I. ROWLAND, " " 20,015

ROGER L. COOK, " " 24,648

BRUCE W. SCHWAB, " " 22,321

RONALD S. LAURIE, " " 25,431

WARREN P. KUJAWA, " " 25,142

GEORGE M. SCHWAB, " " 25,748

ROBERT J. BENNETT, " " 27,533

KENNETH R. ALLEN, " " 27,301

JOHN W. SCHLICHER, " " 28,343

THOMAS R. BERTHOLD, " " 28,689

HENRY C. BUNSOW, " " 27,743

DAVID N. SLONE, " " 28,572

LESLEY SAVITZ WITT, " " 26,578

Inviare la corrispondenza a:

TOWNSEND & TOWNSEND STEUART STREET TOWER, ONE

MARKET PLAZA SAN FRANCISCO, CA 94105

Indirizzare le telefonate a: (nome e numero di tele-

fono) ALBERT J. HILLMAN, # 20,134 (415) 543-9600 o

(415) 493-2590

(201) Generalità complete dell'Inventore - Cognome:

VASISHTH Primo nome: RAMESH Secondo nome: C

Domicilio e Nazionalità - Città: DANVILLE, Stato (o

Paese estero): CALIFORNIA, Paese di cittadinanza:

CANADA, Recapito Postale - Indirizzo: 907 EL CAPITAN

Dr.; Città: DANVILLE, Stato o Paese: CALIFORNIA,

Codice Postale: 94526

(202) Generalità complete dell'Inventore - Cognome:

DE SILVA, Primo nome: DODWELL, Secondo nome: P

Domicilio e Nazionalità - Città: VANCOUVER, Stato (o

Paese estero): CANADA, Paese di cittadinanza: SRI

LANKA, Recapito Postale - Indirizzo: 1196 E. 62nd AVE,

Città: VANCOUVER, Stato o Paese: CANADA, Codice po-

stale: V5 X2H3

(203) Generalità complete dell'Inventore - Cognome:

, Primo nome: , Secondo nome:

Domicilio e nazionalità - Città: , Stato (o

Paese estero): , Paese di cittadinanza: ,

Recapito Postale Indirizzo:

Città: , Stato o Paese: , Codice Postale:
le:

(301) Riferimento specifico alla mia prima domanda collegata archiviata negli Stati Uniti d'America di cui questa domanda é ☒ parziale seguito.

Suddivisione fatta a pagina 1 della descrizione al fine di usufruire dell'indennità di detta data di deposito precedente 35 usc 120

Dichiaro inoltre che tutte le affermazioni qui compiute di mia propria conoscenza sono veritiere e che tutte le affermazioni compiute su informazioni sono ritenute veritiere; ed inoltre che tali affermazioni sono state compiute essendo a conoscenza che le affermazioni volontariamente false e simili siffatte sono perseguibili con multa o carcere, od ambedue, ai sensi della Sezione 1001 del Titolo 18 del Codice degli Stati Uniti, e che tali affermazioni volontariamente false possono infirmare la validità della domanda oppure di qualunque brevetto da essa derivante.

Firma dell'inventore 201: (illeggibile)

Data: 2 Novembre 1979

Firma dell'inventore 202: (illeggibile)

Data: 2 Novembre 1979

Firma dell'inventore 203: (illeggibile)

Data:

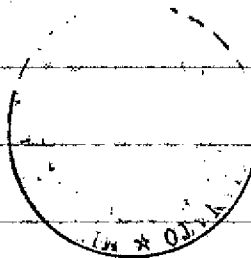
DIPARTIMENTO DEL COMMERCIO DEGLI STATI UNITI

UFFICIO DEI BREVETTI E DEI MARCHI

Seguono _____ tavole di disegni.

La presente é una traduzione fedele e completa del
documento estero a cui é allegata

[Signature]
RACHELI - FIAMMENGHI - FIAMMENGHI
Via Quattro Fontane 31 - 00184 ROMA



[Signature]
Incaricato

MINOTTI/me/5998

N. d'Ordine (Serie del 1970) 023051

Numero del Brevetto: / Data del Brevetto: /

Numero d'ordine: 23,051 Data di deposito 22-3-1979

Classe 427 Sottoclasse Unità tecnica del

gruppo: 162 Esaminatore:

Richiedente (i): RAMESH C. VASISHTH, DANVILLE, CALIF,

DODWELL P. DE SILVA, VANCOUVER, CANADA

TITOLO DELL'INVENZIONE: PROCEDIMENTO DI TRATTAMENTO

DEL LEGNO E PRODOTTO RELATIVO

Inviare la corrispondenza a: TOWNSEND & TOWNSEND

STEUART STREET TOWER ONE MARKET PLAZA, SAN FRANCISCO,

CALIF.94105

Procuratore Principale: STEPHEN S. TOWNSEND, E ALTRI

Procuratore Associato: NESSUNO

N. d'ordine: 23,051 Stato o Paese: 6 Tavole di di-

segni / Rivendicazioni Totali: 40 Rivendica-

zioni indipendenti: 4 Tassa di deposito ricevu-

ta: U.S.Doll.155 Casellario del 3686267

Procuratore: Rivendicazioni consentite

Classe Sottoclasse

Si certifica che allegata alla presen-

te vi é una copia fedele tratta dallo

archivio dell'Ufficio dei Brevetti e

dei Marchi degli Stati Uniti della do-

manda, come originariamente depositata,

che é sopra indicata.

D'autorità del

DIRETTORE DELL'UFFICIO DEI BREVETTI E DEI MARCHI

(firma illeggibile)

Funzionario Rogante

18 Gennaio 1980

PROCEDIMENTO DI TRATTAMENTO DEL LEGNO E PRODOTTO
RELATIVO.

RIASSUNTO DELL'INVENZIONE

Procedimento di trattamento del legno per migliorar-
ne le proprietà comprendente: contatto del legno da
trattare con una quantità sufficiente di resina vul-
canizzabile all'aria e diluibile in acqua in un sol-
vente miscibile in acqua (generalmente contenente
acqua) per depositare detta resina nelle pareti cel-
lulari delle fibre legnose, detta resina contenendo
molecole di dimensioni tali da consentirne la pene-
trazione nello spazio vuoto in dette pareti cellula-
ri, e vulcanizzazione della resina in dette pareti
cellulari con trasformazione in forma insolubile in
acqua mediante esposizione all'aria a temperatura
ambiente. Il trattamento fornisce un legno con sta-
bilità dimensionale e resistenza al restringimento
/per esposizione all'acqua migliorati.

Ulteriori miglioramenti nelle proprietà del legno

possono essere ottenuti depositando additivi, quali preservanti o ritardanti di incendio, nelle pareti cellulari del legno e fissando all'interno additivi con la resina vulcanizzata.

CAMPO DI APPLICAZIONE DELL'INVENZIONE

La presente invenzione si riferisce ad un trattamento per il miglioramento delle proprietà del legno. Più in particolare, si riferisce all'impregnazione del legno con resina e facoltativamente con vari additivi quali preservanti ed agenti di rallentamento di incendio.

DESCRIZIONE DELLA TECNICA PRECEDENTE

E' ben noto che il legno si espande e contrae in funzione del grado di rigonfiamento delle sue pareti cellulari.

Le pareti cellulari del legno presentano vari livelli di rigonfiamento a seconda del particolare solvente o vapore di solvente a cui il legno é esposto e della sua affinità con detto solvente o vapore di solvente. Pertanto, l'esposizione ad acqua o vapore acquoso causa un alto grado di rigonfiamento mentre l'esposizione a solventi meno polari o a miscele di solventi, quali una miscela etanolo-xilene, provoca la disidratazione delle pareti cellulari del legno con conseguente contrazione. Inoltre, quando la pare-

te cellulare del legno, costituita essenzialmente da catene cellulari, si rigonfia, essa presenta porosità massima, vale a dire, lo spazio vuoto tra le catene cellulari effettive é elevato, mentre quando non é gonfia la porosità é molto bassa.

Di conseguenza, la dimensione é la quantità delle mo-

lecole che possono essere depositate all'interno delle pareti cellulari dipende dal grado di rigonfiamento delle pareti cellulari stesse. Questa proprietà del legno è stata usata in diversi modi per impartire al legno proprietà specifiche.

A questo scopo, i poliglicoli idrosolubili, quali polietilenglicol con peso molecolare compreso tra 3000 e 6000 circa, possono essere introdotti nelle pareti cellulari allo stato unido o di rigonfiamento (vedasi "New and Better Ways to Dimensionally Stabilize Wood", A.J. Stam, Forest Products Journal, 9 (1959): 3, 107-110, e "PEG of the Woodworker's Heart", Harry C. Leslie, Man Society Technology, A Journal of Industrial Arts Education, 33 (1): 13-16, Sept., Oct., 1973).

Tali poliglicoli presentano bassa tensione di vapore e, contrariamente all'acqua, evaporano solo molto lentamente.

Di conseguenza, detto trattamento è molto efficace per la prevenzione del restringimento e dell'incrinatura del legno. Tale trattamento viene spesso usato per trattare xilografia, statue, etc., al fine di rendere questi oggetti di legno più durevoli ^{ANCHE} quando immagazzinati in atmosfera secca.

Tuttavia, i poliglicoli rimangono solubili in acqua e sono soggetti a lisciviazione quando il legno con essi

trattato viene esposto a condizioni umide. L'utilità di detto trattamento é pertanto molto limitata.

Utilizzando più o meno lo stesso concetto, resine fenoliche e di urea a basso peso molecolare sono state usate per trattare il legno. (Vedasi i brevetti Statunitensi N° 3,968,276, 3,519,476 e 3,493,417).

Per fissare dette resine all'interno delle pareti cellulari del legno é richiesto un successivo trattamento a caldo per rendere insolubile in acqua la resina fenolica. Molto spesso si usa una combinazione di calore e pressione per ispessire ulteriormente il legno. Anche se efficace, tale trattamento richiede un'apparecchiatura particolare e viene pertanto utilizzato solo per la produzione industriale di articoli speciali, per i quali é richiesta resistenza all'acqua oppure resistenza ad agenti chimici o robustezza strutturale oppure una combinazione di detti elementi.

Molti altri polimeri sono stati utilizzati per impregnare il legno. Ad esempio, sono stati usati monomeri del tipo acrilico (brevetto Statunitense N° 3,763,261), poliisocianato (brevetto Statunitense N° 3,539,386), e dibromopropilglicidil etero (brevetto Statunitense N° 3,483,021).

Tutti questi trattamenti richiedono un trattamento

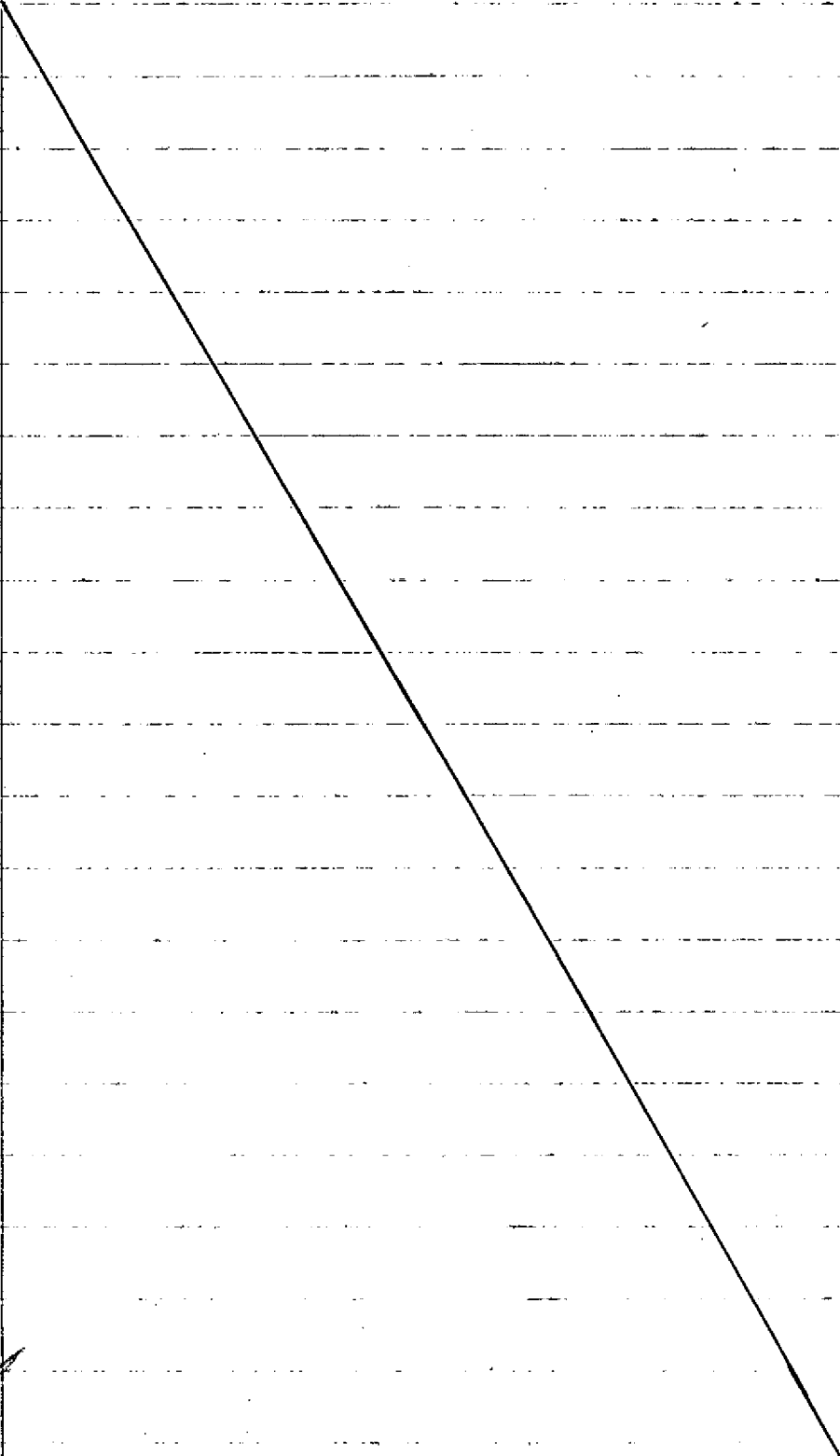
secondario del legno, dopo lo stadio di saturazione, per polimerizzare in situ i monomeri, al fine di fissare il polimero all'interno del legno. Il trattamento secondario usato più spesso consiste nel riscaldamento del legno impregnato, quantunque nel caso di monomeri del tipo vinilico, quali gli acrilici, si usi anche l'esposizione ai raggi gamma.

