



CONFÉDÉRATION SUISSE
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑤ Int. Cl.³: C 09 B 67/00
C 09 D 17/00

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein



⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

⑪

624 983

⑳ Numéro de la demande: 8648/77

⑦ Titulaire(s):
CIBA-GEIGY AG, Basel

㉑ Date de dépôt: 11.07.1977

③ Priorité(s): 24.08.1976 US 717415

㉒ Brevet délivré le: 31.08.1981

④ Fascicule du brevet
publié le: 31.08.1981

⑧ Inventeur(s):
John Guzi, jun., Argyle/NY (US)

⑤ Compositions pigmentaires sèches et dispersables dans l'eau.

⑥ Les compositions pigmentaires sèches non poussiéreuses et dispersables dans l'eau sont des concentrats secs dans lesquels la quantité de pigment peut aller de 55 à 80 % du poids de la composition et le reste consiste essentiellement en au moins un agent dispersant non ionique choisi entre un polyéther-alcool, un polymère en bloc d'oxyde d'alkylène-alkylène diamine et un ester polyoxyéthylèneglycol ou -glycérol, et au moins un éther cellulosique non ionique soluble dans l'eau ayant une viscosité inférieure à 1000 centipoises, mesurée sur une solution aqueuse à 20 % à 25°C, la quantité d'agent dispersant ayant de 15 à 45 % du poids du pigment et la quantité de l'éther cellulosique ayant de 10 à 67 % du poids du pigment.

REVENDEICATIONS

1. Composition pigmentaire sèche non poussiéreuse et dispersable dans l'eau, développant à l'agitation dans les systèmes de finissage industriel à véhicule aqueux de bonnes valeurs de coloration et d'intensité, composition caractérisée en ce qu'elle consiste en 55 à 80% de pigment et, par rapport au poids du pigment, de 15 à 45% d'un agent dispersant non ionique choisi entre un polyéther-alcool, un polymère en bloc d'alkylène/alkylène-diamine et un ester de polyoxy-éthylène-glycol ou -glycérol et de 10 à 67% d'au moins un éther cellulosique non ionique soluble dans l'eau ayant une viscosité inférieure à 1000 centipoises, mesurée sur une solution aqueuse de 2% à 25 C.

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'éther cellulosique est une hydroxy-éthyl-cellulose ayant une viscosité inférieure à 600 centipoises.

3. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'éther cellulosique est une hydropropylcellulose ayant une viscosité inférieure à 300 centipoises.

4. Composition selon la revendication 3, caractérisée en ce que l'agent dispersant est un polyéther-alcool.

5. Composition selon la revendication 4, caractérisée en ce que le pigment est présent en quantité allant de 60 à 70% du poids de la composition.

6. Procédé pour la préparation d'une composition selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il consiste à former un mélange homogène consistant en un pigment broyé ou homogénéisé, en eau, en un agent dispersant non ionique choisi entre un polyéther-alcool, un polymère en bloc d'alkylène/alkylène et un ester de polyoxy-éthylène-glycol ou -glycérol et au moins un éther cellulosique non ionique soluble dans l'eau ayant une viscosité inférieure à 1000 centipoises sur une solution à 2% à 25 C et à éliminer l'eau de ce mélange jusqu'à obtention d'une composition sèche, la quantité de pigment, d'agent dispersant et d'éther de cellulose étant telle que la composition sèche contient 55 à 80% de pigment et, par rapport au poids du pigment, de 15 à 45% de l'agent dispersant et de 10 à 67% de l'éther cellulosique.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il consiste à broyer ou homogénéiser le pigment dans l'eau en présence de l'agent dispersant non ionique pour former une dispersion pigmentaire aqueuse et à mélanger cette dispersion pigmentaire avec l'éther cellulosique jusqu'à formation d'un mélange homogène.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que l'eau est éliminée par séchage par pulvérisation du mélange.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'éther cellulosique est une hydroxy-éthyl-cellulose ayant une viscosité inférieure à 600 centipoises.

10. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'éther cellulosique est une hydroxy-propyl-cellulose ayant une viscosité inférieure à 300 centipoises.

La présente invention est relative à des compositions pigmentaires sèches sous forme dispersable dans l'eau et plus particulièrement à des compositions pigmentaires sèches ne provoquant pas de poussières et donnant lieu à agitation dans des systèmes de finissage industriel aqueux à des puissances et des colorations au moins égales à celles obtenues par le broyage des pigments secs classiques dans des systèmes semblables.

