



(11) **EP 1 954 869 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
11.01.2012 Bulletin 2012/02

(21) Numéro de dépôt: **06841826.8**

(22) Date de dépôt: **29.11.2006**

(51) Int Cl.:
D06M 23/08 (2006.01) **D06M 15/227** (2006.01)
D06M 15/564 (2006.01) **D06M 15/643** (2006.01)
D21H 21/54 (2006.01) **D21H 21/16** (2006.01)
D21H 17/35 (2006.01) **D21H 17/57** (2006.01)
D21H 17/59 (2006.01)

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2006/002615

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2007/063217 (07.06.2007 Gazette 2007/23)

(54) **PREPARATION DE SUBSTRATS FIBREUX SUPERHYDROPHOBES**

HERSTELLUNG SUPERHYDROPHOBER FASERSUBSTRATE

PRODUCTION OF SUPERHYDROPHOBIC FIBROUS SUBSTRATES

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI
SK TR**

(30) Priorité: **01.12.2005 FR 0512199**

(43) Date de publication de la demande:
13.08.2008 Bulletin 2008/33

(73) Titulaire: **Centre National de la Recherche
Scientifique
75016 Paris (FR)**

(72) Inventeurs:
• **CRAMAIL, Henri
F-33350 Sainte-Terre (FR)**

- **CHAMBON, Pierre
F-24200 Sarlat-la-Caneda (FR)**
- **CLOUTET, Eric
F-33880 Saint Caprais de Bordeaux (FR)**
- **RAVAINE, Serge
F-33610 Cestas (FR)**

(74) Mandataire: **Domenego, Bertrand
Cabinet Lavoix
2, place d'Estienne d'Orves
75441 Paris Cedex 09 (FR)**

(56) Documents cités:
WO-A-2004/101880 GB-A- 2 053 733

EP 1 954 869 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

[0001] La présente invention concerne un procédé de préparation de substrats superhydrophobes fibreux, des substrats fibreux superhydrophobes ainsi que l'utilisation de tels substrats.

[0002] Un matériau est considéré comme superhydrophobe lorsque l'angle de contact d'une goutte d'eau déposée sur sa surface est supérieur à 140 degrés.

[0003] De tels matériaux présentent des propriétés intéressantes dans des domaines très variés, notamment l'habillement, la papeterie ou les peintures.

[0004] Dans le domaine de l'habillement ou de la papeterie, les matériaux que l'on souhaite rendre superhydrophobes présentent généralement un caractère fibreux.

[0005] Pour fabriquer des matériaux fibreux superhydrophobes, on connaît, notamment de WO 04/058419, EP 0 985 740 et EP 0 985 741, des procédés utilisant des composés fluorés greffés. Toutefois, les matériaux obtenus par ces procédés présentent plusieurs inconvénients. Tout d'abord, le greffage chimique des agents organiques fluorés est peu robuste vis-à-vis d'actions mécaniques répétées (essuyages, lavages) inhérentes à l'utilisation des matériaux, en particulier lorsqu'il s'agit de textiles. En outre, la dégradation des matériaux dans le temps provoque la libération d'agents polluants pour l'environnement.

[0006] On connaît également d'autres procédés de fabrication de matériaux superhydrophobes, notamment de WO 04/090065 et WO 04/033788, qui ne font pas intervenir le greffage chimique de composés fluorés. Toutefois, la mise en oeuvre de tous ces procédés est complexe.

[0007] Les inventeurs ont trouvé que, de manière surprenante, il est possible d'obtenir des matériaux superhydrophobes par simple dépôt sur un substrat fibreux de particules hydrophobes ayant une structure et une nature chimique particulières.

[0008] En outre, le caractère superhydrophobe des matériaux obtenus n'est pas sensible au vieillissement, pendant plusieurs mois, lorsque ceux-ci sont laissés au repos.

[0009] Ainsi, selon un premier aspect, l'invention propose un procédé de préparation d'un substrat superhydrophobe fibreux, comprenant les étapes successives suivantes :

- préparation de microparticules hydrophobes de type coeur-écorce, lesdites microparticules présentant un coeur en polyuréthane et une écorce en polydiméthylsiloxane ou en polybutadiène ;
- dépôt, sur le substrat fibreux, d'une suspension liquide desdites microparticules dans un solvant organique.