Un eventuale trattamento secondario di impregnazione successiva risulta costoso e scomodo.

Di conseguenza, nessuna delle dette tecniche é risultata particolarmente vantaggiosa a livello industriale. Anche quando le pareti cellulari del legno sono bagnate oppure rigonfie, solo le molecole di dimensioni relativamente ridotte possono penetrare nelle pareti cellulari del legno. La dimensione effettiva della molecola che penetra nelle pareti cellulari del legno dipende dal grado di rigonfiamento e dai tipi di legno. I polimeri con elevata dimensione molecolare non penetrano neppure in una parete cellulare del legno rigonfiata. Così, per esempio, le emulsioni di polivinil-acetato e di poliacrilato sono state usate per anni per produrre adesivi e vernici per legno.

Contrariamente ai polimeri ottenuti per condensazione, quali la resina fenolica citata in precedenza, dette emulsioni vengono prodotte mediante polimerizza-

zione con radicali liberi e pertanto non contengono
quantità apprezzabili di componenti a basso peso mo-
lecolare (vedasi Text Book of Polymer Science, F.W.
Billmeyer, Jr., Interscience Publishers, 1966).



Di conseguenza, quando il legno viene trattato con dette emulsioni, le pareti cellulari del legno si rigonfiano a causa della presenza di acqua, ma le molecole del polimero sono troppo grandi per poter penetrare anche nella parete cellulare del legno rigonfiata. Pertanto, il legno acquista un rivestimento protettivo che, però, non influenza le altre caratteristiche del legno, quali la resistenza al restringimento e all'incrinatura. Non è quindi conveniente usare un polimero di grandi dimensioni molecolari impregnato di acqua per raggiungere gli obiettivi della presente invenzione. Si conoscono resine viniliche a basso peso molecolare come le resine acriliche, ma la loro utilità per il trattamento di pareti cellulari del legno per migliorare la resistenza al restringimento, la stabilità dimensionale ed altre proprietà non è stata riconosciuta.

Ad esempio, tali resine sono state consigliate per l'uso in cere per pavimenti come aiuto-livellante.

Gli alchidi sono polimeri condensati contenenti una quantità apprezzabile di costituenti a basso peso molecolare ("Text Book of Polymer Science", come sopra). Inoltre, gli alchidi formano reticoli e vulcanizzano, vale a dire, diventano resistenti al solvente e parzialmente infusibili per reazione con aria. In passato,

solo gli alchidi solubili in solventi organici erano comunemente presati in commercio. I solventi organici in detti alchidi non rigonfiavano le pareti cellulari del legno.

Molti di essi fanno effettivamente restringere le pareti cellulari del legno rimuovendo l'acqua e riducendo la porosità del legno. Più o meno nel corso dell'ultimo decennio, gli alchidi solubili in acqua oppure in una miscela di solventi polari e acqua sono stati ampiamente usati in finiture industriali quali rivestimenti per macchine lavatrici, frigoriferi, automobili, ecc. Tuttavia, non ci si era resi conto del fatto che detti alchidi costituiscono anche una base per impartire le tanto richieste proprietà di riduzione del restringimento o della spaccatura o di introduzione di una certa stabilità dimensionale, oltre a prevenire o ritardare l'incendio del legno in modo sostanziale e permanente, senza richiedere il trattamento secondario di impregnazione successiva per riscaldamento o esposizione ai raggi gamma.

La semplice esposizione all'aria è sufficiente a farli reticolare per formare un polimero in situ.

Inoltre, essendo in soluzione in acqua e contenendo un'elevata quantità di molecole piccole ma reattive, essi sono dotati di un'eccellente potere di penetra-

zione nelle pareti cellulari del legno.

SOMMARIO DELL'INVENZIONE

Nella realizzazione modello della presente invenzione, miscele di sostanze chimiche specifiche si depositano in modo permanente all'interno delle pareti cellulari delle fibre legnose, dopo aver solubilizzato^{bi} la combinazione di sostanze chimiche da depositare in acqua o in miscele di acqua-solvente miscibile in acqua, in modo da far rigonfiare la parete cellulare del legno e ottenere così la massima penetrazione di sostanze chimiche nella parete stessa. Le sostanze chimiche selezionate sono tali che almeno uno dei componenti la miscela contiene molecole reattive di piccola dimensione in grado di penetrare nello spazio vuoto nelle pareti cellulari in presenza del solvente e di reagire con aria in condizioni ambiente, sia da sole che coadiuvate da altre sostanze chimiche che possono agire da catalizzatori polimerizzando così in un prodotto insolubile in acqua e bloccando contemporaneamente altre sostanze chimiche solubili in acqua che possono essere presenti nella miscela, in modo da eliminare o ridurre notevolmente la tendenza dell'intera miscela o lisciviare per trattamento successivo del legno con acqua o con soluzioni contenenti acqua.

DESCRIZIONE DELLA REALIZZAZIONE MODELLO

Il componente chimico capace di reagire con aria usato nella presente invenzione può essere un alchide diluibile in acqua oppure un alchide modificato diluibile in acqua.

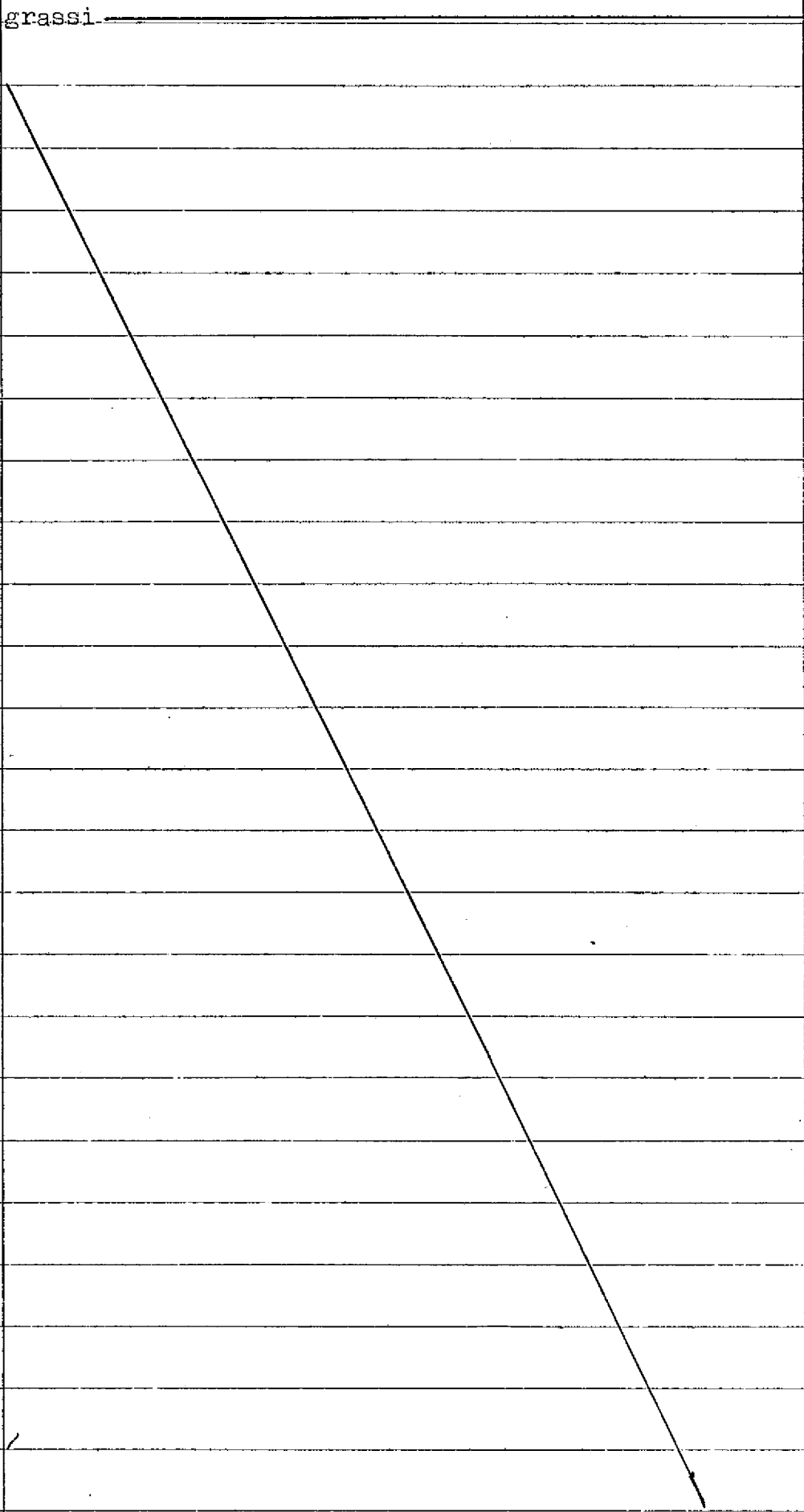
Esempi di tali alchidi sono alchidi molto, poco, medio-oleosi diluibili in acqua, attualmente messi in commercio da numerosi produttori e ben noti nell'industria dei rivestimenti industriali.

Anche alchidi modificati, quali alchidi uretano modificati, sono disponibili in commercio e conosciuti nel campo.

Tali alchidi oppure alchidi modificati sono generalmente solubili in acqua oppure in miscele acqua-solvente polare in soluzioni quasi neutre o leggermente alcaline.

Esempi di solventi polari sono butanolo o alcoli superiori, chetoni, butil cellosolve, butil carbitolo, propasolo, e N-metil pirrolidone. Per informazione, ricordiamo che le resine alchidiche vengono preparate combinando acidi sintetici dibasici, quali anidride ftalica, anidride isoftalica, anidride trimelitica, con olii grassi sintetici o naturali, cioè gliceridi di acidi grassi. Gli acidi grassi o i loro gliceridi generalmente usati contengono miscele di acidi

grassi



The image shows a grid with horizontal and vertical lines. A horizontal line is drawn at the top of the grid, starting from the left edge and extending to the right. A diagonal line is drawn from the left edge, starting at the same vertical level as the horizontal line and extending downwards and to the right. The word 'grassi' is written at the start of the horizontal line. There are some small marks and artifacts on the grid, including a small mark near the bottom left corner.

con catena di lunghezza variabile e grado di insatura zione nella catena variabile. Gli alchidi possono ve- nire addizionalmente modificati per combinazione con vari glicoli. Esempi di glicoli comunemente usati so- no il pentaeritritoldietilenglicol. Cambiamenti più drastici delle proprietà degli alchidi possono esse- re realizzati provocandone la reticolazione per addi- zione di isocianati, quali toluendiisocianato. Questi ultimi alchidi sono normalmente chiamati alchidi ure- tano-modificati. Gli alchidi uretano-modificati essic- cati danno finiture molto più resistenti rispetto agli alchidi diversamente modificati.

Altri esempi di alchidi modificati includono alchidi modificati per reazione con resine naturali, quali rosina, oppure con altre resine sintetiche quali le fenoliche, ammino resine, resine siliconiche, oppure per reazione con amidi, stirene e simili. Il peso molecolare finale o il grado di polimerizzazione degli alchidi viene controllato aggiungendo quantità con- trollate di un eccesso di uno dei reagenti, acidi gras- si o glicoli. Di conseguenza, gli alchidi finiti con- tengono in genere piccole quantità di gruppi idrossi- lici oppure di gruppi acidi o di entrambi che non han- no reagito.

Gli alchidi prodotti usando rapporti relativamente bas

si di acidi polibasici sintetici- acidi grassi sono chiamati alchidi molto oleosi, quelli prodotti con rapporti molto elevati sono detti alchidi poco oleosi, e quelli prodotti usando un rapporto intermedio sono chiamati alchidi medio oleosi.

Le resine alchidiche del tipo suddetto sono solubili nei solventi di idrocarburi sia aromatici che alifatici, ed insolubili nella maggior parte dei solventi polari quali acqua, metanolo e butanolo. Recentemente, le resine alchidiche sono state fatte reagire con varie sostanze chimiche per migliorare la loro solubilità nei solventi polari. Ciò può essere ottenuto incorporando gruppi molto polari nella struttura alchidica. Ad esempio, l'alchide può essere preparato usando un eccesso di acido, il prodotto finale avendo un numero acido variabile tra 10 e 100 circa, preferibilmente tra 20 e 60 circa. I gruppi acidi vengono poi parzialmente o totalmente neutralizzati usando un'ammina oppure ammoniacca ed una combinazione di ammine ed ammoniacca. I prodotti così preparati sono poi solubili in tali solventi polari quali metanolo, butanolo, carbitolo, butil cellosolve (etilenglicol monobutil-ctero) e miscele di tali solventi con acqua.

Per raggiungere la solubilità totale, si possono usare miscele di solventi del tipo suddetto. Ad esempio,

alcuni di questi alchidi sono dotati di maggiore solubilità in solventi più alti bollenti quali butil carbitolo (dietilenglicol monobutiletere) o butil cellosolve, e l'aggiunta di tali solventi può aumentare la quantità di acqua che può essere usata come parte del sistema solvente.

Proprio queste resine alchidiche modificate per dissoluzione in solventi polari sono utili per la presente invenzione e sono quindi indicate come alchidi diluibili in acqua. Oltre a questi alchidi semplici poco, medio oppure molto oleosi, alchidi modificati per reazione con isocianati, composti acrilici o altre sostanze chimiche adatte, usate comunemente per modificare gli alchidi, possono essere usati per attuare la presente invenzione. Queste modifiche sono uguali a quelle usate con alchidi a base di solvente organico che vengono successivamente modificati con gruppi acidi neutralizzabili per renderli solubili in solventi polari. E' da notare che la presente invenzione non é limitata ai tipi di alchidi modificati qui discussi.

