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

UIBM

DOMANDA NUMERO	**101994900356372**
Data Deposito	**23/03/1994**
Data Pubblicazione	**23/09/1995**

Priorità	5-88055
Nazione Priorità	JP
Data Deposito Priorità	

Priorità	5-89382
Nazione Priorità	JP
Data Deposito Priorità	

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	09	J		

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
B	27	K		

Titolo

COMPOSIZIONE INDURENTE E METODO PER L'IMPREGNAZIONE DI LEGNO.

SIB 90379

T15-80539C/YU

DESCRIZIONE DELL'INVENZIONE INDUSTRIALE dal titolo: "COMPOSIZIONE INDURENTE E METODO PER L'IMPREGNAZIONE DI LEGNO"., della ditta giapponese TOAGOSEI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD., con sede in TOKYO (GIAPPONE)

*****

DESCRIZIONE

CAMPO DELL'INVENZIONE

La presente invenzione si riferisce ad una composizione indurente che fornisce un prodotto indurito su polimerizzazione radicalica e più in particolare ad una composizione indurente che indurisce con facilità su irradiazione di raggi di energia attiva, come raggi ultravioletti o raggi di elettroni, o riscaldamento ed è largamente utilizzabile per rivestimenti, inchiostri, adesivi ecc.

L'invenzione si riferisce anche ad un metodo di impregnazione di legno con una composizione indurente per migliorare varie proprietà del legno.Il metodo è applicabile per una modifica-

zione del legno da usare per mobilia domestica e materiali da costruzione.

BASE TECNICA DELL'INVENZIONE

Composizioni indurenti che induriscono su applicazione di raggi di energia attiva, come raggi ultravioletti o fasci di elettroni, o energia termica sono ampiamente usate in virtù dei loro vantaggi rispetto a composizioni indurenti di tipo in soluzione che vengono indurite mediante eliminazione dei solventi, in termini di risparmio di risorse, assenza di inquinamento ambientale, indurimento rapido, e vantaggi simili.

In generale, composizioni indurenti ai raggi di energia attiva comprendono principalmente un prepolimero di tipo (met)acrilato, come poliestere (met)acrilato, uretano(met)acrilato, epossi-(met)acrilato o polietere (met)acrilato; o una resina o un prepolimero di un poliestere insaturo, ecc, ed inoltre comprendono un diluente reattivo, come un (met)acrilato avente un gruppo (met)acriloilico (per esempio, fenossietil(met)acrilato o carbitol-(met)acrilato) o un poliol-poli(met)acrilato (per esempio, trimetililpropano tri(met)acrilato o tripropilenglicole di(met)acrilato). La viscosità,

capacità di indurimento, e adesività delle composizioni indurenti a raggi di energia attiva possono venire migliorate scegliendo in maniera appropriata il diluente reattivo. Tuttavia, le convenzionali composizioni indurenti a raggi di energia attiva esibiscono un grande ritiro di volume in seguito ad indurimento, e pertanto l'adesività ad un sostrato è insufficiente. Così, quando le composizioni convenzionali vengono usate come adesivo, i materiali che possono essere fatti aderire sono limitati.

Composizioni note che induriscono su riscaldamento includono quelle comprendenti un poliestere insaturo e stirene, nonchè le composizioni di tipo (met)acrilato su menzionate. Tuttavia, queste composizioni hanno un basso regime di indurimento ed emettono un odore sgradevole. Quando queste composizioni vengono usate in particolare come adesivo, vi sono problemi per il fatto che non si ottiene una resistenza al taglio soddisfacente oppure la giunzione con adesivo tende a separarsi.

I presenti inventori hanno effettuato estese indagini allo scopo di sviluppare una composizione indurente che fornisca un prodotto indurito

eccellente in durezza ed adesione e, quando usato in particolare come adesivo, fornisca una giunzione adesiva che ha sufficiente resistenza al taglio e non subisce separazione.

Intanto, noto che proprietà del legno, come stabilità è dimensionale, resistenza all'assorbimento di acqua, e resistenza all'usura, possono venire migliorate impregnando il legno con una composizione indurente e indurendo poi la composizione. Il materiale composito di legno-plastica risultante chiamato combinazione di legno-plastica (WPC) viene utilizzato per vari materiali da costruzione.

Come composizioni indurenti per WPC, sono note composizioni indurenti comprendenti poliesteri insaturi sciolti in monomeri come stirene e metilmetacrilato. Tuttavia, poichè tali composizioni hanno proprietà idrofobe, vi sono problemi per il fatto che esse non possono venire impregnate sufficientemente all'interno del legno, mancando di impartire la proprietà prevista. Inoltre, i monomeri rimangono non induriti nel legno impregnato a causa della loro scarsa reattività. Ne consegue che i monomeri non induriti vengono incorporati nel legno, il che dà

luogo ad un problema di odore sgradevole in seguito al taglio o alla lucidatura dopo l'indurimento.

Per ovviare a questi problemi, è stato studiato come descritto in JP-A-55-118804 (il termine "JP-A" come qui usato significa "una domanda di brevetto giapponese pubblicata non esaminata") l'uso di una emulsione acquosa di un oligomero di tipo (met)acrilato idrofobo di minore volatilità come composizione di impregnazione. Esempi dell'oligomero di tipo (met)acrilato idrofobo includono composti di (met)acrilato ottenuti mediante addizione di fenilglicidiletere con acido (met)acrilico, e un oligomero di tipo (met)acrilato ottenuto mediante addizione di un condensato di acido ftalico e dietilenglicole con acido (met)acrilico. Tuttavia, poichè gli oligomeri di tipo (met)acrilato descritti nel JP-A-55-118804 hanno elevate proprietà idrofobe, la loro impregnazione del legno non è soddisfacente.

Viene anche suggerita nel JP-A-4-82707,per lo stesso scopo della emulsione acquosa di cui sopra di oligomero di tipo (met)acrilato idrofobo, una soluzione acquosa di un oligomero di tipo (met)acrilato solubile in acqua. Esempi

dell'oligomero di tipo (met)acrilato solubili in acqua includono quelli ottenuti mediante copolimerizzazione di un componente idrofilo come un sale di metallo alcalino di acido (met)acrilico con altri composti (met)acrilici. In questo caso, tuttavia,un prodotto indurito dell'oligomero ha anche proprietà idrofile a motivo della solubilità in acqua dell'oligomero, mancando di impartire al legno resistenza all'acqua e all'umidità.

Quindi, i presenti inventori hanno effettuato estese indagini allo scopo di sviluppare una composizione indurente per l'impregnazione di legno che ha una bassa volatilità ed è facile da maneggiare esibisce eccellenti proprietà di impregnazione del legno e elevata reattività ed è pertanto in grado di impartire resistenza ad umidità e stabilità dimensionale al legno.

Per tutta la descrizione nonchè rivendicazioni, il termine "acido (met)acrilico" significa acido acrilico o acido metacrilico; il termine "(met)acrilato" significa un acrilato o un metacrilato, ed il termine "gruppo (met)acriloilico" significa un gruppo acriloilico o un gruppo metacriloilico.

SOMMARIO DELL'INVENZIONE

Uno scopo della presente invenzione è di fornire una composizione indurente che indurisce facilmente su irradiazione di raggi di energia attiva, come raggi ultravioletti o raggi di elettroni, o su riscaldamento ed è idonea per varie applicazioni, come rivestimenti, inchiostri e adesivi.

Un altro scopo della presente invenzione è di fornire un metodo per l'impregnazione di legno onde fornire legno migliorato utile come mobilia domestica e materiali da costruzione.

Altri scopi ed effetti della presente invenzione saranno evidenti dalla descrizione seguente.

