

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية و التجارية

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 27480 A1** (51) Cl. internationale : **C08F 292/00; C08F 283/01**
(43) Date de publication : **01.08.2005**

(21) N° Dépôt : **28240**
(22) Date de Dépôt : **29.04.2005**
(30) Données de Priorité : **30.09.2002 ZA 02/7813**
(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/ZA03/000140 23.09.2003**
(71) Demandeur(s) : **BARLOWORLD PLASCON S.A.(PTY) LIMITED, 10 FREDERICK COOPER DRIVE, FACTORIA, GAUTENG 1739 KRUGERSDORP (ZA)**
(72) Inventeur(s) : **SMIT, Albertus, Christiaan ; DE WET-ROOS, Deon ; ENGELBRECHT, John, Francis**
(74) Mandataire : **MOROCCO INTELLECTUAL PROPERTY SERVICES**

(54) Titre : **PARTICULE POLYMERES SOUS FORME DE VESICULES**

(57) Abrégé : Les particules vésiculaires de polymère et une méthode de leur fabrication, sont convenant pour le remplacement bénéficiale de pigments de titane dioxyde et parmi d'autres des extenseurs, et elles ont l'amélioration dû en opacité, en blancheur, en résistance d'abrasion et en résistance à l'eau. Le processus de fabrication fait preuve du contrôle effectif sur la grosseur des particules et la distribution de la taille des particules.

RESUME

Les particules vésiculaires de polymère et une méthode de leur fabrication, sont convenant pour le remplacement bénéficiale de pigments de titane dioxyde et parmi
5 d'autres des extenseurs, et elles ont l'amélioration dû en opacité, en blancheur, en résistance d'abrasion et en résistance à l'eau. Le processus de fabrication fait preuve du contrôle effectif sur la grosseur des particules et la distribution de la taille des particules.

PARTICULES POLYMERES SOUS FORME DE VESICULES**Terrain technique de l'invention**

5

Cette invention se rapporte aux particules vésiculaires de polymère et à une manière de sa production, avec relevance particulière à leur utilisation dans les compositions de couches de peinture.

10 **L'Histoire de l'Art**

La morphologie de particules enchainées en croix multi-vésiculaires de polyester laquelle a été décrite dans l'art antécédent se compose surtout de particules sphériques creuses avec beaucoup d'espaces vides en état sec. Ces particules réabsorbent l'eau dans les peintures et les enduits, elles sont difficiles à fabriquer et le contrôle de la taille des particules est limité aux variables de procédé tel que température, vitesse d'agitation et temps de réaction.

Le brevet d'art précédent WO 81/01711 pour la production de granules vésiculaires. Dans ce processus, une émulsion première (EMI) est formée, en quoi une phase aqueuse y ayant dispersion pigmentaire est émulsifiée dans un mélange d'un polyester insaturé et d'un monomère co-polymérisable comme une solution de polyester dans le monomère. Ceci est une émulsion d'eau-dans-l'huile. EMI est alors émulsifié à grand cisaillement dans une phase aqueuse pour former une émulsion d'eau-dans-l'huile-dans l'eau où la phase d'huile se compose de globules de polyester/monomère chacun comprenant un nombre de vésicules de la phase aqueuse initiale. Un initiateur de polymérisation est ajouté pour initier l'entre liaison du polyester sous des conditions de curage pour former les granules vésiculaires désirés. Des monomères à chaîne plus courte (C12 et moins) lesquels ont une hydrophobie minimale sont utilisés.

30

C'est un objet de cette invention de pourvoir des particules enchaînées en croix de polyester dont la morphologie est largement sphérique avec des espaces vides multiples ce qui prévient la réentrée et la réabsorption de l'eau lorsque les particules enchaînées en croix sont sèches.

5

C'est un but supplémentaire de cette invention à fournir une réaction de conversion de la composition des matières premières, ce qui permet contrôle de la taille des particules enchaînées en croix et de la distribution par les variables du processus tel que la température, le degré d'agitation et le temps de réaction ainsi que par la concentration du co-monomère modifiant dans la composition de matière première et par l'optimisation de l'étape du procédé en ajoutant ce co-monomère à la dite composition.