La presente invenzione può essere realizzata con qualsiasi sistema polimerico diluibile in acqua che sia solubile in solventi polari, o miscele di solventi polari, o miscele di solvente polare ed acqua, e che sia

in grado di vulcanizzare in forma insolubile in acqua per esposizione all'aria in condizione ambiente di temperatura e pressione. Per ottenere i risultati migliori, qualunque sia la resina prescelta, essa dovrebbe contenere almeno il 5 per cento in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 700, di preferenza il 10 per cento in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 700. Questo favorisce l'ingresso nello spazio vuoto della parete cellulare del legno. Quantunque tutti i sistemi polimerici diluibili in acqua del tipo descritto in precedenza siano adatti per la presente invenzione, è comprensibile come alcune resine siano più soddisfacenti di altre in una particolare applicazione. Ad esempio, la stabilità del sistema solvente della resina è diversa e la precipitazione della resina può avvenire più velocemente in certi sistemi che in altri.

E' stato notato che la scelta della resina è più critica, per quanto riguarda la stabilità, in soluzioni di resina più diluite contenenti meno del 20% in peso circa della resina. In tali soluzioni si possono esaminare diverse resine per selezionarne una avente proprietà ottimali.

in grado di vulcanizzare in forma insolubile in acqua per esposizione all'aria in condizione ambiente di temperatura e pressione. Per ottenere i risultati migliori, qualunque sia la resina prescelta, essa dovrebbe contenere almeno il 5 per cento in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 700, di preferenza il 10 per cento in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 400. Questo favorisce l'ingresso nello spazio vuoto della parete cellulare del legno. Quantunque tutti i sistemi polimerici diluibili in acqua del tipo descritto in precedenza siano adatti per la presente invenzione, è comprensibile come alcune resine siano più soddisfacenti di altre in una particolare applicazione. Ad esempio, la stabilità del sistema solvente della resina è diversa e la precipitazione della resina può avvenire più velocemente in certi sistemi che in altri.

È stato notato che la scelta della resina è più critica, per quanto riguarda la stabilità, in soluzioni di resina più diluite contenenti meno del 20% in peso circa della resina. In tali soluzioni si possono esaminare diverse resine per selezionarne una avente proprietà ottimali.

io III ricercati. Si è quindi illustrata un sistema
 insolubile, anche di stabilità relativamente
 lungo termine a basse concentrazioni di resina.
 Così come gli alchidi diluibili in olio oppure in sol-
 vent organico, gli alchidi diluibili in acqua e pro-
 di alchidi solubili si reagiscono con l'ossigeno in
 presenza di aria e formano un reticolato per dar luo-
 go ad un prodotto insolubile in acqua. La velocità di
 reticolazione può essere aumentata in modo sostanziale
 aggiungendo piccole quantità, in genere delle 0,05
 alle 1,00 in peso, di catalizzatori, quali ossicenti.
 Tra gli ossicenti che possono essere usati sono
 ossicenti di calcio, cobalto, manganese e zirconio
 oppure sali chelati di calcio, cobalto, manganese op-
 pure zirconio. E' stato sempre addebitato scoperto
 che le suddette soluzioni di alchidi diluibili in
 acqua penetrano, quando applicate al legno, nella parete
 cellulare lignosa e diventano insolubili in acqua per
 successiva esposizione all'aria. Ecco potremo portan-
 do essere usate per stabilizzare la parete cellulare
 il legno, in modo da impartire una stabilità deter-
 minata rinnovando, anziché, oppure con tutti gli al-
 chidi, all'applicazione ed alla conservazione collimate
 ossicenti di variabili. E' stato anche scoperto che
 può essere scoperto che altro catalizzatore che il calcio

normalmente solubili in acqua oppure nella suddetta soluzione alchidica, quando usate insieme a dette soluzioni di alchidi o alchidi modificati, penetrano anch'esse nelle pareti cellulari legnose e per successiva vulcanizzazione all'aria dell'alchide o dell'alchide modificato si fissano al legno e sono sostanzialmente non lisciviabili con acqua.

Pertanto, oltre ad impartire stabilità dimensionale al legno, la presente scoperta può essere usata per trattare il legno con un certo numero di sostanze chimiche che conferiscono al legno lunga durata ed altre proprietà speciali.

In questo modo, sostanze chimiche per il rallentamento di incendio, che sono normalmente solubili in acqua, possono essere usate per impartire al legno con esso trattato le proprietà dei ritardanti di incendio durevoli e non lisciviabili con acqua. In modo analogo, preservanti del legno solubili in acqua, sia organici che inorganici, possono essere introdotti nel legno e, per vulcanizzazione dell'alchide o dell'alchide modificato, resi non lisciviabili, il che conferisce al legno la capacità di trattenere detti composti anche quando usato bagnato ed umido.

La presente invenzione può essere utilizzata in vari modi.

Ad esempio, se si desidera impartire al legno resistenza al restringimento e stabilità dimensionale, può bastare un semplice trattamento con una soluzione di alchide diluibile in acqua contenente essiccanti opportuni, seguito da essiccamento all'aria. La quantità di materiale depositato nelle pareti cellulari legnose è proporzionale alla concentrazione del materiale nella soluzione di trattamento.

Questo vale sia per il polimero legante che per gli altri ingredienti, quali i preservanti o i ritardanti di incendio.

Il polimero legante può essere usato sia concentrato al 70% in peso circa sia a bassa concentrazione pari al 5% in peso circa. In genere si preferiscono le miscele a concentrazione compresa tra 5 e 30% in peso circa poichè al di sopra di questo intervallo di concentrazione la viscosità della soluzione è molto elevata. Le soluzioni molto viscosi impiegano molto tempo per saturare il legno.

La viscosità può essere almeno in parte abbassata riscaldando la soluzione. Comunque, da un punto di vista esclusivamente pratico è più conveniente usare temperatura ambiente ed intervalli di concentrazione più bassa.

Quantunque concentrazioni di circa il 5% in peso di

legante della resina mostrino un chiaro miglioramento nella stabilità dimensionale del legno trattato e nel fissaggio di altri additivi all'interno, una concentrazione pari ad almeno l'8% in peso circa di resina dovrebbe essere usata quando si desidera evitare in modo sostanziale la lisciviazione con acqua degli additivi. La quantità di preservanti del legno oppure di miscele di preservanti del legno usata dipende dal grado di protezione desiderato.

Il pentaclorofenolo, ad esempio, può essere usato in intervalli di concentrazione compresi tra 0,5 e 6% in peso circa, preferibilmente tra 2 e 5% in peso circa. Gli addotti dell'ossido di tributil-stagno, d'altronde, vengono generalmente usati in intervalli di concentrazione tra 0,1 e 0,5% in peso circa. In modo analogo ritardanti o miscele di ritardanti di incendio possono essere usati in intervalli di concentrazione tra 5 e 15% in peso circa, in funzione ancora del grado di protezione richiesto. Altre sostanze chimiche contemplate per il trattamento del legno sono rame-8-chinolinolato e ammonio borato di rame. Il legno può essere trattato successivamente oppure contemporaneamente con preservanti, ritardanti di incendio e legante di resina.

Nel caso in cui il legno venga trattato prima con un

ritardante di incendio oppure con un preservante del legno e poi con il legante del sistema in oggetto, si possono ottenere livelli di protezione superiori a quelli raggiungibili con un trattamento simultaneo. Ad esempio, un ritardante di incendio quale borace, può essere compatibile con il sistema legante in oggetto solo fino a 4% in peso, mentre è necessario depositare all'interno del legno una quantità superiore per raggiungere il livello di protezione anti-incendio desiderato. In tali circostanze il legno potrebbe essere trattato prima con 10-15% in peso di borace in acqua e poi con il legante del sistema in oggetto per fissare una concentrazione superiore di borace nelle pareti cellulari. Il legante della resina ed altre sostanze per il trattamento del legno possono essere portati a contatto con il legno usando una qualsiasi tecnica opportuna.

I procedimenti convenzionali quali spazzolatura, immersione oppure esposizione del legno al vuoto prima ed alla soluzione di trattamento poi sotto pressione a temperatura ambiente o superiore sono tutti contemplati in funzione del legno e del grado di penetrazione desiderato.

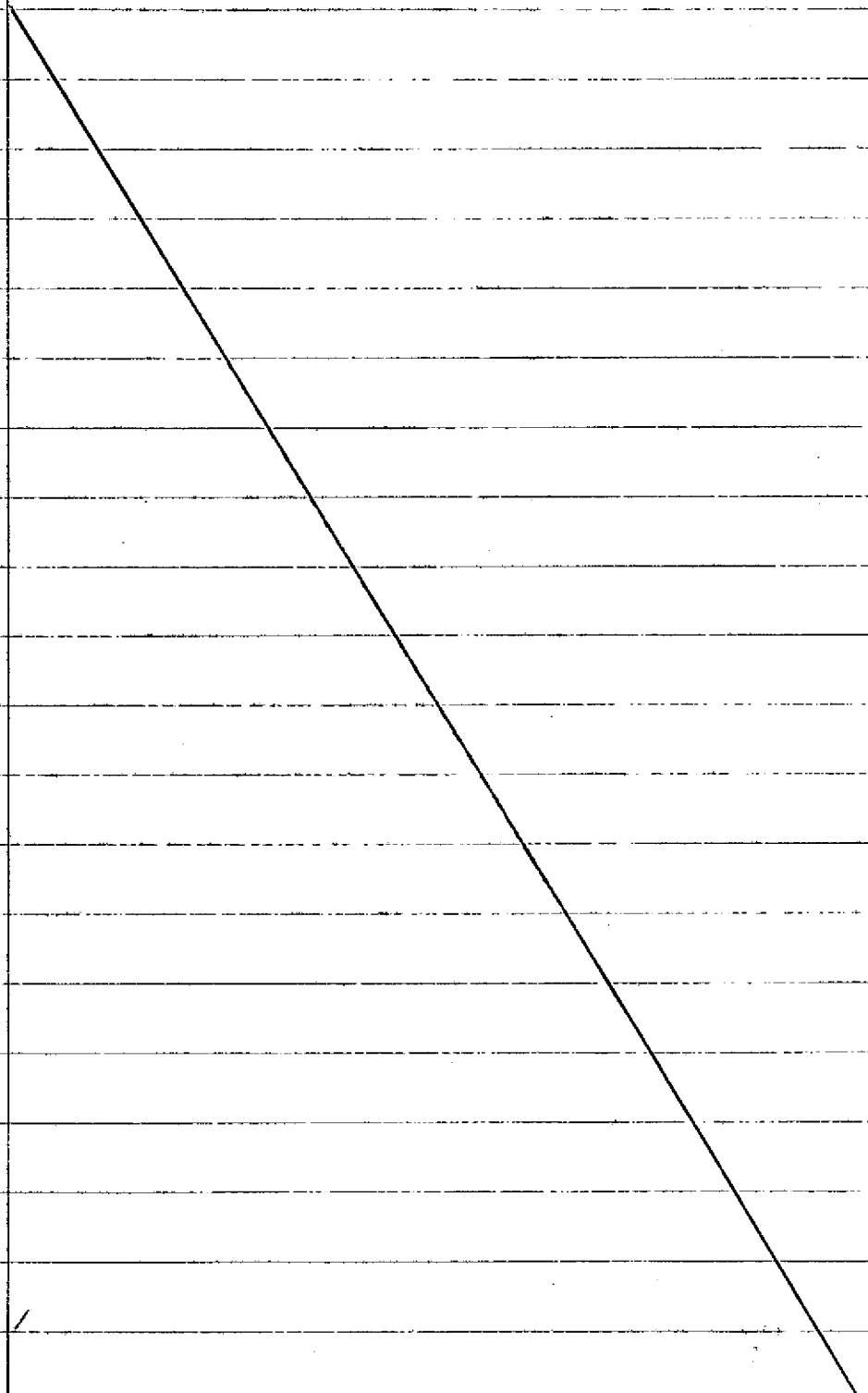
Pigmenti e coloranti convenzionali, sia organici che inorganici, possono essere inclusi nelle formulazioni,

se si desidera.

PARTE SPERIMENTALE

Esempio I

Il miglioramento delle proprietà del legno apportato



dalla presente invenzione si riflette sulla resistenza del legno a alterazioni dimensionali dovute a cambiamenti di umidità ed anche ad alterazioni dimensionali del legno stesso.

Su campioni di acero di circa $1,5 \text{ cm}^3$ impregnati con soluzioni al 20, 40 e 60% (in peso) di resina, ed essiccati all'aria per due settimane, sono state rilevate le seguenti variazioni percentuali nelle dimensioni al livello di umidità di saturazione ed allo stato secco.

Resina in soluzione	Tangenziale	Radiale
(% in peso)	(%) _n	(%) _n
0	112.18	105.46
20	110.25	103.86
40	109.24	103.34
60	104.94	101.83
<u>n Dimensione a saturazione</u>		x 100

Dimensione su essiccamento in stufa

I suddetti risultati sono stati ottenuti immergendo per una notte i campioni di legno nelle soluzioni di resina riportate nella tabella che segue.

Dopo un periodo di essiccamento all'aria per due settimane, detti campioni sono stati immersi nuovamente in acqua per una notte. L'essiccamento in stufa a 150°C fino a peso costante è stato poi attuato (gene-

ralmente in tre ore circa).

Ingredienti

(in peso)	60%	40%	20%
Alchide medio oleoso	627.0	412.0	200.0
diluibile in acqua.			
80% in butil Cellosolve			
Idrossido d'ammonio 28%	36.0	24.0	12.0
Butil Cellosolve	34.6	77.6	120.0
Acqua	139.4	310.4	480.0
6% Cobalto Naftenato ⁿ	4.0	2.7	1.3
18% Zr Naftenato ⁿ	2.0	1.3	0.7
Activ-8 ⁿ	2.8	1.9	0.9
BYK 301 ⁿⁿ	6.0	4.0	2.0
TOTALE	838.0	824.0	812.0

ⁿ 6% Co Naftenato, 18% Zr Naftenato e Activ-8 sono essiccanti.