La presente invenzione si riferisce ad una composizione indurente (in appresso riferita come " composizione indurente (I)") comprendente un prodotto di reazione rappresentato dalla formula (1) ottenuto facendo reagire un addotto di ossido di alchilene di un poliolo idrocarburico e acido (met)acrilico:

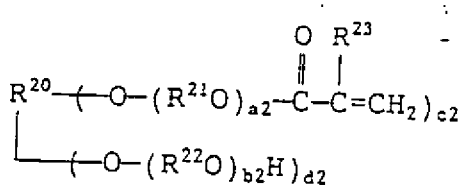
$$R^{10}\left(-O-(R^{11}O)_{a1}-C(=O)-C(R^{13})=CH_2\right)_{c1}\left(-O-(R^{12}O)_{b1}H\right)_{d1} \qquad (1)$$

in cui R^{10} rappresenta un gruppo residuo di un poliolo idrocarburico avente da 3 a 15 atomi di carbonio e (c1 + d1) gruppi idrossilici; R^{11} rappresenta un gruppo alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{12} rappresenta un gruppo alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{13} rappresenta un atomo di idrogeno o un gruppo metilico; a1 rappresenta un numero da 0 a 10; b1 rappresenta un numero da 0 a 10; c1 rappresenta un numero non minore di 1,5; e d1 rappresenta un numero non minore di 0,5;purchè (a1 + b1) non sia minore di 1.

La presente invenzione si riferisce anche ad un metodo per l'impregnazione di legno comprendente le operazioni di: impregnare il legno con la composizione indurente (I) su descritta; e indurire la composizione indurente (I) così impregnata.

La presente invenzione si riferisce anche ad un metodo per l'impregnazione del legno comprendente le operazioni di: impregnare il legno con una composizione indurente (in appresso riferita come "composizione indurente (II)"); ed indurire la composizione indurente (II) così impregnata, la composizione indurente (II)

comprendendo un prodotto di reazione rappresentato dalla formula (2) ottenuta facendo reagire un addotto di ossido di alchilene di un poliolo idrocarburico e acido (met)acrilico:



(2)

in cui R^{20} rappresenta un gruppo residuo di un poliolo idrocarburico avente da 3 a 15 atomi di carbonio e (c2 + d2) gruppi idrossilici; R^{21} rappresenta un gruppo alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{22} rappresenta un gruppo alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{23} rappresenta un atomo di idrogeno o un gruppo metilico; a2 rappresenta un numero da 0 a 10; b2 rappresenta un numero da 0 a 10; c2 rappresenta un numero da 1,5 a 3; e d2 rappresenta un numero non minore di 0 e minore di 0,5; purchè (a2 + b2) non sia minore di 1.

DESCRIZIONE DETTAGLIATA DELL'INVENZIONE

La composizione indurente (I) della presente invenzione è una nuova composizione, che è descritta in dettaglio in appresso.

Il prodotto di reazione rappresentato dalla

formula (1) che viene usato nella composizione indurente (I) è un prodotto di esterificazione tra 1 mole di un addotto di ossido di alchilene di un poliolo idrocarburico avente (c1 + d1) gruppi idrossilici e c1 moli di acido (met) acrilico. Benchè la quantità di acido (met) acrilico da far reagire sia teoricamente c1 moli per mole dell'addotto di ossido di alchilene di un poliolo idrocarburico, la quantità dell'acido (met)acrilico da caricare è soggetta a variazioni nella effettiva esecuzione della reazione, con la reattività di entrambi i reagenti che viene presa in considerazione.

L'addotto di ossido di alchilene di un poliolo idrocarburico è un prodotto di reazione di addizione tra un poliolo idrocarburico ed un ossido di alchilene avente da 2 a 4 atomi di carbonio.

Il termine "poliolo idrocarburico" qui usato significa un poliolo contenente nessun etero-atomo diverso da atomi di carbonio, atomi di idrogeno, e gruppi idrossilici Il gruppo residuo del poliolo idrocarburico ottenuto mediante eliminazione di tutti i gruppi idrossilici contenuti in esso è un gruppo idrocarburico

contenente nessun etero-atomo diverso da atomi di carbonio e atomi di idrogeno.

Esempi del poliolo idrocarburico usato nella presente invenzione includono quelli contenenti almeno due gruppi idrossilici come un diolo, un triolo, un tetraolo, e simili.

Il poliolo idrocarburico ha preferibilmente un peso molecolare di 260 o minore. Quelli aventi un peso molecolare maggiore di 260 tendono ad essere talvolta difficoltosi da maneggiare a causa della loro elevata viscosità.

Esempi preferiti del poliolo idrocarburico includono un poliolo avente 3 o più gruppi idrossilici e un diolo avente da 5 15 atomi di carbonio.

Esempi di dioli usati come il poliolo idrocarburico della presente invenzione includono propilenglicole, butandiolo, pentandiolo, esandiolo, eptandiolo, ottandiolo, nonandiolo, decandiolo, neopentilglicole, cicloesandimetanolo, cicloesandiolo, bisfenolo A, bisfenolo F, bisfenolo A idrogenato, e bisfenolo F idrogenato.

Esempi di polioli aventi 3 o più gruppi idrossilici usati come il poliolo idrocarburico della presente invenzione includono

dimetilolpropano, trimetiloletano, glicerina, pentaeritritolo, e sorbitolo.

Nella formula (1) il gruppo rappresentato da R^{10} è un gruppo ottenuto eliminando i gruppi idrossilici dal poliolo idrocarburico.

Esempi specifici dell'ossido di alchilene avente 2 fino a 4 atomi di carbonio includono ossido di etilene, ossido di propilene, e ossido di butilene. I valori di a1 e b1 nella formula (1) rappresentanti la quantità dell'ossido di alchilene aggiunto ad un gruppo idrossilico del poliolo idrocarburico debbono essere ciascuno un numero da 0 a 10. Se a1 o b1 supera 10, il prodotto indurito ha una densità di reticolazione ridotta e pertanto durezza ridotta.

R^{11} e R^{12} nella formula (1) sono ciascuno un gruppo alchilenico derivato dall'ossido di alchilene su menzionato.

Il prodotto di reazione che può venire usato nella presente invenzione può essere ottenuto tramite una reazione di esterificazione comunemente nota tra il su menzionato addotto di ossido di alchilene di un poliolo idrocarburico e acido (met)acrilico. In un certo dettaglio, un addotto di ossido di alchilene di un poliolo

idrocarburico, acido (met)acrilico, un catalizzatore acido (per esempio, acido di p-toluensolfonico o acido solforico), e un inibitore di polimerizzazione (per esempio, idrochinone, etere monometilico di idrochinone, catecolo o fenotiazina) vengono mescolati in un solvente organico (per esempio benzene, toluene, xilene o cicloesano), ed il miscuglio viene riscaldato sotto agitazione per effettuare una esterificazione. Viene usato preferibilmente un solvente organico insolubile in acqua o scarsamente solubile in acqua poichè esso facilita la separazione di acqua come sottoprodotto e l'agevole progresso della reazione. Il prodotto risultante viene purificato in maniera usuale, per esempio, mediante lavaggio con acqua ed eliminazione del solvente mediante distillazione sotto pressione ridotta.

Il prodotto di reazione risultante può non essere un singolo composto ma una composizione costituita da una molteplicità di composti aventi strutture chimiche differenti. Di conseguenza, i valori a1, b1, c1, e d1 nella formula (1) sono ciascuno una media di una composizione di composti.

