

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 946 768**

51 Int. Cl.:

**C09D 5/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.02.2015 PCT/US2015/014447**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.08.2015 WO15120042**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.02.2015 E 15706576 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2023 EP 3102640**

54 Título: **Composiciones y métodos de recubrimientos para amortiguar el sonido y las vibraciones y para la resistencia al agua**

30 Prioridad:

**04.02.2014 US 201414172066**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**25.07.2023**

73 Titular/es:

**PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (100.0%)  
3800 West 143rd Street  
Cleveland, OH 44111, US**

72 Inventor/es:

**BOWLES, STEVEN E.;  
CHAO, TIEN-CHIEH;  
DESAI, UMESH C. y  
MAS, MERCE**

74 Agente/Representante:

**FERNÁNDEZ POU, Felipe**

**ES 2 946 768 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Composiciones y métodos de recubrimientos para amortiguar el sonido y las vibraciones y para la resistencia al agua

5  
Campo

La presente invención se refiere a composiciones de recubrimiento que proporcionan resistencia al agua y son adecuadas para amortiguar el sonido y las vibraciones.

10  
Antecedentes de la invención

Típicamente, los parches precortados a base de caucho o asfalto se usan para revestir pisos, capós y puertas de automóviles para amortiguar o reducir el ruido y las vibraciones de la carretera y del motor, al evitar que penetren en el compartimiento de pasajeros del vehículo motorizado. Los recubrimientos pulverizables que pueden aplicarse mediante robótica son convenientes para proporcionar ahorros en costes y mano de obra, inventarios de partes reducidas y flexibilidad en las especificaciones de diseño para las propiedades de amortiguamiento.

15  
20  
25  
Generalmente, cualquier recubrimiento que contiene un componente volátil tal como el agua debe sufrir una disminución de volumen a medida que el componente volátil se evapora de la superficie del recubrimiento. A medida que el componente volátil abandona el recubrimiento, las fuerzas de contracción actúan para estirar el recubrimiento hacia dentro en todas las direcciones. Sin embargo, sin pretender limitarse a ninguna teoría, se cree que, si el recubrimiento tiene suficiente resistencia cohesiva, el recubrimiento se contraerá en una sola dimensión, es decir, el grosor del recubrimiento disminuirá mientras el recubrimiento resiste la contracción en cualquier dirección paralela a la superficie del sustrato. Al contrario, si un recubrimiento carece de la resistencia cohesiva suficiente para resistir la contracción paralela a la superficie del sustrato, las fuerzas de contracción causarán que el recubrimiento se rompa en pequeños segmentos planos que se separan por vacíos lineales continuos. Este defecto de la superficie se denomina comúnmente como "agrietamiento".

30  
Además, la exposición de los recubrimientos al agua puede causar daños al recubrimiento y la absorción de agua que puede aumentar el peso del recubrimiento.

35  
40  
45  
El documento KR 2009 0127497 A se refiere a una composición para el tratamiento de superficies metálicas y se proporciona una composición para el tratamiento de superficies metálicas a base de agua para garantizar una excelente estabilidad de la solución, resistencia química y lubricación, y para impartir una excelente resistencia a la corrosión, resistencia a la abrasión y propiedades del recubrimiento en polvo. El documento CN 103 525 235 A se refiere a un nanorrecostrimiento anticorrosivo y anticorrosivo acuoso y un método para la preparación del mismo. El documento WO 01/90264 A1 proporciona composiciones de recubrimiento que incluyen dispersiones acuosas de micropartículas poliméricas preparadas a partir de materiales funcionales de nitrilo, carbamato y amida, acrilatos de polioxialquileño y/o materiales funcionales hidroxilo, que son útiles para aplicaciones de insonorización. El documento US 2004/211934 A1 se refiere a la presencia de microesferas expandibles en una composición de recubrimiento acuosa que comprende de al menos un polímero disperso y al menos un relleno inorgánico que ayuda a mejorar la apariencia y/o las propiedades de amortiguamiento de sonido del recubrimiento obtenido al calentar la composición de recubrimiento acuosa después que ha sido aplicado a una superficie del sustrato. El documento EP 1 369 434 A1 se refiere a surfactantes reactivos que contienen un grupo hidrocarburo alifático ramificado, un grupo hidrocarburo alifático secundario o un grupo acilo alifático ramificado, y también a sus aplicaciones específicas.

