

MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA DI INVENZIONE NUMERO	102009901728735
Data Deposito	04/05/2009
Data Pubblicazione	04/11/2010

Classifiche IPC

Titolo

PROCEDIMENTO DI PRODUZIONE DI SCHIUME POLIURETANICHE/POLIUREICHE DA MATERIALI A BASE DI LIGNINA

I0135067

DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:
"Procedimento di produzione di schiume poliuretaniche/poliureiche da materiali a base di lignina"
di: Università di Pisa, nazionalità italiana, Lungarno Pacinotti 43/44 - 56126 PISA
Inventori designati: Andrea LAZZERI, Patrizia CINELLI, Silvia FARSETTI, Beatrice CIONI, Gisella FILIPPI, Caterina CRISTALLINI, Niccoletta BARBANI

DESCRIZIONE

Depositata il: 4 maggio 2009

La presente invenzione si riferisce ad un procedimento di produzione di schiume poliuretaniche/poliureiche.

Scopo della presente invenzione è quello di fornire un procedimento del tipo sopra indicato che utilizzi materie prime provenienti essenzialmente da fonti rinnovabili, comporti ridotti consumi energetici ed abbia un basso impatto ambientale.

Secondo l'invenzione tale scopo viene raggiunto grazie ad un procedimento di produzione di una schiuma poliuretanica/poliureica comprendente le fasi di:

- trattare materiale contenente lignina con una soluzione acquosa di acido peracetico ad una temperatura compresa fra 0 e 100 $^{\circ}$ C per un periodo

di tempo di almeno 1 minuto, ottenendo una fase liquida contenente composti con almeno due gruppi -OH ed un residuo solido, e

- fare reagire detta fase liquida con un isocianato contenente almeno 2 gruppi -NCO per molecola in assenza di catalizzatori, ottenendo detta schiuma poliuretanica/poliureica.

Nella prima fase del procedimento dell'invenzione, la soluzione acquosa di acido peracetico attacca il materiale lignocellulosico di partenza formando composti aventi più gruppi ossidrilici liberi che possono reagire successivamente con i gruppi isocianato, permettendo di ottenere la schiuma desiderata.

E' da notare che la soluzione acquosa di acido peracetico contiene inoltre perossido di idrogeno ed acido acetico, poiché tutte queste sostanze sono legate dalla reazione di equilibrio:

$$CH_3COOH + H_2O_2 \Leftrightarrow CH_3COOOH + H_2O$$

Tale soluzione ha forti proprietà ossidanti ed è molto efficiente nel procedimento di delignificazione in virtù dell'azione combinata dell'acido peracetico che funge da agente ossidante e dell'acido acetico che funge da solvente della lignina.

Il procedimento dell'invenzione si svolge a

basse temperature, non necessitando quindi di ingenti somministrazioni di calore, e non richiede la presenza dei catalizzatori comunemente utilizzati nella preparazione dei poliuretani, in particolare sali organici di stagno ed ammine terziarie, ovvero sostanze costose e di elevato impatto ambientale. Il procedimento dell'invenzione risulta così economico ed eco-compatibile.

Nello stesso tempo, il procedimento dell'invenzione permette di ottenere schiume di elevata qualità utilizzabili per svariate applicazioni come ad esempio pannelli isolanti, imbottiture di sedili, pannelli per impiego in campo automobilistico e nautico, ecc.

Quale materiale di partenza contenente lignina si può utilizzare qualsiasi materiale legnoso. Preferibilmente, si utilizza materiale legnoso ad alto tenore di lignina e di basso valore intrinseco, ad esempio scarti o sottoprodotti di legno, farina di legno, trucioli di legno, segatura o residui dell'industria cartaria.

Quale isocianato, si può utilizzare qualsivoglia isocianato contenente almeno 2 gruppi -NCO per molecola, sotto forma sia di miscela composti diversi o di isomeri sia di composto puro. Preferibilmente, l'isocianato è scelto dal gruppo consistente di difenilmetano diisocianato (DMI), difenilmetano diisocianato polimerico (PDMI) e toluene diisocianato (TDI).

Utilizzando come materiale di partenza segatura di legna e PDMI, sono state ad esempio prodotte plance completamente soddisfacenti per l'impiego in campo veicolistico.

Secondo una forma di attuazione del procedimento dell'invenzione, la fase liquida è fatta reagire con l'isocianato in presenza anche del residuo solido formatosi nella precedente fase di trattamento del materiale contenente lignina con la soluzione di acido peracetico. In questo modo le fibre di lignina rimaste in tale residuo fungono da agente di rinforzo della schiuma ottenuta. Utilizzando come materiale di partenza segatura di legna e DMI, si possono così produrre pannelli con buone proprietà isolanti, in tutta la gamma di dimensioni e forme richieste dal mercato.

Se necessario, è possibile addizionare ulteriori fibre di rinforzo di origine sia naturale sia sintetica, nonché gli additivi convenzionalmente utilizzati nel settore, ad esempio stabilizzanti, tensioattivi, antifiamma e simili.

La fase di trattamento del materiale contenente lignina con la soluzione acquosa di acido peracetico é vantaggiosamente svolta ad una temperatura compresa fra 10 e 50 °C, in particolare fra 30 e 50 °C, ed ha una durata vantaggiosamente compresa fra 1 minuto e 15 giorni. Al crescere della temperatura, la durata di tale fase può essere corrispondentemente ridotta.

Vantaggiosamente, la fase di reazione con un isocianato si svolge in presenza di un poliolo, preferibilmente scelto dal gruppo consistente di glicerolo, polietilenglicole e polipropilenglicole. Si ritiene infatti che tale poliolo agisca da solvente per le componenti lignocellulosiche, favorendo la reazione di polimerizzazione.