[0010] Par substrat fibreux, on entend tout matériau constitué de fibres synthétiques ou naturelles.

[0011] Par microparticule, on entend des particules de dimension micrométrique.

[0012] D'autres microparticules hydrophobes de type coeur-écorce, présentant un coeur en polyuréthane et une écorce formée d'un copolymère polystyrène-poly(éthylène oxyde), d'un hydroxypolystyrène, ou de poly(butylacrylate) ont été synthétisées par les inventeurs, tel que décrit dans les publications suivantes : B. Radhakrishnan et al., Colloid Polym Sci (2002), 280, 1122-1130, et B. Radhakrishnan et al., Colloid Polym Sci (2003), 281, 516-530. Toutefois, ces particules, une fois déposées sur des substrats fibreux, n'ont pas conféré auxdits substrats un caractère superhydrophobe. Ainsi, le choix particulier des microparticules utilisées dans le procédé selon l'invention est à l'origine des propriétés superhydrophobes conférées aux substrats fibreux.

[0013] La première étape du procédé selon l'invention fait de préférence intervenir une méthode de polymérisation par étapes en milieu dispersé dans un solvant organique, d'un premier monomère constitué d'un diol, par exemple d'éthane-1,2-diol, et d'un deuxième monomère de type di-isocyanate, par exemple le tolylène di-isocyanate, en présence de polydiméthylsiloxane (PDMS) ou de polybutadiène qui joue un rôle de stabilisant réactif. Cette méthode est décrite de façon détaillée par P. Chambon et al., Polymer (2005), 46, 1057-1066.

[0014] Le solvant organique utilisé pour la préparation des microparticules peut être le cyclohexane ou le dioxyde de carbone supercritique.

[0015] Les microparticules obtenues présentent un diamètre généralement compris entre 0,5 et 5 microns.

[0016] La taille des particules est ajustée en faisant varier différents paramètres : le pourcentage massique du stabilisant réactif, la vitesse d'agitation, la vitesse et l'ordre d'addition des monomères, la masse molaire du stabilisant réactif et la fonctionnalité du stabilisant réactif.

[0017] Selon un premier mode de réalisation, le substrat fibreux que l'on souhaite rendre superhydrophobe, dénommé ci-après substrat à traiter, est constitué de fibres naturelles choisies dans le groupe comprenant la cellulose, la laine, le coton, la soie, et peut être du papier filtre.

[0018] Selon une autre réalisation, le substrat à traiter est constitué de fibres synthétiques choisies dans le groupe comprenant les polyamides et les polyester, et il peut présenter une porosité comprise entre 1 et 10 microns. Selon une réalisation préférentielle, le substrat est une toile de polyamide.

[0019] De nombreux modes de dépôt des microparticules sur le substrat fibreux conduisent à l'obtention d'un substrat

superhydrophobe. Ce dépôt peut être réalisé par exemple par filtration de la suspension de microparticules à travers le substrat fibreux, ou par trempage du substrat fibreux dans la suspension de microparticules, puis évaporation du solvant, ou par déposition de la suspension sur le substrat fibreux puis évaporation du solvant.

[0020] Selon un deuxième aspect, l'invention a pour objet un substrat fibreux superhydrophobe dans lequel les fibres sont imprégnées par des microparticules de type coeur-écorce, lesdites microparticules présentant un coeur en polyuréthane et une écorce en polydiméthylsiloxane ou en polybutadiène.

[0021] Les microparticules présentent un diamètre généralement compris entre 0,5 et 5 microns.

[0022] Le substrat est par exemple constitué d'une toile polyamide ou de papier filtre. Selon sa nature, il peut être utilisé pour la fabrication de textiles destinés à l'habillement, où bien pour la fabrication de revêtements pour l'imprimerie.

[0023] La présente invention est illustrée ci-après par des exemples concrets de réalisation, auxquels elle n'est cependant pas limitée. L'exemple 1 porte sur la préparation de microparticules hydrophobes, et les exemples suivants portent sur le dépôt de microparticules sur différents substrats.

Exemple 1

[0024] Des particules de polyuréthane à structure coeur-écorce sont préparées par un procédé en dispersion dans le cyclohexane, en présence de polydiméthylsiloxane.