Per fare un esempio, nel caso in cui 1 mole di un addotto ottenuto aggiungendo 3 moli di

ossido di etilene a 1 mole di trimetilolpropano viene fatto reagire con due moli di acido acrilico, si ottiene un prodotto di reazione in cui entrambi a1 e b1 sono 1, c1 è 2, e d1 è 1. In questo caso, l'addotto di trimetilolpropano-ossido di etilene è costituito principalmente da un composto con una molecola di ossido di etilene aggiunta a ciascuno dei tre gruppi idrossilici di trimetilolpropano e addizionalmente contiene un composto con due o più molecole di ossido di etilene aggiunte a solo un gruppo idrossilico, un composto con una molecola di ossido di etilene aggiunta a solo un gruppo idrossilico, un composto con una molecola di ossido di etilene aggiunta a ciascuno dei due gruppi idrossilici, e così via, dando totalmente una media di 1 come valori di a1 e b1. La reazione tra 1 mole di questo addotto e 2 moli di acido acrilico dà luogo inoltre alla produzione di una molteplicità di composti. Nel caso dell'addotto con una molecola di ossido di etilene aggiunta a ciascuno dei tre gruppi idrossilici di trimetilolpropano, il prodotto di reazione è costituito da un composto con una molecola di acido acrilico aggiunta a ciascuno di 2 dei tre gruppi idrossilici (c1 = 2, d1 = 1)

come prodotto principale, e allo stesso tempo, un composto con una molecola di acido acrilico aggiunta (c1 = 1, d1 = 2), un composto con tre molecole di acido acrilico aggiunte (c1 = 3, d1 = 0), ecc., dando così una media di 2 come valore di c1 e una media di 1 come valore di d1.

Nella formula (1), il prodotto di reazione che può venire usato nella composizione indurente (I), (a1 + b1) deve essere 1 o maggiore, cioè, il prodotto di reazione deve avere almeno una molecola di ossido di alchilene per molecola. Se (a1 + b1) è minore di 1, la composizione esibisce un grande ritiro di volume in seguito all'indurimento e scarsa adesione ad un sostrato. Quando essa viene usata come adesivo, la giunzione adesiva non ha una resistenza al taglio soddisfacente o si separa dal sostrato.

I composti costituenti il prodotto di reazione della formula (1) debbono avere un valore di c1, indicante il numero medio di gruppi (met) acriloilici per molecola, di almeno 1,5, e preferibilmente da 1,8 a 5. Se c1 è minore di 1,5, la composizione ha reattività di indurimento ridotta. Se esso supera 5, tende ad essere tale da temere che l'adesione ad un sostrato possa venire

ridotta in ragione del considerevole ritiro in seguito ad indurimento. Il valore di d1, indicante il numero medio di gruppi idrossilici per molecola, deve essere almeno 0,5, e preferibilmente da 1 a 3. Se d1 è minore di 0,5, la composizione ha una adesione ridotta ad un sostrato. Quando essa viene usata come adesivo, la giunzione adesiva potrà separarsi. Se d1 supera 3, il prodotto indurito della composizione tende ad avere un basso punto di transizione vetrosa, dando luogo talvolta a proprietà inferiori di formazione di pellicola.

Nella formula (1), il valore di (a1 x c1 + b1 x d1), indicante il numero medio di parti di ossido di alchilene per molecola, è preferibilmente da 2 a 10. Se esso è minore di 2, la composizione tende ad avere l'adesione insufficiente ad un sostrato a causa del grande ritiro nell'indurimento. Se esso supera 10, un prodotto indurito della composizione tende ad avere un basso grado di reticolazione, mancando talvolta di manifestare una durezza sufficiente, oppure la composizione tende ad avere un basso regime di indurimento.

Nella composizione indurente (I) della

presente invenzione, i prodotti di reazione su menzionati possono venire usati individualmente o in combinazione di 2 o più di essi.

Se desiderato, la composizione indurente (I) della presente invenzione può contenere vari altri componenti. Per esempio, possono venire aggiunti un solvente organico, acqua o un diluente reattivo allo scopo di ridurre la viscosità della composizione.

Esempi dei solventi organici includono chetoni, per esempio, metiletilchetone e metilisobutilchetone; esteri acetici, per esempio, etilacetato e butilacetato, idrocarburi aromatici, ad esempio toluene e xilene; alcoli, per esempio metanolo e alcool isopropilico; cellosolve, per esempio, metilcellosolve ed etilcellosolve; e acetati di cellosolve, per esempio, acetato di metilcellosolve e acetato di etilcellosolve. Questi solventi organici possono venire usati individualmente o in combinazione di essi.

Esempi dei diluenti reattivi includono composti aventi un gruppo (met) acrilico nella loro molecola. In particolare, sono preferiti quelli aventi una viscosità non superiore a 50 cp a 25°C in vista dei loro effetti nel ridurre la

viscosità della composizione. I composti aventi un gruppo (met) acrilico nella molecola sono disponibili in commercio, i quali includono Viscoat 150 (tetraidrofurfurilacrilato, prodotto Osaka Yuki Kagaku Kogyo Co., Ltd.), Aronix M101 (fenossietossietilacrilato, prodotto da Toa Gosei Chemical Industry Co., Ltd..), Viscoat 215 (neopentilglicoldiacrilato, prodotto da Osaka Yuki Kagaku Kogyo Co., Ltd) e Viscoat 230 (esandioldiacrilato, prodotto da Osaka Yuki Kagaku Kogyo Co., Ltd.) Il diluente reattivo può venire usato individualmente o in combinazione di due o più di essi.

La composizione indurente (I) della presente invenzione può venire usata per l'impregnazione di legno come descritto in seguito.In tale uso, la composizione indurente (I) contiene preferibilmente un (met)acrilato avente un peso molecolare non maggiore di 500 e contenente un gruppo (met) acriloilico e un gruppo idrossilico o un gruppo carbossilico per molecola (in appresso riferito come " (met)acrilato II"), che viene descritto in seguito in dettaglio, come diluente reattivo.

La quantità del diluente reattivo,se usato, è

preferibilmente non maggiore di 100 parti in peso per 100 parti in peso del prodotto di reazione. La quantità del solvente organico o acqua, se usato, è preferibilmente non maggiore di 100 parti in peso per 100 parti in peso della quantità totale del prodotto di reazione e del diluente reattivo (il prodotto di reazione ed il diluente reattivo verranno in appresso riferiti comprensivamente come "componenti indurenti").

Se desiderato, la composizione indurente (I) della presente invenzione può contenere stabilizzatori allo scopo di migliorare la stabilità nell'immagazzinamento impedendo nel contempo la gelificazione durante l'immagazzinamento. Esempi degli stabilizzatori includono fenoli, per esempio, idrochinone, etere monometilico di idrochinone, t-butilidrochinone e catecolo; chinoni, per esempio, benzochinone, naftochinone e difenilbenzochinone; fenotiazina, sali di rame,e alluminio N-nitrofenil-idrossilammina. La quantità degli stabilizzatori è preferibilmente da 0 ,00001 a 0,01 parti in peso per 100 parti in peso dei componenti indurenti.

La composizione indurente (I) può venire indurita tramite vari mezzi, per esempio, mediante

applicazione di calore o di luce in presenza o assenza di un iniziatore di polimerizzazione.

Nel caso in cui la composizione venga indurita termicamente per mezzo di una sorgente di energia termica, come un forno di riscaldamento, raggi infrarossi o microonde, viene generalmente aggiunto alla composizione un iniziatore di polimerizzazione termica. Esempi degli iniziatori di polimerizzazione termica includono azocomposti (per esempio, azobisibutirronitrile); perossidi organici, come perossidi chetonici (per esempio, perossido di metiletilchetone e perossido di cicloesanone), idroperossidi (per esempio, idroperossido di diisopropilbenzene), perossidi alchilici (per esempio, dicumilperossido), perossidi acilici (per esempio, benzoilperossido e toluilperossido), e perossiesteri (per esempio, cumilperossiottoato e butilperossiisobutirrato); e perossidi inorganici (per esempio, perossisolfato di ammonio).

Nel caso in cui la composizione venga indurita facendola riposare a temperatura ambiente o mediante riscaldamento ad una temperatura relativamente bassa non superiore a 100°C, è preferibile usare un acceleratore di

polimerizzazione in combinazione con l'iniziatore di polimerizzazione termica su menzionato. Esempi degli acceleratori di polimerizzazione includono sali organo-metallici composti di un metallo (per esempio, cobalto, ferro o manganese) e acido naftenico, acido linolico o acetilacetone; ammine riducenti, per esempio, dimetil-p-toluidina e acido ascorbico; e altre sostanze riducenti.