ⁿⁿ BYK 301 è un agente di bagnatura.

L'aver impregnato il legno con la soluzione ha ovviamente prodotto un notevole miglioramento, della stabilità dimensionale ed ha impartito una maggiore stabilità dimensionale in direzione tangenziale. E' anche significativo il fatto che il trattamento rende uguali i cambiamenti dimensionali sia nella direzione tangenziale che radiale.

Il miglioramento nella stabilità dimensionale dimostra

anche la penetrazione efficace del polimero nella parete cellulare. Risultati simili sono stati ottenuti trattando con le soluzioni di cui sopra campioni di legno di tiglio americano, pino da zucchero, pioppo giallo.

In questa ricerca si è anche scoperto che il legno trattato con la soluzione di resina e poi vulcanizzato all'aria per una settimana non riacquista le sue dimensioni originarie. La variazione percentuale delle dimensioni a seguito di tale trattamento per l'accero è riportata di seguito.

Concentrazione di resina (% in peso)	Tangenziale (%) ⁿ	Radiale (%) ⁿ
0	0	0
20	103.4	101.45
40	103.86	102.15
60	105.81	102.64

ⁿ $\frac{\text{Lunghezza del campione trattato (essiccamento in stufa)}}{\text{Lunghezza del campione non trattato (essiccamento in stufa)}} \times 100$

Lunghezza del campione non trattato (essiccamento in stufa)

Ciò è un'ulteriore dimostrazione del fatto che il polimero penetra in modo efficace nelle pareti cellulari del legno.

Esempio II

Oltre ad impartire stabilità dimensionale, il tratta-

mento del legno in oggetto produce anche un notevole miglioramento nella resistenza al restringimento. Ciò è stato dimostrato prendendo in esame tre campioni equivalenti di quercia rossa.

Campione 1 è stato semplicemente essiccato in forno ed appariva relativamente privo di segni di restringimento.

Campione 2 è stato essiccato in forno, saturato con acqua mediante immersione in acqua per circa 20 minuti e quindi essiccato in stufa. Numerosi segni di restringimento sono visibili.

Campione 3 è stato essiccato in forno e poi immerso nel sistema polimerico riportato nella tabella che segue. Dopo essiccamento in stufa solo pochi segni di restringimento erano visibili.

Ingredienti (in peso)

Alchide medio oleoso diluibile in acqua	248.70
80% in butil Cellosolve	
Ipossido d'Ammonio 28%	15.00
Butil Cellosolve	59.51
Acqua	493.93
Tinuvin 320 ²	4.46
6% Cobalto Naftenato	1.24
18% Zr Naftenato	0.62
Active-8	1.36

BYK 301	<u>2.60</u>
TOTALE	827.42

• ²Tinuvin 328 è un assorbitore u.v.

Esempio III

E' stato detto in precedenza che i preservanti del legno ed i ritardanti d'incendio normalmente lisciviati dal legno per esposizione all'acqua, ad esempio pioggia, possono essere fissati in modo sostanziale nel legno e resi non lisciviabili con la presente invenzione.

Pentaclorofenolo viene comunemente usato come preservante per il legno. Per la presente applicazione il pentaclorofenolo viene in genere sciolto in una soluzione di idrocarburi aromatici ed alifatici. Tavole di legno trattate con pentaclorofenolo, su lisciviazione con acqua perdono il preservante ad una velocità molto elevata. In questo modo una tavoletta di legno da 1 cm³ è stata trattata con pentaclorofenolo 5 per cento in peso ed il suo contenuto di cloro è stato analizzato prima e dopo lisciviazione con acqua (un mese) usando l'analisi di dispersione di energia ai raggi X (EDXA). L'analisi per l'assenza di cloro nel campione lisciviato mostra chiaramente che la maggior parte del pentaclorofenolo è stato lisciviato.

Un'altra tavoletta di legno da 1 cm³ è stata trattata

con una soluzione di pentaclorofenolo 5 per cento in peso e di alchide diluibile in acqua 14 per cento in peso.

- Il blocco è stato essiccato all'aria per 30 giorni.

Anche in questo caso il suo contenuto di cloro è stato analizzato con la tecnica EDXA prima e dopo lisciviazione con acqua (un mese). I risultati mostrano chiaramente che solo una piccola quantità di cloro era scomparsa (il polimero avendo fissato il pentaclorofenolo all'interno del legno).

Questo stesso procedimento può essere usato per aggiungere altre sostanze chimiche al legno quali ritardanti di incendio e renderle non lisciviabili.

^aLa soluzione di trattamento è stata preparata combinando le miscele A e B illustrate nella tabella che segue.

Miscela A

Pentaclorofenolo	823
Butil Cellosolve	3837
Ammoniaca 28%	<u>180</u>
	4840

Miscela B

Aroclon ⁿ 385	955
Ammoniaca 28%	22
Butil Cellosolve	64
Cobalto idrovulcanizzatore	6.5

Activ-8 4.0

Miscela A 1190

* Mescolare per 15 minuti e aggiungere:

Acqua 2700

Regolare il pH a 8.5 con ammoniaca (28%)

* Resina alchidica diluibile con acqua venduta dalla
Ashland Chemical Company.

Esempio IV

Il presente esempio dimostra che, così come il preservante di Esempio III, un ritardante di incendio può essere depositato all'interno delle pareti cellulari del legno e fissato dalla resina contro la lisciviazione con acqua.

Il procedimento di Esempio II è stato ripetuto con l'unica variante di aggiungere alla miscela legante di Esempio II 42 gms (5%) di borato di sodio. Le tavolette di legno usate avevano dimensioni 5 cm x 10 cm x 1/2 cm.

Dopo il trattamento, la tavoletta è stata essiccata all'aria a temperatura ambiente per due settimane. È stata poi tagliata a metà nel senso della larghezza.

Una delle metà è stata lavata ripetutamente con acqua ed essiccata all'aria. Le parti della tavoletta lavate con acqua e quelle non lavate sono state esposte ad una torcia accesa mantenuta ad una distanza di 10 cm dal lato di fondo della grana della tavoletta. Entrambe

le tavolette hanno impiegato 8 minuti per carbonizzarsi. Per confronto, una tavoletta non trattata impiegava, sotto le stesse condizioni, 4 minuti per carbonizzarsi.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per il trattamento del legno allo scopo di migliorarne le proprietà comprendente: messa a contatto del legno da trattare con una quantità sufficiente di resina diluibile con acqua in un solvente miscibile in acqua al fine di depositare una quantità efficace di detta resina nelle pareti cellulari di detto legno, detta resina contenendo molecole di dimensioni tali da poter entrare nello spazio vuoto all'interno di dette pareti cellulari in presenza di detto solvente, e vulcanizzazione della resina in dette pareti cellulari in forma insolubile in acqua per esposizione all'aria.

2. Procedimento secondo rivendicazione 1, in cui detto solvente include acqua.

3. Procedimento secondo rivendicazione 2, in cui detto solvente include un fluido organico miscibile in acqua.

4. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui detta resina é un alchide.

5. Procedimento secondo rivendicazione 1, in cui det-

ta resina viene vulcanizzata a temperatura ambiente.

6. Procedimento secondo rivendicazione 4, in cui la resina viene vulcanizzata a temperatura ambiente.

7. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui un catalizzatore é presente insieme a detti solvente e resina per facilitare la vulcanizzazione all'aria di detta resina.

8. Procedimento secondo rivendicazione 6, in cui un catalizzatore é usato in presenza di detti solvente e resina per facilitare la vulcanizzazione all'aria di detta resina.

9. Procedimento secondo rivendicazione 1, in cui detta resina contiene almeno il 5 per cento in peso circa di molecole con peso molecolare inferiore a 700 circa.

10. Procedimento secondo rivendicazione 4, in cui detta resina contiene almeno il 5 per cento in peso circa di molecole con peso molecolare inferiore a 700 circa.

11. Procedimento secondo rivendicazione 9, in cui detta resina contiene almeno il 10 per cento in peso circa di molecole con peso molecolare inferiore a 700 circa.

12. Procedimento secondo rivendicazione 10, in cui detta resina contiene almeno il 10 per cento in peso

circa di molecole con peso molecolare inferiore a 700 circa.

13. Procedimento secondo rivendicazione 1, in cui detta resina é presente nella combinazione resina-solvente in una percentuale in peso di 5-70 circa.

14. Procedimento secondo rivendicazione 4, in cui detta resina é presente nella combinazione resina-solvente in una percentuale in peso di 5-70 circa.

15. Procedimento secondo rivendicazione 13 in cui detta resina é presente nella combinazione resina-solvente in una percentuale in peso di 5-30 circa.

16. Procedimento secondo rivendicazione 14, in cui detta resina é presente nella combinazione resina-solvente in una percentuale in peso di 5-30 circa.

17. Procedimento secondo rivendicazione 15, in cui detta resina é presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso di almeno 8 circa.

18. Procedimento secondo rivendicazione 16, in cui detta resina é presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso di almeno 8 circa.

19. Procedimento secondo rivendicazione 1, in cui una sostanza chimica per il trattamento addizionale del legno in un solvente miscibile con acqua é portata a contatto con detto legno per far depositare una quantità efficace della sostanza chimica nelle

pareti cellulari del legno prima di vulcanizzare la resina nelle pareti cellulari e la sostanza chimica di trattamento del legno viene poi fissata nelle pareti cellulari mediante vulcanizzazione di detta resina.

20. Procedimento secondo rivendicazione 4, in cui una sostanza chimica per il trattamento addizionale del legno in un solvente miscibile con acqua é portata a contatto con detto legno per depositare una quantità efficace della sostanza chimica nella parete cellulare del legno prima di vulcanizzare la resina nelle pareti cellulari e la sostanza chimica di trattamento del legno viene poi fissata nelle pareti cellulari del legno mediante vulcanizzazione di detta resina.

21. Procedimento secondo rivendicazione 19, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno é contenuta nello stesso solvente della resina e viene contemporaneamente portata a contatto con il legno, in modo tale che la sostanza chimica di trattamento del legno e la resina vengono depositate insieme nelle pareti cellulari.

22. Procedimento secondo rivendicazione 20, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno é contenuta nello stesso solvente della resina e viene

contemporaneamente portato a contatto con il legno, in modo tale che la sostanza chimica di trattamento del legno e la resina vengono depositate insieme nelle pareti cellulari.

23. Procedimento secondo rivendicazione 19, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno viene selezionata tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

24. Procedimento secondo rivendicazione 20, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno viene selezionata tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

25. Procedimento secondo rivendicazione 23, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno è pentaclorofenolo.

26. Procedimento secondo rivendicazione 24, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno è pentaclorofenolo.

27. Legno dimensionalmente stabilizzato comprendente un legno contenente una quantità stabilizzante di resina vulcanizzata insolubile in acqua nelle sue pareti cellulari, detta resina essendo una resina vulcanizzabile all'aria e diluibile in acqua prima di essere vulcanizzata.

28. Legno stabilizzato secondo rivendicazione 27, in

cui detta resina é un alchide.

29. Legno trattato comprendente legno contenente una quantità efficace di una sostanza chimica di trattamento del legno nelle sue pareti cellulari fissata all'interno per evitare la lisciviazione da acqua mediante una resina vulcanizzata, detta resina essendo una resina vulcanizzabile all'aria e solubile in acqua prima di essere vulcanizzata.

30. Legno trattato secondo rivendicazione 29, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno viene selezionata tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

31. Legno trattato secondo rivendicazione 30, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno é pentaclorofenolo.

32. Miscela di trattamento del legno comprendente: una resina vulcanizzabile all'aria e diluibile in acqua, un solvente miscibile in acqua per detta resina, ed una quantità efficace di una sostanza chimica di trattamento del legno dispersa in detta resina e solvente.

33. Miscela secondo rivendicazione 32, in cui detto solvente comprende acqua ed un fluido organico miscibile in acqua.

34. Miscela secondo rivendicazione 33, in cui detta

resina é un alchide.

35. Miscela secondo rivendicazione 34, in cui detta resina contiene almeno il 10 per cento in peso di molecole con peso molecolare inferiore a circa 700.

36. Miscela secondo rivendicazione 35, in cui detta resina é contenuta nella combinazione resina-solvente in una percentuale in peso pari a 5 - 70 circa.

37. Miscela secondo rivendicazione 36, in cui detta resina é presente in una percentuale in peso pari a 8 - 30 circa.

38. Miscela secondo rivendicazione 36, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno viene selezionata tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

39. Miscela secondo rivendicazione 38, in cui detta sostanza chimica di trattamento del legno viene scelta tra pentaclorofenolo, rame - 8 - chinolinolato, ammonio borato di rame, ossido di tributil - stagno e borato di sodio.

40. Miscela secondo rivendicazione 38, comprendente almeno un essiccante per detta resina.

DICHIARAZIONE E LETTERA D'INCARICO

3686 - 267

Townsend & Townsend Archivio No.