Les systèmes de revêtement à véhicules aqueux dans lesquels la portion volatile du système est essentiellement de l'eau sont dans le commerce depuis de nombreuses années sous la dénomination peintures du type latex. Cependant, ces systèmes de revêtement à véhicules aqueux n'ont été que récemment mis au point pour les

finissages industriels, notamment en raison des difficultés de traitement rencontrées dans l'obtention des caractéristiques de haute performance atteintes avec les systèmes de revêtement à véhicules solvants organiques. Les systèmes de finissage industriel à véhicules aqueux diffèrent des peintures du type latex à plusieurs points de vue, le plus important étant la nature et le type des résines utilisées comme composant de base. Dans les systèmes de finissage industriel, la base consiste en des résines solubles ou dispersables dans l'eau qui doivent être insolubilisées par cuisson ou réticulation pouvant donner la dureté, la durabilité et la résistance à l'eau et au solvant, requis dans les finissages industriels. Par ailleurs, les peintures du type latex sont destinées principalement à l'application domestique intérieure et extérieure et consistent en émulsions ou en solutions de polymères filmogènes qui, par élimination du véhicule contenant de l'eau par séchage à l'air donnent des pellicules unitaires par coalescence des particules de polymères. La dureté et la résistance aux solvants ne sont pas requises pour les applications domestiques et ne sont pas assurées par les peintures du type latex. Dans la mesure où l'eau offre un potentiel élevé comme agent véhiculaire pratiquement non polluant, l'usage des systèmes de revêtement à véhicules aqueux pour les finissages industriels est particulièrement souhaitable du point de vue de la réduction de la pollution, des dangers d'incendie et des dangers présentés pour le personnel.

Les systèmes à véhicules aqueux sont généralement classés en émulsions, dispersions colloïdales ou solutions, selon la taille des particules, le poids moléculaire et la teneur ionique du polymère ou de la résine de base. Les systèmes en émulsions sont habituellement opaques, contiennent des polymères à haut poids moléculaire, généralement de l'ordre de 1 million, avec peu de groupes fonctionnels, ont une taille de particule allant d'environ 0,1 à 1,0 μ et exigent des agents émulsifiants pour maintenir la stabilité du système. Par dispersion, on se réfère normalement à des mélanges translucides dans lesquels le diamètre des particules de résine est d'environ 0,01 à 0,1 μ et les résines ont un poids moléculaire d'environ 10000 à 100000 et davantage de groupes fonctionnels que les polymères à haut poids moléculaire. Par suite, les dispersions ont une polarité supérieure aux émulsions et les dispersions auxiliaires ne sont habituellement pas nécessaires pour en maintenir la stabilité. Les systèmes en solution sont des mélanges homogènes limpides contenant des résines solubles dans l'eau à bas poids moléculaire contenant généralement des groupes amines ou acides carboxyliques ionisables qui solubilisent les molécules. Les résines solubles dans l'eau ont un poids moléculaire d'environ 1000 à 10000 et la taille de particule approche la grandeur moléculaire, généralement voisine de 0,001 μ . La présence de groupes fonctionnels, bien que la plupart aient réagi au cours du durcissement, affecte généralement la résistance à l'eau du finissage final de sorte que la résistance à l'eau est la plus médiocre avec les systèmes en solution, la plus élevée avec les systèmes en émulsion et intermédiaire avec les systèmes en dispersion.

Dans certaines étapes de la mise en formulation du système de revêtement à véhicules aqueux, il est usuel d'introduire une quantité assurant la coloration d'un ou plusieurs pigments. Le type et le degré de traitement nécessaires pour assurer une composition à coloration uniforme impliquent habituellement le broyage des ingrédients dans des conditions de cisaillement et le problème principal rencontré dans la formulation des systèmes à véhicules aqueux est le moussage au cours de ce traitement. Bien que le traitement du pigment dans le liant ou le polymère préalablement à l'addition de l'eau réduise le moussage dans une certaine mesure et permette une dispersion relativement raisonnable, le broyage du pigment est toujours nécessaire pour assurer des degrés de coloration et d'intensité satisfaisants.