10

C'est encore un autre objet de cette invention à fournir une particule vésiculaire de polymère laquelle puisse être utilisée en formulations de peintures et enduits pour le remplacement bénéficiaire de pigments de titane dioxyde, d'extenseurs coûteux, d'émulsions de polymère, de modificateurs à temps ouvert comme des glycols et des humectants avec un accomplissement simultané d'amélioration en opacité, en blancheur, en résistance aux rayures, en résistance à l'eau et des effets spéciaux de faux finis.

15
20

Exposition de l'invention

Selon l'invention, des particules vésiculaires de polymère comprennent des particules solides et sont associées avec les dites surfaces, des groupes chimiques à chaînes longues aliphatiques et /ou empêchées stériquement, des groupes chimiques à chaînes ramifiées.

25

Dans une forme de l'invention, les groupes chimiques sont hydrophobes et comprennent des composés organiques avec au moins un carbone polymérisable – carbone à liaison double avec des « moeities » linéaires, ramifiés ou cycliques ayant au moins quatorze mais pas plus que vingt-cinq atomes de carbone, comprenant mais ne sont pas limité à :

30

de l'octadécène ; du méthacrylate de lauryle ; de l'acrylate de l'huile de ricin ; de l'acrylate d'acide de ricin oléique ; du méthacrylate d'acide de ricin oléique ; de l'huile de soya ; des acides gras insaturés, p.ex. acide oléique, acide gras de suif; des alcools gras insaturés, p.ex. alcool oléyl, pentadeca-12-ene-1-ol. ; de l'oléamide ; des
5 triglycérides, p.ex huile de talc, huile de tung ; des uréthanes éthyléniques insaturés ; des uréthanes acryliques insaturés ; des alkyds à l'huile volatile séchant à l'air ; des esters d'alkyle et d'aryle d'anhydride maléique, seul ou en combinaison.

Ces monomères sont substantiellement plus hydrophobes que les monomères utilisés
10 dans l'art précédent, p.ex. du méthacrylate de méthyle, d'acrylate d'éthyle, d'acrylonitrile et du vinyle toluène.

Dans cette description, le terme associé peut se rapporter aux groupes compris dans les
15 particules de polymère ou appliqué à la surface ou à portions de cette surface.

Selon un deuxième aspect de l'invention, une composition de matière première pour la
production de particules vésiculaires comprend un acide carboxylique fonctionnel, de
résine de polyester libre-radicalaire polymérisable, un monomère diluant co-réactive et
un co-monomère modifiant, le co-monomère comprenant au moins une liaison double de
20 carbone-carbone polymérisable avec des « moeities » linéaires, ramifiées ou cyclique
ayant au moins quatorze mais pas moins que vingt-cinq atomes carbone, comprenant
mais ne pas limité à :

du méthacrylate de lauryle ; de l'acrylate de l'huile de ricin ; de l'acrylate d'acide de
ricin oléique ; du méthacrylate d'acide de ricin oléique ; de l'huile de soya ; des acides
25 gras insaturés, p.ex. acide oléique, acide gras de suif; des alcools gras insaturés, p.ex.
alcool oléyl, pentadeca-12-ene-1-ol. ; de l'oléamide ; des triglycérides, p.ex huile de talc,
huile de tung ; des uréthanes éthyléniques insaturés ; des uréthanes acryliques insaturés ;
des alkyds à l'huile volatile séchant à l'air ; des esters d'alkyle et d'aryle d'anhydride
maléique, seul ou en combinaison.

30

Le co-monomère modifiant pourrait comprendre entre 3 et 20% par masse du monomère ajouté ou du diluant réactif, et préférablement comprendre entre 5 et 9% par masse du diluant de monomère ajouté. Ceci exclut le diluant de monomère présent dans la résine de polyester.

Des co-monomères diluants convenables comprennent des monomères fonctionnelles éthylénique, acrylique et méthacrylique, par exemple du styrène, de l'acrylate de butyle, du méthacrylate de méthyle et préférablement du styrène.