## Resumen

50  
Se proporciona una composición de recubrimiento para amortiguar el sonido y las vibraciones, la composición de recubrimiento que comprende: (a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que comprenden un surfactante no migratorio que comprende un éster de fosfonato; y (b) un material de relleno que comprende de 40 % a 80 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento.

55  
Se proporciona un recubrimiento, el recubrimiento que comprende: (a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que comprenden un surfactante no migratorio que comprende un éster de fosfonato; y (b) un material de relleno que comprende de 40 % a 80 % en peso en base al peso total de la composición.

60  
Se proporciona un método para amortiguar el sonido y las vibraciones a través de un sustrato, el método que comprende: (a) aplicar al sustrato una composición de recubrimiento que comprende una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparadas a partir de componentes que comprenden un surfactante no migratorio que comprende un éster de fosfonato; y un material de relleno que comprende de 40 % a 80 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento; y (b) secar al menos parcialmente la composición de recubrimiento.

65

## Descripción detallada

- 5 Como se usa en la presente descripción, a menos que se especifique expresamente de cualquier otra manera, todos los números tal como los que expresan valores, intervalos, cantidades o porcentaje pueden leerse como si estuvieran precedidos por la palabra "aproximadamente", incluso si el término no aparece expresamente. También se entiende que un término plural puede abarcar su contraparte singular y viceversa. El plural abarca el singular y viceversa. Por ejemplo, aunque en la presente descripción se hace referencia a "una" dispersión acuosa, "un" surfactante no migratorio, "un éster de fosfonato" y "un" material de relleno, puede usarse una combinación (una pluralidad) de estos componentes en la presente invención.
- 10 Como se usa en la presente descripción, "incluye" y términos similares significa "que incluyen, sin limitación".
- 15 Cuando se hace referencia a cualquier intervalo numérico de valores, se entiende que tales intervalos incluyen todos y cada uno de los números y/o fracciones entre el mínimo y el máximo del intervalo indicado.
- 20 Como se usa en la presente descripción, a menos que se indique de cualquier otra manera, el término "sustancialmente libre" significa que un material particular no se añade a propósito a una composición, y solo está presente en cantidades trazas o como una impureza. Como se usa en la presente descripción, a menos que se indique de cualquier otra manera, el término "completamente libre" significa que una composición no comprende un material particular. Es decir, la composición comprende 0 por ciento en peso de tal material.
- 25 Como se usa en la presente descripción, el término "dispersión acuosa" significa que las micropartículas son capaces de distribuirse en el agua como partículas finamente divididas, tal como un látex. Ver Hawley's Condensed Chemical Dictionary, (12ª Edición. 1993) en la página 435, que se incorpora en la presente descripción como referencia. La uniformidad de la dispersión puede aumentarse mediante la adición de agentes humectantes, dispersantes o emulsionantes (surfactantes), que se discuten más abajo.
- 30 Como se usa en la presente descripción, el término "polímero" se refiere a prepolímeros, oligómeros y tanto homopolímeros como copolímeros; el prefijo "poli" se refiere a dos o más.
- 35 Como se usa en la presente descripción, los términos "sobre", "aplicado sobre/sobre", "formado sobre", "depositado sobre" significan formado, superpuesto, depositado, o proporcionado sobre la superficie, pero no necesariamente en contacto con ella. Por ejemplo, una capa de recubrimiento "formada sobre" un sustrato no impide la presencia de una o más capas de recubrimiento adicionales de igual o diferente composición situadas entre la capa de recubrimiento formada y el sustrato.
- 40 Como se usa en la presente descripción, el término "surfactante no migratorio" significa que el surfactante contiene un grupo funcional que se enlaza covalentemente a la nanopartícula polimérica y ayuda a estabilizar la micropartícula polimérica en el medio acuoso.
- 45 Como se usa en la presente descripción, el término "surfactante migratorio" significa que el surfactante no contiene un grupo funcional polimerizable y estabiliza la micropartícula polimérica en el medio acuoso mediante interacciones de no enlace.
- 50 La temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) ( $^{\circ}\text{C}$ ) se determina mediante el uso de un calorímetro diferencial de barrido (DSC), por ejemplo, un calorímetro diferencial de barrido Perkin Elmer Serie 7, mediante el uso de un intervalo de temperatura de  $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  y una velocidad de barrido de  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  por minuto.
- 55 Se proporciona una composición de recubrimiento para amortiguar el sonido y las vibraciones que comprende (a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparadas a partir de componentes que comprenden un surfactante no migratorio que comprende un éster de fosfonato; y (b) un material de relleno que comprende de 40 % a 80 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento.
- 60 En modalidades, las micropartículas poliméricas pueden ser termoplásticas, aunque las micropartículas poliméricas pueden incluir una funcionalidad que permitiría la reticulación con agentes de reticulación adecuados tales como aminoplastos y poliisocianatos. Las micropartículas poliméricas son esencialmente hidrófobas, pero tienen cierto carácter hidrófilo para permitir la dispersión en agua.
- 65 Las micropartículas poliméricas pueden prepararse a partir de componentes que comprenden un surfactante no migratorio que comprende un éster de fosfonato. Como se usa en la presente descripción, el término "éster de fosfonato" incluye ésteres de fosfonato, diésteres de fosfonato, monoésteres de fosfonato, ácidos fosfónicos, sales de fosfato, o sus combinaciones. En los ejemplos, el éster de fosfonato puede ser fosfato de vinilo, fosfato etoxilado de alcohol oleílico (nombre comercial: Maxemul 6106 y 6112, Sinonate 1204P de Sino-Japan Chemicals, MaxChem WA-7394 de PCC-Chemax y Phosphetal OAX de Zschimmer & Schwatz, Inc, o sus combinaciones. En modalidades, el surfactante no migratorio que comprende además una cadena de poliéter de varias longitudes de 1 a 40 unidades repetidas de etilenoxi o propiloxi. El éster de fosfonato puede comprender generalmente de 0,5 % a 4,5 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas, tal como 1 % a 2,5 % en peso.