Dans le passé, divers procédés ont été proposés pour surmonter les difficultés de l'incorporation uniforme du pigment dans les peintures. Par exemple, dans le brevet US 3067053 est décrit un procédé pour le revêtement de particules pigmentaires sous forme de

gâteaux de pressage avec 4 à 65% en poids du pigment d'un agent tensio-actif non ionique (avec ou sans agent anionique tensio-actif) pour améliorer la facilité de dispersion et conduire à des colorants de degrés de coloration et d'intensité remarquables. Les suspensions ou pâtes de ces colorants sont facilement dispersables dans les systèmes en latex par une simple opération de mélangeage ou d'agitation et ne nécessitent pas le broyage pour développer des degrés de coloration stable. Cependant, quand ces suspensions ou pâtes sont séchées et pulvérisées, leur aptitude à la dispersion, le taux de développement de la coloration et leur intensité dans le système en latex sont considérablement réduits par rapport à leur équivalent non séché et les colorants secs ne donnent pas naissance à des degrés de coloration et d'intensité optimum par agitation dans des systèmes de finissages industriels à véhicules aqueux. Le même brevet US suggère également d'utiliser certains épaississants tels que de la carboxy-méthyl-cellulose de sodium en quantité d'environ 0,8 à 6% en poids du pigment sec pour contrôler la viscosité des pâtes ou suspensions. Il est indiqué que ces épaississants n'ont pas d'effet sur l'intensité tinctoriale finale de la composition pigmentaire mais si on doit obtenir un produit sec, on doit limiter l'épaississant aux matières pigmentaires ou cellulosiques facilement mouillables ou dispersables après séchage. Les compositions pigmentaires sèches décrites dans ce brevet US contenant jusqu'à 7% d'un épaississant du type colloïdal ne donnent pas naissance de même à des degrés de coloration et d'intensité optimum par agitation dans les systèmes de finissages industriels à véhicules huileux.

Le brevet US 3652313 décrit l'amélioration de la dispersabilité des pigments dans les peintures au latex par mélangeage du pigment avec 5% au moins et de préférence 10 à 30% en poids du pigment du type hydroxy-alkyl-cellulose soluble dans l'eau ayant une viscosité inférieure à 300 centipoises et indique que les dispersions pigmentaires présentent également une bonne redispersabilité après séchage. Les dispersions séchées décrites dans ce brevet ne développent pas non plus la même coloration de leurs équivalents non séchés. Les compositions pigmentaires sèches ne provoquant pas de poussière que l'on disperse aisément dans les systèmes de finissage industriel à véhicules aqueux et qui donnent naissance à l'agitation à de bonnes qualités d'intensité et de coloration ne peuvent pas être obtenues selon ce brevet.

Enfin, dans le brevet US 3843380, il est décrit l'obtention d'agrégats pigmentaires minéraux fluides et sans poussières par séchage par pulvérisations d'une suspension pigmentaire aqueuse contenant 0,1-5% en poids du pigment d'un épaississant du type colloïdal tel que par exemple l'hydroxypropyl-méthyl-cellulose. Ce brevet indique que 0,1-2% d'un surfactif non ionique soluble ou dispersable dans l'eau et ou 0,2-1% d'un adjuvant de dispersion tel qu'un glycol à poids moléculaire inférieur peuvent être également présents dans la suspension pigmentaire. Les agrégats séchés par pulvérisation décrits dans ce dernier brevet ne sont pas aisément dispersables dans les systèmes de finissage industriel à véhicules aqueux et exigent un broyage pour atteindre une bonne intensité et une bonne coloration.

Selon la présente invention, on a maintenant découvert que l'on peut obtenir des compositions pigmentaires sèches dispersables dans l'eau, ayant une large compatibilité avec les systèmes de finissage industriel à véhicules aqueux, et que ces compositions sèches ne produisent pas de poussière et donnent naissance à l'agitation dans ce système à des valeurs de coloration et d'intensité au moins équivalentes à celles obtenues par le broyage des pigments secs dans des systèmes semblables. Au surplus, les produits de finissage durcis obtenus en utilisant des systèmes industriels à véhicules aqueux colorés avec les compositions pigmentaires selon l'invention présentent un excellent brillant, une très bonne dureté et une excellente durabilité, ils sont résistants à l'eau et aux solvants et satisfont à toutes les caractéristiques de performances élevées exigées par les finissages industriels.

La présente invention vise une composition pigmentaire sèche non poussiéreuse et dispersable dans l'eau, définie dans la revendication 1.

L'invention vise également un procédé pour la préparation d'une composition pigmentaire, définie dans la revendication 6.