10

Dans une forme, la composition de la résine de polyester comprend :

Propylène glycol	30,35%
d'Anhydride phtalique	12,96%
d'Anhydride maléique	25,75%
15 du Styrène	30,75%
d'Inhibiteur (solution à 10%)	0,18%
LE TOTAL	100,00

Selon un troisième aspect de l'invention, une méthode de production de particules vésiculaires comprend des démarches de

- pré-disperser des particules pigmentées dans un polyester ;
 - dissoudre le pigment-polyester pré-dispersé dans un monomère convenable en présence d'une base soluble à l'eau ;
 - former une émulsion stable de gouttelettes de solution du pigment-polyester et du monomère (phase d'huile) pré-dispersé dans l'eau ;
 - 25 ajouter un monomère hydrophobe
- et de polymériser le polyester et le monomère co-polymérisable en produisant par ce moyen des granules de particules vésiculaires opaques, enchaînées en croix comme dispersion dans l'eau, les particules
- 30 comprenant des groupes hydrophobe associés avec leurs surfaces.

L'addition retardée du monomère hydrophobe (modifiant) à un point où une émulsion stable a été formée, résulte en maintenance de la taille de la particule des particules vésiculaires produites, comme résultat du mélanger pendant l'émulsification.

- 5 Dans une forme, la base pourrait comprendre un polyamide, par exemple du diéthylentriamine.

Des particules de tailles variées pourront être fabriquées en utilisant des diffuseurs différents en mélangeant avec une intensité différente pendant l'émulsion du polyester
10 dans l'eau. Dans une forme de l'invention, l'équipement dessiné convenablement pour le contrôle de la pression, la température, et le temps de résidence, par exemple des homogénéisateurs peuvent être utilisés. Le contrôle chimique de la taille des particules et la distribution de la taille des particules est aussi réalisée par l'introduction de comonomères aliphatiques à chaînes longues ou stériquement empêchés, ou ramifiés.

15

Puisque la plus part de ces monomères ou macro-monomères rendent la taille moyenne de la particule plus grossière lorsque incorporés dans des particules vésiculaires de polymère, on a trouvé préférable à les ajouter plus tard pendant l'émulsification de la phase organique pendant la phase dans l'eau. Ceci a minimisé l'effet sur la taille de la
20 particule. Les versions plus grossières de la taille de particules peuvent tout de même être utilisées pour importer dans des effets spéciaux dans les peintures p. ex. la texture.

Les particules de polymère vésiculaires modifiées, lorsque incorporées dans les systèmes de peinture, ont l'effet d'améliorer la résistance à l'eau, la résistance à l'abrasion, la
25 blancheur et l'opacité. Les exemples suivants sont déterminés à illustrer l'invention, mais ils ne sont pas présentés comme limitations sur l'étendu de l'invention.

30

Exemple 1

Les particules de polymère vésiculaires suivantes ont été synthétisées comme selon l'art précédent.

		Parts par poids
<u>Etage 1</u>		
	Polyester	14,99
	Dioxyde de Titane	0,86
10	Styrène	6,54
	Diéthylène Triamine	0,21
<u>Etage 2</u>		
	Solution Polyvinyle alcool (10%)	13,28
	Solution Hydroxyéthylcellulose (2,5%)	10,45
15	Eau	52,92
	Diéthylène Triamène	0,06
<u>Etage 3</u>		
	Eau	0,21
	Sulfate ferreux	0,01
20	Hydroperoxyde de Cumène	0,12
<u>Etage 4</u>		
	Bactéricide	0,35
		100,00

25

Procédure

1. Le Dioxyde de Titane est dispersé dans la polymère à grande vitesse dans un mélange à haut cisaillement.
2. Le Styrène et le Diéthylène Triamine sont ajoutés 1) à vitesse réduite.
- 30 3. L'étage 2 est préparé dans un autre vaisseau à vitesse lente.
4. L'étage 1 (phase organique) est ajouté à l'étage 2 à grande vitesse sur un mélange à haut cisaillement et agité jusqu'à ce que la taille désirée de particule de la phase organique est obtenue.
5. L'étage 3 est alors ajouté à cisaillement bas en pré- mélangeant d'abord le Sulfate Ferreux et de l'eau est ajoutée ensuite.
- 35 6. Le mélangeur est arrêté et le produit est maintenu tranquillement à curer pendant la nuit.