[0025] A cet effet, le stabilisant réactif PDMS-OH, de masse molaire 4670 g.mol⁻¹ (0,5 g, soit 16,7% massique), le monomère éthane-1,2-diol (0,6 g) et le cyclohexane (20 g) sont introduits dans le réacteur puis laissés à 60°C sous agitation pendant quelques minutes. Le co-monomère tolylène di-isocyanate (1,9 g) est ensuite ajouté et le milieu réactionnel est laissé sous agitation pendant au moins 6 heures.

[0026] En fin de réaction, le latex obtenu est récupéré, centrifugé, puis les particules sont dispersées à nouveau dans du cyclohexane. Cette opération est répétée deux fois.

[0027] Les particules obtenues sont caractérisées par microscopie électronique à balayage (MEB). La figure 1 présente un cliché MEB de ces particules, dont le diamètre est égal à 2,2 µm.

[0028] Le procédé a été reproduit pour obtenir respectivement des particules ayant un diamètre de 3,5 et 4,2 µm, en utilisant un pourcentage massique de polydiméthylsiloxane respectivement égal à 9% et 4%.

Exemple 2

Mise en oeuvre du procédé avec un substrat constitué par une toile de polyamide

[0029] Une solution contenant 1% en masse de microparticules dans le cyclohexane, préparée selon le mode opératoire de l'exemple 1, est filtrée à l'aide d'une trompe à eau, sur une toile de polyamide de 10 cm². L'essai a été reproduit successivement avec des toiles de polyamide ayant une porosité respective de 1 µm, 5 µm et 10 µm, et avec des microparticules ayant un diamètre de 2,2 µm, 3,5 µm et 4,2 µm.

[0030] Dans chacun des essais, la surface de la toile est ensuite caractérisée par microscopie électronique à balayage. On constate qu'un dépôt homogène qui respecte la topologie de surface de la toile de polyamide est obtenu.

[0031] Les figures 2a et 2b, présentent des clichés obtenus à deux échelles différentes, le côté du carré formé par un cliché représentant respectivement 147 microns et 37 microns, pour la toile ayant une porosité de 1 µm traitée par une suspension de particules ayant un diamètre de 2,2 µm.

Exemple 3

Mise en oeuvre du procédé avec un substrat constitué par du papier filtre

[0032] Un procédé analogue à celui de l'exemple 2 a été mis en oeuvre en utilisant un papier filtre à la place d'une toile de polyamide. Des essais ont été effectués avec des particules ayant un diamètre de 2,2 µm, 3,5 µm et 4,2 µm. Un dépôt homogène qui respecte la topologie de surface du papier filtre est obtenu, comme cela est illustré sur les figures 3a et 3b, qui présentent des clichés de microscopie électronique à balayage obtenus à des échelles différentes, le côté du carré formé par un cliché représentant respectivement 147 microns et 37 microns, pour le papier filtre traité par une suspension de particules ayant un diamètre de 3,5 µm.

Exemple 4

[0033] L'angle de contact d'une goutte d'eau déposée à la surface des substrats traités obtenus dans les exemples 2 et 3 a été mesuré à l'aide d'un goniomètre. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 1 ci-après.

[0034] A titre comparatif, le dépôt de différents types de particules a également été réalisé sur une plaque de verre.

Tableau 1

	Plaque de verre	Toile polyamide (porosité 1 μm)	Toile polyamide (porosité 5 μm)	Toile polyamide (porosité 10 μm)	Papier filtre
5					
	133°	141°	149°	153°	143°
10					
	125°	150°	159°	160°	150°
15					
	-	146°	150°	160°	143°

[0035] Les figures 4 à 8 sont des clichés de microscopie optique montrant une goutte d'eau déposée respectivement sur les substrats suivants :

- figure 4 : toile de polyamide de porosité 5 μm et particules de diamètre 2,2 μm ;
- figure 5 : toile de polyamide de porosité 1 μm et particules de diamètre 2,2 μm ;
- figure 6 : toile de polyamide de porosité 1 μm et particules de diamètre 4,2 μm ;
- figure 7 : papier filtre et particules de diamètre 2,2 μm ;
- figure 8 : papier filtre et particules de diamètre 3, 5 μm .