Les compositions selon l'invention sont des concentrats secs dans lesquels la quantité de pigment peut aller de 55 à 80% du poids de la composition et le reste, c'est-à-dire 45 à 20% de la composition, consiste essentiellement en au moins un agent dispersant non ionique choisi entre un polyéther-alcool, un polymère en bloc d'oxyde d'alkylène/alkylène-diamine et un ester de polyoxyéthylène-glycol ou -glycérol, et au moins un éther cellulosique non ionique soluble dans l'eau ayant une viscosité inférieure à 1000 centipoises, mesurée sur une solution aqueuse à 20% à 25 C, la quantité d'agent dispersant étant de 15 à 45% du poids du pigment et la quantité de l'éther cellulosique étant de 10 à 67% du poids du pigment. De préférence, les compositions sont des concentrats contenant 60 à 75% de préférence 60 à 70% du pigment.

L'invention peut être mise en pratique avec les pigments primaires minéraux et organiques, les pigments dilués, les pigments métalliques, les divers noirs de fumées et de fours finement divisés et analogues. Des pigments typiques sont les pigments organiques tels que les jaunes de diarylide, les bleus et verts de phthalocyanine, les rouges et violets de quinacridone, le violet de dioxazine et analogues; les pigments minéraux tels que les rouges et les jaunes de cadmium, les oranges de molybdate, les jaunes et rouges d'oxyde de fer et analogues. D'autres pigments convenables sont les pigments du type hydrophile tels par exemple le dioxyde de titane et le chromate de plomb.

Comme indiqué ci-dessus, l'emploi de certains types d'agents dispersants non ioniques à raison d'environ 15 à 45% du poids du pigment est nécessaire pour la mise en œuvre de l'invention. Des agents dispersants qui ont été trouvés utilisables pour la mise en œuvre de l'invention sont ceux des types connus sous les termes polyéther-alcools, polymères en bloc d'oxyde alkylène alkylène-diamine, esters de polyoxy-éthylène-glycol et d'une manière générale ceux ayant un HLB supérieur à 11 et de préférence d'environ 12 à 18. Le terme HLB désigne l'équilibre hydrophile lipophile du surfactif et il est exprimé par un indice. Un indice de 0 à 10 environ indique un surfactif dispersable dans l'huile tandis qu'un indice d'environ 10 à 20 désigne un surfactif dispersable dans l'eau. Des agents dispersants non ioniques préférés du type polyéther-alcool sont les condensats d'oxyde d'éthylène et d'un alcool tel qu'un alcool de la résine ou un alkyl-phénol, les condensats d'oxyde de propylène avec un alcool tel que le propylène-glycol et analogues. On préfère particulièrement les alkyl-aryl-polyéther-alcools contenant en moyenne 7 à 40 moles d'oxyde d'éthylène par mole d'alcool et qui contiennent des groupes alkyle comptant de 7 à 10 atomes de carbone. Des agents dispersants du type polyéther-alcool sont disponibles dans le commerce sous les marques Tritons, par exemple X-100, X-102, N-101 et N-111, vendues par la firme Rohm et Haas Co, les Igepals de la firme General Aniline & Film Corp., les Hyonics de la firme Nopco Chemical Co, les Tergitols de la firme Union Carbide Corp. et les Pluronic de la firme BASF Wyandotte Corp. Des exemples des agents dispersants du type polymère en bloc d'oxyde d'alkylène alkylène-diamine sont les matières formées par l'addition d'un oxyde d'alkylène à une alkylène-diamine, par exemple par addition d'oxyde de propylène à l'éthylène-diamine, suivi par l'addition d'oxyde d'éthylène. Des agents dispersants de ce type sont disponibles dans le commerce sous les marques Tetronics de la firme BASF Wyandotte Corp. Des agents dispersants non ioniques du type ester de polyoxy-éthylène-glycol ou ester de glycérol sont les esters d'acides gras et de résines éthoxylées tels que les esters d'acides gras et ou de résines du polyéthylène-glycol et les glycérides gras de polyoxy-éthylène contenant au moins 10 moles d'oxyde d'éthylène par mole de ces acides tels que l'acide de noix de coco, l'acide stéarique, l'acide oléique et ou les combinaisons d'acides de la résine et des acides gras. Des agents dispersants de ce

type sont disponibles dans le commerce sous les marques Ethofats de la firme Armour Industrial Chemical & Co et Atlas G-1295 et G-1300 de la firme ICI America Inc.