7. Les particules vésiculaires sont alors remuées jusqu'à ce qu'elles soient homogènes et un bactéricide convenant y soit ajouté.

Une dispersion liquide blanche de particules de polymère enchaînées en croix est obtenue dans l'eau ayant en forme sèche une formation de particules sans film avec
5 présence d'espaces d'air vide multiples.

La taille moyenne des particules variera dépendant de l'intensité de l'agitation appliquée au moment de l'addition de l'étage 1 à l'étage 2.

Exemple 2

10 Comme par exemple 1 mais 0,1% de Styrène était remplacé par du Méthacrylate de Lauryle. Les conditions d'agitation étant les mêmes qu'en exemple 1.

Exemple 3

15 Comme en exemple 1 mais 3% du Styrène était remplacé par du Méthacrylate de Lauryle. Les conditions d'agitation étant les mêmes qu'en exemple 1.

Exemple 4

20 Comme en exemple 1 mais 5% de Styrène était remplacé par du Méthacrylate de Lauryle. Les conditions d'agitation étant les mêmes qu'en exemple 1.

Exemple 5

Comme en exemple 1 mais 7% de Styrène était remplacé par du Méthacrylate de Lauryle. Les conditions d'agitation étant les mêmes qu'en exemple 1.

Exemple 6

25 Comme en exemple 1 mais 9% de Styrène était remplacé par du Méthacrylate de Lauryle. Les conditions d'agitation étant les mêmes qu'en exemple 1.

Exemple 7

30 Comme en exemple 1 mais 20% de Styrène était remplacé par du Méthacrylate de Lauryle. Les conditions d'agitation étant les mêmes qu'en exemple 1.

Exemple 8

Les particules vésiculaires produites dans les exemples ci-dessus 1 à 7 ont été examinées pour en relever les propriétés suivantes :

- 5 1. Le contenu total de solides utilisant un analyseur d'humidité halogène de Mettler HR 73.
2. La viscosité en utilisant un viscomètre de Brookfield LVT.
3. Le pH en utilisant un pH mètre Metrohm 744.
4. La gravité spécifique en utilisant une coupe Sheen 100cc « poids par gallon ».
- 10 5. L'opacité en utilisant la carte d'opacité de Leneta forme 2A et le reflectomètre micropac de Sheen.
6. La blancheur en utilisant le spectrophotomètre, vue en couleurs de BYK-Gardner.
7. La taille moyenne des particules en utilisant un microscope explorateur cathodique (Topcon & Scion software de l'analyse d'images).

15

Résultats suivants :

PARTICULES VESICULAIRES PRODUITES SUR LE MELANGEUR DE COWLES A CISAILLEMENT VARIABLE

20	LMA %	Solides %	Viscosité, cps	pH	S.G.	Opacité	Blancheur	Taille de particule moyenne
	0	23,50	800	6,78	1,043	0,93	94,0	5,6
	0,1	23,80	610	6,66	1,044	0,96	96,7	6,1
	3	23,90	1200	6,50	1,044	0,96	96,1	6,9
25	5	23,63	1250	6,55	1,046	0,95	96,4	7,5
	7	23,7	3720	6,74	1,042	0,96	97,0	8,3
	9	23,46	3900	6,75	1,044	0,95	95,4	16,0
	20	23,67	14800	6,73	1,033	0,88	94,5	36,5

30 L'amélioration dans l'opacité et blancheur est illustrée clairement aussi bien que l'effet de l'augmentation en taille des particules.