Nel caso in cui la composizione venga indurita mediante irradiazione di raggi ultravioletti o raggi visibili, vengono generalmente aggiunti alla composizione iniziatori di fotopolimerizzazione o sensibilizzanti noti. Esempi degli iniziatori di fotopolimerizzazione includono benzofenone e suoi derivati, benzoino, eteri alchilici di benzoino, 2-metil[4-(metiltio)fenil]-2-morfolino-1-propanone, benzildimetilchetale, 1-idrossicicloesil-fenilchetone, e 2-idrossi-2-metil-1-fenilpropan-1-one.

Nel caso in cui la composizione indurente (I) venga indurita mediante una combinazione di fotopolimerizzazione e polimerizzazione termica, possono venire usati in combinazione l'iniziatore di fotopolimerizzazione e l'iniziatore di

polimerizzazione termica su menzionati.

Le quantità dell'iniziatore di polimerizzazione termica, acceleratore di polimerizzazione, iniziatore di fotopolimerizzazione, e sensibilizzante possono venire scelte nella maniera usuale. Per esempio, essi vengono usati in una quantità totale da 0,01 a 20 parti in peso per 100 parti in peso dei componenti indurenti. Se la quantità totale è minore di 0,01 parti in peso, la composizione non subisce una polimerizzazione completa. Se essa supera 20 parti in peso, la proporzione dei componenti indurenti diviene relativamente bassa, il che tende a dar luogo a un deterioramento delle caratteristiche del prodotto indurito. Una quantità particolarmente preferita dell'iniziatore da usare è da 0,1 a 10 parti in peso per 100 parti in peso della composizione indurente.

Nel caso in cui la composizione indurente (I) venga indurita mediante irradiazione di fasci di elettroni o radiazioni, può non venire usato un iniziatore di polimerizzazione.

Se desiderato, la composizione indurente (I) può contenere inoltre altri additivi convenzionali, come coloranti, pigmenti, e

riempitivi per la regolazione del grado di impregnazione.

Viene poi descritto in dettaglio in appresso il metodo per l'impregnazione del legno secondo la presente invenzione.

Nel metodo per l'impregnazione del legno della presente invenzione, la composizione indurente (I) e, oppure la composizione indurente (II) su descritte viene impregnata nel legno, e poi la composizione indurente così' impregnata viene indurita.

La composizione indurente (II) usata nella presente invenzione è la stessa della composizione indurente (I) secondo la presente invenzione, eccetto che il numero medio dei gruppi idrossilici nel prodotto di reazione (d1 o d2) non è minore di 0 e minore di 0,5, ed il numero medio dei gruppi (met)acriloilici (c1 o c2) è limitato al campo da 1,5 a 3. Pertanto, per quanto riguarda gli altri contenuti della composizione indurente (II) come i componenti, per esempio, il poliolo idrocarburico il diluente reattivo, gli additivi, ecc., il metodo per produrre la composizione e simili, quelli descritti per la composizione indurente (I) di cui sopra possono essere applicati alla

composizione indurente (II).

Una composizione indurente, in cui il numero medio dei gruppi idrossilici (d1 o d2) non è minore di 0 e minore di 1,5 ed il numero medio di gruppi (met)acriloilici (c1 o c2) è maggiore di 3, ha una proprietà idrofoba troppo elevata ed è insufficiente nella impregnazione del legno.

Nella composizione indurente (I) e la composizione indurente (II) che vengono usate nel metodo per l'impregnazione del legno secondo la presente invenzione, si preferisce usare (met)acrilati aventi un peso molecolare non maggiore di 500 e contenenti un gruppo (met)acriloilico e un gruppo idrossilico o un gruppo carbossilico per molecola ((met)acrilato II) come diluente reattivo. La combinazione di (met)acrilato II con il prodotto di reazione riduce la viscosità della composizione e comporta ulteriori miglioramenti nelle proprietà di impregnazione, resistenza ad umidità e stabilità dimensionale.

I (met)acrilati II hanno un peso molecolare non maggiore di 500, preferibilmente non maggiore di 300, e più preferibilmente non maggiore di 200. a quelli aventi un peso molecolare che supera 500

esibiscono una polarità ridotta e pertanto deteriorano la proprietà di penetrazione nel xilema del legno. I (met)acrilati II debbono avere un gruppo idrossilico o gruppo carbossilico per una molecola. Quelli aventi un gruppo idrossilico e un gruppo carbossilico per molecola e quelli aventi due o più gruppi idrossilici o gruppi carbossilici per molecola rendono la composizione risultante troppo polare per riempire i vasi del legno.

Come esempi di (met)acrilato II vengono menzionati i composti seguenti.

(1) Idrossialchil(met)acrilati:

(met)acrilati aventi un gruppo (met)acriloilico e un gruppo idrossilico che vengono ottenuti facendo reagire acido (met)acrilico e un diolo o un ossido di alchilene. Sono inclusi idrossietil(met)acrilato, idrossipropil(met)acrilato,idrossibutil(met)acrilato, monoidrossi(met) acrilato di polietilenglicole,e monoidrossi(met)acrilato di polipropilenglicole.

(2) Prodotto di addizione ad anello aperto di lattone a acido (met)acrilico:

(Met) acrilati aventi un gruppo

(met)acriloilico e un gruppo carbossilico che vengono ottenuti mediante addizione ad anello aperto di una molecola di un lattone o polimerizzazione di addizione ad anello aperto di due o più molecole di un lattone a acido (met)acrilico. Il lattone include caprolattone e valerolattone. Nei (met)acrilati II (2) è incluso Aronix M5300, un addotto di acido acrilico-caprolattone prodotto da Toa Gosei Chemical Industry Co., Ltd.

(3) Un prodotto di addizione ad anello aperto di lattone a idrossialchil(met)acrilato.

(Met)acrilati aventi un gruppo (met) acriloilico e un gruppo idrossilico che vengono ottenuti mediante addizione ad anello aperto di una molecola di un lattone o polimerizzazione di addizione ad anello aperto di due o più molecole di un lattone a idrossialchil(met)acrilato. Sono inclusi un addotto di idrossietil(met)acrilato-caprolattone e un addotto di idrossietil(met)acrilato-valerolattone.

(4) Addotti di acido (met) acrilico-etere glicidilico.

(Met) acrilati aventi un gruppo (met)acriloilico e un gruppo idrossilico che

vengono ottenuti mediante aggiunta di un etere glicidilico ad acido (met)acrilico. L'etere glicidilico include fenilglicidiletere e butilglicidiletere. Nei (met)acrilati II (4) è incluso Aronix M5700, un addotto di acido acrilico-fenilglicidiletere prodotto da Toa Gosei Chemical Industry Co., Ltd.

(5) Polimeri di acido (met)acrilico o acrilato.

Sono inclusi dimeri, trimeri o tetrameri di acido acrilico aventi un gruppo (met)acriloilico e un gruppo carbossilico e dimeri, trimeri o tetrameri di idrossietil(met)acrilato aventi un gruppo (met)acriloilico e un gruppo idrossilico. Un dimero di acido acrilico è disponibile in commercio come Aronix M5600 (prodotto da Toa Gosei Chemical Industry Co., Ltd).

Il (met) acrilato II viene aggiunto preferibilmente in una quantità da 1 a 70% in peso, e più preferibilmente da 5 a 50% in peso, in base alla quantità totale del prodotto di reazione e del (met)acrilato II. Una composizione contenente più di 70% in peso di (met)acrilato II tende a non indurirsi nel legno. Se la quantità di (met)acrilato II è minore di 1% in peso gli effetti di addizione non sono sostanziali.

Il metodo per impregnare la composizione indurente nel legno può venire effettuato tramite varie maniere convenzionali, per esempio, impregnazione sottovuoto, impregnazione a pressione, e immersione atmosferica.

