



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 1101841-0 B1

(22) Data do Depósito: 07/04/2011

(45) Data de Concessão: 08/06/2021



* B R P I 1 1 0 1 8 4 1 B 1 *

(54) Título: PARTICULA OPACIFICANTE, E, COMPOSIÇÃO COMPREENDENDO PARTÍCULAS DE PIGMENTO E POLÍMERO

(51) Int.Cl.: C08K 9/06.

(30) Prioridade Unionista: 08/04/2010 US 61/342,019.

(73) Titular(es): ROHM AND HAAS COMPANY.

(72) Inventor(es): WARD THOMAS BROWN.

(57) Resumo: PARTÍCULA OPACIFICANTE, E, COMPOSIÇÃO. Uma partícula opacificante incluindo uma partícula de pigmento tendo um diâmetro de partícula médio de 0,15 micron a 1,0 micron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, a partícula de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsulada em uma casca polimérica tendo uma espessura calculada de 35 nm a 200 nm, em que a casca polimérica inclui pelo menos uma primeira fase polimérica e uma segunda fase polimérica, em que o primeiro polímero está substancialmente em contato com a superfície da partícula de pigmento fornecendo uma espessura de casca calculada de pelo menos 25 nm e em que o primeiro polímero tem um índice refrativo de pelo menos 0,03 unidades menos do que o índice refrativo do segundo polímero é fornecida como é uma composição tal como, por exemplo, um revestimento ou um plástico incluindo a partícula opacificante. Ainda fornecida é uma composição incluindo partículas de pigmento tendo um diâmetro de partícula médio de 0,15 micron a 1,0 micron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, as partículas de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsuladas em uma casca de um primeiro polímero tendo uma espessura calculada de 25 nm a 200 nm, e as partículas de pigmento encapsuladas em contato com de 10 % a 600 % em peso, com base (...).

PARTÍCULA OPACIFICANTE, E, COMPOSIÇÃO COMPREENDENDO PARTÍCULAS DE PIGMENTO E POLÍMERO

[001] Esta invenção refere-se a partículas opacificantes e composições incluindo partículas opacificantes. Mais especificamente, a invenção refere-se a uma partícula opacificante incluindo uma partícula de pigmento tendo um diâmetro de partícula médio de 0,15 micron a 1,0 micron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, a partícula de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsulada em uma casca polimérica tendo uma espessura calculada de 35 nm a 200 nm, em que a casca polimérica inclui pelo menos uma primeira fase polimérica e uma segunda fase polimérica, em que a fase de primeiro polímero está substancialmente em contato com a superfície da partícula de pigmento fornecendo uma espessura de casca calculada de pelo menos 25 nm e em que o primeiro polímero tem um índice refrativo de pelo menos 0,03 unidades menos do que o índice refrativo do segundo polímero; e composições incluindo a partícula opacificante. Também, a invenção refere-se a uma composição incluindo partículas de pigmento tendo um diâmetro de partícula médio de 0,15 micron a 1,0 micron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, as partículas de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsuladas em uma casca de um primeiro polímero tendo uma espessura calculada de 25 nm a 200 nm, com as partículas de pigmento encapsuladas em contato com de 10 % a 600 % em peso, com base no peso do primeiro polímero, segundo polímero, em que o primeiro polímero tem um índice refrativo de pelo menos 0,03 unidades menos do que o índice refrativo do segundo polímero.

[002] Pigmentos opacificantes e partículas incluindo pigmentos opacificantes fornecem brancura, e opacidade ou “ocultação”, a composições, tais como tintas, e plásticos. Tais pigmentos estão presentes na maioria dos revestimentos que são projetados para fornecer um revestimento opaco sobre e para cobrir de modo oculto uma superfície inferior ou superfície de

substrato à qual o revestimento é aplicado. Estes pigmentos também estão presentes na maioria dos plásticos que são projetados para ser totalmente ou parcialmente opacos. Em tintas e plásticos, um pigmento opacificante está presente se a tinta for branca ou colorida. É frequentemente desejável que revestimentos opacificantes, tintas, e plásticos tenham uma eficiência de opacificação alta de modo a permitir que o revestimento ou tinta completamente ocultem a superfície inferior, mesmo se ele for de uma cor contrastante, enquanto utilizando uma espessura mínima do revestimento ou tinta, ou plástico.