La quantité d'agent dispersant non ionique doit, comme il a été indiqué, se situer dans l'intervalle de 15 à 45% du poids du pigment et une quantité d'agents dispersants doit être suffisante pour assurer la facilité de traitement et la réduction de taille des particules. Habituellement, une quantité située entre environ 15 et 35% du poids du pigment assure une bonne dispersabilité sans porter atteinte aux autres propriétés désirables.

La mise en œuvre de l'invention exige également la présence d'au moins un éther cellulosique non ionique soluble dans l'eau. La fonction de cet éther cellulosique est multiple dans la mesure où il agit de manière synergique avec l'agent dispersant pour réduire la taille de particules des pigments au-delà de ce qui serait possible par l'agent dispersant seul, il agit comme revêtement pour les particules de pigments pour en éviter la réagglomération au cours du processus de séchage, il agit pour éviter la floculation et il assure enfin une large compatibilité avec une grande variété de systèmes de finissage industriel. La quantité de l'éther cellulosique soluble dans l'eau peut aller de 10 à 67% et de préférence de 15 à 40% du poids du pigment.

Les éthers celluloses utilisables dans la mise en œuvre de l'invention sont tous des éthers celluloses solubles dans l'eau de nature non ionique et d'une viscosité inférieure à 1000 centipoises et de préférence d'environ 5 à 600 centipoises, mesurée sur une solution aqueuse à 2% à 25 °C. Les éthers celluloses sont des alkyl-celluloses telles que la méthyl-cellulose, ayant un DS (degré de substitution) d'environ 1,2 à 2,1, l'éthyl-cellulose ayant un DS d'environ 1,0 à 1,5, la méthyl-éthyl-cellulose ayant un DS d'environ 0,5 à 1,0 et un DS d'éthyle d'environ 0,2 à 0,5 et l'isopropyl-cellulose ayant un DS d'environ 0,5; les hydroxyalkyl-celluloses telles que l'hydroxy-éthyl-cellulose ayant un MS (substitution moléculaire) d'au moins environ 1,0 et l'hydroxy-propyl-cellulose ayant un MS d'au moins environ 1,0; et les alkyl-hydroxy-alkyl-celluloses telles que l'hydroxy-propyl-éthyl-cellulose ayant un DS de méthoxyle d'environ 0,8 à 2,0 et un MS d'hydroxy-propyle d'environ 0,05 à 0,5 et une éthyl-hydroxy-éthyl-cellulose ayant un DS d'hydroxyle d'environ 0,5 à 2,0 et un MS d'hydroxy-éthyle d'environ 0,5 à 2,0. Les éthers celluloses que l'on préfère particulièrement sont la méthyl-cellulose ayant un DS d'environ 1,4 à 2,1 et une viscosité d'environ 10 à 500 centipoises; l'hydroxy-éthyl-cellulose ayant un MS d'environ 1,5 à 3 et une viscosité inférieure à 600 centipoises; l'hydroxy-propyl-cellulose ayant un MS d'environ 2 à 10 et une viscosité inférieure à 300 centipoises, l'hydroxy-propyl-méthyl cellulose ayant un DS de méthoxyle d'environ 1,1 à 1,8, un MS d'hydroxy-propyle d'environ 0,07 à 0,2 et une viscosité inférieure à 500 centipoises; l'éthyl-hydroxy-éthyl-cellulose ayant un DS d'éthoxyle d'environ 0,6 à 1,3, un MS d'hydroxy-éthyle d'environ 0,2 à 1,1 et une viscosité inférieure à environ 500 centipoises et la méthyl-hydroxy-éthyl-cellulose ayant un DS de méthoxyle d'environ 1,6 à 1,9, un MS d'hydroxy-éthyle d'environ 0,13 et une viscosité inférieure à environ 500 centipoises. Les abréviations DS et MS sont définies dans le brevet US 3278521. DS représente le nombre moyen de groupes hydroxyle substitués dans la cellulose par des unités anhydro-glucose et MS représente le nombre moyen de molécules de réactifs combinées avec chaque unité d'anhydro-glucose de la cellulose.

Les éthers celluloses solubles dans l'eau du type ci-dessus sont bien connus et sont disponibles dans le commerce. Par exemple, les méthyl-celluloses sont vendues par la firme Dow Chemical Co sous la marque Methocel A, les hydroxy-éthyl-celluloses sont vendues par la firme Hercules Incorporated sous la marque Natrosol, les hydroxy-propyl-celluloses sont vendues par la firme Hercules Incorporated sous la marque Klucel et les hydroxy-propyl-méthyl-celluloses sont vendues par la firme Dow Chemical sous les marques Methocel E, F et K.

