



(12) **DEMANDE DE BREVET CANADIEN
CANADIAN PATENT APPLICATION**

(13) **A1**

(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2020/04/23
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2020/10/29
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2021/10/13
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: EP 2020/061343
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2020/216850
(30) Priorité/Priority: 2019/04/25 (FRFR1904358)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C08F 265/06* (2006.01),
B27K 3/15 (2006.01), *C08F 8/14* (2006.01),
C09D 143/04 (2006.01), *C09D 15/00* (2006.01),
C09D 151/06 (2006.01)
(71) Demandeur/Applicant:
ARKEMA FRANCE, FR
(72) Inventeurs/Inventors:
BAZIN, CLEMENT, FR;
BEURDELEY, PATRICIA, FR;
LEFEVRE, FREDERIC, FR;
CAMARA, FATOUMATA, FR;
ROIDOT, CHANTAL, FR
(74) Agent: NORTON ROSE FULBRIGHT CANADA
LLP/S.E.N.C.R.L., S.R.L.

(54) Titre : DISPERSION DE POLYMERE POUR REVETEMENT DE BOIS POUR BLOCAGE DE COMPOSES
MIGRABLES

(54) Title: POLYMER DISPERSION FOR COATING WOOD FOR BLOCKING MIGRATABLE COMPOUNDS

(57) **Abrégé/Abstract:**

L'invention concerne une dispersion aqueuse de polymère, avec ledit polymère comprenant dans sa structure des unités monomères incorporées, à partir d'une composition de monomères comprenant : a) au moins un monomère (méth)acrylique qui est un ester (méth)acrylique en C1-C18, sans aucun groupement ionique, b) au moins un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'au moins un groupement acide carboxylique c) au moins un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'une amine tertiaire, et avec ledit polymère portant en plus des groupements greffés silane bloqué sous forme sous forme -Si(OR1)₃ ou -Si-R2(OR1)₂ ou -Si-(R2)₂(OR1), de préférence -Si(OR1)₃ ou -Si-R2(OR1)₂ avec R₁, R₂, étant un alkyl en C1 à C4 identiques ou différents, et avec lesdits groupements greffés silanes bloqués, étant incorporés par au moins une des deux voies suivantes ou de leur combinaison : d) présence avec les monomères a), b) et c) d'au moins un comonomère d) éthyléniquement insaturé, porteur en plus de ladite insaturation éthylénique, d'au moins un groupement silane bloqué comme défini ci-haut et/out e) présence avec les monomères a), b) et c) de, ou post-traitement de la dispersion aqueuse par, au moins un composé e) silané porteur d'au moins un groupement silane bloqué tel que défini ci-haut et au moins groupement fonctionnel sélectionné parmi : époxy, amino, thio, hydroxy, isocyanate, de préférence époxy, ce dernier groupement étant capable de réagir, au moins en partie avec les groupements carboxyliques dudit monomère b). L'invention concerne également une composition de revêtement comprenant ladite dispersion de l'invention et son utilisation pour compositions aqueuses de revêtements de protection pour bois.

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international(43) Date de la publication internationale
29 octobre 2020 (29.10.2020)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2020/216850 A1

(51) Classification internationale des brevets :

C08F 265/06 (2006.01)	C09D 143/04 (2006.01)
B27K 3/15 (2006.01)	C08F 8/14 (2006.01)
C09D 15/00 (2006.01)	C09D 151/06 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/EP2020/061343

(22) Date de dépôt international :

23 avril 2020 (23.04.2020)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

FR1904358 25 avril 2019 (25.04.2019) FR

(71) Déposant : ARKEMA FRANCE [FR/FR] ; 420 rue
d'Estienne d'Orves, 92700 COLOMBES (FR).(72) Inventeurs : BAZIN, Clément ; ARKEMA FRANCE,
Parc Technologique ALATA, Rue Jacques Taffanel, 60550

VERNEUIL EN HALATTE (FR). **BEURDELEY, Patricia** ; ARKEMA FRANCE, 420 rue d'Estienne d'Orves, 92705 COLOMBES CEDEX (FR). **LEFEVRE, Frédéric** ; ARKEMA FRANCE, Parc Technologique ALATA, Rue Jacques Taffanel, 60550 VERNEUIL EN HALATTE (FR). **CAMARA, Fatoumata** ; ARKEMA FRANCE, Parc Technologique ALATA, Rue Jacques Taffanel, 60550 VERNEUIL EN HALATTE (FR). **ROIDOT, Chantal** ; ARKEMA FRANCE, 420 rue d'Estienne d'Orves, 92705 COLOMBES CEDEX (FR).

(74) Mandataire : **FOULGOC, Laura** ; ARKEMA FRANCE, 420 rue d'Estienne d'Orves, 92705 COLOMBES CEDEX (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR,

(54) Title: POLYMER DISPERSION FOR COATING WOOD FOR BLOCKING MIGRATABLE COMPOUNDS

(54) Titre : DISPERSION DE POLYMERE POUR REVETEMENT DE BOIS POUR BLOCAGE DE COMPOSES MIGRABLES

(57) Abstract: The invention relates to an aqueous polymer dispersion, with said polymer comprising in its structure incorporated monomer units, from a monomer composition comprising: a) at least one (meth)acrylic monomer which is a C1-C18 (meth)acrylic ester, with no ionic group; b) at least one ethylenically unsaturated monomer having at least one carboxylic acid group; c) at least one ethylenically unsaturated monomer having a tertiary amine, and with said polymer additionally having blocked silane grafted groups in the form of -Si(OR)₁₃ or -Si-R₂(OR)₁₂ or -Si-(R₂)₂(OR)₁, preferably -Si(OR)₁₃ or -Si-R₂(OR)₁₂ with R₁, R₂ being the same or different C1 to C4 alkyl, and with said blocked silane graft groups being incorporated by at least one of the following two paths or the combination thereof; d) presence with the monomers a), b) and c) of at least one ethylenically unsaturated comonomer d) having, in addition to said ethylenic unsaturation, at least one blocked silane group as defined above and/or e) presence with the monomers a), b) and c) of, or after-treatment of the aqueous dispersion by, at least one silane compound e) having at least one blocked silane group as defined above and at least one functional group selected from: epoxy, amino, thio, hydroxy, isocyanate, preferably epoxy, the latter group being capable of reacting, at least in part, with the carboxylic groups of said monomer b). The invention also relates to a coating composition comprising said dispersion of the invention and the use thereof for aqueous protective coating compositions for wood.

(57) Abrégé : L'invention concerne une dispersion aqueuse de polymère, avec ledit polymère comprenant dans sa structure des unités monomères incorporées, à partir d'une composition de monomères comprenant : a) au moins un monomère (méth)acrylique qui est un ester (méth)acrylique en C1-C18, sans aucun groupement ionique, b) au moins un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'au moins un groupement acide carboxylique c) au moins un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'une amine tertiaire, et avec ledit polymère portant en plus des groupements greffés silane bloqué sous forme sous forme -Si(OR)₁₃ ou -Si-R₂(OR)₁₂ ou -Si-(R₂)₂(OR)₁, de préférence -Si(OR)₁₃ ou -Si-R₂(OR)₁₂ avec R₁, R₂, étant un alkyl en C1 à C4 identiques ou différents, et avec lesdits groupements greffés silanes bloqués, étant incorporés par au moins une des deux voies suivantes ou de leur combinaison : d) présence avec les monomères a), b) et c) d'au moins un comonomère d) éthyléniquement insaturé, porteur en plus de ladite insaturation éthylénique, d'au moins un groupement silane bloqué comme défini ci-haut et/out e) présence avec les monomères a), b) et c) de, ou post-traitement de la dispersion aqueuse par, au moins un composé e) silané porteur d'au moins un groupement silane bloqué tel que défini ci-haut et au moins groupement fonctionnel sélectionné parmi : époxy, amino, thio, hydroxy, isocyanate, de préférence époxy, ce dernier groupement étant capable de réagir, au moins en partie avec les groupements carboxyliques dudit monomère b). L'invention concerne également une composition de revêtement comprenant ladite dispersion de l'invention et son utilisation pour compositions aqueuses de revêtements de protection pour bois.