[003] Fabricantes de revestimento opacificante e plásticos procuraram por muito tempo formular revestimento opacificante, tintas, e plásticos tendo uma opacidade desejada maximizando-se o nível de ocultação enquanto minimizando-se a quantidade de pigmento opacificante utilizado. Sem ser ligado por uma teoria particular, acredita-se que a efetividade de opacificação é em parte uma função da diferença em índices refrativos de pigmento opacificante no revestimento ou plástico e nos componentes poliméricos do revestimento ou plástico. A eficiência de dispersão de luz mais alta ocorre quando a diferença em índices refrativos das partículas de pigmento opacificantes e dos componentes poliméricos do revestimento ou plástico são maiores, e aumentos pequenos nesta diferença de índices refrativos podem ter um efeito significativo sobre a opacidade. A opacidade de um revestimento ou plástico pode ser otimizada escolhendo-se um polímero de índice refrativo baixo, entretanto, outras propriedades do revestimento ou plástico podem ser otimizadas escolhendo-se um polímero com um índice refrativo mais alto. Por exemplo, revestimentos fabricados com TiO_2 como o pigmento e polímeros acrílicos como o aglutinante têm opacidade mais alta do que revestimentos similares que utilizam polímeros estirênicos como o aglutinante visto que poliacrilatos têm um índice refrativo mais baixo (1,48) do que o poliestireno (1,60). Entretanto, revestimentos com base em

polímeros estirênicos podem ter melhor brilho, resistência à água, ou resistência à mancha do que revestimentos similares com base em polímeros acrílicos. Nós descobrimos que utilizando-se partículas de pigmento que foram encapsuladas com uma casca, tendo uma certa espessura, polímero de índice refrativo mais baixo em um revestimento ou plástico que utiliza um polímero de índice refrativo mais alto para a maioria do material polimérico, um revestimento ou plástico que tem tanto eficiência de dispersão de luz alta quanto as propriedades desejáveis do polímero de índice refrativo alto podem ser fabricados.

[004] A Publicação de Patente Internacional Nº 2006/037161 divulgou o pigmento opacificante TiO_2 encapsulado em uma casca de polímero. O encapsulamento da casca de polímero tem duas fases, com uma fase polimérica acrílico em contato com a superfície do pigmento e uma fase de copolímero acrílico/estireno externa. Também divulgado é um revestimento fabricado de tais partículas de pigmento encapsuladas em que o polímero encapsulado é o único aglutinante no revestimento. Entretanto, a fase acrílica de índice refrativo baixo (20 nm) é muito fina e a diferença no índice refrativo entre a fase acrílica de índice refrativo baixo (1,48) e a fase polimérica acrílico/estireno de índice refrativo mais alto (1,50) é muito pequena para fornecer uma vantagem de ocultação significativa.

[005] De acordo com um primeiro aspecto da presente invenção é fornecida uma partícula opacificante compreendendo uma partícula de pigmento tendo um diâmetro de partícula médio de 0,15 micron a 1,0 micron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, a dita partícula de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsulada em uma casca polimérica tendo uma espessura calculada de 35 nm a 200 nm, em que a dita casca polimérica compreende pelo menos uma primeira fase polimérica e uma segunda fase polimérica, em que a dita fase de primeiro polímero está substancialmente em contato com a superfície da dita partícula de pigmento fornecendo uma

espessura de casca calculada de pelo menos 25 nm e em que o dito primeiro polímero tem um índice refrativo de pelo menos 0,03 unidades menos do que o índice refrativo do dito segundo polímero.

[006] De acordo com um segundo aspecto da presente invenção é fornecida uma composição compreendendo partículas de pigmento tendo um diâmetro de partícula médio de 0,15 mícron a 1,0 mícron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, as ditas partículas de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsuladas em uma casca de um primeiro polímero tendo uma espessura calculada de 25 nm a 200 nm, em que as ditas partículas de pigmento encapsuladas estão em contato com de 10 % a 600 % em peso, com base no peso do dito primeiro polímero, segundo polímero, em que o dito primeiro polímero tem um índice refrativo de pelo menos 0,03 unidades menos do que o índice refrativo do dito segundo polímero.