[0036] Il apparaît d'après ces résultats que les substrats fibreux sur lesquels est mis en oeuvre le procédé selon l'invention acquièrent des propriétés de superhydrophobie (angle de contact d'une goutte d'eau supérieur à 140°), contrairement à un substrat non fibreux tel qu'une plaque de verre.

Revendications

1. Procédé de préparation d'un substrat superhydrophobe fibreux, **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes successives suivantes :

- préparation de microparticules hydrophobes de type coeur-écorce, lesdites microparticules présentant un coeur en polyuréthane et une écorce en polydiméthylsiloxane ou en polybutadiène ;
- dépôt d'une suspension liquide desdites microparticules sur le substrat fibreux.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la préparation des microparticules hydrophobes est réalisée par polymérisation par étapes en milieu dispersé dans un solvant organique, d'un premier monomère constitué d'un diol et d'un deuxième monomère de type di-isocyanate, en présence de polydiméthylsiloxane ou de polybutadiène.

3. Procédé selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** le premier monomère est l'éthane-1,2-diol et le deuxième monomère est le tolylène di-isocyanate.

4. Procédé selon la revendication 2 ou 3, **caractérisé en ce que** le solvant organique est choisi parmi le cyclohexane et le dioxyde de carbone supercritique.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** les microparticules ont un diamètre compris entre 0,5 et 5 microns.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** le substrat fibreux est constitué de fibres naturelles choisies dans le groupe comprenant la cellulose, la laine, le coton, la soie.

7. Procédé selon la revendication 6, **caractérisé en ce que** le substrat fibreux est du papier filtre.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** le substrat fibreux est constitué de fibres synthétiques choisies dans le groupe comprenant les polyamides et les polyester.
- 5 9. Procédé selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** le substrat fibreux présente une porosité comprise entre 1 et 10 microns.
10. Procédé selon la revendication 8 ou 9, **caractérisé en ce que** le substrat fibreux est une toile de polyamide.
- 10 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, **caractérisé en ce que** le dépôt est réalisé par filtration de la suspension de microparticules à travers le substrat fibreux.
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, **caractérisé, en ce que** le dépôt est réalisé par trempage du substrat fibreux dans la suspension de microparticules, puis évaporation du solvant.
- 15 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, **caractérisé en ce que** le dépôt est réalisé par déposition de la suspension de microparticules sur le substrat fibreux puis évaporation du solvant.
- 20 14. Substrat fibreux superhydrophobe, **caractérisé en ce que** les fibres dudit substrat sont imprégnées par des microparticules de type coeur-écorce, lesdites microparticules présentant un coeur en polyuréthane et une écorce en polydiméthylsiloxane ou en polybutadiène.
- 25 15. Substrat selon la revendication 14, **caractérisé en ce que** les microparticules ont un diamètre compris entre 0,5 et 5 microns.
16. Substrat selon la revendication 14 ou 15, **caractérisé en ce qu'il** est constitué d'une toile de polyamide.
17. Substrat selon la revendication 14 ou 15, **caractérisé en ce qu'il** est constitué de papier filtre.
- 30 18. Utilisation d'un substrat selon la revendication 14, pour la fabrication de textiles destinés à l'habillement.
19. Utilisation d'un substrat selon la revendication 14, pour la fabrication de revêtements pour l'imprimerie.

Claims

- 35 1. Method for preparing a superhydrophobic fibrous substrate, **characterised in that** it comprises the following successive steps;
 - 40 - prepaying hydrophobic microparticles of the core/shell type, said microparticles having a core of polyurethane and a shell of polydimethylsiloxane or polybutadiene;
 - depositing a liquid suspension of said microparticles on the fibrous substrate
- 45 2. Method according to claim 1, **characterised in that** the step of prepaying the hydrophobic microparticles is carried out by means of a multi-step polymerisation, in a medium which is dispersed in an organic solvent, of a first monomer which is constituted by a diol and a second monomer of the diisocyanate type in the presence of polydimethylsiloxane or polybutadiene.
- 50 3. Method, according to claim 2, **characterised in that** the first monomer is ethane-1,2-diol, and the second monomer is tolylene diisocyanate.
4. Method according to claim 2 or 3, **characterised in that** the organic: solvent is selected from cyclohexane and supercritical carbon dioxide.
- 55 5. Method according to any one of claims 1 to 4, **characterised in that** the microparticles have a diameter from 0.5 to 5 micrometres.
6. Method according to any one of claims 1 to 5, **characterised in that** the fibrous substrate is constituted by natural fibres which are selected from the group comprising cellulose, wool, cotton and silk.