Come inventore sotto indicato, dichiaro che le indi-

cazioni fornite nel presente documento sono veritiere, che ritengo di essere l'originale, il primo e l'ultimo inventore se un solo nome é riportato nella sezione 201 che segue, o un coinventore se più inventori sono riportati nelle sezioni 201-203, dell'invenzione intitolata:

PROCEDIMENTO DI TRATTAMENTO DEL LEGNO E PRODOTTO
RELATIVO

che é descritta e rivendicata:

☒ nella unita descrizione ☐ nella descrizione
della domanda

Serie N.

depositata il

che, per quanto riguarda l'argomento della presente domanda e le mie eventuali precedenti domande negli Stati Uniti d'America, indicate al punto 301 che segue, non ritengo che la stessa sia mai stata conosciuta od usata negli Stati Uniti d'America prima della mia relativa invenzione, né brevettata o descritta in alcuna pubblicazione stampata in alcun paese prima della mia relativa invenzione, oppure più di un anno prima rispetto a tali domande precedenti, né di uso pubblico o in vendita negli Stati Uniti d'America più di un anno prima rispetto a tali domande precedenti, che detto argomento comune non é stato brevet-

tato né reso oggetto di un certificato d'invenzione
rilasciato prima della data di dette domande prece-
denti in alcun paese estero rispetto agli Stati Uniti
su domanda depositata da me o dai miei rappresen-
ti legali od aventi causa più di 12 mesi prima rispet-
to a dette domande precedenti e che non é stata de-
positata alcuna domanda di brevetto né alcun certi-
ficato ^{d'inventore} ~~d'invenzione~~ su detto argomento comune da par-
te mia, e dei miei rappresentanti legali o aventi cau-
sa in alcun paese estero rispetto agli Stati Uniti
d'America ad eccezione di quelli eventualmente indi-
cati al punto 10¹ che segue; che, per quanto riguarda
qualsiasi argomento della presente invenzione non co-
mune ad alcuna di dette domande precedenti (argomen-
to non comune), io non so e non ritengo che lo stesso
sia mai stato conosciuto o usato negli Stati Uniti
d'America prima della mia relativa invenzione, né bre-
vettato o descritto in alcuna pubblicazione stampata
in alcun paese prima della mia relativa invenzione
o più di un anno prima rispetto alla presente doman-
da, né di uso pubblico o in vendita negli Stati Uniti
d'America più di un anno prima rispetto alla presen-
te domanda, e che detto argomento non comune non é
stato brevettato né reso oggetto di un certificato
d'inventore in alcun paese estero rispetto agli Stati

Uniti d'America, su domanda depositata da me o dai miei rappresentanti legali o aventi causa più di 12 mesi prima rispetto alla presente domanda; che nessuna domanda di brevetto o certificato d'inventore su detto argomento non comune é stata depositata da me o dai miei rappresentanti legali od aventi causa in alcun paese estero rispetto agli Stati Uniti di America prima di detta domanda ad eccezione di quelli indicati in detto punto 10^o; e riconosco il dovere di rivelare le informazioni a me note circa il materiale della presente invenzione oggetto di esame. (Tabella con caselle vuote).

LETTERA DI INCARICO: Quale inventore menzionato, nomino con la presente i seguenti procuratori e/o agenti che sono soci riuniti nella società Townsend and Townsend per proseguire la presente domanda e compiere tutti gli atti ad essa inerenti presso l'Ufficio dei Brevetti e dei Marchi.

STEPHEN S. TOWNSEND, Reg. N° 15,387; CHARLES E. TOWNSEND, Reg. N° 16,218; ANTONY B. DIEPENBROCK, Reg. N° 20,131; DIRKS B. FOSTER, Reg. N° 17,624; ALBERT J. HILLMAN, Reg. N° 20,134; THOMAS F. SMEGAL Jr., Reg. N° 20,723; JOHN L. Mc. GANNON, Reg. N° 22,414; PAUL W. VAPNEK, Reg. N° 24,185; WILLIAM M. HYNES, Reg. N° 24,168; BERTRAM I. ROWLAND, Reg. N° 20,015; ROGER L. COOK, Reg. N° 24,648; BRUCE W. SCHWAB,

Reg. N° 22,321; RONALD S. LAURIE, Reg. N° 25,431; WARREN
P. KUJAWA, Reg. N° 25,142; GEORGE M. SCHWAB, Reg. N° 25,748;
ROBERT J. BENNETT, Reg. N° 27,533; KENNETH R. ALLEN, Reg.
N° 27,301; MICHAEL H. JESTER, Reg. N° 28,022; JOHN W.
SCHLICHER, Reg. N° 28,343; THOMAS R. BERTHOLD, Reg. N° 28,689;
HENRY C. BUNSOW, Reg. N° 27,743; DAVID N. SLONE, Reg. N° 28,572.

Inviare la corrispondenza a:

Townsend & Townsend

Steuart Street Tower, One Market Plaza

San Francisco, Ca 94105

Inviare le telefonate a: (nome e numero di telefono)

Albert J. Hillman, # 20,134 (415) 543-9600

(201) Generalità complete dell'Inventore: Cognome

VASISHTH Primo nome RAMESH Secondo nome C./Domicilio

e nazionalità: Città DANVILLE Stato(o Paese estero)

CALIFORNIA ; Paese di Cittadinanza CANADA / Recapito

postale: Indirizzo 907 EL CAPITAN DR. Città DANVILLE

Stato o Paese CALIFORNIA Codice Postale 94526

(202) Generalità complete dell'Inventore: Cognome

DE SILVA Primo nome DODWELL Secondo nome P. /

Domicilio e nazionalità: Città VANCOUVER Stato(o

Paese estero) CANADA Paese di cittadinanza SRI LANKA

Recapito postale: Indirizzo 1196 E. 62 nd AV. Città

VANCOUVER Stato o Paese CANADA Codice postale

V5 X2 N3

(203) Generalità complete dell'Inventore: Cognome

Primo nome Secondo nome /

Domicilio e nazionalità: Città Stato(o

Paese estero) Paese di cittadinanza /

Recapito postale: Indirizzo

Città Stato o Paese

Codice postale

DICHIARO inoltre che tutte le affermazioni qui compiute di mia propria conoscenza sono veritiere e che tutte le affermazioni compiute su informazioni sono ritenute veritiere; ed inoltre che tali affermazioni sono state compiute essendo a conoscenza che le affermazioni volontariamente false e simili siffatte sono perseguibili con multa o carcere, od ambedue, ai sensi della Sezione 1001 del Titolo 18 del Codice degli Stati Uniti e che tali affermazioni volontariamente false possono infirmare la validità della domanda oppure di qualunque brevetto da essa derivante.

Firma dell'Inventore 201: (illeggibile)

DATA 21 Marzo 1979

Firma dell'Inventore 202: (illeggibile)

DATA 21 Marzo 1979

Firma dell'Inventore 203: (illeggibile)

DATA

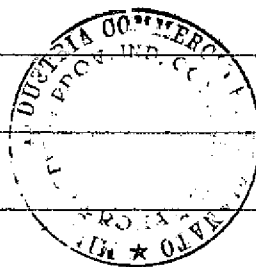
DIPARTIMENTO DEL COMMERCIO DEGLI STATI UNITI

UFFICIO DEI BREVETTI E DEI MARCHI

Seguono tavole di disegni.

La presente é una traduzione fedele e completa del
documento estero a cui é allegata.

[Signature]
RACHELI - FIAMMENGHI - FIANIENGHI
Via Quattro Fontane 31 - 00184 ROMA



L'Ufficiale Rogante

[Signature]

48053A/80

Descrizione dell'invenzione avente per titolo:

MIN/vt/1008p

"PROCEDIMENTO PER IL TRATTAMENTO DEL LEGNO E PRODOTTO
RELATIVO"

a nome della ditta

ENVIROSOL SYSTEMS INTERNATIONAL, LTD.

a Orinda, California (U.S.A.)

Inventori: Sigg. Ramesh Chander Vasishth

Dodwell Palitha De Silva

RIASSUNTO DELL'INVENZIONE

Nella sua realizzazione particolare, la presente invenzione realizza il deposito permanente di miscele chimiche specifiche all'interno delle pareti cellulari delle fibre legnose, la miscela delle sostanze chimiche da depositare essendo stata sciolta in acqua oppure in miscele acqua-solvente miscibile in acqua, in modo da far rigonfiare la parete cellulare legnosa per raggiungere la massima penetrazione delle sostanze chimiche nella parete stessa. Le sostanze chimiche prescelte sono tali che almeno uno dei componenti la miscela comprende molecole di piccole dimensioni capaci di entrare nello spazio vuoto all'interno delle pareti cellulari in presenza del solvente e di essere trasformate a condizioni ambiente, sia da sole che con l'aiuto di altre sostanze chimiche presenti che posso

RACHELI - FIAMMENGLI - FIAMMENGLI
Via Quattro Fontane 31 - 00184 ROMA

no agire da catalizzatori, in forma insolubile in acqua, catturando contemporaneamente altre sostanze chimiche solubili in acqua che possono essere presenti nella miscela, in modo da eliminare o ridurre notevolmente la tendenza dell'intera miscela a essere lisciviata durante il trattamento successivo del legno con acqua oppure con soluzioni contenenti acqua.

DESCRIZIONE DELL'INVENZIONE

Procedimento di trattamento del legno per migliorarne le proprietà comprendente: contatto del legno da trattare con una quantità sufficiente di resina diluibile in acqua in un solvente miscibile con acqua ed acqua per far depositare detta resina sulle pareti cellulari delle fibre del legno, detta resina contenendo molecole di grandezza tale da entrare negli spazi vuoti in dette pareti cellulari, e trasformazione della resina su dette pareti cellulari in forma idroinsolubile. Il trattamento migliora la stabilità dimensionale e la resistenza al restringimento del legno a contatto con l'acqua.

Ulteriori miglioramenti delle proprietà del legno possono essere ottenuti facendo depositare additivi quali preservanti o agenti per il rallentamento della propagazione di incendio sulle pareti cellulari del legno e fissando all'interno detti additivi con la resi

na resa solubile.

La presente invenzione si riferisce ad un trattamento per il miglioramento delle proprietà del legno. Più in particolare, si riferisce all'impregnazione del legno con resina e facoltativamente con vari additivi quali preservanti ed agenti di rallentamento di incendio.

E' ben noto che il legno si espande e contrae in funzione del grado di rigonfiamento delle sue pareti cellulari.

Le pareti cellulari del legno presentano vari livelli di rigonfiamento a seconda del particolare solvente o vapore di solvente a cui il legno è esposto e della sua affinità con detto solvente o vapore di solvente. Pertanto, l'esposizione ad acqua o vapor acqueo causa un alto grado di rigonfiamento mentre l'esposizione a solventi meno polari o a miscele di solventi, quali una miscela etanolo-xilene, provoca la disidratazione delle pareti cellulari del legno con conseguente contrazione. Inoltre, quando la parete cellulare del legno, costituita essenzialmente da catene cellulari, si rigonfia, essa presenta porosità massima, vale a dire, lo spazio vuoto tra le catene cellulari effettive è elevato, mentre quando non è gonfia la porosità è molto bassa.

Di conseguenza, la dimensione e la quantità delle mo-

lecole che possono essere depositate all'interno delle pareti cellulari dipende dal grado di rigonfiamento delle pareti cellulari stesse. Questa proprietà del legno è stata usata in diversi modi per impartire al legno proprietà specifiche.

A questo scopo, i poliglicoli idrosolubili, quali polietilenglicol con peso molecolare compreso tra 3000 e 6000 circa, possono essere introdotti nelle pareti cellulari allo stato umido o di rigonfiamento (vedasi "New and Better Ways to Dimensionally Stabilize Wood", A.J. Stam, Forest Products Journal, 9 (1959): 3, 107-110, e "PEG of the Woodworker's Heart", Harry C. Leslie, Man Society Technology, A Journal of Industrial Arts Education, 33 (1): 13-16, Sept., Oct., 1973).

Tali poliglicoli presentano bassa tensione di vapore e, contrariamente all'acqua, evaporano solo molto lentamente.

Di conseguenza, detto trattamento è molto efficace per la prevenzione del restringimento e dell'incrinatura del legno. Tale trattamento viene spesso usato per trattare xilografia, statue, etc., al fine di rendere questi oggetti di legno più durevoli quando immagazzinati in atmosfera secca.

Tuttavia, i poliglicoli rimangono solubili in acqua e sono soggetti a lisciviazione quando il legno con essi

trattato viene esposto a condizioni umide. L'utilità di detto trattamento è pertanto molto limitata.

Utilizzando più o meno lo stesso concetto, resine fenoliche e di urea a basso peso molecolare sono state usate per trattare il legno. Per fissare dette resine all'interno delle pareti cellulari del legno è richiesto un successivo trattamento a caldo per rendere insolubile in acqua la resina fenolica. Molto spesso si usa una combinazione di calore e pressione per ispessire ulteriormente il legno. Anche se efficace, tale trattamento richiede un'apparecchiatura particolare e viene pertanto utilizzato solo per la produzione industriale di articoli speciali, per i quali è richiesta resistenza all'acqua oppure resistenza ad agenti chimici o robustezza strutturale oppure una combinazione di detti elementi.

Molti altri polimeri sono stati utilizzati per impregnare il legno. Ad esempio, sono stati usati monomeri del tipo acrilico, poliisocianato e dibromopropilglicidil etero.

Tutti questi trattamenti richiedono un trattamento secondario del legno, dopo lo stadio di saturazione, per polimerizzare in situ i monomeri, al fine di fissare il polimero all'interno del legno. Il trattamento secondario usato più spesso consiste nel riscaldamento

del legno impregnato, quantunque nel caso di monomeri del tipo vinilico, quali gli acrilici, si usi anche l'esposizione ai raggi gamma.

Un eventuale trattamento secondario di impregnazione successiva risulta costoso e scomodo.

Di conseguenza, nessuna delle dette tecniche è risultata particolarmente vantaggiosa a livello industriale.

Anche quando le pareti cellulari del legno sono bagnate oppure rigonfie, solo le molecole di dimensioni relativamente ridotte possono penetrare nelle pareti cellulari del legno. La dimensione effettiva della molecola che penetra nelle pareti cellulari del legno dipende dal grado di rigonfiamento e dai tipi di legno.

I polimeri con elevata dimensione molecolare non penetrano neppure in una parete cellulare del legno rigonfiata. Così, per esempio, le emulsioni di polivinilacetato e di poliacrilato sono state usate per anni per produrre adesivi e vernici per legno.

Contrariamente ai polimeri ottenuti per condensazione, quali la resina fenolica citata in precedenza, la preparazione di dette emulsioni evita la polimerizzazione radicalica oppure a catena, escludendo la presenza di quantità apprezzabili di componenti a basso peso molecolare (vedasi: Text Book of Polymer science, F.W. Billmeyer, Jr., Interscience Publishers, 1966).