35

Exemple 9

Les particules vésiculaires de polymère de l'exemple 1 à 7 ont été formulées dans le mélange suivant pour produire de la peinture basée sur une émulsion dans l'eau :

5	MATIERE PREMIERE	/ PARTS PAR POIDS
	Particules Vésiculaires	77,5
	Emulsion Polymère de Styrène Acrylique	9,7
	Coalescent	1,1
	Ammoniaque (diluée dans l'eau 1 :1)	1
10	Dispersion Aqueuse de Titane Dioxyde	9,7
	Epaississeur	1

15 Les peintures obtenues par l'utilisation de particules vésiculaires de l'exemple 1-7 ont été mis à l'épreuve pour tester la résistance à la friction (l'abrasion) humide et les résultats suivants ont été enregistrés :

	1. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 1=	20 cycles
	2. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 2=	120 cycles
	3. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 3=	500 cycles
20	4. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 4=	1100 cycles
	5. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 5=	1500 cycles
	6. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 6=	900 cycles
	7. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 7=	600 cycles

25 Les cycles d'abrasion humide plus élevée indiquent une meilleure résistance à l'abrasion et à la friction dans la dernière peinture. Les résultats confirment l'amélioration en résistance d'abrasion dans l'eau obtenue en utilisant des compositions de cette invention en peintures et enduits.

Exemple 10

30 Répétition de l'exemple 4 mais utilisant de l'Octadécène au lieu de Méthacrylate de Lauryle. Les conditions d'agitation comme en exemple 1.

Exemple 11

Répétition de l'exemple 4 mais en utilisant un Acrylate de Méthyle Ricin oléate au lieu de Méthacrylate de Lauryle. Les conditions d'agitation comme en exemple 1.

5 **Exemple 12**

Répétition de l'exemple 4 mais en utilisant du Ricin oléate Méthacrylate au lieu de Méthacrylate de Lauryle. Les conditions d'agitation comme en exemple 1.

Exemple 13

10 Les particules vésiculaires de polymère des exemples 10,11 et 12 ont été mesurées pour des propriétés comme illustré en exemple 8.

Voici les résultats :

15 **PARTICULES VESICULAIRES PRODUITES SUR MELANGEUR COWLES A CISAILLEMENT VARIABLE**

Exemple	Solides %	Viscosité, cps.	pH	S.G.	Opacité	Blancheur	Taille de particule moyenne, microns
10	23,39	10000	6,56	1,045	0,95	95,0	17
20 11	23,48	1800	6,72	1,043	0,96	95,4	9
12	23,50	1900	6,47	1,045	0,96	95,2	9

Exemple 14

25 Les particules vésiculaires de polymère de l'exemple 10, 11 et 12 étaient formulées dans de la peinture basée à l'eau comme par exemple 9 et mises à l'essai pour en vérifier la résistance à la friction (abrasion) humide.

- 1. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 1 = 20 cycles
- 2. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 10 = 500 cycles
- 30 3. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 11 = 1000 cycles
- 4. Peinture utilisant des Particules Vésiculaires de l'exemple 12 = 1200 cycles

Les résultats confirment l'amélioration dans la résistance à l'eau et à friction obtenue en utilisant des compositions de cette invention en peintures et enduits.

35

Exemple 15

La résistance à l'eau et la blancheur de la peinture contenant :

- Des particules vésiculaires synthétisées utilisant de la technologie de l'art précédent (Exemple 1),
- 5 Des particules vésiculaires synthétisées utilisant la technologie brevetée présente (Exemple 4),

étaient comparées. La peinture est de qualité moyenne et peut être utilisée à l'intérieur ou à l'extérieur.

Les résultats suivants ont été obtenus.

10

Peinture	A	B
Particules vésiculaires de	(Exemple 1)	(Exemple 4)
Résistance à l'eau		
* Méthode gouttelettes d'eau ¹	5 min	10 min
15 * Résistance à l'abrasion humide ²	1280 cycles	2198 cycles
Couleur D 10° (contre Std) ³		
L	-0,28 D	-0,51 D
A	-0,06 G	-0,10 G
B	1,09 Y	0,43 Y
20 DE CMC	1,41	0,63

25

(1) La résistance à l'eau, par cette méthode, est effectuée par subjection d'un film de peinture, lequel a été séché à une température ambiante, pendant 24 heures à des gouttelettes d'eau sur la surface de la peinture. Le temps pris pour la peinture ou à se cloquer ou à s'amollir au contact avec les gouttelettes d'eau est enregistré. Le plus de temps le mieux la résistance à l'eau. Le test est arrêté après 10 minutes.