[007] De acordo com um terceiro aspecto da presente invenção é fornecida uma composição compreendendo partículas de pigmento tendo um diâmetro de partícula médio de 0,15 mícron a 1,0 mícron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, as ditas partículas de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsuladas em uma casca polimérica tendo uma espessura calculada de 35 nm a 200 nm, em que a dita casca polimérica compreende pelo menos uma primeira fase polimérica e uma segunda fase polimérica, em que a dita fase de primeiro polímero está substancialmente em contato com a superfície da dita partícula de pigmento fornecendo uma espessura de casca calculada de pelo menos 25 nm e em que o dito primeiro polímero tem um índice refrativo de pelo menos 0,03 unidades menos do que o índice refrativo do dito segundo polímero.

[008] A presente invenção refere-se a uma partícula opacificante que é um pigmento opacificante encapsulado no polímero. A partícula de pigmento opacificante tem um diâmetro de partícula médio de 0,15 a 1 mícron e um índice refrativo de pelo menos 1,8. Por “opacificante” aqui é

significado que a partícula engendra opacidade quando sujeita à luz de um certo comprimento de onda, não necessariamente luz visível. Por exemplo, certas nano-partículas incluídas aqui fornecem opacidade quando sujeitas à luz de comprimentos de onda mais baixos do que a faixa visível. A forma das partículas de pigmento não é importante. Formas adequadas para as partículas de pigmento incluem formas esféricas, tais como uma esfera regular, uma esfera oblata, uma esfera prolata, e uma esfera irregular; formas cúbicas tais como um cubo regular e um losango; formas semelhantes à placa incluindo uma placa plana, uma placa côncava, e uma placa convexa e formas irregulares. As partículas de pigmento tendo formas esféricas têm diâmetros médios na faixa de 150 nm a 1 micron, preferivelmente na faixa de 200 nm a 500 nm, e mais preferivelmente, na faixa de 200 nm a 350 nm. Partículas de pigmento tendo formas não esféricas preferivelmente têm diâmetros médios, definidos como sua dimensão máxima, de 150 nm a 1 micron, mais preferivelmente de 200 nm a 500 nm, e o mais preferivelmente de 200 nm a 350 nm. Os diâmetros médios das partículas de pigmento são tipicamente fornecidos por fornecedores de partícula de pigmento.

[009] As partículas de pigmento também são caracterizadas como tendo um índice refrativo [n_D (20° C)] que é pelo menos 1,8, preferivelmente pelo menos 1,9, e mais preferivelmente pelo menos 2,0. Os índices de refração para vários materiais são listados em *CRC Handbook of Chemistry and Physics*,. 80ª Edição, D. R. Lide, editor, CRC Press, Boca Raton, Florida, 1999, páginas 4-139 a 4-146.

[0010] Partículas de pigmento opacificantes adequadas incluem óxido de zinco, óxido de antimônio, óxido de zircônio, óxido de cromo, óxido de ferro, óxido chumbo, sulfeto de zinco, litopônio, e formas de dióxido de titânio tais como anatásio e rutílio. Preferivelmente, as partículas de pigmento são selecionadas de dióxido de titânio e óxido de chumbo. Mais preferivelmente, as partículas de pigmento são selecionadas de dióxido de

titânio rutílico e dióxido de titânio anatásio. O mais preferivelmente, as partículas de pigmento são dióxido de titânio rutílico. Uma composição incluindo duas formas diferentes de um material, tais como dióxido de titânio rutílico e anatásio, é considerada ter dois pigmentos diferentes.

[0011] As partículas de pigmento podem ter uma composição uniforme ou uma composição heterogênea com duas ou mais fases. Certas partículas de pigmento heterogêneas têm uma estrutura de núcleo interno e casca circundante em que um tipo de partícula de pigmento forma o núcleo e um outro tipo de partícula forma a casca. As partículas de pigmento heterogêneas de núcleo e casca incluem partículas de núcleo/casca tendo uma casca completa ou incompletamente encapsulando o núcleo; partículas de núcleo/casca tendo mais do que um núcleo; partículas bipolares; e partículas tendo domínios múltiplos de uma fase na superfície da outra fase. Partículas de pigmento, tais como dióxido de titânio, podem ter pelo menos um revestimento de um ou mais de sílica, alumina, óxido de zinco, e zircônia. Por exemplo, em certas formas de realização partículas de dióxido de titânio adequadas para o uso em revestimentos da presente invenção podem ter um revestimento de sílica e um revestimento de alumina.