Di conseguenza, quando il legno viene trattato con dette emulsioni, le pareti cellulari del legno si rigonfiano a causa della presenza di acqua, ma le molecole del polimero sono troppo grandi per poter penetrare anche nella parete cellulare del legno rigonfiata. Pertanto, il legno acquista un rivestimento protettivo che, però, non influenza le altre caratteristiche del legno, quali la resistenza al restringimento e all'incrinatura. Non è quindi conveniente usare un polimero di grandi dimensioni molecolari impregnato di acqua per raggiungere gli obiettivi della presente invenzione. Si conoscono resine viniliche a basso peso molecolare come le resine acriliche, ma la loro utilità per il trattamento di pareti cellulari del legno per migliorare la resistenza al restringimento, la stabilità dimensionale ed altre proprietà non è stata riconosciuta.

Ad esempio, tali resine sono state consigliate per l'uso in cere per pavimenti come aiuto-livellante. Gli alchidi sono polimeri condensati contenenti una quantità apprezzabile di costituenti a basso peso molecolare ("Text Book of Polymer Science", come sopra). Inoltre, gli alchidi formano reticoli e vulcanizzano, vale a dire, diventano resistenti al solvente e parzialmente infusibili per reazione con aria. In passato,

solo gli alchidi solubili in solventi organici erano comunemente presati in commercio. I solventi organici in detti alchidi non rigonfiavano le pareti cellulari del legno.

Molti di essi fanno effettivamente restringere le pareti cellulari del legno rimuovendo l'acqua e riducendo la porosità del legno. Più o meno nel corso dell'ultimo decennio, gli alchidi solubili in acqua oppure in una miscela di solventi polari e acqua sono stati ampiamente usati in finiture industriali quali rivestimenti per macchine lavatrici, frigoriferi, automobili, ecc. Tuttavia, non ci si era resi conto del fatto che detti alchidi costituiscono anche una base per impartire le tanto richieste proprietà di riduzione del restringimento e della spaccatura e di introduzione di una certa stabilità dimensionale, oltre a prevenire o ritardare l'incendio del legno in modo sostanziale e permanente, senza richiedere il trattamento secondario di impregnazione successiva per riscaldamento o esposizione ai raggi gamma.

La semplice esposizione all'aria è sufficiente a farli reticolare per formare un polimero in situ.

Inoltre, essendo in soluzione in acqua e contenendo un'elevata quantità di molecole piccole ma reattive, essi sono dotati di un'eccellente potere di penetra-

zione nelle pareti cellulari del legno.

Il componente chimico in grado di essere trasformato in forma idrosolubile usato nella presente invenzione può essere un alchide diluibile in acqua oppure un alchide modificato diluibile in acqua. Esempi di tali alchidi sono alchidi molto, poco, medio-oleosi diluibili in acqua, attualmente messi in commercio da numerosi produttori e ben noti nell'industria dei rivestimenti industriali.

Anche alchidi modificati, quali alchidi uretano modificati, sono disponibili in commercio e conosciuti nel campo.

Tali alchidi oppure alchidi modificati sono generalmente solubili in acqua oppure in miscele acqua-solventi polare in soluzioni quasi neutre o leggermente alcaline.

Esempi di solventi polari sono butanolo o alcoli superiori, chetoni, butil cellosolve, butil carbitolo, propasolo, e N-metil pirrolidone. Per informazione, ricordiamo che le resine alchidiche vengono preparate combinando acidi sintetici dibasici, quali anidride ftalica, anidride isoftalica, anidride trimelitica, con olii grassi sintetici o naturali, cioè gliceridi di acidi grassi. Gli acidi grassi o i loro gliceridi generalmente usati contengono miscele di acidi grassi

con catena di lunghezza variabile e grado di insaturazione nella catena variabile. Gli alchidi possono venire addizionalmente modificati per combinazione con vari glicoli. Esempi di glicoli comunemente usati sono il pentaeritritoldietilenglicol. Cambiamenti più drastici delle proprietà degli alchidi possono essere realizzati provocandone la reticolazione per addizione di isocianati, quali toluendiisocianato. Questi ultimi alchidi sono normalmente chiamati alchidi uretano-modificati. Gli alchidi uretano-modificati essiccati danno finiture molto più resistenti rispetto agli alchidi diversamente modificati.

Altri esempi di alchidi modificati includono alchidi modificati per reazione con resine naturali, quali rosina, oppure con altre resine sintetiche quali le fenoliche, ammino resine, resine siliconiche, oppure per reazione con ammidi, stirene e simili. Il peso molecolare finale o il grado di polimerizzazione degli alchidi viene controllato aggiungendo quantità controllate di un eccesso di uno dei reagenti, acidi grassi o glicoli. Di conseguenza, gli alchidi finiti contengono in genere piccole quantità di gruppi idrossilici oppure di gruppi acidi o di entrambi che non hanno reagito.

Gli alchidi prodotti usando rapporti relativamente bas

si di acidi polibasici sintetici- acidi grassi sono chiamati alchidi molto oleosi, quelli prodotti con rapporti molto elevati sono detti alchidi poco oleosi, e quelli prodotti usando un rapporto intermedio sono chiamati alchidi medio oleosi.

Le resine alchidiche del tipo suddetto sono solubili nei solventi di idrocarburi sia aromatici che alifatici, ed insolubili nella maggior parte dei solventi polari quali acqua, metanolo e butanolo. Recentemente, le resine alchidiche sono state fatte reagire con varie sostanze chimiche per migliorare la loro solubilità nei solventi polari. Ciò può essere ottenuto incorporando gruppi molto polari nella struttura alchidica. Ad esempio, l'alchide può essere preparato usando un eccesso di acido, il prodotto finale avendo un numero acido variabile tra 10 e 100 circa, preferibilmente tra 20 e 60 circa. I gruppi acidi vengono poi parzialmente o totalmente neutralizzati usando un'ammina oppure ammoniacale od una combinazione di ammine ed ammoniacale. I prodotti così preparati sono poi solubili in tali solventi polari quali metanolo, butanolo, carbitolo, butil cellosolve (etilenglicol monobutil-etero) e miscele di tali solventi con acqua.

Per raggiungere la solubilità totale, si possono usare miscele di solventi del tipo suddetto. Ad esempio,

alcuni di questi alchidi sono dotati di maggiore solubilità in solventi più alti bollenti quali butil carbitolo (dietilenglicol monobutiletere) o butil cellosolve, e l'aggiunta di tali solventi può aumentare la quantità di acqua che può essere usata come parte del sistema solvente.

Proprio queste resine alchidiche modificate per dissoluzione in solventi polari sono utili per la presente invenzione e sono quindi indicate come alchidi diluibili in acqua. Oltre a questi alchidi semplici poco, medio oppure molto oleosi, alchidi modificati per reazione con isocianati, composti acrilici o altre sostanze chimiche adatte, usate comunemente per modificare gli alchidi, possono essere usati per attuare la presente invenzione. Queste modifiche sono uguali a quelle usate con alchidi a base di solvente organico che vengono successivamente modificati con gruppi acidi neutralizzabili per renderli solubili in solventi polari. E' da notare che la presente invenzione non è limitata ai tipi di alchidi modificati qui discussi. La presente invenzione può essere realizzata con qualsiasi sistema polimerico diluibile in acqua e solubile in solventi polari, oppure miscele di solventi polari, oppure miscele di solventi polari e acqua, e convertibile in forma idroinsolubile, ad esempio attraverso vulcanizzazione per esposizione alla

aria, evaporazione dell'acqua, oppure volatilizzazione di un componente amminico solubilizzante in acqua a temperatura e pressione ambiente.

Per ottenere i risultati migliori, qualunque sia la resina prescelta, essa dovrebbe contenere almeno il 5% in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa. Ciò favorisce la penetrazione nello spazio vuoto all'interno della parete cellulare legnosa. Le molecole più grandi, le quali sono troppo grandi per entrare nello spazio vuoto nella parete cellulare legnosa, formano uno strato protettivo e decorativo sulla superficie del legno. Quantunque tutti i sistemi polimerici diluibili in acqua del tipo descritto in precedenza siano adatti per la presente invenzione, è comprensibile come alcune resine siano più soddisfacenti di altre in una particolare applicazione. Ad esempio, la stabilità del sistema solvente della resina è diversa e la precipitazione della resina può avvenire più velocemente in certi sistemi che in altri. E' stato notato che la scelta della resina è più critica, per quanto riguarda la stabilità, in soluzioni di resina più diluite contenenti meno del 20% in peso circa della resina. In tali soluzioni si possono esaminare diverse resine per selezionarne una avente proprietà ottimali.

Esempio III riportato di seguito illustra un sistema resina-solvente dotato di stabilità relativamente a lungo termine a basse concentrazioni di resina.

Così come gli alchidi diluibili in olio oppure in solvente organico, gli alchidi diluibili in acqua oppure gli alchidi modificati reagiscono con l'ossigeno in presenza di aria e formano un reticolato per dar luogo ad un prodotto insolubile in acqua. La velocità di reticolazione può essere aumentata in modo sostanziale aggiungendo piccole quantità, in genere dallo 0,05 allo 1,0% in peso, di catalizzatori, quali essiccanti.

Esempi di essiccanti che possono essere usati sono naftenati di calcio, cobalto, manganese e zirconio oppure sali chelati di calcio, cobalto, manganese oppure zirconio. E' stato sorprendentemente scoperto che le suddette soluzioni di alchide diluibile in acqua penetrano, quando applicate al legno, nella parete cellulare legnosa e diventano insolubili in acqua per successiva esposizione all'aria. Esse possono pertanto essere usate per stabilizzare le pareti cellulari del legno, in modo da impartire una stabilità dimensionale notevolmente migliore oppure una tendenza ridotta all'espansione ed alla contrazione collegate a variazioni di umidità. E' stato anche sorprendentemente scoperto che altre sostanze chimiche che sono

normalmente solubili in acqua oppure nella suddetta soluzione alchidica, quando usate insieme a dette soluzioni di alchidi o alchidi modificati, penetrano anch'esse nelle pareti cellulari legnose e per successiva vulcanizzazione all'aria dell'alchide o dell'alchide modificato si fissano al legno e sono sostanzialmente non lisciviabili con acqua.

Pertanto, oltre ad impartire stabilità dimensionale al legno, la presente scoperta può essere usata per trattare il legno con un certo numero di sostanze chimiche che conferiscono al legno lunga durata ed altre proprietà speciali.

In questo modo, sostanze chimiche per il rallentamento di incendio, che sono normalmente solubili in acqua, possono essere usate per impartire al legno con esse trattato le proprietà dei ritardanti di incendio durevoli e non lisciviabili con acqua. In modo analogo, preservanti del legno solubili in acqua, sia organici che inorganici, possono essere introdotti nel legno e, per vulcanizzazione dell'alchide o dell'alchide modificato, resi non lisciviabili, il che conferisce al legno la capacità di trattenere detti composti anche quando usato bagnato ed umido.

La presente invenzione può essere utilizzata in vari modi.

RACHELI - FIAMMENGHI - FIAMMENGHI
Via Quattro Fontane 31 - 00134 ROMA

Ad esempio, se si desidera impartire al legno resistenza al restringimento e stabilità dimensionale, può bastare un semplice trattamento con una soluzione di alchide diluibile in acqua contenente essiccanti opportuni, seguito da essiccamento all'aria. La quantità di materiale depositato nelle pareti cellulari legnose è proporzionale alla concentrazione del materiale nella soluzione di trattamento.

Questo vale sia per il polimero legante che per gli altri ingredienti, quali i preservanti o i ritardanti di incendio.

Il polimero legante può essere usato sia concentrato al 70% in peso circa sia a bassa concentrazione pari al 5% in peso circa. In genere si preferiscono le miscele a concentrazione compresa tra 5 e 30% in peso circa poichè al di sopra di questo intervallo di concentrazione la viscosità della soluzione è molto elevata. Le soluzioni molto viscosi impiegano molto tempo per saturare il legno.

La viscosità può essere almeno in parte abbassata riscaldando la soluzione. Comunque, da un punto di vista esclusivamente pratico è più conveniente usare temperatura ambiente ed intervalli di concentrazione più bassa.

Quantunque concentrazioni di circa il 5% in peso di

legante della resina mostrino un chiaro miglioramento nella stabilità dimensionale del legno trattato e nel fissaggio di altri additivi all'interno, una concentrazione pari ad almeno l'8% in peso circa di resina dovrebbe essere usata quando si desidera evitare in modo sostanziale la lisciviazione con acqua degli additivi. La quantità di preservanti del legno oppure di miscele di preservanti del legno usata dipende dal grado di protezione desiderato.

Il pentaclorofenolo, ad esempio, può essere usato in intervalli di concentrazione compresi tra 0,5 e 6% in peso circa, preferibilmente tra 2 e 5% in peso circa.

Gli addotti dell'ossido di tributil-stagno, d'altronde, vengono generalmente usati in intervalli di concentrazione tra 5 e 15% in peso circa, in funzione ancora del grado di protezione richiesto. Altre sostanze chimiche contemplate per il trattamento del legno sono rame-8-chinolinolato e ammonio borato di rame. Il legno può essere trattato successivamente oppure contemporaneamente con preservanti, ritardanti di incendio e legante di resina.

Nel caso in cui il legno venga trattato prima con un ritardante di incendio oppure con un preservante del legno e poi con il legante del sistema in oggetto, si possono ottenere livelli di protezione superiori a

quelli raggiungibili con un trattamento simultaneo.

Ad esempio, un ritardante di incendio quale borace può essere compatibile con il sistema legante in oggetto solo fino a 4% in peso, mentre è necessario depositare all'interno del legno una quantità superiore per raggiungere il livello di protezione anti-incendio desiderato. In tali circostanze il legno potrebbe essere trattato prima con 10-15% in peso di borace in acqua e poi con il legante del sistema in oggetto per fissare una concentrazione superiore di borace nelle pareti cellulari. Il legante della resina ed altre sostanze per il trattamento del legno possono essere portati a contatto con il legno usando una qualsiasi tecnica opportuna.