En modalidades, en lugar de o además de los ésteres de fosfonato discutidos anteriormente, las micropartículas poliméricas pueden prepararse a partir de componentes que comprenden un surfactante no migratorio que comprende una cadena de alquilo lineal o ramificada que contiene de 8 a 22 carbonos y al menos un grupo funcional reactivo al acrilato, tal como, por ejemplo, un grupo monómero (met)acrílico, alquil (met)acrílico, vinílico, estirénico, o sus combinaciones. Un ejemplo de tal componente puede ser fosfato etoxilado de alcohol oleico.

En modalidades, además de los surfactante no migratorio discutidos anteriormente, las micropartículas poliméricas pueden prepararse a partir de componentes que comprenden un surfactante migratorio. El surfactante migratorio puede ser iónico o no iónico. Los ejemplos del surfactante migratorio incluyen bis(2-etilhexil)sulfosuccinato de sodio, sal de amonio de alcohol sulfatado etoxilado, nonoxinol-4-sulfato de amonio y etoxilato de nonilfenol, o sus combinaciones. El surfactante migratorio puede comprender generalmente de 0,1 % a 1 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas, tal como de 0,25 % a 0,5 % en peso. En otras modalidades, además de los surfactante no migratorio discutidos anteriormente, las micropartículas poliméricas pueden prepararse a partir de componentes que comprenden uno o más materiales de nitrilo, tales como acrilonitrilo, metacrilonitrilo, macromonómeros, copolímeros, ésteres de los mismos, cauchos de nitrilo y sus mezclas. Los materiales de nitrilo útiles también incluyen polímeros que incluyen grupos tanto vinilo como nitrilo. También son útiles los productos de transesterificación de ácido cianoacético con materiales funcionales hidroxilo. El material funcional de nitrilo comprende generalmente de 1 % a 95 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas, tal como de 15 % a 40 % en peso.

En otras modalidades, además de los surfactante no migratorio discutidos anteriormente, las micropartículas poliméricas pueden prepararse a partir de componentes que comprenden uno o más materiales funcionales de amida, tales como (met)acrilamidas o n-butoximetacrilamida y polímeros y copolímeros de los mismos presentes en cantidades similares a los materiales de nitrilo discutidos anteriormente. El material funcional de amida comprende generalmente de 1 % a 95 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas, tal como de 15 % a 40 % en peso.