[0012] As partículas de pigmento opacificantes encapsuladas no polímero da presente invenção podem ser preparadas por qualquer meio adequado incluindo mas não limitado aos processos descritos na WO 2006/037161, Patente US Nº 7579081, e Pedido Provisório US Nº 61/216.5S4. Preferivelmente as partículas de pigmento opacificantes encapsuladas no polímero da presente invenção são fabricadas por intermédio dos processos em que um ou mais estágios de polímero são polimerizados por emulsão na presença da partícula de pigmento dispersa em um meio aquoso como descrito no Pedido Provisório US Nº 61/216.584.

[0013] O pigmento opacificante encapsulado no polímero da presente invenção inclui a partícula de pigmento sendo pelo menos parcialmente

encapsulada em uma casca polimérica tendo uma espessura calculada de 35 nm a 200 nm, em que a casca polimérica inclui pelo menos uma primeira fase polimérica e uma segunda fase polimérica, em que a fase de primeiro polímero está substancialmente em contato com a superfície da partícula de pigmento fornecendo uma espessura de casca calculada de pelo menos 25 nm. A fase de primeiro polímero substancialmente inclui o primeiro polímero; a fase de segundo polímero substancialmente inclui o segundo polímero. Em um outro aspecto da presente invenção o pigmento opacificante encapsulado no polímero inclui uma casca de primeiro polímero com uma espessura de 25 nm a 200 nm que pelo menos parcialmente encapsula a partícula de pigmento. Por “pelo menos parcialmente encapsulado” aqui é significado que o primeiro polímero está em contato com pelo menos uma parte da superfície da partícula de pigmento. O grau de encapsulação da partícula de pigmento pode ser determinado usando um micrografo eletrônico. Por “X % encapsulado” aqui é significado que X % da área de superfície da partícula de pigmento está em contato com o primeiro polímero; preferivelmente mais do que 50 %, mais preferivelmente mais do que 75 %, e o mais preferivelmente 100 % da área de superfície da partícula, está em contato com o primeiro polímero. Por “está substancialmente em contato com a superfície da dita partícula de pigmento” aqui é significado que o primeiro polímero está em contato com pelo menos uma parte da superfície da partícula de pigmento. O grau de contato com a partícula de pigmento pode ser determinado usando um micrografo eletrônico. Por “X % encapsulado” aqui é significado que X % da área de superfície da partícula de pigmento está em contato com o primeiro polímero; preferivelmente mais do que 50 %, mais preferivelmente mais do que 75 %, e o mais preferivelmente 100 % da área de superfície da partícula está em contato com o primeiro polímero. A espessura calculada da casca polimérica ou da casca de primeiro polímero deve ser calculada a partir da porcentagem em peso do polímero, tal como, por

exemplo, primeiro polímero, sobre a partícula de pigmento e o diâmetro médio da partícula de pigmento, de acordo com as equações seguintes:

$$(V_{pp} + V_{fp}) / V_{pp} = ((D_{pp} + 2 \cdot ST) / D_{pp})^3$$

$$V_{pp} = 100 / DENS_{pp}$$

$$V_{fp} = 100 \cdot WP_{fp} / DENS_{fp}$$

onde ST é a espessura do primeiro polímero, D_{pp} é o diâmetro médio da partícula de pigmento, $DENS_{pp}$ é a densidade da partícula de pigmento, $DENS_{fp}$ é a densidade do primeiro polímero, e WP_{fp} é a porcentagem em peso do primeiro polímero sobre a partícula de pigmento como um decimal, isto é, se existir 50 g de primeiro polímero para cada 100 g de partículas de pigmento, então $WP_{fp} = 0,50$. A espessura do primeiro polímero pode ser de 25 nm até 200 nm; para o pigmento de TiO_2 , por exemplo, a espessura preferida da casca de primeiro polímero é tipicamente de 40 nm a 150 nm, mais preferivelmente de 60 nm a 100 nm. Onde a casca polimérica tem mais do que uma fase e algumas das fases têm índices refrativos diferentes, a(s) fase(s) de índice refrativo mais baixo deveriam ser próximas à superfície do pigmento. Neste caso, a(s) fase(s) de índice refrativo mais baixo podem ter uma espessura de pelo menos 25 nm, preferivelmente mais do que 30 nm, o mais preferivelmente mais do que 40 nm, e a diferença em índices refrativos das fases de primeiro e segundo polímero pode ser pelo menos 0,03, preferivelmente pelo menos 0,035, mais preferivelmente pelo menos 0,04, o mais preferivelmente pelo menos 0,045