I procedimenti convenzionali quali spazzolatura, vaporizzazione, immersione oppure esposizione del legno al vuoto prima e alla soluzione di trattamento poi, sotto pressione, a temperatura ambiente o superiore, sono tutti contemplati in funzione del legno e del grado di penetrazione desiderato. Pigmenti, coloranti, concentratori, agenti diluenti e riempitivi, sia organici che inorganici, del tipo convenzionale possono essere inclusi a scelta nelle formulazioni.

Esempio I

Il miglioramento delle proprietà del legno apportato

dalla presente invenzione si riflette sulla resistenza del legno a alterazioni dimensionali dovute a cambiamenti di umidità ed anche ad alterazioni dimensionali del legno stesso.

Su campioni di acero di circa $1,5 \text{ cm}^3$ impregnati con soluzioni al 20, 40 e 60% (in peso) di resina, ed essiccati all'aria per due settimane, sono state rilevate le seguenti variazioni percentuali nelle dimensioni al livello di umidità di saturazione ed allo stato secco.

Resina in soluzione	Tangenziale	Radiale
(% in peso)	(%)*	(%)*
0	112.18	105.46
20	110.25	103.86
40	109.24	103.34
60	104.94	101.83

* Dimensione a saturazione x 100

Dimensione su essiccamento in stufa

I suddetti risultati sono stati ottenuti immergendo per una notte i campioni di legno nelle soluzioni di resina riportate nella tabella che segue.

Dopo un periodo di essiccamento all'aria per due settimane, detti campioni sono stati immersi nuovamente in acqua per una notte. L'essiccamento in stufa a 150°C fino a peso costante è stato poi attuato (gene-

almente in tre ore circa).

Ingredienti

(in peso)	60%	40%	20%
Alchide medio oleoso	627.0	412.0	200.0
diluibile in acqua.			
80% in butil Cellosolve			
Idrossido d'ammonio 28%	36.0	24.0	12.0
Butil Cellosolve	34.6	77.6	120.0
Acqua	138.4	310.4	480.0
6% Cobalto Naftenato*	4.0	2.7	1.3
18% Zr Naftenato*	2.0	1.3	0.7
Activ-8*	2.8	1.9	0.9
BYK 301**	6.0	4.0	2.0
TOTALE	836.0	824.0	812.0

* 6% Co Naftenato, 18% Zr Naftenato e Activ-8 sono essiccanti.

** BYK 301 è un agente di bagnatura.

L'aver impregnato il legno con la soluzione ha ovviamente prodotto un notevole miglioramento, della stabilità dimensionale ed ha impartito una maggiore stabilità dimensionale in direzione tangenziale. E' anche significativo il fatto che il trattamento rende uguali i cambiamenti dimensionali sia nella direzione tangenziale che radiale.

Il miglioramento nella stabilità dimensionale dimostra

anche la penetrazione efficace del polimero nella parete cellulare. Risultati simili sono stati ottenuti trattando con le soluzioni di cui sopra campioni di legno di tiglio americano, pino da zucchero, pioppo giallo.

In questa ricerca si è anche scoperto che il legno trattato con la soluzione di resina e poi vulcanizzato all'aria per una settimana non riacquista le sue dimensioni originarie. La variazione percentuale delle dimensioni a seguito di tale trattamento per l'acero è riportata di seguito.

Concentrazione di resina (% in peso)	Tangenziale (%)*	Radiale (%)*
0	0	0
20	103.4	101.45
40	103.86	102.15
60	105.81	102.64

* $\frac{\text{Lunghezza del campione trattato (essiccamento in stufa)}}{\text{Lunghezza del campione non trattato (essiccamento in stufa)}} \times 100$

Ciò è un'ulteriore dimostrazione del fatto che il polimero penetra in modo efficace nelle pareti cellulari del legno.

Esempio II

Oltre ad impartire stabilità dimensionale, il tratta-

mento del legno in oggetto produce anche un notevole miglioramento nella resistenza al restringimento. Ciò è stato dimostrato prendendo in esame tre campioni equivalenti di quercia rossa.

Campione 1 è stato semplicemente essiccato in forno ed appariva relativamente privo di segni di restringimento.

Campione 2 è stato essiccato in forno, saturato con acqua mediante immersione in acqua per circa 20 minuti e quindi essiccato in stufa. Numerosi segni di restringimento sono visibili.

Campione 3 è stato essiccato in forno e poi immerso nel sistema polimerico riportato nella tabella che segue. Dopo essiccamento in stufa solo pochi segni di restringimento erano visibili.

Ingredienti (in peso)

Alchide medio oleoso diluibile in acqua	248.70
80% in butil Cellosolve	
Idrossido d'Ammonio 28%	15.00
Butil Cellosolve	59.51
Acqua	493.93
Tinuvin 328*	4.46
6% Cobalto Naftenato	1.24
18% Zr Naftenato	0.62
Active-8	1.36

BYK 301	2.60
TOTALE	827.42

*Tinuvin 328 è un assorbitore u.v.

Esempio III

E' stato detto in precedenza che i preservanti del legno ed i ritardanti d'incendio normalmente lisciviati dal legno per esposizione all'acqua, ad esempio pioggia, possono essere fissati in modo sostanziale nel legno e resi non lisciviabili con la presente invenzione.

Pentaclorofenolo viene comunemente usato come preservante per il legno. Per la presente applicazione il pentaclorofenolo viene in genere sciolto in una soluzione di idrocarburi aromatici ed alifatici. Tavole di legno trattate con pentaclorofenolo, su lisciviazione con acqua perdono il preservante ad una velocità molto elevata. In questo modo una tavoletta di legno da 1 cm^3 è stata trattata con pentaclorofenolo 5 per cento in peso ed il suo contenuto di cloro è stato analizzato prima e dopo lisciviazione con acqua (un mese) usando l'analisi di dispersione di energia ai raggi X (EDXA. L'analisi per l'assenza di cloro nel campione lisciviato mostra chiaramente che la maggior parte del pentaclorofenolo è stato lisciviato.

Un'altra tavoletta di legno da 1 cm^3 è stata trattata

con una soluzione di pentaclorofenolo 5 per cento in peso e di alchide diluibile in acqua 14 per cento in peso. Il blocco è stato essiccato all'aria per 30 giorni. Anche in questo caso il suo contenuto di cloro è stato analizzato con la tecnica EDXA prima e dopo lisciviazione con acqua (un mese). I risultati mostrano chiaramente che solo una piccola quantità di cloro era scomparsa (il polimero avendo fissato il pentaclorofenolo all'interno del legno).

Questo stesso procedimento può essere usato per aggiungere altre sostanze chimiche al legno quali ritardanti di incendio e renderle non lisciviabili.

* La soluzione di trattamento è stata preparata combinando le miscele A e B illustrate nella tabella che segue.

Miscela A

Pentaclorofenolo	823
Butil Cellosolve	3837
Ammoniaca 28%	<u>180</u>
	4840

Miscela B

Arolon* 385	955
Ammoniaca 28%	22
Butil Cellosolve	64
Cobalto idrovulcanizzatore	6.5

Activ-8 4.0

Miscela A 1190

Mescolare per 15 minuti e aggiungere:

Acqua 2700

Regolare il pH a 8.5 con ammoniaca (28%)

* Resina alchidica diluibile con acqua venduta dalla
Ashland Chemical Company.

Esempio IV

Il presente esempio dimostra che, così come il preservante di Esempio III, un ritardante di incendio può essere depositato all'interno delle pareti cellulari del legno e fissato dalla resina contro la lisciviazione con acqua.

Il procedimento di Esempio II è stato ripetuto con l'unica variante di aggiungere alla miscela legante di Esempio II 42 gms (5%) di borato di sodio. Le tavolette di legno usate avevano dimensioni 5 cm x 10 cm x 1/2 cm.

Dopo il trattamento, la tavoletta è stata essiccata all'aria a temperatura ambiente per due settimane. E' stata poi tagliata a metà nel senso della larghezza. Una delle metà è stata lavata ripetutamente con acqua ed essiccata all'aria. Le parti della tavoletta lavate con acqua e quelle non lavate sono state esposte ad una torcia accesa mantenuta ad una distanza di 10 cm dal lato di fondo della grana della tavoletta. Entrambe

le tavolette hanno impiegato 8 minuti per carbonizzarsi. Per confronto, una tavoletta non trattata impiegava, sotto le stesse condizioni, 4 minuti per carbonizzarsi.

La descrizione ed il lavoro sperimentale che precedono illustrano la presente invenzione con resine alchidiche diluibili con acqua. Come indicato, l'invenzione può essere realizzata con qualsiasi sistema polimerico diluibile con acqua che sia solubile in solventi polari o miscele di solventi polari ed acqua e possa essere convertito in forma insolubile in acqua. Sotto questo aspetto, le resine che formano uno strato diluibile con acqua, preparate a partire da monomeri vinilici, presentano proprietà vantaggiose per la presente invenzione. Queste resine diluibili con acqua derivate da monomero vinilico vengono convertite in forma insolubile in acqua mediante evaporazione di acqua e formazione di un rivestimento e/o mediante volatilizzazione di ammoniacca o di un'ammina fatta reagire con gruppi acidi nella resina.

Le resine diluibili con acqua a base di monomero vinilico sono convenienti perchè possono essere formulate con una quantità molto inferiore di solvente organico polare rispetto alle resine alchiliche diluibili con acqua. Infatti, certi tipi di dette resine vinili

che non richiedono affatto solvente organico e vengono formulate usando solo acqua come solvente.

Nel caso in oggetto, piccole quantità di solvente organico miscibile con acqua possono essere usate per fornire resina vinilica che forma un rivestimento a condizioni ambiente. L'uso di solo piccole quantità di solvente (in genere meno di 10% in peso circa, e di preferenza meno di 5% in peso della formula) offre vantaggi sia ambientali che economici. I vantaggi funzionali sono più significativi.

A questo proposito, i co-solventi organici utilizzati per rendere diluibile in acqua la miscela di polimero alchidico sono solventi adatti anche per parte delle sostanze chimiche di colore scuro normalmente presenti nel legno. Di conseguenza, l'applicazione di queste soluzioni al legno porta in superficie questi composti di colore scuro, inscurendo il legno e deteriorandone l'aspetto. Inoltre, i solventi organici miscibili con acqua creano difficoltà con alcuni tipi di sostanze chimiche solubili in acqua, quali preservanti del legno e ritardanti di incendio, che vengono aggiunti alla formula. L'aggiunta di alcuni di questi composti alla formula contenente maggiori quantità di solvente organico fa separare la miscela in due strati: uno strato resina - colorante ed uno strato acqua -

preservante del legno e/o ritardante di incendio.

Questo fenomeno esclude l'uso della maggior parte di composti solubili in acqua per la formulazione di una soluzione di trattamento unico del legno ed i sistemi contenenti maggior quantità di solvente organico sono pertanto utili solo quando usati insieme a sostanze chimiche dotate di una discreta solubilità nella miscela, quali pentaclorofenolo o ritardanti di incendio solubili in solventi polari. Tali composti sono costosi rispetto ai composti solubili in acqua e spesso non sono così efficaci in quantità simili. L'uso di resine formate da monomeri simili che permettono l'uso di una quantità relativamente piccola di co-solventi organici evita i problemi precedenti presenti nei sistemi che richiedono quantità maggiori di co-solventi organici.

Polimeri formati da monomeri vinilici, quali i polimeri acrilici, sia copolimeri che omopolimeri, vengono generalmente prodotti mediante reazioni che danno luogo ad una distribuzione di peso molecolare relativamente ristretta.

Come per le resine alchidiche, la resina vinilica prescelta dovrebbe contenere almeno il 5 per cento in peso delle molecole di resina presenti con peso molecolare inferiore a 1000 circa e di preferenza al-

meno il 10 per cento in peso circa delle molecole di resina con peso molecolare inferiore a 1000 circa. Nella realizzazione particolare è opportuno che nella formulazione siano presenti molecole sufficientemente più grandi che non possono penetrare nella parete cellulare legnosa e pertanto formano un rivestimento superficiale esterno di protezione e decorazione. A questo scopo, le formulazioni da preferirsi in genere implicano la combinazione di due diversi polimeri vinilici, uno a base di molecole piccole, per la penetrazione nel legno, e l'altro a base di molecole relativamente più grandi, per la formazione di un rivestimento sulla superficie del legno. Le molecole più grandi hanno in genere peso molecolare pari a circa 20.000-200.000 con una formulazione tipica contenente il 95% delle molecole con peso molecolare compreso nell'intervallo di 90.000-110.000.

E' stato scoperto che la maggior parte delle emulsioni preparate mediante polimerizzazione in emulsione di monomeri contenenti gruppi vinilici può essere usata per formulare la soluzione di trattamento. Esempi di monomeri contenenti un gruppo vinilico sono acetato di vinile, metil metacrilato, acrilammide, acrilonitrile, stirene, isoprene ed anidride malica. Questi polimeri possono essere fatti polimerizzare

tra loro per formare omopolimeri. Tuttavia, si preferisce usare una miscela di monomeri selezionata con criterio per controllare proprietà quali la temperatura minima di formazione del rivestimento, la durezza del rivestimento essiccato, ecc.

La polimerizzazione viene generalmente condotta in assenza di ossigeno usando un iniziatore con radicale libero, quale un perossido, avendo sospeso in acqua mediante agitazione il monomero oppure la miscela di monomero e controllandone la temperatura al di sopra della temperatura richiesta per la decomposizione dell'iniziatore. Molte emulsioni acriliche vendute in commercio contengono α -solventi organici che agiscono come concentratori e/o come agenti fondenti. Quando ad essi si aggiungono preservanti del legno solubili in acqua oppure ritardanti di incendio, può intervenire la flocculazione dell'emulsione oppure di uno o più additivi.