WO 2020/216850 A1

WO 2020/216850 A1 

KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

- (84) États désignés** (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

DISPERSION DE POLYMERE POUR REVETEMENT DE BOIS POUR BLOCAGE DE COMPOSES MIGRABLES

L'invention concerne une dispersion aqueuse de polymère spécifique par sa composition et son utilisation dans une composition de revêtement pour bois. En particulier, ledit revêtement présente des performances spécifiques d'application sur bois pour empêcher (bloquer) la migration des tanins et d'autres composés présents dans le bois et en particulier dans les nœuds de bois; lesquels peuvent migrer à la surface et former des taches. En plus, ledit revêtement issu de la dispersion de la présente invention présente une très bonne résistance au cloquage.

La présente invention concerne plus particulièrement le problème des taches formées à la surface d'un revêtement sur bois par le fait de la migration des tanins du bois et d'autres composés colorés du bois comme la lignine et ses dérivés à la surface dudit revêtement. Ce problème est encore plus accentué pour les surfaces en bois à revêtir, dont le bois comporte des nœuds apparents en surface ou dans le cœur. En effet, les nœuds de bois sont une source importante de tanins et d'autres composés colorés comme la lignine et dérivés pouvant migrer à la surface du revêtement surtout si lesdits nœuds sont déjà apparents en surface du bois. Principalement présents dans les bois tendres et résineux (cèdre, épinette, pin, sapin, épicéa ..), les nœuds peuvent suinter, voire couler, des années durant. La résine qui exsude crée une couleur jaunâtre qui traverse même une couche de peinture en formant des taches et des cloques. Les nœuds suent de la résine jusqu'à ce qu'ils soient complètement secs.

Dans ce contexte, la migration en surface du revêtement, de tanins et d'autres composés du bois pouvant migrer, comme la lignine et dérivés, provoque en final au cours du temps des taches colorées et des cloques. Cela concerne en particulier les revêtements aqueux comme la peinture qu'elle soit primaire et/ou de finition ou un vernis ou une lasure. En effet, quand on applique un revêtement aqueux des remontées plus ou moins brunes apparaissent sur le bois et peuvent gêner l'effet esthétique. Ces taches sont des remontées de tanins et d'autres composés colorés comme la lignine et ses dérivés ou également des dérivés terpéniques pouvant migrer à la surface du revêtement et sont extrêmement résistantes : en dépit de plusieurs couches de peintures, les taches peuvent réapparaître. Les tanins sont des polyphénols et sont présents dans le bois de hêtre, le chêne, le châtaignier, le merisier, le noyer pour les plus connus de non résineux et tous les bois exotiques parmi les bois résineux, principalement le pin, sapin, cèdre, épicéa.

Ladite migration peut se faire après application du revêtement et au cours du temps par un phénomène de diffusion-migration des molécules de tanins et/ou d'autres composés comme la lignine et ses dérivés. Ces taches peuvent affecter les performances du revêtement sur bois à la fois sur l'aspect esthétique du revêtement (mauvais aspect) et sur l'aspect de durabilité

dudit revêtement par la formation de bulles de cloquage du revêtement par l'effet d'accumulation de tanins et d'autres composés cités plus haut, avec une mauvaise adhésion du revêtement sur les points d'accumulation où se forment entre autres les taches.

5 En général, ce type de problème est rencontré pour des revêtements sur bois ayant une importante concentration de nœuds. Plus particulièrement, le bois concerné est du bois de : pin, sapin, hêtre, chêne, cèdre, épicéa, peuplier, le châtaignier, le merisier, le noyer, les bois exotiques.

10 Des revêtements en phase aqueuse, pour application bois pour bloquer les tanins et autres composés du bois qui peuvent migrer à la surface, sont déjà connus surtout comme primaires à base de polymères cationiques ou à base d'émulsions anioniques.

Ces solutions connues de l'état de la technique présentent cependant des performances insuffisantes à améliorer et quelques inconvénients parmi lesquels :

15 Les revêtements à base de polymère cationiques permettent un bon blocage mais le plus souvent elles sont utilisées en primaire (limitation) car elles jaunissent dans le temps. D'autre part, en formulation aqueuse de peinture, la présence d'additives spécifiques est essentielle, ce qui restreint le choix, contrairement aux revêtements à base d'émulsion anionique, surtout du fait de la compatibilité nécessaire desdits additifs avec ces polymères ce qui est une limitation sérieuse pour la fabrication industrielle.

20 Concernant les revêtements à base d'émulsions anioniques, ils ont des performances limitées en termes de blocage car étant anioniques, car ils ne retiennent pas ou peu les composés migrables, leurs tensioactifs n'étant pas favorables à ce blocage.

25 Aucune composition aqueuse de revêtement, connue de l'état de la technique ne décrit des compositions à base d'une dispersion aqueuse telle que définie selon la présente invention ayant au moins les performances des solutions déjà connues de l'état de la technique cité mais sans leurs inconvénients cités.

30 La solution de la présente invention se caractérise en particulier par une dispersion aqueuse combinant dans sa composition la présence d'un monomère acide carboxylique avec un monomère porteur d'un groupement d'amine tertiaire le polymère de la dispersion ayant des groupements greffés silanes bloqués, cette combinaison permettant les performances visées de blocage des tanins et d'autres composés cités et une résistance améliorée au cloquage. Plus particulièrement, la dispersion de l'invention s'applique à un système de revêtement aqueux monocomposant dans la mesure où ladite dispersion est autoréticulable sans besoin de rajout d'agent réticulant.

L'invention concerne d'abord une dispersion aqueuse de polymère ayant une composition spécifique en monomères avec le polymère ayant des groupements acide carboxylique, amine tertiaire et silanes greffés.

5 Le deuxième objet de l'invention concerne une composition de revêtement comprenant ladite dispersion.

Un autre objet de l'invention concerne l'utilisation de ladite dispersion aqueuse comme liant dans une composition de revêtement.

Un autre objet de l'invention concerne un revêtement issu de l'utilisation d'une dispersion aqueuse de polymère ou d'une composition de revêtement selon l'invention.

10 Finalement l'invention couvre également un substrat revêtu, en particulier, en bois ayant des nœuds apparents en surface ou des nœuds au cœur du bois.

Le premier objet de l'invention concerne donc une dispersion aqueuse de polymère, dans laquelle ledit polymère comprend dans sa structure des unités monomères incorporées, à partir d'une composition de monomères comprenant :

- 15 a) au moins un monomère (méth)acrylique qui est un ester (méth)acrylique d'alkyle en C1-C18, ou de cycloalkyle en C6-C18, sans aucun groupement ionique,
- b) au moins un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'au moins un groupement acide carboxylique
- c) au moins un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'une amine tertiaire et
20 avec ledit polymère portant en plus des groupements greffés silane bloqué sous forme -Si(OR1)₃ ou -Si-R2(OR1)₂ ou -Si-(R2)₂(OR1), de préférence -Si(OR1)₃ ou -Si-R2(OR1)₂ avec R1, R2, étant un alkyl en C1 à C4 identiques ou différents,

et avec lesdits groupements greffés silanes bloqués étant incorporés par au moins une des deux voies suivantes ou leur combinaison :

- 25 d) présence avec les monomères a), b) et c) d'au moins un comonomère d) éthyléniquement insaturé, porteur en plus de ladite insaturation éthylénique, d'au moins un groupement silane bloqué tel que défini ci-haut et/ou
- e) présence avec les monomères a), b) et c) de, ou post-traitement de la dispersion aqueuse par, au moins un composé e) silané porteur d'au moins un groupement silane
30 bloqué tel que défini ci-haut et au moins un groupement fonctionnel sélectionné parmi : époxy, amino, thio, hydroxy, isocyanate, de préférence époxy, ce dernier groupement

étant capable de réagir, au moins en partie avec les groupements carboxyliques dudit monomère b) et de préférence par voie e).