30

(2) La résistance à l'abrasion humide est effectuée par la méthode attachée. Le plus haut le nombre de cycles, le mieux la résistance à l'abrasion humide.

(3) La couleur est mesurée sur un ordinateur de couleurs et comparée à la peinture contenant les particules vésiculaires de l'exemple 1.

La valeur L, si positive, indique une différence en luminosité et si négative, la différence en obscurité. La Peinture B est un peu plus foncée que la Peinture A.

La valeur A, si positive, indique une différence en rougeur et si négative, la différence en verdeur. La Peinture B est un tout petit peu plus verte que la Peinture A.

5 La valeur B, si positive, indique la différence en teinte jaune et si négative, la différence en coloration bleue. La Peinture B est moins jaune que la Peinture A et par conséquent plus blanche.

Le DE CMC est d'ensemble la différence en couleur. La Peinture B a moins de changement de couleur au total que la Peinture A.

10

Exemple 16

Les particules vésiculaires (i.e. dans l'Exemple 1 et l'Exemple 4) ont été formulées dans les peintures à base d'eau suivantes :

- Peinture d'intérieur/extérieur de qualité moyenne.
- 15 - Peinture mate d'intérieur de qualité supérieure.
- Peintures à effets

Les propriétés des peintures ont été évaluées.

Ci-dessous les formulations des peintures sont enregistrées ainsi que les résultats des tests :

20

Exemple 17

Les particules vésiculaires étaient synthétisées comme en Exemple 1 et Exemple 4.

Les particules vésiculaires ont été appliquées à un diagramme blanc et noir d'opacité par moyen d'un bar à tracer de 200 mm.

25 L'opacité (i.e. pouvoir oblitérateur) a été mesurée sur les parties blanches et noires du diagramme d'opacité par moyen d'un reflectomètre. Les mesures de réflexion en résultant au-dessus du blanc sont divisées par les mesures de réflexion au-dessus du noir.

Voici les résultats :

30

	Exemple 1	Exemple 4
Opacité	0,93	0,95

Le plus élevé le nombre, le plus grand le pouvoir oblitérateur du granule vésiculaire.

5

Peinture Matte d'Intérieur/Extérieur à Qualité Supérieure

	Peinture A	Peinture B
Eau	28,11	28,11
10 Dispersant	0,24	0,24
Dioxyde de Titane	7,90	7,90
Carbonate de Calcium (2 microns)	21,82	21,82
Carbonate de Calcium (5 microns)	8,11	8,11
Propylène Glycol	1,02	1,02
15 Sulfatant Anionique	0,09	0,09
Ecumeur	0,31	0,31
Hydroxyéthylcellulose	0,33	0,33
Ammoniaque	0,11	0,11
Emulsion de Styrène/Acrylique (50% de solides)	17,20	17,20
20 Coalescent	1,66	1,66
Bactéricide	0,21	0,21
Particules Vésiculaires (Exemple 1)	12,91	-
Particules Vésiculaires (Exemple 2)	-	12,91
TOTAL	100,0	100,0

25

RESULTATS

	Peinture A	Peinture B
30 Résistance à l'eau		
* Méthode par gouttelettes d'eau	8	10
* Résistance à l'abrasion humide	>10,000	>10,000
Opacité	0,88	0,92
Blancheur ¹	79,57	81,06

35

NOTE : La peinture B est plus résistante à l'eau, d'opacité plus haute et plus blanche que la peinture A.

(1) La blancheur est mesurée sur un ordinateur de couleur. Le plus haut le nombre, le plus blanc la peinture.