D'autres matériaux non ioniques peuvent également être présents en petite quantité à condition bien entendu qu'ils n'affectent pas les avantages de l'invention. On peut citer comme particulièrement utiles les agents mouillants, les agents antimousses, etc., en quantité pouvant aller jusqu'à 3% du poids du pigment.

Comme indiqué ci-dessus, le procédé selon l'invention consiste en bref à former un mélange homogène puis à sécher ce mélange. La première étape peut être réalisée en une ou plusieurs fois. Si l'on opère d'une seule fois, tous les ingrédients, c'est-à-dire le pigment, l'agent dispersant, l'éther cellulosique et l'eau, sont broyés ou homogénéisés de manière classique comme par exemple dans un broyeur à galets ou un homogénéiseur Gaulin jusqu'à formation d'un mélange homogène. Si l'on opère en deux fois, ce qui est généralement préféré du point de vue économique, on prépare d'abord une dispersion aqueuse du pigment en broyant ou en homogénéisant le pigment dans l'eau en présence de l'agent dispersant non ionique, le pigment étant de préférence sous la forme d'un gâteau pressé puis la dispersion du pigment ainsi obtenu est intimement mélangée dans une seconde étape avec la quantité désirée de l'éther cellulosique. Le mélange de cette seconde étape peut être ensuite réalisé de toute manière connue pour le mélange de matières solides ou liquides et pratiquement par agitation puis homogénéisation.

L'étape finale du procédé consiste à déshydrater le mélange en éliminant l'eau jusqu'à obtention d'une composition sèche. De préférence, on chasse l'eau par pulvérisation, ce qui donne directement un produit finement divisé et sans poussières. On peut, selon une variante, éliminer l'eau par séchage sur plateau et broyer le produit séché de manière cryogénique pour obtenir le produit sous forme pulvérulente. On va maintenant illustrer l'invention grâce aux exemples suivants dans lesquels toutes les parties et pourcentages sont exprimés en poids sauf indication contraire. Les valeurs de viscosité pour les éthers celluloses sont obtenues en centipoises, mesurées sur une solution aqueuse à 2% dans l'eau à 25°C sauf indication contraire.

Exemple 1:

262 parties d'un gâteau pressé de bleu de phtalocyanine de cuivre contenant 65 parties de pigment (poids à sec), 16,25 parties d'un iso-octyl-phényl-poly-éthoxy-éthanol comme agent dispersant et 40 parties d'eau sont ajoutées à un bac en acier inoxydable équipé d'un agitateur et on agite le contenu du bac pendant 30 mn à 25 °C jusqu'à ce que la défloculation se soit produite. On fait ensuite passer le pigment défloculé à deux reprises à travers un homogénéiseur, puis la dispersion aqueuse ainsi obtenue est agitée pendant 30 mn avec 0,3 partie d'un agent antimousse, 30 parties d'eau et 18,75 parties d'une hydroxy-propyl-cellulose ayant un MS de 3 et une viscosité Brookfield de 6 à 7 centipoises (Klucel type E). Le mélange résultant passe ensuite une fois à travers l'homogénéiseur et le mélange homogénéisé est ensuite séché à l'air à 60 °C pendant 30 h. Le produit séché est mélangé avec de la glace sèche dans un rapport pondéral d'environ 10/1 et micro-pulvérisé à travers un tamis de 1,5 mm. Le produit résultant est un concentrat particulière sec, non poussiéreux, contenant 65% du pigment et 16,25% de l'agent dispersant et 18,75% d'hydroxypropyl-cellulose.