L'extrait sec ou taux de solides de la dispersion selon l'invention peut varier de 35 à 60% et plus particulièrement de 40 à 55% en poids selon méthode ISO 3251:2019.

La taille moyenne en volume des particules de ladite dispersion de polymère peut varier de 50 à 500 nm, de préférence de 50 à 400 nm selon méthode ISO 22412:2017. La taille moyenne des particules peut notamment être mesurée par diffraction de la lumière.

La dispersion selon l'invention peut se préparer par un procédé courant de polymérisation en émulsion contenant les monomères a), b) et c) et en fonction du cas d), en présence d'un amorceur de polymérisation en émulsion qui peut être sélectionné parmi : le persulfate d'ammonium, le persulfate de sodium, le persulfate de potassium, le tert-butyl hydropéroxyde, le peroxyde d'hydrogène ou la combinaison d'un oxydant avec un réducteur telle que les oxydants peuvent être sélectionnés parmi le tert-butyl hydropéroxyde et le persulfate d'ammonium (les composés cités précédemment) et les réducteurs peuvent être sélectionnés parmi le sodium formaldéhyde sulfoxylate, l'hydrosulfite de sodium, le métabisulfite de sodium, l'acide ascorbique, le thiosulfate de sodium, le sel de sodium du 2-hydroxy -2- sulfinato acide acétique (Bruggolite[®] FF6) de préférence : le persulfate d'ammonium, le persulfate de sodium, le persulfate de potassium ou le système red/ox tert-butyl hydropéroxyde/ sel de sodium du 2-hydroxy -2- sulfinato acide acétique ou tert-butyl hydropéroxyde/ formaldéhyde sulfoxylate de sodium.

L'émulsion des monomères a), b) et c) et éventuellement d) et/ou e) est préparée avec un système de tensioactifs comprenant au moins un tensioactif ionique et au moins un tensioactif non-ionique. Parmi les tensioactifs ioniques convenables, on peut citer : les sulfates, sulfonates, les phosphates ou les phosphonates, phosphinates d'alcools gras en C8-C14 éventuellement alcoylés avec éthoxy et/ou propoxy, l'éthoxy étant préféré avec nombre d'éthoxy de 1 à 30, de préférence de 2 à 10.

Comme tensioactifs non-ioniques convenables, on peut citer : les alcools gras en C12-C16 alcoylés, avec éthoxy et/ou propoxy, l'éthoxy étant préféré avec nombre d'éthoxy de 3 à 50, de préférence de 5 à 40.

La polymérisation en émulsion peut avoir lieu à une température allant de 55°C à 95°C, de préférence de 65°C à 85°C.

Ledit composé e) peut être un composé oligomère, de préférence ayant une masse moléculaire d'au moins 300 et inférieure à 1500 et de préférence de 300 à 1000 et/ou un

composé non oligomère de masse moléculaire < 300. Il peut être présent avec les monomères a), b), c) et d) ou il est post-additionné dans la dispersion de polymère à la fin de la polymérisation et dans une étape séparée de la polymérisation.

5 Au sens de la présente invention le terme « éthyléniquement insaturé » signifie un composé ayant au moins une double liaison C=C. signifie un composé comprenant une double liaison carbone-carbone polymérisable. Une double liaison carbone-carbone polymérisable est une double liaison carbone-carbone qui peut réagir avec une autre double liaison carbone-carbone dans une réaction de polymérisation. Une double liaison carbone-carbone polymérisable est généralement comprise dans un groupe acrylate (-O-C(=O)-CH=CH₂ également appelé acryloxy), méthacrylate (-O-C(=O)-C(CH₃)=CH₂ également appelé méthacryloxy), acrylamide 10 (-NH-C(=O)-CH=CH₂ également appelé acrylamido), méthacrylamide (-NH-C(=O)-C(CH₃)=CH₂ également appelé méthacrylamido), alcényle (-CH=CH-), vinyle (-CH=CH₂), vinyl éther (-O-CH=CH₂) ou allyle (-CH₂-CH=CH₂). Les doubles liaisons carbone-carbone d'un cycle phényle ne sont pas considérées comme des doubles liaisons carbone-carbone polymérisables. 15

Au sens de la présente invention le terme « monomère (méth)acrylique » signifie un monomère ayant au moins un groupe choisi parmi acrylate, méthacrylate, acrylamide, méthacrylamide et leurs mélanges.

20 Au sens de la présente invention le terme « monomère vinylique » signifie un monomère ayant au moins un groupe choisi parmi alcényle, vinyle, vinyl éther, et leurs mélanges.

Au sens de la présente invention le terme « monomère allylique » signifie un monomère ayant au moins un groupe allyle.

Le monomère b) est un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'au moins un groupement acide carboxylique.

25 Le terme « groupement acide carboxylique » signifie un groupe -COOH et ses dérivés. Les dérivés d'acides carboxyliques sont des groupes pouvant générer un ou deux groupes -COOH par hydrolyse, notamment les anhydrides (-C(=O)-O-C(=O)-). Les anhydrides peuvent être linéaires ou cycliques.

30 Comme monomère b) convenable, on peut citer un monomère sélectionné parmi acide (méth)acrylique, acide itaconique, acide fumarique, acide maléique, acide crotonique, acide tétrahydrophthalique, anhydride itaconique, anhydride fumarique, anhydride maléique, anhydride crotonique, anhydride tétrahydrophthalique, les héli-esters de diacide carboxylique avec un hydroxyalkyl (méth)acrylate dans lequel ledit alkyle, linéaire ou ramifié, comprend de 2 à 4 atomes de carbone, et peut être éventuellement alcoylé, en particulier par un

groupe ment alcoxy comprenant de 2 à 4 atomes de carbone, les héli-esters de diacide carboxylique avec un oligomère monohydroxylé de polyéther-mono(méth)acrylate ou de polyester-mono(méth)acrylate, de préférence les oligomères polyéthers diols ou polyesters diols servant de base à ces oligomères (méth)acrylés porteur d'une fonction acide carboxylique ayant une masse moléculaire moyenne en nombre Mn (calculée par mesure des fonctions terminales) inférieure à 1000 et de préférence inférieure à 500.

De préférence, le monomère b) est l'acide (méth)acrylique ou l'acide itaconique.

Selon un mode de réalisation particulier, la composition de monomères comprend 0,5 à 10%, de préférence de 1 à 5%, de monomère b).