Esempi di emulsioni risultate adatte verranno dati in seguito. Si possono usare anche altre emulsioni che formano rivestimenti alla o al di sotto della temperatura ambiente e che sono stabili in presenza degli additivi. I polimeri a basso peso molecolare, sia in forma di emulsione che come soluzioni limpide vengono sintetizzati nel modo descritto in precedenza per la

reazione di polimerizzazione, tranne che un opportuno agente di trasferimento di catena viene incluso nella miscela di reazione. Polimeri in emulsione ad alto o basso peso molecolare, se preparati usando un acido, quale acido acrilico oppure acido metacrilico, oppure una miscela di tali acidi, come parte della miscela monomerica, tendono a formare soluzioni limpide quando ammine oppure ammoniaca vengono aggiunte ad essi per innalzare il pH in campo alcalino, in genere oltre 8 oppure 8.5. Quantunque solubili in questa forma, se usati come leganti oppure formatori di rivestimento, detti polimeri perdono ammoniaca oppure l'ammina volatile (se si usa un'ammina volatile per regolare il pH) per evaporazione e diventano insolubili in acqua.

Quando si usa una miscela di un polimero ad alto peso molecolare e di un polimero a basso peso molecolare, il polimero a basso peso molecolare penetra, insieme all'acqua e agli additivi, nelle pareti cellulari del legno e si deposita all'interno per evaporazione dell'acqua. La frazione ad alto peso molecolare viene aggiunta per formare un rivestimento sulla superficie esterna, onde proteggere il legno dai fattori esterni e per aggiungere un richiamo estetico.

L'inclusione di detto componente che forma un rive-

stimento superficiale permette di aggiungere alla soluzione di trattamento anche pigmenti e coloranti, formando così in un'unica miscela una soluzione di trattamento del legno insieme ad un sistema di rivestimento oppure di tintura del legno. Il rapporto in peso ad alto peso molecolare e resina a basso peso molecolare varia in genere tra 95:5 e 50:50 e più spesso tra 90:10 e 70:30 circa. Quando si usano tali sistemi pigmentati, i pigmenti servono anche come assorbitori di luce ultravioletta (UV). E' noto che la luce UV degrada il legno. Di conseguenza, l'inclusione del pigmento serve anche per migliorare la durata del legno. Nei rivestimenti incolori lo stesso obiettivo può essere raggiunto aggiungendo assorbitori UV.

Esempi tipici di assorbitori UV sono dati negli esempi che precedono. Gli esempi che seguono illustrano delle formulazioni tipiche che usano resine formate a partire da monomeri vinilici e che possono essere formulate con una quantità relativamente piccola di co-solvente organico polare.

In Esempio V, sia le resine ad alto peso molecolare che quelle a basso peso molecolare contengono numerosi gruppi acidi che vengono neutralizzati con idrossido d'ammonio.

Il risultato è una soluzione bianca trasparente molto solubile in acqua. Esempio VIII illustra la possibilità da parte della formulazione di incorporare ritardante di incendio e preservante a base di sali inorganici senza causare separazione di fase a causa della concentrazione relativamente bassa di co-solvente organico polare.

Esempio V

Rhoplex B-505*	45.00
Acrisol 527**	4.44
Idrossido d'ammonio, 28%***	1.00
Acqua	46.56
Metil carbitolo	<u>3.00</u>
Totale	100.00

* Rhoplex 505 è un copolimero acrilico ad alto peso molecolare prodotto da Rohm & Haas Company, 40% n.v.

** Acrisol 527 è una soluzione di resina completamente acrilica (basso peso molecolare) prodotta da Rohm & Haas Company, 45% n.v.

*** Idrossido d'ammonio viene usato per regolare il pH e ottenere chiarificazione. I solidi totali della resina della formula di cui sopra sono pari a 20%. Il rapporto tra 8 - 505 e Acrisol 527 sulla base dei solidi è 9.0:1.0.

Esempio VI

Synthemul 40-450*	32.65
-------------------	-------

Acrisol 527	8.88
Idrossido d'ammonio, 28%	2.00
Acqua	52.47
Butil carbitolo	<u>4.00</u>
Totale	100.00

* Synthemul 40-450 è un'emulsione di acetato di poli-
vinile, emulsione di copolimero acrilico, 49% n.v.,
prodotta da Reichhold Chemicals Inc.

Solidi totali della resina = 20%

Rapporto S- 40 - 450/ Ac 527 = 80:20

Esempio VII

E-1630, 45% n.v.*	40.00
Acrisol 527	4.44
Acqua	52.06
Metil carbitolo	<u>3.50</u>
Totale	100.00

* E-1630 è un'emulsione acrilica sperimentale prodot-
ta da Rohm & Haas Company, n.v. = 45%

Rapporto E-1630/AC-527 = 90:10

Solidi totali della resina: 20%

Esempio VIII

E-1630	40.00
Acrisol 527	4.44
Ritardante di incendio*	10.00
Nylate-10**	2.00

Acqua	40.56
Metil carbitolo	<u>3.00</u>
Totale	100.00

* Il ritardante di incendio viene prodotto mediante neutralizzazione completa di dimetilammina con acido fosforico.

** Nylate-10 è un preservante del legno prodotto da Seymore Chemicals Co. L'ingrediente attivo è rame-8-chinolinolato.

Esempio IX

La formulazione di Esempio VIII è stata usata per essere applicata a due tavolette di cedro giallo 10.16 cm x 20.32 cm.

Il legno è stato immerso nella formulazione per 15 minuti e poi lasciato essiccare all'aria per una notte a temperatura ambiente. Una delle due tavole è stata poi lavata sotto l'acqua corrente di rubinetto per 6 ore e poi lasciata di nuovo per una notte a temperatura ambiente. Le tavole sono state poi esposte alla fiamma di una torcia a fusione mantenuta a 15.24 cm dalla loro superficie.

La fiamma non persisteva su nessuna delle due tavole dopo l'allontanamento della torcia a fusione. Tuttavia, una carbonizzazione locale era visibile dopo un periodo di tempo di 3 minuti. In una tavola di legno

di controllo che non era stata trattata affatto, il legno prendeva fuoco entro 1 minuto dall'esposizione alla fiamma ed il fuoco continuava a bruciare dopo l'allontanamento della torcia.

Questo esperimento dimostra che il ritardante di incendio è risultato efficace nel ridurre la propagazione della fiamma ed è divenuto non lisciviabile, pur essendo in origine un composto solubile in acqua.

Esempio X

Una tavola di quercia bianca di circa 2.54 - 1.27 cm 7.62 cm x 10.16 cm è stata immersa nella formulazione di Esempio VIII per 12 ore ed essiccata all'aria per 24 ore. Una tavola della stessa misura è stata usata come controllo interno.

La tavola trattata e la tavola di controllo sono poi state immerse in acqua per 2 ore ed essiccate in stufa a 121,1°C. L'esame di dette tavole essiccate ha rivelato che la tavola non trattata si era ristretta lungo le cellule radiali mentre la tavola trattata non presentava alcun restringimento in nessuna sua parte. Questo esperimento dimostra che la formulazione di Esempio VIII aveva stabilizzato il legno in modo efficace. Tutto l'esperimento è stato ripetuto omettendo però Acrisol 527 dalla formulazione di Esempio VIII. In questo caso si è notato che sia la

RACHELI - FIAMMENGHI - FIAMMENGHI
Via Quattro Fontane 31 - 00154 ROMA

tavola di controllo che quella trattata si restringevano per essiccamento in stufe. Questo esperimento dimostra che il polimero acrilico ad alto peso molecolare non stabilizza in modo efficace il legno, se usato da solo.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per il trattamento del legno allo scopo di migliorarne le proprietà comprendente: messa a contatto del legno da trattare con una quantità sufficiente di resina diluibile con acqua in un solvente miscibile in acqua al fine di depositare una quantità efficace di detta resina nelle pareti cellulari di detto legno, detta resina contenendo molecole di dimensioni tali da poter entrare nello spazio vuoto all'interno di dette pareti cellulari in presenza di detto solvente, e trasformazione della resina all'interno delle pareti cellulari in una forma insolubile in acqua a condizioni ambiente.
2. Procedimento come a rivendicazione 1, in cui detto solvente include acqua.
3. Procedimento secondo rivendicazione 2, in cui detto solvente include un fluido organico miscibile con acqua.
4. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui detta resina è un alchide vulcanizzabile ^{all'aria} per essere re-

RACHELI - FIAMMENGHI - FIAMMENGHI
Via Quattro Fontane 51 - 00134 ROMA

so insolubile in acqua.

5. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui detta resina viene prodotta a partire da un monomero vinilico.

6. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui detta resina viene prodotta a partire da un monomero acrilico.

7. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui detta resina comprende un'emulsione che forma un rivestimento reso insolubile in acqua per evaporazione del solvente.

8. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui detta resina contiene gruppi acidi neutralizzati con ammina oppure ammoniacca per rendere la resina solubile in acqua, la volatilizzazione di detta ammina o ammoniacca causando l'insolubilizzazione in acqua di detta resina.

9. Procedimento secondo rivendicazione 2, in cui detta resina contiene almeno il 5 per cento in peso di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa.

10. Procedimento secondo rivendicazione 9, in cui detta resina contiene almeno il 10 per cento in peso circa di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa.

11. Procedimento secondo rivendicazione 10, in cui

detta resina contiene una percentuale consistente di molecole aventi dimensione molecolare superiore a quella che consente la penetrazione nello spazio vuoto all'interno delle pareti cellulari, dette molecole essendo selezionate per formare un rivestimento superficiale su detto legno.

12. Procedimento secondo rivendicazione 11, in cui dette molecole di dimensione molecolare superiore hanno un peso molecolare pari a circa 20.000-200.000.

13. Procedimento secondo rivendicazione 9, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari a circa 5-70.

14. Procedimento secondo rivendicazione 10, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari a circa 5-30.

15. Procedimento secondo rivendicazione 14, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari ad almeno 8 circa.

16. Procedimento secondo rivendicazione 3, in cui un prodotto chimico addizionale per il trattamento del legno viene portato a contatto con detto legno per depositare una quantità efficace del prodotto chimico all'interno delle pareti cellulari del legno prima di trasformare la resina all'interno delle pareti cellulari in forma insolubile in acqua, e poi fis-

saggio del prodotto chimico di trattamento del legno nelle pareti cellulari mediante conversione di detta resina in forma insolubile in acqua.

17. Procedimento secondo rivendicazione 5, in cui un prodotto chimico addizionale per il trattamento del legno in un solvente miscibile con acqua viene portato a contatto con detto legno per depositare una quantità efficace del prodotto chimico all'interno delle pareti cellulari del legno prima di trasformare detta resina all'interno delle pareti cellulari in forma insolubile in acqua, dopodichè detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene fissato nelle pareti cellulari mediante conversione di detta resina in forma insolubile in acqua.

18. Procedimento secondo rivendicazione 16, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è presente nello stesso solvente della resina e viene simultaneamente portato a contatto con la resina in modo da depositare contemporaneamente il prodotto chimico per il trattamento del legno e la resina all'interno delle pareti cellulari.

19. Procedimento secondo rivendicazione 17, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è presente nello stesso solvente della resina e viene simultaneamente portato a contatto con la resina in modo

da depositare contemporaneamente il prodotto chimico per il trattamento del legno e la resina all'interno delle pareti cellulari.

20. Procedimento secondo rivendicazione 16, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene selezionato tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

21. Procedimento secondo rivendicazione 17, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene selezionato tra preservanti del legno e ritardanti di incendio e detto fluido organico miscibile con acqua comprende non più del 10 per cento in peso circa della combinazione resina-solvente.

22. Procedimento secondo rivendicazione 21, in cui detto fluido organico miscibile con acqua comprende non più del 5 per cento in peso circa della combinazione resina-solvente.

23. Procedimento secondo rivendicazione 21 o 22, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è solubile in acqua.

24. Miscela per trattamento del legno comprendente: una resina diluibile in acqua e trasformabile in forma insolubile in acqua per esposizione all'aria a condizioni ambiente, un solvente miscibile con acqua per detta resina, ed una quantità efficace di un prodotto

chimico per il trattamento del legno disperso in detti resina e solvente, detta resina contenendo almeno il 10 per cento in peso circa di molecole con peso molecolare inferiore a 1000 circa.

25. Miscela secondo rivendicazione 24, in cui detto solvente include acqua ed un fluido organico miscibile con acqua.

26. Miscela secondo rivendicazione 25, in cui detta resina è a base di monomeri vinilici polimerizzati.

27. Miscela secondo rivendicazione 26, in cui detta miscela contiene meno del 10 per cento in peso circa di fluido organico miscibile in acqua.

28. Miscela secondo rivendicazione 24, in cui detta resina è presente nella combinazione resina-solvente in percentuale in peso pari a 5-70 circa.

29. Miscela secondo rivendicazione 28, in cui detta resina è presente in percentuale in peso pari a 8-30 circa.

30. Miscela secondo rivendicazione 24, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno viene scelto tra preservanti del legno e ritardanti di incendio.

31. Miscela secondo rivendicazione 26, in cui detto prodotto chimico per il trattamento del legno è un sale solubile in acqua e detta miscela contiene meno del 5 per cento in peso di fluido organico miscibile in

acqua.

32. Miscela secondo rivendicazione 27, in cui detta miscela contiene una percentuale consistente di molecole aventi dimensione molecolare superiore a quella che consente la penetrazione nello spazio vuoto allo interno delle pareti cellulari del legno, molecole selezionate per formare un rivestimento superficiale sul legno trattato con dette miscele.

33. Miscela per il trattamento del legno come a rivendicazione 32, in cui il rapporto in peso tra la resina ad alto peso molecolare e la resina a basso peso molecolare varia tra 95:5 e 50:50 circa.

34. Miscela secondo rivendicazione 33, in cui il rapporto in peso tra la resina ad alto peso molecolare e la resina a basso peso molecolare varia tra 90:10 e 70:30 circa.

35. Miscela per il trattamento del legno come a rivendicazione 34, in cui detta resina contiene un copolimero acrilico.

36. Miscela secondo rivendicazione 32, in cui detta resina è presente come emulsione.

37. Miscela secondo rivendicazione 32, in cui detta resina contiene gruppi acidi sufficienti per la solubilità in soluzione alcalina.

Attole Regante
RACHELI - FIAMMIGLI
Via Quattro Fontane 31 - 00184 ROMA