Il metodo della presente invenzione è applicabile a varietà di legno, per esempio, alberi ad ampio fogliame, conifere e così via.

La profondità di impregnazione nel legno non è particolarmente limitata e viene decisa in maniera appropriata secondo lo scopo. Poichè la composizione indurente della presente invenzione esibisce eccellenti proprietà di impregnazione nello xilema e nei vasi del legno in modo da fornire un prodotto indurito eccellente in durezza, stabilità dimensionale e resistenza ad umidità, lo scopo del miglioramento viene conseguito impregnando la composizione solo nello strato superficiale del legno. Ciò significa una riduzione della quantità necessaria della composizione ed è pertanto economico. Una profondità di impregnazione preferita è 1 mm o più, e particolarmente 3 mm o più.

Come metodo per indurire la composizione indurente così impregnata nel legno, possono

venire applicati allo stesso modo i vari metodi quali descritti nei riguardi dei metodi di indurimento della composizione indurente (I) di cui sopra. Cioè, la composizione indurente impregnata può venire indurita mediante riscaldamento o luce come raggi ultravioletti o luce visibile in presenza di un iniziatore di polimerizzazione, o mediante irradiazione con fasci di elettroni o radiazioni. Il metodo di indurimento mediante riscaldamento, il metodo di indurimento mediante luce, ed il tipo e quantità di iniziatori di polimerizzazione qui usati possono essere gli stessi di quelli descritti per il metodo di indurimento della composizione indurente (I) di cui sopra.

Entrambi un iniziatore di fotopolimerizzazione e un iniziatore di polimerizzazione termica possono venire usati in combinazione, così che la parte superficiale del legno impregnato viene indurita con la luce, e l'interno del legno viene indurito mediante riscaldamento.

La composizione indurente da usare nel metodo di impregnazione della presente invenzione possiede grandi vantaggi quali qui di seguito.(1)

Avendo una polarità ben bilanciata, la composizione penetra con facilità nello xilema e inoltre conserva il riempimento dei vasi del legno anche dopo indurimento. (2) Avendo un piccolo ritiro di volume in seguito ad indurimento, la composizione non distrugge il tessuto del legno nell'indurimento. (3) Avendo eccellente reattività, la composizione indurisce con facilità e, dopo l'indurimento, si fissa nello xilema e nei vasi del legno senza trasudamento. (4) Il prodotto indurito della composizione ha una elevata durezza sufficiente a rinforzare il legno.

Di conseguenza,il metodo di impregnazione secondo la presente invenzione consegue una impregnazione eccellente nel legno ed impartisce stabilità dimensionale e resistenza ad umidità al legno.

La presente invenzione verrà ora illustrata in maggior dettaglio con riferimento ad esempi di sintesi, esempi ed esempi comparativi, ma va inteso che la presente invenzione non è composta in maniera tale da essere limitata ad essi. Tutte le parti e percentuali sono in peso a meno che specificato altrimenti.

ESEMPIO DI SINTESI 1

In un pallone munito di un agitatore, un termometro, ed un separatore di acqua con un condensatore in corrispondenza della sua sommità è stato caricato con 270 g (1 mole) di un addotto di trimetilolpropano-3 moli di ossido di etilene (peso molecolare medio: 270), 144 g (2 moli) di acido acrilico, 17 g (corrispondenti a 2% dei reagenti totali) di acido p-toluensolfonico come catalizzatore, 0,2 g (corrispondenti a 250 ppm in base ai reagenti totali) di etere monometilico di idrochinone come inibitore di polimerizzazione, e 414 g (corrispondenti a 50% dei reagenti totali) di toluene come solvente. Il miscuglio è stata riscaldato a 110°C per 5 ore sotto agitazione per effettuare una esterificazione disidratante. La quantità di acqua raccolta nel separatore di acqua era di 34g. Dopo il completamento della reazione, il miscuglio di reazione è stato lavato con acqua, e il toluene è stato eliminato da esso mediante distillazione sotto pressione ridotta in modo da ottenere un prodotto di reazione comprendente principalmente un diacrilato di addotto di trimetilolpropano-3,0 moli di ossido di etilene, che è stato designato composizione A.

Il prodotto di reazione preparato come sopra è rappresentato dalla formula (1) in cui R^{10} è un residuo di trimetilolpropano (numero di atomi di carbonio: 6);R^{11} e R^{12} sono entrambi un gruppo etilenico (numero di atomi di carbonio :2); R^{13} è un atomo di idrogeno; a1 è 1,0; b1 è 1,0;c1 è 1,9; e d1 è 1,1.

ESEMPIO DI SINTESI 2

E'stata effettuata una esterificazione disidratante nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 1, ad eccezione dell'impiego di 310 g (1 mole) di addotto di trimetilolpropano-3,0 moli di ossido di propilene (peso molecolare medio. 310), 144 g (2 moli) di acido acrilico, 18 g (2% in base aii reagenti totali) di acido p-toluensolfonico come catalizzatore, 0,2 g (250 ppm in base ai reagenti totali) di etere monometilico di idrochinone come inibitore di polimerizzazione, e 454 g (50% dei reagenti totali) di toluene come solvente. La quantità di acqua raccolta nel separatore di acqua era di 36 g. Il miscuglio di reazione è stato trattato nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 1 per ottenere un prodotto di reazione costituito principalmente da un diacrilato

dell'addotto di trimetilolpropano-3,0 moli di ossido di propilene, che è stato designato composizione B.

Il prodotto di reazione preparato come sopra è rappresentato dalla formula (1) in cui R^{10} è un residuo di trimetilolpropano (numero di atomi di carbonio: 6); R^{11} e R^{12} sono ciascuno un gruppo propilenico (numero di atomi di carbonio: 3); R^{13} è un atomo di idrogeno; a1 è 1,0; b1 è 1,0; c1 è 2,0;e d1 è 1,0.

ESEMPIO DI SINTESI 3

E'stata effettuata una esterificazione disidratante nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 1, ad eccezione dell'impiego di 435 g (1 mole) di addotto di trimetilolpropano-4,2 moli di ossido di etilene (peso molecolare medio:435), 216 g (3 moli) di acido acrilico, 26 g (2% in base ai reagenti totali) di acido p-toluensolfonico come catalizzatore, 0,3 g (250 ppm in base ai reagenti totali) di etere monometilico di idrochinone come inibitore di polimerizzazione e 651 g (50% dei reagenti totali) di toluene come solvente. La quantità di acqua raccolta nel separatore di acqua era di 51 g. Il miscuglio di reazione è stato trattato nella stessa

maniera come nell'esempio di sintesi 1 per ottenere un prodotto di reazione costituito principalmente da un triacrilato dell'addotto di trimetilolpropano-4,2 moli di ossido di etilene, che è stato designato composizione C.

Il prodotto di reazione preparato come sopra è rappresentato dalla formula (1) in cui R^{10} è un residuo di trimetilolpropano (numero di atomi di carbonio: 12); R^{11} sono ciascuno un gruppo etilenico (numero di atomi di carbonio: 2); R^{13} è un atomo di idrogeno; a1 è 1,05; b1 è 1,05; c1 è 2,85;e d1 è 1,15.

ESEMPIO DI SINTESI 4

E' stata effettuata una esterificazione disidratante nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 1, ad eccezione dell'impiego di 683 g (1 mole) di addotto di pentaeritritolo-7,6 moli di ossido di butilene (peso molecolare medio: 683), 172 g (2 moli) di acido metacrilico, 34 g (2% in base ai reagenti totali) di acido p-toluensolfonico come catalizzatore, 0,4 g (250 ppm in base ai reagenti totali) di etere monometilico di idrochinone come inibitore di polimerizzazione, e 855 g (50% dei reagenti totali) di toluene come solvente. La quantità di

acqua raccolta nel separatore di acqua era di 34 g. Il miscuglio di reazione è stato trattato nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 1 per ottenere un prodotto di reazione costituito principalmente da dimetacrilato dell'addotto di pentaeritritolo-7,6 moli di ossido di butilene, che è stato designato composizione D.