10 Le monomère c) est un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'une amine tertiaire. Le monomère c) peut notamment être un monomère (méth)acrylique porteur d'une amine tertiaire ou un monomère vinylique porteur d'une amine tertiaire, de préférence un monomère (méth)acrylique porteur d'une amine tertiaire. Ledit monomère c) peut être sélectionné parmi :

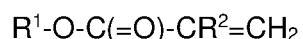
15 (méth)acrylate de 2-diméthylaminoéthyle, (méth)acrylate de 2-diéthylaminoéthyle, N-(3-(N,N-diméthylamino)propyl) (méth)acrylamide, (méth)acrylate de 3-diméthylaminopropyle, (méth)acrylate de 3-diéthylaminopropyle, 4-(N,N-diméthylamino)styrène, 4-(N,N-diéthylamino)styrène, 4-vinylpyridine, 2-diméthylaminoéthyl vinyl éther, 2-diéthylaminoéthyl vinyl éther, 3-diméthylaminopropyl vinyl éther, 3-diéthylaminopropyl vinyl éther, 4-diméthylaminobutyl vinyl éther et 6-diméthylaminohexyl vinyl éther, de préférence le

20 (méth)acrylate de 2-diméthylaminoéthyle et le (méth)acrylate de 2-diéthylaminoéthyle.

Selon un mode de réalisation particulier, la composition de monomères comprend 0,5 à 20%, de préférence de 1 à 15%, de monomère c).

Le monomère a) est un monomère (méth)acrylique sans aucun groupement ionique, en particulier sans groupe acide carboxylique.

25 Le monomère a) est un (méth)acrylate d'alkyle en C1-C18 ou un (méth)acrylate de cycloalkyle en C6-C18. Le monomère a) peut notamment correspondre à la formule



avec

R¹ un alkyle en C1-C18 ou un cycloalkyle en C6-C18 ; et

30 R² est H ou méthyle.

Le terme « alkyle » signifie un radical hydrocarboné acyclique saturé monovalent de formule -C_nH_{2n+1}. Un alkyle peut être linéaire ou ramifié. Un « alkyle en C1-C18 » signifie un alkyle comprenant 1 à 18 atomes de carbone. Des exemples de groupes alkyle sont méthyle, éthyle,

propyle, isopropyle, n-butyle, isobutyle, tert-butyle, pentyle, hexyle, 2-éthylhexyle, n-octyl, isooctyl, nonyle, décyle, dodécyle, stéaryle.

Le terme « cycloalkyle » signifie un radical hydrocarboné monovalent ayant un ou plusieurs cycles non-aromatiques. Un cycloalkyle peut être saturé ou insaturé. Un « cycloalkyle en C6-
5 C18 » signifie un cycloalkyle comprenant 6 à 18 atomes de carbone. Des exemples de groupes cycloalkyle sont cyclohexyle, diméthylcyclohexyle, triméthylcyclohexyle, tertiobutylcyclohexyle, isobornyle, norbornyle, dicyclopentadienyle.

Comme monomère a) convenable pour ladite dispersion, on peut citer un (méth)acrylate d'alkyle en C1-C18 choisi parmi (méth)acrylate de méthyle, (méth)acrylate d'éthyle,
10 (méth)acrylate de propyle, (méth)acrylate de butyle, en particulier de n-butyle, (méth)acrylate de 2-éthylhexyle, (méth)acrylate d'isooctyl ou de n-octyl, (méth)acrylate de nonyle, (méth)acrylate de décyle, (méth)acrylate de lauryle et (méth)acrylate de stéaryle,

ou

un (méth)acrylate de cycloalkyle en C6-C18 choisi parmi : cyclohexyl (méth)acrylate avec
15 cyclohexyl substitué ou non par un alkyle en C1-C4 ou en C1-C2, isobornyl (méth)acrylate, norbornyl (méth)acrylate, dicyclopentadienyl (méth)acrylate, de préférence cyclohexyl (méth)acrylate, isobornyl (méth)acrylate et norbornyl (méth)acrylate.

Selon un mode de réalisation particulier, la composition de monomères comprend 50 à 98%, de préférence de 70 à 90% de monomère a).

20 La dispersion aqueuse selon l'invention peut comprendre en poids par rapport au poids total des monomères a) + b) + c) :

- de 50 à 98%, de préférence de 70 à 90% dudit monomère a)
- de 0,5 à 10%, de préférence de 1 à 5% dudit monomère b)
- de 0,5 à 20%, de préférence de 1 à 15% dudit monomère c),

25 avec la somme des % a) + b) + c) étant égale à 100.

La dispersion aqueuse selon l'invention peut être obtenue à partir d'une composition de monomères comprenant:

- de 50 à 98%, de préférence de 70 à 90% de monomère a),
- de 0,5 à 10%, de préférence de 1 à 5% de monomère b), et
- 30 - de 0,5 à 20%, de préférence de 1 à 15% de monomère c),

les % étant des % en poids par rapport au poids de la composition de monomères.

Selon un mode de réalisation particulier, la composition de monomères comprend moins de 25%, moins de 20%, moins de 15%, moins de 10%, moins de 5%, ou moins de 1%, en poids

de monomères vinyl aromatiques, en particulier de vinyl toluène et/ou de styrène, par rapport au poids de la composition de monomères.

Selon une option particulière de l'invention, dans ladite dispersion aqueuse, ledit monomère a) est un mélange d'un monomère a1) au moins un (méth)acrylate d'alkyle en C1-C2 et d'un monomère a2) au moins un (méth)acrylate d'alkyle en C4-C18, de préférence en C4-C12, plus particulièrement avec un rapport en poids de $a1/(a1+a2)$ allant de 25 à 75%, de préférence de 35 à 65%.

Plus particulièrement, ledit mélange a) comprend comme monomère a1) le (méth)acrylate de méthyle ou d'éthyle et comme monomère a2) le (méth)acrylate de butyle ou de 2-éthylhexyle ou de lauryle.

Le polymère de la dispersion aqueuse selon l'invention a de préférence une Tg déterminée par DSC avec une vitesse de chauffe de 10°C/min en deux passages allant de -20 à 60°C et de préférence de -10 à 50°C.

Ladite dispersion aqueuse de l'invention a en particulier une température minimale de formation de film TMF selon méthode standard ISO 2115:1996, qui va de 0 à 60°C et de préférence de 0 à 40°C.

L'indice d'acide du polymère de ladite dispersion peut varier de 5 à 100, de préférence de 5 à 50 mg KOH/g calculé par le bilan matière (% monomère acide rapporté au poids total de monomères).

L'indice d'amine tertiaire dudit polymère peut varier de de 5 à 100, de préférence de 10 à 70 mg KOH/g par calcul à partir du bilan matière comme pour l'indice d'acide.

Plus particulièrement, lesdits groupements silanes greffés du polymère de ladite dispersion sont incorporés dans ledit polymère par la présence avec lesdits monomères a), b) et c) d'au moins un monomère silané d) sélectionné parmi : monomères (méth)acryliques, vinyliques ou allyliques porteurs d'au moins un groupement silane bloqué tel que défini ci-haut de préférence parmi les monomères (méth)acryliques ou vinyliques.

Comme monomères (méth)acryliques porteurs d'au moins un groupement silane bloqué tel que défini ci-haut, on peut citer : (méth)acryloxyméthyl triméthoxysilane, 3-(méth)acryloxypropyl triisopropoxysilane, 3-(méth)acryloxypropyl triméthoxysilane, 3-(méth)acryloxypropyl triéthoxysilane, 3-(méth)acryloxypropyl tributoxysilane (avec butoxy = n-butoxy ou iso-butoxy), 3-(méth)acryloxypropyl méthyldiméthoxysilane, 3-(méth)acryloxypropyl diméthylméthoxysilane, 3-(méth)acryloxypropyl méthyldiéthoxysilane, 3-(méth)acrylamidopropyl triméthoxysilane.

Au sens de la présente invention, le terme « (méth)acryloxy » signifie acryloxy ou méthacryloxy. Le terme « (méth)acrylamido » signifie acrylamido ou méthacrylamido.

Comme monomères vinyliques porteurs d'au moins un groupement silane bloqué comme défini ci-haut, on peut citer : vinyl triisopropoxysilane, vinyl triméthoxysilane, vinyl triéthoxysilane.