7. Method according to claim 6, **characterised in that** the fibrous substrate is filter paper.
8. Method according to any one of claims 1 to 5, **characterised in that** the fibrous substrate is constituted by synthetic fibres which are selected from the group comprising polyamides and polyesters.
9. Method according to claim 8, **characterised in that** the fibrous substrate has a porosity from 1 to 10 micrometres.
10. Method according to claim 8 or 9, **characterised in that** the fibrous substrate is a polyamide cloth.
11. Method according to any one of claims 1 to 10, **characterised in that** depositing is carried out by filtering the suspension of microparticles through the fibrous substrate.
12. Method according to any one of claims 1 to 10, **characterised in that** depositing is carried out by immersing the fibrous substrate in the suspension of microparticles, then evaporating the solvent.
13. Method according to any one of claims 1 to 10, **characterised in that** depositing is carried out by depositing the suspension, of microparticles on the fibrous substrate, then evaporating the solvent.
14. Superhydrophobic fibrous substrate, **characterised in that** the fibres of said substrate are impregnated with microparticles of the core/shell type, said microparticles having a core of polyurethane and a shell of polydimethylsiloxane or polybutadiene.
15. Substrate according to claim 14, **characterised in that** the microparticles have a diameter from 0.5 to 5 micrometres.
16. Substrate according to claim 14 or 15, **characterised in that** it is constituted by a cloth of polyamide.
17. Substrate according to claim 14 or 15, **characterised in that** it is constituted by filter paper.
18. Use of a substrate according to claims 14, for the production of textiles which are intended for clothing.
19. Use of a substrate according to claim 14, for the production of coatings for the printing industry.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen eines superhydrophoben Fasersubstrats, **dadurch gekennzeichnet, dass** es nacheinander die folgenden Schritte umfasst:
 - Herstellen von hydrophoben Mikropartikeln vom Kern-Schale-Typ, wobei die Mikropartikel einen Kern aus Polyurethan und eine Schale aus Polydimethylsiloxan oder aus Polybutadien aufweisen; und
 - Aufbringen einer flüssigen Suspension der Mikropartikel auf das Fasersubstrat.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch** dass das Herstellen der hydrophoben Mikropartikel durch schrittweises Polymerisieren in einen, in einen organischen Lösungsmittel dispergierten Milieu aus einem ersten, aus einem Diol bestehenden Monomeren und einem zweiten Monomeren vom Diisocyanat-Typ in Gegenwart von Polydimethylsiloxan oder Polybutadien durchgeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das erste Monomere Ethan-1,2-diol ist und das zweite Monomere Tolylendiisocyanat ist.
4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** das organische Lösungsmittel aus Cyclohexan und superkritischem Kohlendioxid ausgewählt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,

dadurch gekennzeichnet,
dass die Mikropartikel einen Durchmesser aufweisen, der zwischen 0,5 µm und 5 µm liegt.