En otras modalidades, además de los surfactantes no migratorios discutidos anteriormente, los materiales funcionales carbamato pueden incluirse en las micropartículas poliméricas, por ejemplo mediante copolimerización del surfactante no migratorio con un monómero vinílico con funcionalidad carbamato, tal como un éster alquílico con funcionalidad carbamato de ácido metacrílico, o mediante reacción de un polímero acrílico con función hidroxilo con un material funcional de carbamato de bajo peso molecular, tal como el que puede derivarse de un alcohol o glicol éter, mediante una reacción de transcarbamoilación. Otros monómeros con funcionalidad carbamato útiles se describen en las patentes de Estados Unidos núm. 5,098,947, que se incorpora en la presente descripción como referencia. El material funcional de carbamato generalmente comprende de 1 % a 95 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas, tal como de 15 % a 40 % en peso.

En otras modalidades, los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas pueden comprender además uno o más acrilatos de polioxialquileno que pueden reducir el agrietamiento en la composición de recubrimiento. Generalmente, el acrilato de polioxialquileno comprende una cadena principal de unidades de alquilenglicol que se repiten. El acrilato de polioxialquileno puede terminar en un extremo con un grupo acrilato y en el otro extremo con un grupo alcoxi que contiene de 1 a 6 átomos de carbono. El acrilato de polioxialquileno puede comprender además uno o más grupos funcionales colgantes tales como hidroxilo, amido, carboxi, carbamato, urea, mercapto o uretano. El acrilato de polioxialquileno puede tener uno o más grupos alcoxi terminales tales como grupos metoxi, grupos etoxi, grupos butoxi, grupos pentoxi y grupos hexoxi.

Los ejemplos no limitantes de acrilatos de polioxialquileno adecuados incluyen acrilatos de alcoxipolioxietileno, metacrilatos de alcoxipolioxietileno, acrilatos de alcoxipolioxipropileno, metacrilatos de alcoxipolioxipropileno, acrilatos de alcoxipolioxietileno, metacrilatos de alcoxipolioxietileno, acrilatos de alcoxipolioxibutileno, metacrilatos de alcoxipolioxibutileno, copolímeros y sus mezclas. En una modalidad, el acrilato de polioxialquileno puede ser metacrilato de metoxipolioxietileno (también conocido como metacrilato de metoxipolietilenglicol). En otra modalidad, el metacrilato de metoxipolietilenglicol puede ser MA-550, que está disponible comercialmente en La Porte Chemicals, Houston, Texas.

El acrilato de polioxialquileno puede comprender de 1 % a 99 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas, tal como de 1 % a 20 % en peso, tal como de 3 % a 7 % en peso.

Los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas pueden comprender además uno o más monómeros etilénicamente insaturados copolimerizables que son químicamente diferentes de los acrilatos de polioxialquileno y materiales funcionales nitrilo, es decir, tienen al menos un elemento o cantidad de un elemento que es diferente de los acrilatos de polioxialquileno y materiales funcionales nitrilo, polímeros con funcionalidad amida y materiales funcionales de carbamato. Las micropartículas poliméricas pueden ser autorreticulantes, por ejemplo, formar las micropartículas poliméricas a partir de monómeros acrílicos capaces de reticularse internamente

tales como n-alcoxiacrilamida, o reticularse por reacción con materiales reticulantes adecuados incluidos en la composición formadora de película. Las micropartículas poliméricas pueden ser catiónicas, aniónicas o no iónicas.

5 Los ejemplos no limitantes de monómeros de ácido carboxílico etilénicamente insaturados útiles incluyen ácido (met)acrílico, ácido acriloxipropiónico, ácido crotónico, ácido fumárico, ésteres monoalquílicos de ácido fumárico, ácido maleico, ésteres monoalquílicos de ácido maleico, ácido itacónico, ésteres monoalquílicos de ácido itacónico y sus mezclas.