Comme monomères allyliques porteurs d'au moins un groupement silane bloqué tel que défini ci-haut, on peut citer : allyl triméthoxysilane, allyl triéthoxysilane

Lesdits groupements silanes greffés peuvent être incorporés dans ledit polymère par la présence avec lesdits monomères a), b) et c) d'au moins un composé silané e), en présence desdits monomères a), b) et c) ou en post-traitement de ladite dispersion par ledit composé silané e) sélectionné parmi : époxy-silanes, amino-silanes, thio-silanes, hydroxy-silanes et isocyanato-silanes, les groupements silanes étant bloqués et comme définis ci-haut, de préférence parmi époxy-silanes.

Un époxy-silane est un composé ayant au moins un groupe époxy (également appelé glycidyle) et au moins un groupe silane bloqué. Comme exemples de composés e) époxy-silanes convenables pour la dispersion selon l'invention, on peut citer : le 2-(3,4-époxy-cyclohexyl)éthyl triméthoxysilane, le 2-(3,4-époxy-cyclohexyl)éthyl triéthoxysilane, 3-glycidoxypropyl triméthoxysilane, 3-glycidoxypropyl triéthoxysilane, le 3-glycidoxypropyl méthyl-diéthoxysilane, le 3-glycidoxypropyl méthyl-diméthoxysilane, 3-glycidoxypropyl éthyl-diméthoxysilane, 3-glycidoxypropyl éthyl-diéthoxysilane, de préférence 3-glycidoxypropyl triméthoxysilane, 3-glycidoxypropyl triéthoxysilane, le 3-glycidoxypropyl méthyl-diéthoxysilane le 3-glycidoxypropyl méthyl-diméthoxysilane, 3-glycidoxypropyl éthyl-diméthoxysilane, 3-glycidoxypropyl éthyl-diéthoxysilane.

Le composé époxy-silane peut être oligomère ou non avec une fonctionnalité en époxy allant de 1 à 10 et une fonctionnalité en silane bloqué comme défini ci-haut allant de 1 à 10.

Un amino-silane est un composé ayant au moins un groupe amine primaire ou secondaire et au moins un groupe silane bloqué. Comme exemple d'amino-silanes, on peut citer le 3-aminopropyl triméthoxysilane, 3-aminopropyl triéthoxysilane, le 3-(2-aminoéthylamino)propyl triméthoxysilane, le 3-(2-aminoéthylamino)propyl triéthoxysilane.

Un thio-silane est un composé ayant au moins un groupe thiol (également appelé mercapto) et au moins un groupe silane bloqué. Comme exemple de thio-silane, on peut citer le 3-mercaptopropyl triméthoxysilane, le 3-mercaptopropyl triéthoxysilane.

Un isocyanato-silane est un composé ayant au moins un groupe isocyanate et au moins un groupe silane bloqué.

Selon une autre option particulière de l'invention, lesdits groupements silanes greffés sont incorporés dans ledit polymère par combinaison desdites voies d) et e).

- 5 Lesdits groupements silanes greffés peuvent être présents avec un taux en poids dudit monomère d) et/ou dudit composé e) allant de 0,01 à 5% et de préférence de 0,05 à 2,5%, ou 0,1 à 2%, ou 0,5 à 1,5%, par rapport au poids sec dudit polymère. Dans le cas de présence du monomère d) et du composé e), ledit taux en poids concerne la somme de monomère d) et du composé e).
- 10 Le composition de monomères utilisées pour obtenir le polymère de la dispersion selon l'invention peut optionnellement comprendre en plus des composants cités, au moins un autre composant f) qui est un monomère supplémentaire et peut être un monomère vinyl aromatique ou ester vinylique de l'alcool vinylique avec l'acide acétique ou versatique ou diester en C1-
15 monomère vinyl aromatique, on peut citer le styrène et vinyl toluènes (o-, m- et p-). Un tel monomère f) si présent peut représenter de 5 à 50%, de préférence de 10 à 30% en poids du composant a) comme défini ci-haut.

Le deuxième objet de l'invention concerne une composition de revêtement, laquelle comprend au moins une dispersion de polymère telle que définie ci-avant selon l'invention.

- 20 Plus particulièrement, dans ladite composition de revêtement, ladite dispersion représente de 10 à 60% et de préférence de 15 à 50% en poids sec de solides par rapport au poids total des solides de ladite composition de revêtement.

- Plus préférentiellement, ladite composition de revêtement de l'invention est une composition aqueuse de peinture, de vernis ou de lasure pour la protection du bois, de préférence pour
25 bois comportant des nœuds au cœur et en surface qui sont apparents. Plus particulièrement, elle est une peinture primaire et/ou de finition qui est résistante au cloquage et à la migration des tanins et d'autres composés qui peuvent migrer à la surface, issus des nœuds de bois.

Lesdits autres composés qui peuvent migrer peuvent être la lignine et ses dérivés présents dans le bois et en particulier dans lesdits nœuds de bois.

- 30 Encore plus particulièrement, ladite composition de revêtement est une composition de revêtement réticulable avec ou sans addition d'agent réticulant et en particulier autoréticulable. Dans le cas sans addition d'agent réticulant, la composition de revêtement de l'invention a

l'avantage d'être un système aqueux réticulable monocomposant, par rapport à des systèmes aqueux bicomposants connus.

En fait, la composition de revêtement de l'invention peut réticuler seule sans addition d'agent réticulant par réaction de condensation entre deux groupements silanes bloqués (après hydrolyse) portés par des chaînes de polymère différentes lors de la filmification (coalescence des particules de polymère) et séchage du film formé de revêtement.

La composition de revêtement peut comprendre en plus dans le cas d'une peinture au moins un pigment, organique ou minéral. La concentration pigmentaire volumique (CPV) de la composition de peinture aqueuse selon l'invention peut varier de 15 à 70%, de préférence de 20 à 45%.

La composition de revêtement peut avoir un taux de solides (Extrait sec) qui peut varier de 5 à 70%, de préférence de 10 à 65%.

D'autres additifs peuvent être présents dans la composition aqueuse de revêtement comme : biocides, fongicides, épaississant, agent de mouillage, agent antimousse, agent coalescent, agent de rhéologie, charges minérales.

Un autre objet de l'invention concerne l'utilisation de la dispersion aqueuse de l'invention comme liant dans les compositions aqueuses de revêtements et en particulier dans les compositions aqueuses de peintures, plus particulièrement dans peintures primaire et/ou de finition, de vernis ou de lasures, de préférence pour la protection du bois. Ladite utilisation concerne plus particulièrement la protection du bois ayant des nœuds apparents en surface ou des nœuds au cœur du bois. Dans ladite utilisation, lesdits revêtements sont de préférence des peintures, en particulier peintures primaire et/ou de finition pour améliorer la résistance au cloquage et à la migration des tanins et des composés qui peuvent migrer à la surface, issus des nœuds du bois, par rapport à une peinture utilisant une dispersion de polymère sans combinaison du monomère c) et des groupements silanes bloqués incorporés audit polymère par ladite voie d) et/ou par ladite voie e) comme définies selon l'invention ci-haut.

Un autre objet de l'invention concerne le revêtement qui résulte de l'utilisation d'une dispersion aqueuse de polymère ou d'une composition de revêtement telle que définie ci-avant, selon l'invention. De préférence, il s'agit d'un revêtement de peinture, en particulier peinture primaire et/ou de finition ou d'un revêtement de vernis ou de lasure.