[0014] Em certos aspectos da presente invenção uma composição tal como, por exemplo, um revestimento ou um plástico, inclui um segundo polímero que está presente, pelo menos em parte, dentro da casca polimérica ou presente fora das partículas opacificantes que são pelo menos parcialmente encapsuladas pelo primeiro polímero. Este segundo polímero pode estar presente de 0 % a 600 %, alternativamente de 10 % a 600 %, preferivelmente de 10 % a 200 %, mais preferivelmente de 15 % a 150 %, o mais

preferivelmente de 25 % a 125 % em peso, com base no peso do primeiro polímero. O índice refrativo do segundo polímero pode ser pelo menos 0,03, preferivelmente pelo menos 0,035, mais preferivelmente pelo menos 0,04, o mais preferivelmente pelo menos 0,045 mais alto do que o índice refrativo do primeiro polímero, ou a fase do primeiro polímero que está em contato com a superfície da partícula de pigmento no caso onde o primeiro polímero tem mais do que uma fase. Se o segundo polímero consiste em uma combinação de polímeros, e/ou partículas de polímero de fase múltipla, então o peso do segundo polímero é tomado como os pesos combinados dos segundos polímeros, e o índice refrativo do segundo polímero é tomado, como o índice refrativo da mistura dos segundos polímeros.

[0015] As partículas de pigmento encapsuladas de polímero podem ser fornecidas como uma dispersão aquosa, ou alternadamente elas podem ser fornecidas como um sólido na forma de um pó ou pelota. As partículas de pigmento encapsuladas de polímero podem ser removidas do meio aquoso de uma polimerização de emulsão por qualquer técnica apropriada incluindo, por exemplo, secagem evaporativa, secagem por pulverização, filtração, centrifugação ou coagulação. Quando as partículas de pigmento encapsuladas de polímero são fornecidas como um sólido, é preferido que a Tg do primeiro polímero, ou a Tg da fase externa do primeiro polímero no caso onde o primeiro polímero contém fases múltiplas, esteja acima da temperatura em que as partículas de pigmento encapsuladas de polímero serão armazenadas, transportadas, e opcionalmente processadas antes da aplicação final.

[0016] A composição da presente invenção incluindo o pigmento opacificante encapsulado em um primeiro polímero e encapsulado ainda em, ou na presença de, um segundo polímero é tipicamente um revestimento ou um plástico. Opcionalmente, o revestimento ou plástico também inclui um ou mais de partículas extensoras, e partículas de pigmento secundárias.

[0017] O aglutinante do revestimento ou plástico da presente

invenção é o meio contínuo contendo as partículas de pigmento encapsuladas de polímero. O aglutinante pode consistir unicamente no primeiro polímero que encapsula as partículas de pigmento, ou ele pode ser uma mistura do primeiro polímero de encapsulamento e um ou mais segundos polímeros. Tanto o primeiro polímero quanto o segundo polímero são independentemente, alternativamente um homopolímero, um copolímero, um polímero de rede interpenetrante, e uma combinação de dois ou mais polímeros ou copolímeros. Segundos polímeros adequados incluem (co)polímeros acrílicos, polímeros de acetato de vinila, copolímeros de vinil/acrílicos, copolímeros de estireno/acrílicos, poliestirenos, poliuretanos, poliuréias, poliepóxidos, cloretos de polivinila, polímeros de etileno/acetato de vinila, polímeros de estireno/butadieno, de polímeros de poliéster, poliéteres, e semelhantes, e misturas destes, dado que o segundo polímero deve ter um índice refrativo de pelo menos 0,03 mais alto do que aquele do primeiro polímero que encapsula as partículas de pigmento.