- 5 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet,
dass das Fasersubstrat aus natürlichen Fasern besteht, die aus der Gruppe ausgewählt sind, die Cellulose, Wolle, Baumwolle und Seide aufweist.
- 10 7. Verfahren nach Anspruch 6,
dadurch gekennzeichnet,
dass es sich bei dem Fasersubstrat um Filterpapier handelt.
- 15 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet,
dass das Fasersubstrat aus synthetischen Fasern besteht, die aus der Gruppe ausgewählt sind, die Polyamide und Polyester aufweist.
- 20 9. Verfahren nach Anspruch 8,
dadurch gekennzeichnet,
dass das Fasersubstrat eine Porosität aufweist, die zwischen 1 µm und 10 µm liegt.
- 25 10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9,
dadurch gekennzeichnet,
dass es sich bei dem Fasersubstrat um einen Polyamidstoff handelt.
- 30 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10,
dadurch gekennzeichnet,
dass das Aufbringen mittels Filtration der Suspension von Mikropartikeln über das Fasersubstrat durchgeführt wird.
- 35 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10,
dadurch gekennzeichnet,
dass das Aufbringen mittels Eintauchen des Fasersubstrats in die Suspension von Mikropartikeln und anschließendes Abdampfen des Lösungsmittels durchgeführt wird.
- 40 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10,
dadurch gekennzeichnet,
dass das Aufbringen mittels Auftragen der Suspension von Mikropartikeln auf dem Fasersubstrat und anschließendes Abdampfen des Lösungsmittels durchgeführt wird.
- 45 14. Superhydrophobes Fasersubstrat,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Fasern des Substrats mit Mikropartikeln vom Kern-Schale-Typ imprägniert sind, wobei die Mikropartikel einen Kern aus Polyurethan und eine Schale aus Polydimethylsiloxan oder aus Polybutadien aufweisen.
- 50 15. Substrat nach Anspruch 14,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Mikropartikel einen Durchmesser aufweisen, der zwischen 0,5 µm und 5 µm liegt.
- 55 16. Substrat nach Anspruch 14 oder 15,
dadurch gekennzeichnet,
dass es aus einem: Polyamidstoff besteht.
17. Substrat nach Anspruch 14 oder 15,
dadurch gekennzeichnet,
dass es aus Filterpapier besteht,
18. Verwendung eines Substrats nach Anspruch 14
für die Herstellung von Textilien, die für Kleidung bestimmt sind

- 19.** Verwendung eines Substrats nach Anspruch 14
für die Herstellung von Beschichtungen für die Druckindustrie.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Figure 1