40

Peinture d'Intérieur Matte à Qualité Supérieure

		Peinture A	Peinture B
1.	Dispersion de Titane Dioxyde	21.32	21.32
5 2.	Dispersion de Talc	19.07	19.07
3.	Epaissieur	0.29	0.29
4.	Eau	2.02	2.02
5.	Ammoniaque	0.24	0.24
6.	Propylène Glycol	0.77	0.77
10 7.	Coalescent	1.345	1.345
8.	Ecumeur	0.25	0.25
9.	Dispersant	0.19	0.19
10.	Bactéricide	0.10	0.10
11.	Emulsion acrylique pure (48% solides)	39.55	39.55
15 12.	Epaississeur (pour cisaillement bas)	0.15	0.15
13.	Epaississeur (pour cisaillement élevé)	0.29	0.29
14.	Eau	2.95	2.95
15.	Particules Vésiculaires ¹	11.51	-
16.	Particules Vésiculaires ²	-	11.51
20	TOTAL	100.0	100.0

RESULTATS

		Peinture A	Peinture B
25	Résistance à l'eau		
	* Méthode par gouttelettes d'eau	8	10
	* Résistance à l'abrasion humide	>10,000	>10,000
	Opacité	92.8	95.1
	Blancheur	78.23	82.14

30

NOTE : La Peinture B est plus résistante à l'eau, d'une opacité plus haute et plus blanche que la Peinture A.

(1) Les particules vésiculaires ont été fabriquées à la taille des particules comme en Exemple 1 et à une taille de particule moyenne de 25 microns en ajustant le taux d'agitation.

(2) Les particules vésiculaires ont été fabriquées à la taille des particules selon exemple 4 et à une taille moyenne de la particule de 25 microns.

40

Peintures à Effets

	Peinture A	Peinture B
1. Eau	6.07	6.07
2. Propylène Glycol	1.79	1.79
5 3. Dispersant	0.11	0.11
4. Surfactant	0.18	0.18
5. Ecumeur	0.09	0.09
6. Bactéricide	0.05	0.05
7. Ammoniaque	0.10	0.10
10 8. Hydroxyéthylcellulose	0.05	0.05
9. Emulsion acrylique pure (48%solides)	47.04	47.04
10. Coalescent	2.09	2.09
11. Particules vésiculaires ¹	39.16	-
12. Particules vésiculaires ²	-	39.16
15 13. Epaisseur	1.23	1.23
14. Eau	0.82	0.82
15. Teinte(s) à colorer	1.22	1.22
TOTAL	100.0	100.0

20

RESULTATS

	Peinture A	Peinture B
Effets de suède ³	Non	Oui

25

(1) Les particules vésiculaires ont été fabriquées à la taille de particules comme par Exemple 1 et à une taille de particule moyenne de 25 microns en ajustant le taux d'agitation.

(2) Les particules vésiculaires ont été fabriquées à la taille des particules selon exemple 4 et à une taille moyenne de particule de 25 microns.

30

(3) L'effet de Suède est un effet transmis à la peinture pour donner un effet de texture colorée.

La Peinture B a un Effet de Suède supérieur à la Peinture A, les granules vésiculaires étant plus saillants sur la surface à cause d'une absorption d'eau inférieure.

35

REVENDICATION

1. Les particules vésiculaires de polymère caractérisées en ce qu'elles comprennent des particules solides et leur association avec les surfaces, des groupes chimiques à chaînes aliphatiques longues et /ou empêchées stériquement, ramifiées, des groupes chimiques chaînés lesquels sont hydrophobe par nature et comprennent au moins quatorze atomes de carbones.

2. Les particules de polymère vésiculaires selon la revendication 1 caractérisées en ce que les groupes chimiques comprennent au moins un carbone polymérisable – carbone à double liaison avec des « moeities » linéaires, ramifiées ou cycliques ayant au moins quatorze mais moins de vingt-cinq atomes carbones, comprenant mais non pas limitées à :

du méthacrylate de lauryle ; de l'acrylate de l'huile de ricin ; de l'acrylate d'acide de ricin oléique ; du méthacrylate d'acide de ricin oléique ; de l'huile de soya ; des acides gras insaturées, p.ex. acide oléique, acide gras de suif; des alcools gras insaturés, p.ex. alcool oléyl, pentadeca-12-ene-1-ol. ; de l'oléamide ; des triglycérides, p.ex huile de talc, huile de tung ; des uréthanes éthyléniques insaturés ; des uréthanes acryliques insaturés ; des alkyds à l'huile volatile séchant à l'air ; des esters d'alkyle et d'aryle d'anhydride maléique, seul ou en combinaison.