Il prodotto di reazione preparato come sopra è rappresentato dalla formula (1) in cui R^{10} è un residuo di pentaeritritolo (numero di atomi di carbonio:5); R^{11} e R^{12} sono ciascuno un gruppo butilenico (numero di atomi di carbonio:4); R^{13} è un gruppo metilico; a1, b1, e c1 sono ciascuno 1,9; e d1 è 2,1.

ESEMPI 1 FINO A 4 ED ESEMPI COMPARATIVI 1 FINO A 3

Le composizioni indurenti mostrate nella tabella 1 in appresso sono state saggiate secondo il metodo di prova descritto in seguito. Le composizioni da indurire mediante irradiazione ultravioletta sono state combinate con due parti di benzildimetilchetale come iniziatore di fotopolimerizzazione per 100 parti della composizione. I risultati ottenuti sono mostrati nella tabella 1.

Metodo di prova

Ciascuna composizione è stata applicata su una piastra di acciaio o di quercia giapponese fino ad uno spessore di 10 μm o 30 μm, rispettivamente, ed indurita mediante irradiazione di raggi ultravioletti o di fasci di elettroni nelle condizioni seguenti.

Irradiazione UV:

lampada UV: 80 W/cm; lampada al mercurio ad alta pressione

lunghezza focale: 10 cm

riflettore: tipo condensatore

velocità di trasportatore: 5 m/ min

tempi di irradiazione: 5

Irradiazione con fasci di elettroni:

tensione di accelerazione: 170 kV

dose di irradiazione: 5 Mrad

concentrazione di ossigeno: 100 fino a 200 ppm

E' stata misurata secondo JIS 5400 la durezza allo stilo della pellicola di rivestimento formata sulla piastra di acciaio. Inoltre, la pellicola di rivestimento formata sulla piastra di acciaio o sulla piastra di quercia giapponese è stata incisa a croce con un coltello di taglio per formare cento quadrati in un'area di 10 mm x 10 mm. Un nastro

adesivo di cellophane è stato fatto aderire su essa e staccato rapidamente. E' stato contato il numero di quadrati rimanenti sul sostrato come indice di adesione.

TABELLA 1

Tabella 1

Esempio n°	Composizione	Durezza allo stilo	Adesione		Metodo di indurimento
			Acciaio	Quercia	
Es. 1	A	4H	100	100	UV
" 2	B	4H	100	100	UV
" 3	C	4H	95	82	UV
" 4	D	4H	100	100	EB
" comp.1	Aronix M309*2	4H	0	0	UV
" comp.2	Light Ester TMP[3]	4H	0	0	EB
" comp.3	Aronix M270*4		Non misurabile a causa di sotto-imdurimento		UV

Nota: *1: UV. Indurimento a raggi ultravioletti
EB: Indurimento a fasci di elettroni
*2: Aronix M309: triacrilato di trimetilolpropano (un prodotto commerciale prodotto da Toa Gosei Chemical Industry Co., Ltd.)
*3: Light Ester TMP: trimetacrilato di trimetilolpropano (un prodotto commerciale prodotto da Kyoeisha Oil Chemical Industry Co., Ltd.)
*4: Aronix M270: diacrilato di polipropilenglicole (un prodotto commerciale prodotto da Toa Gosei Chemical Industry Co., Ltd.)

ESEMPI 5 E 6 ED ESEMPI COMPARATIVI 4 E 5

Cento parti di ciascuna delle composizioni mostrate nella tabella 2 in appresso sono state mescolate con due parti di perossido di benzoile come iniziatore di polimerizzazione termica per preparare una composizione indurente. La composizione è stata applicata su una lastra di quercia giapponese ad uno spessore di 20 µm, e un'altra lastra di quercia giapponese è stata laminata su essa. Il laminato è stato riscaldato a 100°C per 8 ore per preparare un pezzo di prova.

La resistenza al taglio a trazione del pezzo di prova è stata misurata secondo JIS K6851. I risultati ottenuti sono mostrati nella tabella 2.

TABELLA 2

Esempio N.	Composizione	Resistenza al taglio a trazione (kgf/cm^2)
Esempio 5	B	22
Esempio 6	C	31
Esempio comparativo 4	Aronix M309	12
Esempio comparativo 5	Aronix M270	sottoindurito

ESEMPIO DI SINTESI 5

Nell'esempio di sintesi 5 e negli esempi di sintesi da 6 a 8 descritti più tardi, sono state preparate composizioni indurenti da usare nel metodo per l'impregnazione del legno.

In un pallone munito di un agitatore, un termometro, e un separatore di acqua con un condensatore in corrispondenza della sua sommità sono stati caricati 285 g (1 mole) di addotto di neopentilglicole-4,1 moli di ossido di etilene

(peso molecolare medio: 280), 144 g (2 moli) di acido acrilico, 17 g (corrispondenti al 2% dei reagenti totali) di acido p-toluensolfonico come catalizzatore, 0,2 g (corrispondenti a 250 ppm in base ai reagenti totali) di etere monometilico di idrochinone come inibitore di polimerizzazione e 429 g (corrispondenti a 50% dei reagenti totali) di toluene come solvente. Il miscuglio è stato riscaldato a 110° per 5 ore sotto agitazione per effettuare una esterificazione disidratante. La quantità di acqua raccolta nel separatore di acqua era di 36g. Dopo completamento della reazione, il miscuglio di reazione è stato lavato con acqua, ed il toluene è stato eliminato da esso mediante distillazione sotto pressione ridotta per ottenere un prodotto di reazione costituito principalmente di un diacrilato dell'addotto di neopentilglicole-4,1-moli di ossido di etilene. Il prodotto di reazione è stato designato composizione E.

Il prodotto di reazione preparato come sopra è rappresentato dalla formula (2) in cui R^{20} è un residuo di neopentilglicole (numero di atomi di carbonio: 5); R^{21} è un gruppo etilenico (numero di atomi di carbonio: 2); R^{23} è un atomo di idrogeno;

a2 è 2,05; b2 è 0; c2 è 2,0; e d2 è 0.

ESEMPIO DI SINTESI 6

E' stata effettuata una esterificazione disidratante nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 5, ad eccezione dell'impiego di 270 g (1 mole) di un addotto di trimetilolpropano-3,0 moli di ossido di etilene (peso molecolare medio: 270), 216 g (3 moli) di acido acrilico, 19 g (2% in base ai reagenti totali) di acido p-toluensolfonico come catalizzatore, 0,2 g (250 ppm in base ai reagenti totali) di etere monometilico di idrochinone come inibitore di polimerizzazione e 486 g (50% in base ai reagenti totali) di toluene come solvente. La quantità di acqua raccolta nel separatore di acqua era di 54 g. Il miscuglio di reazione è stato trattato nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 5 per ottenere un prodotto di reazione costituito principalmente di un triacrilato dell'addotto di trimetilolpropano-3,0 moli di ossido di etilene, che è stato designato composizione F.

Il prodotto di reazione preparato come sopra è rappresentato dalla formula (2) on cui R^{20} è un residuo di trimetilolpropano (numeri di atomi di

carbonio: 6); R^{21} è un gruppo etilenico (numero di atomi di carbonio: 2); R^{23} è un atomo di idrogeno; a2 è 1,0; b2 è 0; c2 è 3,0; e d2 è 0.