Le dernier objet de l'invention concerne un substrat revêtu d'au moins une couche de revêtement comme défini ci-avant selon l'invention. Plus particulièrement, ledit substrat est en bois et en particulier comporte en surface des nœuds apparents ou des nœuds au cœur du bois. Ledit bois substrat est choisi de préférence parmi les bois, en particulier parmi : pin,

sapin, hêtre, chêne, cèdre, épicéa, peuplier, le châtaignier, le merisier, le noyer et bois exotiques. Comme exemples de bois exotique convenable, on peut citer : le teck, le merbau, mohagany, movingui.

5 Les exemples suivants sont présentés ci-dessous à titre d'illustration de l'invention et de ses performances et ne limite pas sa couverture qui est définie par les revendications.

EXEMPLES

I) Matières premières utilisées pour synthèse et application

[Tableau 1]

Constituants	Fonctions	Nature chimique	Fournisseurs
Rhodafac® RS 610 A 25E	Tensio-actif	Polyoxyéthylène tridecyl phosphate ester à 25% dans l'eau	Solvay
Disponil® A3065	Tensio-actif	Alcool gras C12-14 éthoxylé 30 OE	BASF
MAM	Monomère	Méthacrylate de méthyle	Arkema
AE2H	Monomère	Acrylate de 2-ethylhexyle	Arkema
ABU	Monomère	Acrylate de butyle	Arkema
MADAME	Monomère	2-(Diméthylamino)éthyl méthacrylate	Arkema
AA	Monomère	Acide acrylique	Arkema
TBHP	Peroxyde	tert-butyle hydroperoxyde à 70%	Aldrich
SFS	Réducteur	Formaldéhyde sulfoxylate de sodium	Bruggeman
NH ₄ OH	Neutralisant	Hydroxyde d'ammonium	Prolabo
Acticide MBS	Biocide	Solution aqueuse de méthylisothiazoline (MIT) et de benzisothiazolonone (BIT) (2,5% MIT/2,5% BIT)	Thor
Silquest® A-187	Additive	3-glycidoxypropyl triméthoxysilane	Momentive

10 II) Exemples de préparation des dispersions selon l'invention et comparatif

Le mode opératoire décrit ci-dessous décrit la synthèse de la dispersion selon l'exemple 1. Il reste le même pour les autres dispersions des autres exemples décrits dans ce brevet (aux modifications près indiquées de compositions).

Exemple 1 (selon l'invention)Matériel utilisé

Un réacteur de 3 L (contenance interne) en verre, équipé d'une double enveloppe, muni d'une agitation efficace (vortex), d'un réfrigérant à triple flux, d'un contrôle et d'une régulation de la température matière. Le réacteur comporte le nombre de raccords d'introductions nécessaires à l'introduction séparée de différents composants, ainsi qu'une introduction dédiée à l'inertage à l'azote de l'ensemble. L'étanchéité est vérifiée avant chaque synthèse. L'installation est équipée d'un système permettant de contrôler les débits d'introduction des composants.

Préparation de la charge initiale en pied de cuve

10 52 g de Rhodafac® RS610 sont solubilisés dans 791 g d'eau déminéralisée. La température du pied de cuve est portée à 65-68°C.

Préparation de la préémulsion 1

20 g de Rhodafac® RS610 sont dispersés dans 85 g d'eau déminéralisée sous bonne agitation. Sont ajoutés tour à tour et sous bonne agitation :

- 15 - 250 g de MAM
- 100 g d'ABU
- 130 g d'AE2H
- 20 g d'AA

La préémulsion ainsi formée est blanche et stable et elle sera maintenue sous légère agitation.

20 Préparation de la préémulsion 2

20 g de Rhodafac® RS610 et 7,5 g de Disponil® A3065 sont dispersés dans 180 g d'eau déminéralisée sous bonne agitation. Sont ajoutés tour à tour et sous bonne agitation :

- 240 g de MAM
- 190 g d'AE2H
- 25 - 70 g de MADAME

La préémulsion ainsi formée est blanche et stable et elle sera maintenue sous légère agitation.

Préparation des solutions de catalyseurs

4,3 g de TBHP (70%) sont solubilisés dans 19 g d'eau.

3 g de SFS sont solubilisés dans 73,4 g d'eau.

Procédé de polymérisation

1) Ensemencement

Le pied de cuve avec la charge initiale, étant stable en température à 65-68°C, 7% de la préémulsion 1, sont introduits pour l'ensemencement. Une fois la température stabilisée, 14,8% de la solution de TBHP et 14,8% de la solution de SFS sont ajoutés. Le maximum d'exothermie marque la fin de cette étape.

2) Polymérisation 1

Une fois le maximum d'exothermie atteint, on poursuit avec le lancement des introductions séparées en 120 min à une température maintenue entre 65°C et 69°C de :

- 10 - 93% de la préémulsion 1
- 22,5% de la solution de TBHP
- 22,5% de la solution de SFS

3) Neutralisation

Le pH du milieu réactionnel est ramené à un pH de 7,5 – 8 par addition d'ammoniaque.

15 4) Traitement red-ox 1

15,1% de la solution de TBHP et 15,1% de la solution de SFS sont ajoutées en 60 minutes à 65°C-69°C.

5) Polymérisation 2

Lancement des introductions séparées en 120 min à une température maintenue entre 65°C et 69°C de :

- 20 - 100% de la préémulsion 2
- 30% de la solution de TBHP
- 30% de la solution de SFS

6) Traitement red-ox 2

25 17,6% de la solution de TBHP et 17,6% de la solution de SFS sont ajoutées en 60 minutes à 65°C-69°C.

7) Additions finales

Après refroidissement du milieu réactionnel à 30-35°C, le latex est post-additionné d'un biocide. Après 30 minutes d'agitation, 7,9 g de Silquest® A-187 sont ajoutés en 15 minutes puis le milieu réactionnel est laissé sous agitation pendant 40 minutes.

- 5 L'extrait sec du latex est ensuite ajusté avec de l'eau jusqu'à un extrait sec de 43%, puis le produit est filtré sur toile 100 microns.

La taille de particule finale est d'environ 100 nm et la TMF mesurée est proche de 15°C.

Exemple 2 (comparatif hors invention)

- 10 La dispersion de l'exemple comparatif 2 est obtenue de la même manière que celle de l'exemple 1 cependant dans cet exemple le Silquest® A-187 n'est pas ajouté.

Les caractéristiques physico-chimiques des dispersions préparées (exemples 1 et 2) sont présentées au tableau 2 ci-dessous avec composition et caractéristiques T5MF, Tg, ES).

[Tableau 2]

	MAM	AE2H	ABU	MADAME	AA	Silquest® A-187	Tg	ES	TMF
Exemple 1 (selon l'invention)	49%	32%	10	7%	2%	0,8%	18°C	43%	15°C
Exemple 2 (comparatif)	49%	32%	10	7%	2%	0	18°C	43%	15°C

15

Caractérisation physico-chimique des dispersions

a) Extrait sec (ES)

L'extrait sec des dispersions aqueuses est mesuré selon la norme ISO 3251:2019.

20 b) pH

Le pH des dispersions aqueuses est mesuré selon la norme ISO 976:2013.

c) Taille de particules

La taille des particules est mesurée par diffraction de la lumière selon la norme ISO 22412:2017, à l'aide d'un appareillage Delsa max pro de Beckman Coulter.

d) Température minimale de formation de film (TMF) mesurée

La TMF des dispersions aqueuses est mesurée selon la norme ISO 2115:1996.

e) Température de transition vitreuse (Tg)

La Tg est mesurée par DSC (Differential Scanning Calorimetry) avec une rampe de 10°C par
5 minute après séchage des échantillons 2h à 105°C.