[0018] Os primeiro polímeros e segundos polímeros que formam o aglutinante tipicamente têm temperaturas de transição vítrea na faixa de -60° C a 150° C, como calculado pela equação de Fox [*Bulletin of the American Physical Society* 1, 3 Página 123 (1956)]. A composição de revestimento ou plástica opcionalmente contém coalescentes ou plastificantes para fornecer os polímeros com temperaturas de formação de película eficazes em ou abaixo da temperatura em que o revestimento é aplicado ou curado; ou a parte plástica é formada. O nível de coalescente opcional está tipicamente na faixa de 0 a 40 % em peso, com base no peso dos sólidos de polímero.

[0019] O revestimento ou plástico desta invenção opcionalmente contém partículas extensoras. As partículas extensoras não significativamente dispersão a luz. Partículas extensoras aqui têm um índice refrativo de menos do que 1,8 e tipicamente maior do que ou igual a 1,3. Partículas extensoras adequadas incluem carbonato de cálcio, sulfato de cálcio, sulfato de bário,

mica, argila, argila calcinada, feldspato, nefelina, sienita, volastonita, terra diatomácea, silicatos de alumina, partículas de polímero que não de formação de película, óxido de alumínio, sílica e talco. Outros exemplos de extensores incluem extensores de pérola sólida, também conhecidos na técnica como pigmentos de pérola sólida, tais como pérolas de poliestireno e cloreto de polivinila.

[0020] O revestimento ou plástico desta invenção opcionalmente contém partículas de pigmento secundárias. As partículas de pigmento secundárias têm um índice refrativo menor do que o índice refrativo da matriz de polímero. Partículas de pigmento secundárias incluem partículas de pigmento contendo vazios de ar, tais como partículas de polímero contendo vazios de ar. O vazio de ar é caracterizado como tendo um índice refrativo próximo a ou igual a 1. Partículas de pigmento secundárias incluindo pigmentos de microesfera tais como partículas de polímero contendo um ou mais vazios e partículas de polímero vesiculadas são divulgados na Patente U.S. 4.427.835; Patente U.S. 4.920.160; Patente U.S. 4.594.363; Patente U.S. 4.469.825; Patente U.S. 4.468.498; Patente U.S. 4.880.842; Patente U.S. 4.985.064; Patente U.S. 5.157.084; Patente U.S. 5.041.464; Patente U.S. 5.036.109; Patente U.S. 5.409.776; e Patente U.S. 5.510.422.

[0021] O revestimento ou plástico desta invenção tipicamente inclui de 1 % a 50 %, preferivelmente de 3 % a 30 %, mais preferivelmente de 4 % a 25 %, ainda mais preferivelmente de 8 % a 20 % e o mais preferivelmente de 10 % a 16 %, em volume de partículas de pigmento na forma de partículas de pigmento encapsuladas de polímero, com base no volume total do revestimento ou plástico.

[0022] A composição de revestimento da presente invenção opcionalmente também pode incluir outros materiais comumente encontrados em revestimentos tais como agentes de umectação, anti-espumantes, modificadores de reologia, reticuladores, corantes, perolizantes, promotores

de adesão, dispersantes, agentes de nivelamento, abrillantadores ópticos, estabilizadores ultravioletas, preservantes, biocidas e antioxidantes.

[0023] Exemplos de “revestimentos” aqui incluem tintas, revestimentos de papel; revestimentos arquiteturais, tais como tintas domésticas para interior e exterior, revestimentos de madeira e revestimentos de metal; revestimentos para couro; revestimentos e saturantes para tecidos e não tecidos; adesivos; revestimentos em pó; e tintas de tráfego tais como aquelas tintas usadas para marcar rodovias, pavimentações, e pistas de decolagem. Revestimentos líquidos podem ser à base de água ou solvente. Quando o revestimento é um revestimento em pó, é preferido que a Tg do primeiro polímero, ou a Tg da fase externa da casca polimérica no caso onde a casca polimérica contém fases múltiplas, e a Tg do segundo polímero está acima da temperatura em que o revestimento será armazenado, transportado, e opcionalmente processado antes da aplicação final. Quando o revestimento é um revestimento à base de solvente, é preferido que o primeiro polímero das partículas de pigmento encapsuladas de polímero não seja substancialmente solúvel no solvente ou mistura de solventes utilizados no revestimento.