ESEMPIO DI SINTESI 7

E' stata effettuata una esterificazione disidratante nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 5, ad eccezione dell'impiego di 683 g (1 mole) di un addotto di pentaeritritolo-3,8 moli di ossido di butilene (peso molecolare medio: 683), 172 g (2 moli) di acido metacrilico, 34 g (2% in base ai reagenti totali) di acido p-toluensolfonico come catalizzatore, 0,4 g (250 ppm in base ai reagenti totali) di etere monometilico di idrochinone come inibitore di polimerizzazione, e 855 g (50% in base ai reagenti totali) di toluene come solvente. La quantità di acqua raccolta nel separatore di acqua era di 34 g. Il miscuglio di reazione è stato trattato nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 5 per ottenere un prodotto di reazione costituito principalmente da un dimetacrilato dell'addotto di pentaeritritolo-3,8 moli di ossido di dibutilene, che è stato designato composizione G.

Il prodotto di reazione preparato come sopra

è rappresentato dalla formula (1) in cui R^{10} è un residuo di pentaeritritolo (numeri di atomi di carbonio: 5); R^{11} e R^{12} sono ciascuno un gruppo butilenico (numero di atomi di carbonio: 4); R^{13} è un gruppo metilico; a1, b1, e c1 sono ciascuno 1,9; e d1 è 2,1.

ESEMPIO DI SINTESI 8

E' stata effettuata una esterificazione disidratante nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 5, ad eccezione dell'impiego di 310 g (1 mole) di un addotto di trimetilolpropano-3,0 moli di ossido di propilene (peso molecolare medio: 310), 144 g (2 moli) di acido acrilico, 18 g (2% in base ai reagenti totali) di acido p-toluensolfonico come catalizzatore, 0,2 g (250 ppm in base ai reagenti totali) di etere monometilico di idrochinone come inibitore di polimerizzazione, e 454 g (50% in base ai reagenti totali) di toluene come solvente. La quantità di acqua raccolta nel separatore di acqua era di 36 g. Il miscuglio di reazione è stato trattato nella stessa maniera come nell'esempio di sintesi 5 per ottenere un prodotto di reazione costituito principalmente da un diacrilato dell'addotto di trimetilolpropano-3,0 moli di

ossido di propilene, che è stato designato composizione H.

Il prodotto di reazione preparato come sopra è rappresentato dalla formula (1) in cui R^{10} è un residuo di trimetilolpropano (numero di atomi di carbonio: 6); R^{11} e R^{12} sono ciascuno un gruppo propilenico (numero di atomi di carbonio: 3); R^{13} è un atomo di idrogeno; a1, b1, e d1 sono ciascuno 1,0; e c1 è 2,0.

ESEMPIO 7 FINO A 11 ED ESEMPIO COMPARATIVO 6

100 parti della composizione mostrata nella tabella 3 in appresso sono state mescolate con una parte di benzoilperossido come iniziatore di polimerizzazione per preparare una composizione indurente per l'impregnazione del legno.

Ciascuna delle composizioni indurenti è stata impregnata in blocchi di un albero di faggio (2 x 2 x 10 cm) sotto pressione ridotta e riscaldata a 80°C per 10 ore per indurire la composizione di impregnazione. I blocchi di legno impregnati risultanti sono stati saggiati come segue. I risultati ottenuti sono mostrati nella tabella 3.

(1) Aumento:

E' stata ottenuta una percentuale di guadagno di peso del legno impregnato in base al legno non

impregnato.

(2) Resistenza ad assorbimento di umidità.

I blocchi di legno impregnati sono stati tenuti a 20°C e 94% di umidità relativa per 30 giorni. L'efficacia di esclusione di umidità (MEE) è stata determinata secondo l'equazione seguente per valutare la resistenza all'assorbimento di umidità.

$$MEE = (U_o - U)/U_o \times 100\ (\%)$$

in cui U_o è un regime di assorbimento di umidità (%) del legno non impregnato; e U è un regime di assorbimento di umidità (%) del legno impregnato; il regime di assorbimento di umidità è un regime di variazione di peso del legno prima e dopo la prova.

(3) Stabilità dimensionale:

I blocchi di legno impregnati sono stati condizionati nella stessa maniera come in (2) di cui sopra, e l'efficacia antirigonfiamento (ASE) è stata determinata secondo l'equazione seguente per valutare la stabilità dimensionale.

$$ASE = (S_o - S)/S_o \times 100\ (\%)$$

in cui S_o è un regime di rigonfiamento (%) del legno non impregnato; e S, è un regime di rigonfiamento (%) del legno impregnato; il regime

di rigonfiamento è un regime di variazione di volume del legno prima e dopo la prova.

(4) Stato di indurimento:

Il blocco di legno impregnato è stato tagliato, e l'area tagliata è stata osservata ad occhio nudo. Lo stato di indurimento all'interno del blocco è stato classificato "buono", indicante un indurimento sufficiente, e "scarso", indicante un indurimento insufficiente.

Tabella 3

Esempio n°	Composizione (parti)	Aumento (%)	MEE (%)	ASE (%)	Stato di indurimento
Esemp. 7	E (100)	41	61	50	buono
" 8	F (100)	55	70	58	buono
" 9	G (90) metanolo (10)	49	76	64	buono
" 10	H (100)	62	78	69	buono
Es. comp. 6	Aronix M113*1	17	3	8	scarso

Nota: * 1: Aronix M113: acrilato di un addotto di nonilfenolo-4 moli di ossido di etilene prodotto ,da Toa Gosei Chemical Industry Co., Ltd.

ESEMPI 11 FINO A 13 ED ESEMPI COMPARATIVI 7 E 8

Gli esempi 11 fino a 13 erano campioni in cui la composizione indurente conteneva un diluente reattivo.

100 parti della composizione mostrata nella tabella 4 in appresso sono state mescolate con una parte di benzoilperossido come iniziatore di polimerizzazione per preparare una composizione di impregnazione del legno.

Ciascuna delle composizioni di impregnazione risultanti è stata valutata nella stessa maniera come nell'esempio 7. I risultati ottenuti sono mostrati nella tabella 4.

Tabella 4

Esempio n°	Composizione	Aumento	MEE	ASE	Stato di indurimento
	(parti)	(%)	(%)	(%)	
Es. 11	E (90) Aronix M5600*1 (10)	48	67	56	buono
Es. 12	F (90) idrossietil metacrilato (10)	60	78	68	buono
Es. 13	H (90) idrossipropil acrilato (10)	71	85	72	buono
Es.Comp.7	Aronix M113 (90) Aronix M5600*1 (10)	14	5	10	scarso
Es.Comp.8	Aronix M240*2 (90) idrossietil acrilato (10)	22	9	17	buono

Nota: *1: Aronix M5600: dimero di acido acrilico prodotto da Toa Gosei Chemical Industry Co., Ltd.

*2: Aronix M240: diacrilato di tetraetilenglicole prodotto da Toa Gosei Chemical Industry Co., Ltd.

La composizione indurente della presente invenzione indurisce con facilità su irradiazione di raggi di energia attiva, come raggi ultravioletti e fasci di elettroni, o riscaldamento in modo da fornire un prodotto indurito eccellente in durezza ed adesione. Quando usata come adesivo, la composizione fornisce una giunzione adesiva che a resistenza al taglio sufficiente e non si separa mai da un sostrato. Pertanto, la composizione indurente è adatta a usi tali come rivestimenti, inchiostri, ed adesivi.

Il metodo di impregnazione del legno secondo la presente invenzione che comprende l'impregnazione del legno con una composizione indurente che è eccellente nelle proprietà di impregnazioni nel legno, altamente reattiva, e facile da maneggiare grazie alla sua bassa volatilità, seguita da indurimento, fornisce un legno dotato di resistenza ad umidità, stabilità dimensionale e resistenza meccanica. Pertanto, il metodo è adatto per un miglioramento del legno.

Benchè l'invenzione sia stata descritta in dettaglio e con riferimento a suoi esempi specifici, sarà evidente ad un esperto nella tecnica che vari cambiamenti e modifiche possono

venire apportati in essa senza allontanarsi dal suo spirito e campo.