III) Evaluation des revêtements

Formulations testées, compositions et préparation

L'émulsion représente 33% de la formule (calculé sur la base de la résine sèche sur le sec de
10 la peinture qui a un extrait sec de 58,6% en poids). La peinture a une concentration
pigmentaire volumique de 40% (sans adjuvant). La composition de la formulation est
présentée au tableau 3 ci-dessous.

L'émulsion a un extrait sec de 43%.

Formulation de peinture primaire

[Tableau 3]

	CONSTITUANTS	Poids	Volume	Fonction
1	EAU	70,0	70,0	solvant
2	ACTICIDE MBS	2,0	1,9	biocide
3	DISPERBYK 190	13,5	12,7	agent dispersant
4	FOAMASTER MO 2134	2,0	2,2	antimousse
5	TIONA 595	200,0	48,8	TiO2
6	PLASTORIT MICRO	50,0	18,2	charge
7	MINEX S6	70,0	26,9	charge
8	MINEX S4	60,0	23,1	charge
9	Emulsion	450,0	432,2	dispersion acrylique
10	TEXANOL	9,0	9,5	agent de coalescence
11	EAU	56,0	55,5	solvant
12	COAPUR™ 2025	16,5	15,9	épaississant PU associatif
13	COAPUR™ 830 W	1,0	0,9	épaississant PU associatif
	Total	1000,0	718,9	

Procédure de test du blocage des nœuds du bois d'un primaire bloquant

Le test de blocage des nœuds du bois consiste à appliquer, à la brosse, sur une éprouvette de bois présentant des nœuds apparents sur sa surface une couche avec un rendement de 150 g/m² humide de primaire de composition décrite ci-haut (tableau 3) puis deux couches de peinture de finition acrylique satin avec un rendement de 150g/m² humide, ne présentant aucune performance bloquante des taches, comme décrite ci-haut pour la présente invention. Le bois choisi dans cet exemple est du pin (*Pinus Pinaster*) avec nœud apparent et un taux d'humidité d'environ 10% en poids.

Le temps de séchage entre chacune des trois couches est de 16h sous une atmosphère contrôlée à 23°C et 50% d'humidité relative. Après l'application de la dernière couche, l'éprouvette est mise en conditionnement pendant 7 jours sous une atmosphère contrôlée à 23°C et 50% d'humidité relative.

Ensuite, l'éprouvette est préparée pour subir un vieillissement accéléré de 72h par exposition dans une enceinte de vieillissement QUV.

Le cycle de vieillissement accéléré est le suivant : 4h d'exposition à un cycle d'UVA à 60°C puis 4h d'exposition à un cycle de condensation sous 50°C.

Après les 72h de vieillissement accéléré, l'éprouvette est retirée puis séchée avec un chiffon sec. L'éprouvette est conditionnée 24h sous une atmosphère contrôlée à 23°C et 50% d'humidité relative.

L'expression du résultat se fait par la mesure du DE*, avant et après le vieillissement accéléré, de la surface peinte au-dessus du nœud. Le DE* est mesuré à l'aide d'un appareil Konica Minolta Spectro CM2600D, D65/10°. Une appréciation visuelle de la coloration de l'éprouvette et du cloquage est donnée.

Résultats d'application

Voir tableau 4 ci-dessous

[Tableau 4]

Formule	Formule peinture avec dispersion exemple 2	Formule peinture avec dispersion exemple 1
DE*	10	5
Observations	Décoloration importante et cloquage, voir [Fig. 2]	Décoloration faible, peinture sans cloquage, voir [Fig. 1]

REVENDICATIONS

1. Dispersion aqueuse de polymère, caractérisée en ce que ledit polymère comprend dans sa structure des unités monomères incorporées, à partir d'une composition de monomères comprenant :
- 5 a) au moins un monomère (méth)acrylique qui est un ester (méth)acrylique d'alkyle en C1-C18 ou de cycloalkyle en C6-C18, sans aucun groupement ionique,
- b) au moins un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'au moins un groupement acide carboxylique
- 10 c) au moins un monomère éthyléniquement insaturé porteur d'une amine tertiaire et en ce que ledit polymère porte en plus des groupements greffés silanes bloqués sous forme -Si(OR1)₃ ou -Si-R2(OR1)₂ ou -Si-(R2)₂(OR1), de préférence -Si(OR1)₃ ou -Si-R2(OR1)₂, avec R1, R2, étant un alkyle en C1 à C4 identiques ou différents,
- et en ce que lesdits groupements greffés silanes bloqués sont incorporés par au moins une des deux voies suivantes ou leur combinaison :
- 15 d) présence avec les monomères a), b) et c) d'au moins un comonomère d) éthyléniquement insaturé, porteur en plus de ladite insaturation éthylénique, d'au moins un groupement silane bloqué comme défini ci-haut et/ou
- e) présence avec les monomères a), b) et c) de, ou post-traitement de la dispersion aqueuse par, au moins un composé e) silané porteur d'au moins un groupement silane bloqué tel que défini ci-haut et au moins groupement fonctionnel sélectionné parmi : époxy, amino, thio, hydroxy, isocyanate, de préférence époxy, ce dernier groupement étant capable de réagir, au moins en partie avec les groupements carboxyliques dudit monomère b),
- 20 et de préférence par voie e).
- 25
2. Dispersion aqueuse de polymère selon la revendication 1, caractérisée en ce que ledit monomère b) est sélectionné parmi acide (méth)acrylique, acide itaconique, acide fumarique, acide maléique, acide crotonique, de préférence l'acide (méth)acrylique et acide itaconique.
3. Dispersion aqueuse de polymère selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que ledit monomère c) est sélectionné parmi : (méth)acrylate de 2-diméthylaminoéthyle, (méth)acrylate de 2-diéthylaminoéthyle, N-(3-(N,N-diméthylamino)propyl) (méth)acrylamide, (méth)acrylate de 3-diméthylaminopropyle, (méth)acrylate de 3-diéthylaminopropyle, 4-(N,N-
- 30

diméthylamino)styrène, 4-(N,N-diéthylamino)styrène, 4-vinylpyridine, 2-diméthylaminoéthyl vinyl éther, 2-diéthylaminoéthyl vinyl éther, 3-diméthylaminopropyl vinyl éther, 3-diéthylaminopropyl vinyl éther, 4-diméthylaminobutyl vinyl éther et 6-diméthylaminohexyl vinyl éther, de préférence le (méth)acrylate de 2-diméthylaminoéthyle et le (méth)acrylate de 2-diéthylaminoéthyle.

4. Dispersion aqueuse selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que ledit monomère a) est un (méth)acrylate d'alkyle en C1-C18 choisi parmi (méth)acrylate de méthyle, (méth)acrylate d'éthyle, (méth)acrylate de propyle, (méth)acrylate de butyle, en particulier de n-butyle, (méth)acrylate de 2-éthylhexyle, (méth)acrylate d'isooctyl ou de n-octyl, (méth)acrylate de nonyle, (méth)acrylate de décyle, (méth)acrylate de lauryle et (méth)acrylate de stéaryle ou un (méth)acrylate de cycloalkyle en C6-C18 choisi parmi : cyclohexyl (méth)acrylate avec cyclohexyl substitué ou non par un alkyle en C1-C4 ou en C1-C2, isobornyl (méth)acrylate, norbornyl (méth)acrylate, dicyclopentadienyl (méth)acrylate, de préférence cyclohexyl (méth)acrylate, isobornyl (méth)acrylate et norbornyl (méth)acrylate.

5. Dispersion aqueuse selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce la composition de monomères comprend :

- de 50 à 98%, de préférence de 70 à 90% dudit monomère a)
- de 0,5 à 10%, de préférence de 1 à 5% dudit monomère b)
- de 0,5 à 20%, de préférence de 1 à 15% dudit monomère c)

les % étant des % en poids par rapport au poids de la composition de monomères.