Utilizzando segatura di legno e PDMI, è stato così possibile ottenere stampi per la realizzazione di modelli complessi di scafi per imbarcazioni da diporto (yacht) mediante fresatura a controllo numerico con tecnologia a cinque assi. I modelli così realizzati sono stati rifiniti superficialmente mediante paste epossidiche o poliuretaniche, sottoposti a ceratura e laminati in vetroresina. Gli stampi ottenuti con il procedimento dell'invenzione sono parzialmente biodegradabili, cosicché risultano

più facilmente smaltibili dopo l'uso rispetto agli stampi convenzionali di polistirolo, che restano sostanzialmente inalterati nel tempo.

Vengono ora forniti, a titolo meramente illustrativo e non limitativo, esempi di realizzazione del procedimento secondo l'invenzione.

In tutti questi esempi, farina di legno (origine faggio) è stata posta in contatto a temperatura ambiente con acido peracetico (OXYSTRONG®, ovvero una soluzione acquosa al 5% con concentrazione di equilibrio di acido peracetico < 5%, acqua ossigenata (concentrazione 25-29%), acido acetico (<7%), fornito da Solvay) con rapporto solido/liquido pari a 0,1 g/ml sotto agitazione costante per un periodo di tempo compreso tra 1 ora e 7 giorni.

Dopo tale trattamento, il liquido è stato separato dal solido mediante filtrazione e fatto reagire con PMDI (Iso 116/1 (ELASTOGRAN)® - polimero del 4,4'-difenilmetano diisocianato con contenuto di gruppi -NCO del 25,7% in peso del prodotto) in proporzioni in peso comprese tra 10% e 25% rispetto al liquido iniziale. In tutti gli esempi riportati il tempo di crema era di circa 3 minuti, mentre il tempo di gel era di circa 4 minuti. L'espansione è

stata rapida ed omogenea con sviluppo di calore.

Esempio 1

Massa liquido dopo 4 giorni di trattamento: 24,5 g

Massa PMDI: 3,8 g

% PMDI rispetto al liquido: 15 %

Densità apparente: 33 kg/m³

Grado di vuoto: 54%

Esempio 2

Massa liquido dopo 4 giorni di trattamento: 26 g

Massa PMDI: 6,3 g

% PMDI rispetto al liquido: 24 %

Densità apparente: 30 kg/m³

Grado di vuoto: 50%

Esempio 3

Massa liquido dopo 4 giorni di trattamento: 31,3 g

Massa PMDI: 4,7 g

Massa solido (separato per filtrazione ed essicca-

to): 10,7 g

% PMDI rispetto al liquido: 15 %

Densità apparente: 52 kg/m³

Grado di vuoto: 43 %

Naturalmente, fermo restando il principio dell'invenzione, i particolari di realizzazione e le forme di attuazione potranno ampiamente variare rispetto a quanto descritto a puro titolo esempli-

ficativo, senza per questo uscire dall'ambito dell'invenzione come definito nelle rivendicazioni annesse.

RIVENDICAZIONI

- 1. Procedimento di produzione di una schiuma poliuretanica/poliureica comprendente le fasi di:
- trattare materiale contenente lignina con una soluzione acquosa di acido peracetico ad una temperatura compresa fra 0 e 100 °C per un periodo di tempo di almeno 1 minuto, ottenendo una fase liquida contenente composti con almeno due gruppi -OH ed un residuo solido, e
- fare reagire detta fase liquida con un isocianato contenente almeno 2 gruppi -NCO per molecola in assenza di catalizzatori, ottenendo detta schiuma poliuretanica/poliureica.
- 2. Procedimento secondo la rivendicazione 1, in cui detto materiale contenente lignina è uno scarto o sottoprodotto di legno, farina di legno, trucioli di legno, segatura o un residuo dell'industria cartaria.
- 3. Procedimento secondo la rivendicazione 1 o 2, in cui detto isocianato è scelto dal gruppo consistente di difenilmetano diisocianato (DMI), difenilmetano diisocianato polimero (PDMI) e toluene diisocianato (TDI).
- 4. Procedimento secondo una qualunque delle precedenti rivendicazioni, in cui detta fase liquida è

fatta reagire con l'isocianato in presenza anche di detto residuo solido, in modo tale per cui le fibre ivi contenute fungono da agente di rinforzo di detta schiuma.

- 5. Procedimento secondo una qualunque delle precedenti rivendicazioni, in cui durante la reazione di formazione della schiuma si addizionano ulteriori fibre di rinforzo.
- 6. Procedimento secondo una qualunque delle precedenti rivendicazioni, in cui durante la reazione
 di formazione della schiuma si addizionano ulteriori additivi convenzionali per i poliuretani.
- 7. Procedimento secondo una qualunque delle precedenti rivendicazioni, in cui la durata della fase di trattamento del materiale contenente lignina con la soluzione acquosa di acido peracetico é compresa fra 1 minuto e 15 giorni.
- 8. Procedimento secondo una qualunque delle precedenti rivendicazioni, in cui la fase di trattamento del materiale contenente lignina con la soluzione acquosa di acido peracetico é svolta ad una temperatura compresa fra 30 e 50 °C.
- 9. Procedimento secondo una qualunque delle precedenti rivendicazioni, in cui la fase di reazione con un isocianato si svolge in presenza di un po-

liolo, preferibilmente scelto dal gruppo consistente di glicerolo, polietilenglicole e polipropilenglicole.