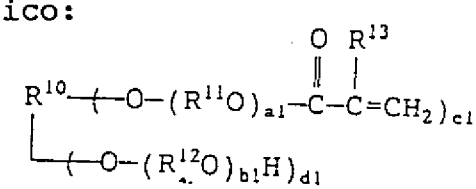
Gilberto Tonon
(Iscr. Albo n. 83)



RM94 A 000161

RIVENDICAZIONI

1. Composizione indurente comprendente un prodotto di reazione rappresentato dalla formula (1) ottenuta facendo reagire un addotto di ossido di alchilene di un poliolo idrocarburico e acido (met)acrilico:



(1)

in cui R^{10} rappresenta un gruppo residuo di un poliolo idrocarburico avente da 3 a 15 atomi di carbonio e (c1 + d1) gruppi idrossilici; R^{11} rappresenta un gruppo alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{12} rappresenta un gruppo alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{13} rappresenta un atomo di idrogeno o un gruppo metilico; a1 rappresenta un numero da 0 a 10; b1 rappresenta un numero da 0 a 10; c1 rappresenta un numero non minore di 1,5; e d1 rappresenta un numero non minore di 0,5; purchè (a1 + b1) sia non minore di 1.

2. Composizione indurente secondo la rivendicazione 1, in cui detto poliolo idrocarburico ha un peso molecolare non maggiore di 260.

3. Composizione indurente secondo la rivendicazione 1, in cui detto poliolo idrocarburico viene scelto dal gruppo costituito di un poliolo avente 3 o più gruppi idrossilici e un diolo avente da 5 a 15 atomi di carbonio.

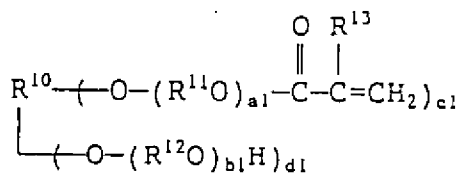
4. Composizione indurente secondo la rivendicazione 1, in cui detto poliolo idrocarburico viene scelto dal gruppo costituito di propilenglicole, butandiolo, pentandiolo, esandiolo, eptandiolo, ottandiolo, nonandiolo, decandiolo, neopentilglicole, cicloesandimetanolo, cicloesandiolo, bisfenolo A, bisfenolo F, bisfenolo A idrogenato e bisfenolo F idrogenato.

5. Composizione indurente secondo la rivendicazione 1, in cui detto poliolo idrocarburico viene scelto dal gruppo costituito di trimetilolpropano, trimetiloletano, glicerina, pentaeritritolo, e sorbitolo.

6. Composizione indurente secondo la rivendicazione 1, in cui c1 è da 1,8 a 5; d1 è da 1 a 3; e (a1 x c1 + b1 x d1) è da 2 a 10.

7. Metodo per l'impregnazione del legno comprendente le operazioni di: impregnare il legno con una composizione indurente; ed indurire detta composizione indurente così impregnata,

detta composizione indurente comprendendo un prodotto di reazione rappresentato dalla formula (1) ottenuto facendo reagire un addotto di ossido di alchilene di un poliolo idrocarburico e acido (met)acrilico:



(1)

in cui R^{10} rappresenta un gruppo residuo di un poliolo idrocarburico avente da 3 a 15 atomi di carbonio e (c1 + d1) gruppi idrossilici; R^{11} rappresenta un gruppo alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{12} rappresenta un gruppo alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{13} rappresenta un atomo di idrogeno o un gruppo metilico; a1 rappresenta un numero da 0 a 10; b1 rappresenta un numero da 0 a 10; c1 rappresenta un numero non minore di 1,5; e d1 rappresenta un numero non minore di 0,5; purchè (a1 + b1) non sia minore di 1.

8. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 7, in cui detto poliolo idrocarburico ha un peso molecolare non maggiore di 260.

9. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 7, in cui detto poliolo idrocarburico viene scelto dal gruppo costituito di un poliolo avente 3 o più gruppi idrossilici e un diolo avente da 5 a 15 atomi di carbonio.

10. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 7, in cui detto poliolo idrocarburico viene scelto dal gruppo costituito di propilenglicole, butandiolo, pentandiolo, esandiolo, eptandiolo, ottandiolo, nonandiolo, decandiolo, neopentilglicole, cicloesandimetanolo, cicloesandiolo, bisfenolo A, bisfenolo F, bisfenolo A idrogenato, e bisfenolo F idrogenato.

11. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 7, in cui detto poliolo idrocarburico viene scelto dal gruppo costituito di trimetilolpropano, trimetiloletano, glicerina, pentaeritritolo, e sorbitolo.

12. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 7, in cui c1 è da 1,8 a 5; d1 è da 1 a 3; e (a1 x c1 + b1 x d1) è da 2 a 10.

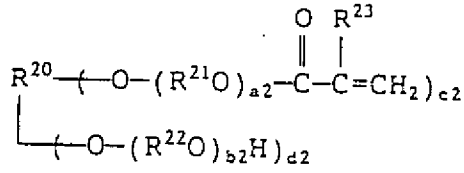
13. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 7, in cui detta composizione comprende detto prodotto di reazione

e un (met)acrilato avente un peso molecolare non maggiore di 500 e contenente un gruppo (met)acriloilico e un gruppo idrossilico o gruppo carbossilico per molecola.

14. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 13, in cui detto (met)acrilato è presente in una quantità da 1 a 70% in peso, in base alla quantità totale di detto prodotto di reazione e detto (met)acrilato.

15. Metodo per l'impregnazione del legno comprendente le operazioni di: impregnare il legno con una composizione indurente; e indurire detta composizione indurente così' impregnata,

detta composizione indurente comprendendo un prodotto di reazione rappresentato dalla formula (2) ottenuto facendo reagire un addotto di ossido di alchilene di un poliolo idrocarburico e acido (met) acrilico:



(2)

in cui R^{20} rappresenta un gruppo residuo di un poliolo idrocarburico avente da 3 a 15 atomi di carbonio e (c2 + d2) gruppi idrossilici; R^{21}

rappresenta un gruppi alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{22} rappresenta un gruppo alchilenico avente da 2 a 4 atomi di carbonio; R^{23} rappresenta un atomo di idrogeno o un gruppo metilico; a2 rappresenta un numero da 0 a 10; b2 rappresenta un numero da 0 a 10; c2 rappresenta un numero da 1,5 a 3; e d2 rappresenta un numero non minore di 0 e minore di 0,5; purchè (a2 + b2) non sia minore di 1.

16. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 15, in cui detto poliolo idrocarburico ha un peso molecolare non maggiore di 260.

17. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 15, in cui detto poliolo idrocarburico viene scelto dal gruppo costituito da un poliolo avente 3 gruppi idrossilici e un diolo avente da 5 a 15 atomi di carbonio.

18. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 15, in cui detto poliolo idrocarburico viene scelto dal gruppo costituito di propilenglicole, butandiolo, pentandiolo, esandiolo, eptandiolo, ottandiolo, nonandiolo, decandiolo, neopentilglicole, cicloesandimetanolo, cicloesandiolo, bisfenolo A, bisfenolo F,

bisfenolo A idrogenato, e bisfenolo F idrogenato.

19. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 15, in cui detto poliolo idrocarburico viene scelto dal gruppo costituito di trimetilolpropano, trimetiloletano, e glicerina.

20. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 15, in cui (a2 x c2 + b2 x d2) è da 2 a 10.

21. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 15, in cui detta composizione comprende detto prodotto di reazione e un (met)acrilato avente un peso molecolare non maggiore di 500 e contenente un gruppo (met)acriloilico e un gruppo idrossilico o gruppo carbossilico per molecola.

22. Metodo per l'impregnazione del legno secondo la rivendicazione 21, in cui detto (met)acrilato è presente in una quantità da 1 a 70% in peso, in base alla quantità totale di detto prodotto di reazione e detto (met)acrilato.

p.p. TOAGOSEI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.

Ulberto Tonon
(Iscr. Albo n. 83)