6. Dispersion aqueuse selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que ledit monomère a) est un mélange d'un monomère a1) au moins un (méth)acrylate d'alkyle en C1-C2 et a2) au moins un (méth)acrylate d'alkyle en C4-C18, de préférence en C4-C12, plus particulièrement avec un rapport en poids de $a1/(a1+a2)$ allant de 25 à 75%, de préférence de 35 à 65%.

7. Dispersion selon la revendication 6, caractérisée en ce que ledit mélange a) comprend comme monomère a1), le (méth)acrylate de méthyle ou d'éthyle et comme monomère a2), le (méth)acrylate de butyle ou de 2-éthylhexyle ou de lauryle.

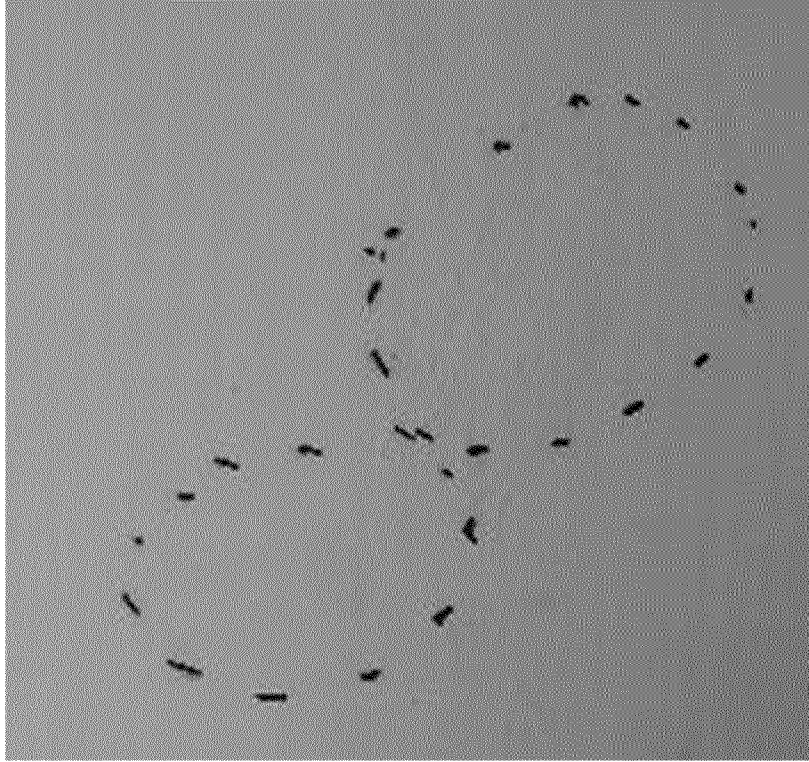
8. Dispersion aqueuse selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que ledit polymère a une Tg déterminée par DSC avec une vitesse de chauffe de 10°C/min en deux passages allant de -20 à 60°C et de préférence de -10 à 50°C.

9. Dispersion aqueuse selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle a une température minimale de formation de film (TMF) selon méthode standard ISO 2115:1996, qui va de 0 à 60°C et de préférence de 0 à 40°C.

10. Dispersion selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que lesdits groupements silanes greffés sont incorporés dans ledit polymère par la présence avec lesdits monomères a), b) et c) d'au moins un monomère silané d) sélectionné parmi : monomères (méth)acryliques, vinyliques ou allyliques porteurs d'au moins un groupement silane bloqué tel que défini dans la revendication 1, de préférence parmi les monomères (méth)acryliques ou vinyliques.
11. Dispersion selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que lesdits groupements silanes greffés sont incorporés dans ledit polymère par la présence avec lesdits monomères a), b) et c) d'au moins un composé silané e) en présence desdits monomères a), b) et c) ou en post-traitement de ladite dispersion par ledit composé silané e) sélectionné parmi : époxy-silanes, amino-silanes, thio-silanes, hydroxy-silanes lesdits groupements silanes étant définis comme dans la revendication 1, de préférence parmi époxy-silanes.
12. Dispersion selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que lesdits groupements silanes greffés sont incorporés dans ledit polymère par combinaison desdites voies d) et e).
13. Dispersion selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisée en ce que lesdits groupements silanes greffés sont présents avec un taux en poids dudit monomère d) et/ou dudit composé e) allant de 0,01 à 5% et de préférence de 0,05 à 2,5%, ou 0,1 à 2%, ou 0,5 à 1,5%, par rapport au poids sec dudit polymère.
14. Composition de revêtement caractérisée en ce qu'elle comprend au moins une dispersion de polymère telle que définie selon l'une des revendications 1 à 13.
15. Composition de revêtement selon la revendication 14, caractérisée en ce que ladite dispersion représente de 10 à 60% et de préférence de 15 à 50% en poids sec de solides par rapport au poids total des solides de ladite composition de revêtement.
16. Composition de revêtement selon revendication 14 ou 15, caractérisée en ce qu'elle est une composition aqueuse de peinture, de vernis ou de lasure pour la protection du bois, de préférence pour bois comportant de nœuds au cœur et en surface qui sont apparents.
17. Composition de revêtement selon l'une des revendications 14 à 16, caractérisée en ce qu'elle est une peinture primaire et/ou de finition résistante au cloquage et à la migration des tanins et autres composés qui peuvent migrer à la surface issus des nœuds de bois.
18. Composition de revêtement selon l'une des revendications 14 à 17, caractérisée en ce qu'elle est réticulable avec ou sans addition d'agent réticulant et en particulier autoréticulable.

19. Utilisation d'une dispersion aqueuse telle que définie selon l'une des revendications 1 à 13 comme liant dans les compositions aqueuses de revêtements et en particulier dans les compositions aqueuses de peintures, en particulier peintures primaire et/ou de finition, de vernis ou de lasures, de préférence pour la protection du bois.
- 5 20. Utilisation selon la revendication 19, caractérisée en ce qu'elle concerne la protection du bois ayant des nœuds apparents en surface ou des nœuds au cœur.
21. Utilisation selon la revendication 19 ou 20, caractérisée en ce que lesdits revêtements sont des peintures, en particulier peintures primaire et/ou de finition pour améliorer la résistance au cloquage et à la migration des tanins et des composés qui peuvent migrer à la surface, issus des nœuds du bois par rapport à une peinture utilisant une dispersion de polymère sans combinaison du monomère c) et des groupements silanes incorporés audit polymère par ladite voie d) et/ou par ladite voie e) comme définies selon la revendication 1.
- 10
22. Revêtement caractérisé en ce qu'il résulte de l'utilisation d'une dispersion aqueuse de polymère telle que définie selon l'une des revendications 1 à 13 ou d'une composition de revêtement telle que définie selon l'une des revendications 14 à 18.
- 15
23. Revêtement selon la revendication 22, caractérisé en ce qu'il s'agit d'un revêtement de peinture, en particulier peinture primaire et/ou de finition ou d'un revêtement de vernis ou de lasure.
24. Substrat revêtu d'au moins une couche de revêtement tel que défini selon la revendication 22 ou 23.
- 20
25. Substrat selon la revendication 24, caractérisé en ce que ledit substrat est en bois et en particulier comporte en surface des nœuds apparents ou des nœuds au cœur du bois.
26. Substrat selon la revendication 25, caractérisé en ce que ledit bois est choisi parmi : pin, sapin, hêtre, chêne, cèdre, épicéa, peuplier, le châtaignier, le merisier, le noyer ou bois exotique.
- 25

[Fig. 1]



Résultat pour la peinture de la dispersion de l'exemple 1

[Fig. 2]



Résultat pour la peinture de la dispersion de l'exemple 2