10 Los ejemplos no limitantes de otros monómeros vinílicos etilénicamente insaturados útiles incluyen ésteres alquílicos de ácidos acrílico y metacrílico, tales como acrilato de metilo, acrilato de etilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, acrilato de butilo, metacrilato de butilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de 2-etilhexilo, acrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de hidroxipropilo, dimetacrilato de etilenglicol, metacrilato de isobornilo y metacrilato de laurilo; vinílicos aromáticos tales como estireno y viniltolueno; acrilamidas tales como N-butoximetilacrilamida; acrilonitrilos; ésteres dialquílicos de ácidos maleico y fumárico; haluros de vinilo y vinilideno; acetato de vinilo; éteres de vinilo; éteres de alilo; alcoholes alílicos; sus derivados y sus mezclas.

15 Generalmente, los monómeros etilénicamente insaturados pueden comprender de 1 % a 85 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas, tal como de 40 % a 80 % en peso, tal como de 50 % a 70 % en peso. En una modalidad, el monómero etilénicamente insaturado comprende menos del 30 % en peso de estireno en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas, tal como de 1 % a 25 % en peso, tal como de 5 % a 20 % en peso. En algunas modalidades, la composición de recubrimiento puede estar sustancialmente libre de estireno. En algunas modalidades, la composición de recubrimiento puede estar completamente libre de estireno.

25 Las micropartículas poliméricas pueden incluir grupos funcionales hidroxilo, que a menudo se incorporan al polímero al incluir uno o más monómeros funcionales hidroxilo en los reactivos usados para producir el copolímero. Los monómeros con funcionalidad hidroxilo útiles incluyen acrilatos y metacrilatos de hidroxialquilo, tales como aquellos que tienen de 2 a 6 átomos de carbono en el grupo hidroxialquilo, tales como acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, acrilato de 4-hidroxibutilo, aductos con funcionalidad hidroxilo de caprolactona y acrilatos de hidroxialquilo, y los metacrilatos correspondientes. La inclusión de materiales funcionales hidroxilo en los componentes de micropartículas de polímero puede proporcionar un secado rápido en condiciones ambientales (25 °C y presión atmosférica).

30 Los grupos funcionales de uretano pueden incluirse en las micropartículas poliméricas mediante copolimerización de los monómeros con un monómero con funcionalidad de uretano tal como el producto de la reacción de un isocianato etilénicamente insaturado con un alcohol.

35 Los grupos funcionales de urea pueden incluirse en las micropartículas poliméricas mediante copolimerización de los monómeros con un monómero funcional de urea tal como (met)acrilato de hidroxietilurea.

40 Los grupos funcionales ureido pueden incluirse en las micropartículas poliméricas mediante copolimerización de los monómeros con un monómero funcional ureido tal como (met)acrilatos de etilimidazolidona y (met)acriamidas de etilimidazolidona. Los materiales funcionales ureido útiles incluyen los monómeros con funcionalidad ureido NORSOCRYL (que también pueden contener otros monómeros de acrilato) que están disponibles comercialmente en Elf Atochem.

45 En una modalidad, las micropartículas poliméricas tienen una temperatura de transición vítrea de -20 °C a +60 °C y se preparan a partir de un surfactante no migratorio preparado a partir de un éster de fosfonato y, en modalidades, un material funcional reactivo al acrilato, tal como Maxemul 6106 y Sinonate 1204P. La cantidad de materiales de éster de fosfonato y materiales funcionales reactivos al acrilato puede variar de 0,5 % a 4,5 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas, tal como de 1,2 % a 2,5 % en peso.

50 En otra modalidad, las micropartículas poliméricas tienen una temperatura de transición vítrea mayor que -10 °C y se preparan a partir de uno o más materiales funcionales nitrilo y uno o más materiales funcionales hidroxilo, tales como acrilonitrilo y metacrilato de hidroxietilo. La relación en peso de material funcional nitrilo a material funcional hidroxilo puede variar de 5:95 a 95:5, tal como de 10:3 a 10:4.