[0024] Os exemplos que seguem ilustram os aspectos da presente invenção.

Abreviações:

BA = Acrilato de butila

MMA = Metacrilato de metila

ALMA = Metacrilato de alila

STY = Estireno

MAA = Ácido metacrílico glacial

g = gramas

mm = milímetros

cm = centímetros

mil = 0,001 polegada

Medição da Ocultação (Opacidade) dos revestimentos. Duas películas finas foram esboçadas em dois gráficos de liberação de preto (Leneta # RC-BC) usando uma barra Bird de 1,5 mil (BYK-Gardner; Columbia, MD). Uma película espessa foi esboçada em um gráfico de esfregação de vinil preto (Lenta # P121010N) usando uma barra com uma abertura de 25 mil. As películas foram secas durante a noite na temperatura ambiente e umidade relativa. Duas áreas retangulares de 8,3 cm por 10,2 cm foram inscritas em cada película fina usando uma lâmina de barbear. A refletância Y das películas secas foi medida por um refletômetro, Microlight (BYK-Gardner; Columbia, MD); para as películas finas a refletância Y média foi determinada para cada uma das quatro áreas retangulares inscritas, que depois foram descascadas dos gráficos e pesadas a 0,0001 g. O coeficiente de dispersão de Kubelka-Munk S/mil depois foi calculado para cada área retangular inscrita pela equação: $S/\text{mil} = X^{-1} * (Y_{\infty} / (1 - Y_{\infty}^2)) * \ln((1 - Y * Y_{\infty}) / (1 - Y / Y_{\infty}))$

onde X é a espessura da película seca em mils, Y_{∞} , é a refletância Y da película espessa, Y é a refletância Y média da área retangular inscrita da película fina, e

$$X = 1000 * W / (\rho * 8,3 * 10,2 * 2,54)$$

onde W é o peso da área retangular inscrita em g e ρ é a densidade seca da película em g/cm^3 . A média S/mil para um revestimento é a média dos valores de S/mil medida para as quatro áreas retangulares inscritas. A média S/mil é considerada exata (um desvio padrão) para $\pm 1,5 \%$.

EXEMPLOS 1 a 5 e EXEMPLO COMPARATIVO A.

Preparação e avaliação de composições de revestimento

[0025] Os revestimentos foram preparados usando os polímeros indicados na Tabela 1.1. Os revestimentos foram todos 5PVC usando Ti-PureTm R-706, isto é, 5 % em volume de partículas de pigmento na forma de partículas de pigmento encapsuladas de polímero, com base no volume total

do revestimento seco.

[0026] A fase 1 da casca polimérica pelo menos parcialmente encapsulando o dióxido de titânio foi 59,2 BA/39,3 MMA/1 MAA/0,5 ALMA (Índice refrativo = 1,48)

[0027] A fase 2 da casca polimérica substancialmente externa à fase 1 foi 60 BA/39 Sty/1 MAA (Índice refrativo = 1,53)

[0028] O segundo polímero foi 48 BA/50 Sty/2 MAA RI = 1,54

Tabela 1.1 Composições e Avaliação da Ocultação

Exemplo	Polímero de Encapsulação - Espessura da casca de Fase 1	Polímero de Encapsulação - Espessura da casca de Fase 2	% em peso do segundo polímero (com base em peso do primeiro polímero)	Ocultação - S/mil
1	28 nm	55 nm	474	2,35
2	39 nm	43 nm	477	2,45
3	49 nm	34 nm	452	2,52
4	53 nm	23 nm	493	2,51
5	78 nm	0 nm	481	2,56
Ex. Comp. A			Segundo polímero apenas	2,37

[0029] As composições de revestimento da invenção, Exemplos 2 a 5 exibem polímero de encapsulação ausente do Exemplo Comparativo A de ocultação substancialmente maior enquanto o Exemplo 1 está dentro do erro experimental equivalente ao Exemplo Comparativo A.

EXEMPLOS 6 a 10 e EXEMPLO COMPARATIVO B.

Preparação e avaliação das composições de revestimento

[0030] Os revestimentos foram preparados usando os polímeros indicados na Tabela 6.1. Os revestimentos foram todos 16PVC usando Ti-Pure[™] R-706, isto é, 16 % em volume de partículas de pigmento na forma de partículas de pigmento encapsuladas de polímero, com base no volume total do revestimento seco.