3. La composition de la matière première pour la fabrication des particules vésiculaires selon toutes les revendications ci- dessus caractérisée en ce qu'elle comprend un fonctionnel d'acide carboxylique, de la résine de polyester polymérisable libre-radical, un monomère co-réactive diluant et un co-monomère modifiant, le co-monomère modifiant comprenant au moins un carbone polymérisable – liaison à doubles carbones avec des « moeities » cycliques, linéaires ou ramifiés ayant au moins quatorze atomes de carbones, comprenant mais ne pas limité à :

du méthacrylate de lauryle ; de l'acrylate de l'huile de ricin ; de l'acrylate d'acide de ricin oléique ; du méthacrylate d'acide de ricin oléique ; de l'huile de soya ; des acides gras insaturées, p.ex. acide oléique, acide gras de suif; des alcools gras

Insaturés, p.ex. alcool oléyl, pentadeca-12-ene-1-ol. ; de l'oléamide ; des triglycérides, p.ex huile de talc, huile de tung ; des uréthanes éthyléniques insaturés ; des uréthanes acryliques insaturés ; des alkyds à l'huile volatile séchant à l'air ; des esters d'alkyle et d'aryle d'anhydride maléique, seul ou en combinaison.

5

4. Des particules vésiculaires de polymère fabriquées en utilisant les matières premières selon la revendication 3 caractérisées en ce que le co-monomère modifiant comprend entre 3 à 20% par masse du diluant monomère réactif.

10

5. Des particules vésiculaires selon la revendication 4 caractérisées en ce que le co-monomère modifiant comprend 5 à 9% par masse du diluant monomère réactif.

15

6. Des particules vésiculaires selon la revendication 3 à 5 caractérisées en ce que la dilution monomère comprend des monomères fonctionnels éthyléniques, acryliques et méthacrylique, seul ou en combinaison.

20

7. Des particules vésiculaires selon la revendication 6 caractérisées en ce que les dilutions monomères comprennent du styrène, de l'acrylate de butyle, du méthacrylate de méthyle, seul ou en combinaison.

8. Une méthode de fabrication de particules vésiculaires selon les revendications 1 à 3 où le contrôle de la taille des particules est atteint de manière chimique, caractérisées en ce qu'elle comprend des étapes pour :

25

pré-disperser des particules de colorant dans un polyester ;
dissoudre le polyester pigmenté pré-dispersé dans un mélange convenant de dilution de monomère et de co-monomère hydrophobe en présence d'une base soluble dans l'eau ;

30

former une émulsion stable de gouttelettes de solution du polyester pigmenté pré-dispersé et du monomère (phase d'huile) dans l'eau ;

5 et polymériser le polyester et le monomère co-polymérisable ainsi produisant des granules de particules vésiculaires opaques, enchaînées en croix comme une dispersion dans l'eau, les particules comprenant des groupes hydrophobes associés avec leurs surfaces.

9. Une méthode de fabrication de particules vésiculaires selon les revendications 1 à 3 caractérisées en ce qu'elle comprend des démarches à :

10 pré-disperser les particules de colorant dans un polyester ;
diluer le pigment-polyester pré-dispersé dans un mélange convenant de monomère en présence d'une base soluble dans l'eau ;
former une émulsion stable de gouttelettes de solution du polyester pigmenté pré-dispersée et du monomère (phase d'huile) dans l'eau,
ajouter un monomère hydrophobe
15 et polymériser le polyester et le monomère co-polymérisable ainsi fabricant des granules de particules vésiculaires opaques, enchaînées en croix comme une dispersion dans l'eau, les particules comprenant des groupes hydrophobes associés avec leurs surfaces.

20 10. Une méthode de fabrication de particules vésiculaires selon les revendications 8 et 9 caractérisée en ce que la base comprend une polyamine.

11. Une méthode de fabrication de particules vésiculaires selon la revendication 10 caractérisée en ce que la base comprend de la
25 diéthylènetriamine.

30