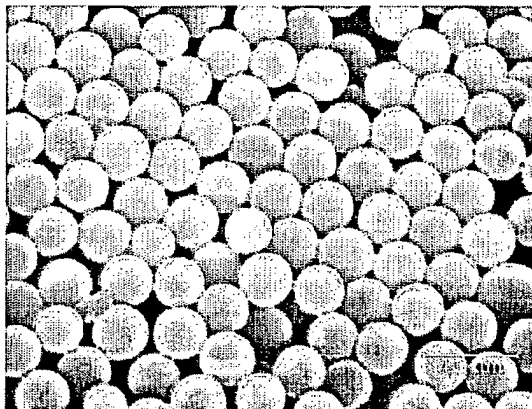


Figure 2a

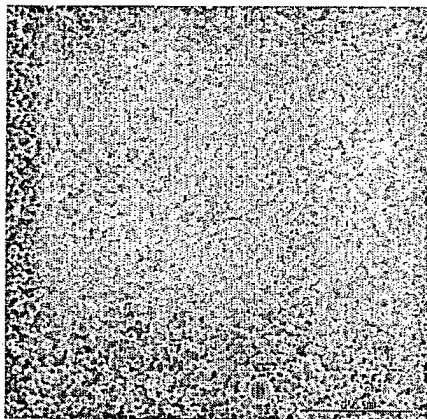


Figure 2b

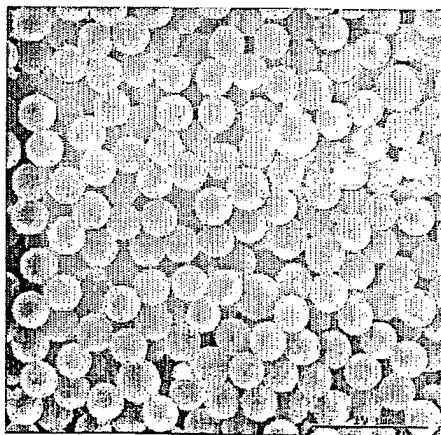


Figure 3a

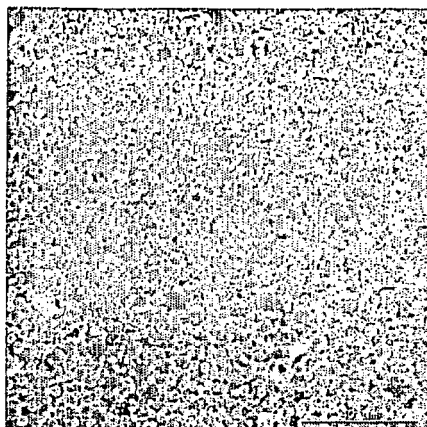


Figure 3b

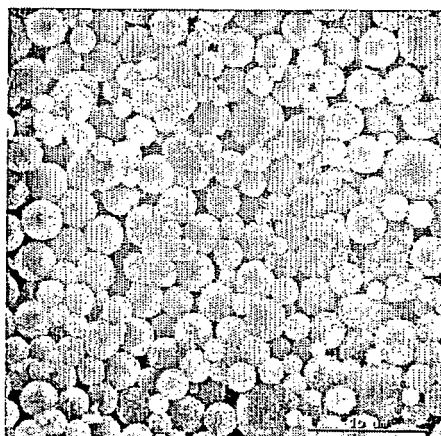


Figure 4



Figure 5

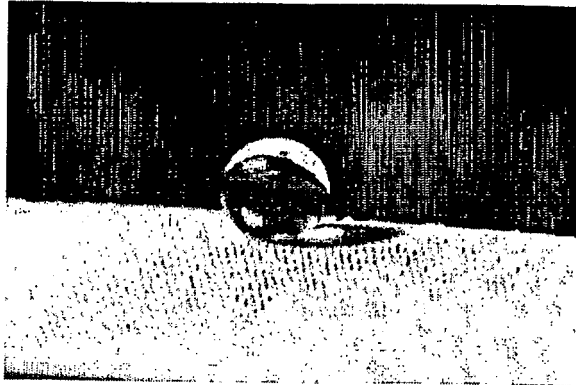


Figure 6

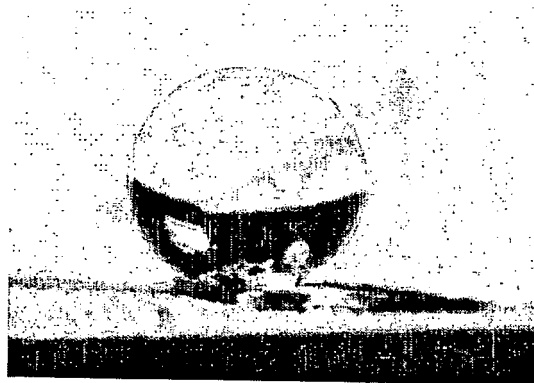


Figure 7

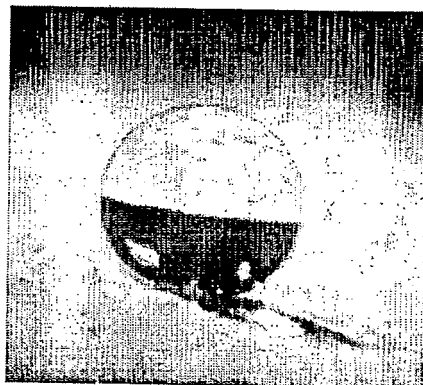
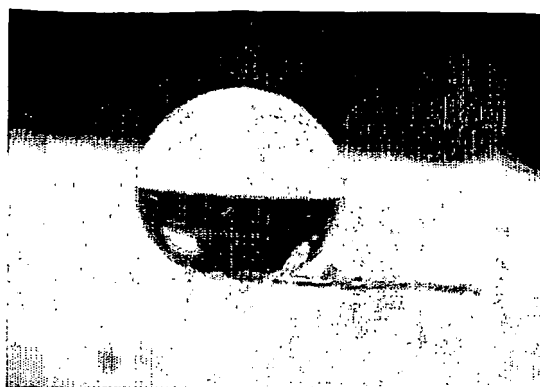


Figure 8



RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- WO 04058419 A [0005]
- EP 0985740 A [0005]
- EP 0985741 A [0005]
- WO 04090065 A [0006]
- WO 04033788 A [0006]

Littérature non-brevet citée dans la description

- **B. RADHAKRISHNAN et al.** *Colloid Polym Sci*, 2002, vol. 280, 1122-1130 [0012]
- **B. RADHAKRISHNAN et al.** *Colloid Polym Sci*, 2003, vol. 281, 516-530 [0012]
- **P. CHAMBON et al.** *Polymer*, 2005, vol. 46, 1057-1066 [0013]