[0031] A Fase 1 da casca polimérica pelo menos parcialmente encapsulando o dióxido de titânio foi 59,2 BA/39,3 MMA/1 MAA/0,5 ALMA (Índice refrativo = 1,48)

[0032] A Fase 2 da casca polimérica substancialmente externa à Fase 1 foi 60 BA/39 Sty/1 MAA (Índice refrativo = 1,53)

[0033] O segundo polímero foi 48 BA/50 Sty/2 MAA RI = 1,54

Tabela 6.1 Revestimentos e Avaliação da Ocultação

Exemplo	Polímero de Encapsulação - Espessura da casca de Fase 1	Polímero de Encapsulação - Espessura da casca de Fase 2	% em peso do segundo polímero (com base no peso do primeiro polímero)	Ocultação - S/mil
Ex. Comp. B	0 nm	80 nm	59 (com base no peso da Fase 2)	6,15
6	28 nm	55 nm	59	6,46
7	39 nm	43 nm	59	6,98
8	49 nm	34 nm	52	7,26
9	53 nm	23 nm	64	7,10
10	78 nm	0	62	7,60

[0034] As composições de revestimento da invenção, Exemplos 6 a 10 exibem ocultação significativamente maior em relação àquela do Exemplo Comparativo B ausente em fase de índice refrativo mais baixo pelo menos parcialmente encapsulando TiO₂.

REIVINDICAÇÕES

1. Partícula opacificante, caracterizada pelo fato de que compreende uma partícula de pigmento tendo um diâmetro de partícula médio de 0,15 micron a 1,0 micron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, a dita partícula de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsulada em uma casca polimérica tendo uma espessura calculada de 35 nm a 200 nm, em que a dita casca polimérica compreende pelo menos uma primeira fase polimérica e uma segunda fase polimérica, em que o dito primeiro polímero está substancialmente em contato com a superfície da dita partícula de pigmento fornecendo uma espessura de casca calculada de pelo menos 25 nm e em que o dito primeiro polímero tem um índice refrativo de pelo menos 0,03 unidades menos do que o índice refrativo do dito segundo polímero.

2. Composição compreendendo partículas de pigmento e polímero, caracterizada pelo fato de que as partículas de pigmento têm um diâmetro de partícula médio de 0,15 micron a 1,0 micron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, as ditas partículas de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsuladas em uma casca de um primeiro polímero tendo uma espessura calculada de 25 nm a 200 nm para formar partículas de pigmento encapsuladas, e as ditas partículas de pigmento encapsuladas em contato com de 10% a 600% em peso, com base no peso do dito primeiro polímero, de um segundo polímero, em que o dito primeiro polímero tem um índice refrativo, de pelo menos 0,03 unidades menos do que o índice refrativo do dito segundo polímero.

3. Composição, de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que as ditas partículas de pigmento estão presentes em uma quantidade de 4% a 25% em volume de partículas de pigmento na forma das ditas partículas de pigmento encapsuladas, com base no volume total do revestimento seco.

4. Composição compreendendo partículas de pigmento e

polímero, caracterizada pelo fato de que as partículas de pigmento têm um diâmetro de partícula médio de 0,15 micron a 1,0 micron e um índice refrativo de pelo menos 1,8, as ditas partículas de pigmento sendo pelo menos parcialmente encapsuladas em uma casca polimérica tendo uma espessura calculada de 35 nm a 200 nm, em que a dita casca polimérica compreende pelo menos uma primeira fase polimérica e uma segunda fase polimérica, em que o dito primeiro polímero está substancialmente em contato com a superfície da dita partícula de pigmento fornecendo uma espessura de casca calculada de pelo menos 25 nm e em que o dito primeiro polímero tem um índice refrativo de pelo menos 0,03 unidades menos do que o índice refrativo do dito segundo polímero.

5. Composição, de acordo com a reivindicação 4, caracterizada pelo fato de que as ditas partículas de pigmento estão presentes em uma quantidade de 4% a 25% em volume de partículas de pigmento na forma das ditas partículas de pigmento encapsuladas, com base no volume total do revestimento seco.