On soumet le concentrat de pigment sec de cet exemple à une évaluation de ses propriétés en tant que colorant pour un véhicule pour peinture industrielle, réticulable, dispersable dans l'eau, contenant des résines acryliques et mélamines (rapport en poids 75:25), des solvants organiques, des amines stabilisantes et de l'eau. Selon cette évaluation, on prépare une peinture d'essai en agitant modérément 4,46 parties du concentrat sec selon l'exemple ci-dessus dans 22,3 parties d'eau pendant 10 mn, en ajoutant la dispersion résultante à 116,5 parties du véhicule pour peinture, en agitant de manière à mélanger la dispersion de manière uniforme dans le véhicule, en ajoutant 103 parties d'une base blanche à la peinture résultante et en agitant pendant encore 10 mn. La base blanche ajoutée à la peinture est obtenue par broyage aux boulets

de 55 parties de dioxyde de titane avec 48 parties du véhicule pour peinture pendant 72 heures puis séparation du blanc résultant des boulets. La peinture d'essai de cet exemple présente un rapport pigment/liant de 57 à 61,6 et une viscosité à la coupelle Ford N° 4 de 16 secondes et elle donne une lecture à la jauge de peinture Hegman de 7. Cette peinture est pulvérisée sur des panneaux d'acier ayant reçu une couche primaire en 3 applications séparées de manière à donner une épaisseur totale de revêtement de 0,3 mm et les panneaux enduits sont ensuite pré-cuits dans un four à 93°C pendant 5 mn puis cuits à 163°C pendant 15 mn. Les panneaux résultants présentent une surface bleue brillante et lisse. Une exposition dans un cabinet à humidité Cleveland pendant 48 h à 60°C n'altère pas les caractéristiques superficielles des panneaux.

L'évaluation ci-dessus est répétée en utilisant une peinture témoin obtenue par broyage aux boulets de 2,9 parties de bleu de phtalocyanine de cuivre (la forme séchée du gâteau au pressé de bleu de phtalocyanine de cuivre utilisé dans cet exemple) avec 119,6 parties du véhicule pour peinture pendant 65 h puis quand le moussage s'est calmé, en agitant 103 parties de la base blanche et 20,8 parties d'eau déionisée pendant 30 mn. La peinture témoin résultante présente un rapport pigment/liant de 57,9/61,6 et une viscosité à la coupelle Ford N° 4 de 18,5 secondes et il donne une lecture à la jauge de peinture Hegman de 7-¼. Les panneaux revêtus de la peinture témoin présentent une surface brillante lisse qui n'est pas altérée par le test à l'humidité Cleveland. Une comparaison visuelle des panneaux revêtus avec la peinture soumise à l'essai témoin indique que la peinture soumise à l'essai préparée à partir du concentrat de pigment selon cet exemple présente une coloration plus verte et plus propre, ayant une résistance de 20% supérieure à celle de la peinture témoin.

Quand on répète le processus de cet exemple, sauf que l'on remplace les 18,75 parties d'hydroxy-cellulose par 18,75 parties d'isooctyl-phényl-polyéthoxy-éthanol, le produit séché résultant (contenant 65% de pigment et 35% de l'agent dispersant) est une masse globulaire collante d'une forme physique inacceptable commercialement.

Quand on répète le processus selon cet exemple en remplaçant les 16,25 parties d'isooctyl phényl polyéthoxy-éthanol et les 40 parties d'eau par 16,25 parties d'hydroxy-propyl-cellulose et 450 parties d'eau, le produit résultant (contenant 65% de pigment et 35% de l'hydroxy-propyl-cellulose) est un concentrat sec poussiéreux. L'évaluation de ce concentrat en tant que colorant agitable selon la procédure précédente donne des panneaux enduits ayant une intensité de couleur au moins 15% réduite par rapport aux panneaux enduits avec la peinture contenant le concentration pigmentaire selon l'exemple.

Quand on répète le processus selon cet exemple sauf que l'on remplace les 16,25 parties d'isooctyl-phényl-polyéthoxy-éthanol et les 40 parties d'eau par 1,9 partie d'isooctyl-phényl-polyéthoxy-éthanol et 40 parties d'eau et que l'on remplace les 18,75 parties d'hydroxy-propyl-cellulose et les 30 parties d'eau par 4,7 parties d'hydroxy-propyl-cellulose et 700 parties d'eau, le produit résultant est un concentrat sec et poussiéreux contenant 93,4 parties de pigment, 1,9% de l'agent dispersant et 4,7% de l'hydroxy-propyl-cellulose. L'évaluation de ce concentrat en tant que colorant agitable pour des peintures industrielles selon le processus précédent révèle une peinture dans laquelle aucune coloration ne se développe ce qui indique que le concentrat de pigment n'était pas dispersable à l'agitation.

Exemple 2:

On répète le processus de l'exemple 1 sauf que l'on remplace les 18,75 parties d'hydroxy-propyl-cellulose par 375 parties d'une solution aqueuse à 5% d'hydroxy-éthyl-cellulose ayant un DS de 2,5 et une viscosité Brookfield de 12 à 15 centipoises (Natrosol 250

type L). Le produit résultant est un concentrat sec non poussiéreux redispersable contenant 65 parties de pigment, 16,25% de l'agent dispersant et 18,75% de l'hydroxy-éthyl-cellulose. Quand on évalue le produit en suivant le processus de l'exemple 1, la peinture d'essai présente une viscosité à la coupe Ford N° 4 de 15,5 secondes et une lecture à la jauge Hegman de 6-½. Les panneaux enduits présentent une surface brillante et lisse ne présentant pas de modification après 48 h à 60°C dans un cabinet à humidité Cleveland. La peinture d'essai contenant le concentrat de pigment selon cet exemple donne une coloration plus propre et plus verte et d'une intensité de 10 à 20% supérieure à la peinture témoin de l'exemple 1.

Exemple 3:

On répète le processus de l'exemple 2, sauf que l'on remplace l'hydroxy-éthyl-cellulose de l'exemple 2 par de l'hydroxy-propyl-méthyl-cellulose pulvérisée ayant un DS de méthoxy de 1,36 à 1,42, un MS d'hydroxy-propyle de 0,18 à 0,23 et une viscosité à 2% à 20°C de 80-120 centipoises (Methocel K). Le produit résultant est un concentrat sec non poussiéreux redispersable contenant 65% du pigment. Quand on évalue ce produit en suivant la procédure de l'exemple 1, la peinture d'essai présente une viscosité à la coupe Ford N° 4 de 18 secondes et une lecture à la jauge Hegman de 6-½. Les surfaces de panneaux sont comparables à celles de l'exemple 2. La peinture d'essai contenant le concentrat pigmentaire selon cet exemple donne une coloration plus propre et de 10-20% plus intense que celle de la peinture témoin de l'exemple 1.

Exemple 4:

226 parties d'un gâteau pressé de rouge de manganèse 2B contenant 69 parties de pigment (poids à sec), 17,25 parties d'isooctyl-phényl-polyéthoxy-éthanol comme agent dispersant et 87 parties d'eau sont introduits dans un bac en acier inoxydable équipé d'un agitateur et on agite le contenu de ce bac pendant 30 mn à 25°C jusqu'à ce que la défloculation se produise. Le pigment défloculé est ensuite envoyé à travers un homogénéiseur puis la dispersion aqueuse ainsi obtenue est agitée pendant 30 mn avec 0,3 partie d'un agent antimousse et 13,75 parties de l'hydroxy-propyl-cellulose de l'exemple 1. On fait encore passer une fois le mélange résultant à travers l'homogénéiseur puis le mélange homogénéisé est séché à l'air à 60°C pendant 24 h. Le produit séché est mélangé avec de la glace sèche dans un rapport pondéral d'environ 10/1 et le mélange est micro-pulvérisé à travers un tamis de 1,5 mm. Le produit résultant est un concentrat sec non poussiéreux contenant 69% de pigment, 17,25% d'un agent dispersant et 13,75% de l'hydroxy-propyl-cellulose.

Quand on évalue ce concentrat suivant le processus de l'exemple 1, la peinture d'essai présente une viscosité à la coupe Ford N° 4 de 20,0 secondes et une lecture à la jauge Hegman de 6-¾. Les panneaux enduits de la peinture d'essai présentent une surface rouge brillante et lisse.

On prépare une peinture témoin en suivant le processus utilisé pour la peinture témoin de l'exemple 1 sauf que l'on remplace le bleu de phtalocyanine de cuivre par du rouge de manganèse 2B (la forme séchée du gâteau pressé utilisé dans cet exemple) et que l'on poursuit le broyage pendant 80 heures. La peinture témoin présente une viscosité à la coupelle Ford N° 4 de 20,8 secondes et donne une lecture à la jauge Hegman de 7. Une comparaison visuelle des panneaux revêtus d'une peinture d'essai et témoin indique que la peinture d'essai préparée à partir du concentrat pigmentaire selon l'exemple donne une couleur beaucoup plus propre et plus bleue et qu'elle est de 10% plus intense que la coloration de la peinture témoin. Après exposition des peintures comparées pendant 48 h dans le cabinet à humidité Cleveland, la portion exposée de la peinture témoin est légèrement plus claire en nuance que la portion exposée du panneau d'essai.