55 En una modalidad alternativa, las micropartículas poliméricas acrílicas que tienen una temperatura de transición vítrea mayor que +10 °C, tal como mayor que +20 °C, se preparan a partir de uno o más materiales funcionales hidroxilo tales como metacrilato de hidroxietilo; uno o más materiales funcionales ácidos tales como ácido (met)acrílico; y uno o más monómeros de acrilato tales como acrilato de butilo y metacrilato de metilo. Estas micropartículas poliméricas acrílicas pueden ser generalmente uniformes, es decir, no del tipo núcleo-envoltura. En esta modalidad, la cantidad de materiales funcionales hidroxilo usados para preparar las micropartículas pueden variar de 1 % a 25 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas; la cantidad de materiales funcionales ácidos puede variar de 0,1 % a 10 % en peso en base al peso

monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas; y la cantidad de monómeros de acrilato puede variar de 65 % a 98,9 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas. Otros componentes que son útiles en la formación de micropartículas poliméricas incluyen poliésteres, surfactantes, iniciadores, agentes de transferencia de cadena y solventes. Los poliésteres adecuados incluyen poliésteres etilénicamente insaturados con funcionalidad hidroxil. Los surfactantes útiles incluyen laurilsulfato de sodio. Los ejemplos de agentes de transferencia de cadena útiles incluyen mercaptanos de alquilo terciario, mercaptoetanol, etanol e isopropanol. Los solventes adecuados incluyen éter butílico de dipropilenglicol, éter metílico de propilenglicol y xileno.

Los componentes de las micropartículas poliméricas pueden estar presentes como una mezcla o pueden ser producto de la reacción de polimerización de los componentes. Los métodos para la polimerización de monómeros acrílicos consigo mismos y/u otros monómeros polimerizables por adición y polímeros preformados se conocen bien por los expertos en la técnica de los polímeros y no se cree que sea necesaria una discusión adicional de los mismos en vista de la presente descripción. Por ejemplo, la polimerización del monómero acrílico puede llevarse a cabo en una solución de solvente orgánico o acuoso tal como xileno, en emulsión, o en dispersión acuosa. Ver Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, (1963) vol. 1 en la página 305. El polímero acrílico puede prepararse mediante polimerización en emulsión. La polimerización puede efectuarse por medio de un sistema iniciador adecuado.

El peso molecular promedio en número ( $M_n$ ) de las micropartículas poliméricas puede variar de 1000 gramos por mol y 50 000 gramos por mol, tal como de 2000 gramos por mol a 15 000 gramos por mol, según se determina mediante cromatografía de filtración en gel mediante el uso de un estándar de poliestireno. El peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) de las micropartículas poliméricas puede variar de 50 000 gramos por mol a 500 000 gramos por mol, tal como 110 000 gramos por mol a 190 000 gramos por mol, según se determina mediante cromatografía de filtración en gel mediante el uso de un estándar de poliestireno en tetrahidrofurano (THF). La temperatura de transición vítrea de las micropartículas poliméricas puede variar de -50 °C a +120 °C, tal como de -20 °C a +60 °C, de 0 °C a +50 °C.

Los grupos funcionales ácidos pueden neutralizarse mediante el uso de aminas tales como dimetiletanolamina, amoniaco, trietanolamina, dimetiletiletanolamina o N',N'-dimetilaminopropilamina o sales de metales alcalinos tales como hidróxido de sodio o potasio. Generalmente, las micropartículas poliméricas están presentes en una cantidad que varía de 50 % a 100 % en peso en base al peso total de sólidos de resina de la composición de recubrimiento, tal como de 70 % a 95 % en peso, tal como de 80 % a 90 % en peso.

En una modalidad, la dispersión de micropartículas poliméricas en un medio acuoso puede prepararse mediante técnicas de polimerización en emulsión convencionales que se conocen bien por los expertos en la técnica. Las dispersiones acuosas de micropartículas pueden prepararse mediante un proceso por lotes de emulsión convencional o un proceso continuo. En un ejemplo de un proceso por lotes, la microdispersión sin reaccionar se alimenta durante un período de 1 hora a 4 horas a un reactor calentado cargado inicialmente con agua. El iniciador puede alimentarse simultáneamente, puede ser parte de la microdispersión o puede cargarse en el reactor antes de alimentar la microdispersión. La temperatura óptima depende del iniciador específico que se use. El período de tiempo típicamente varía de 2 horas a 6 horas. La temperatura de reacción puede variar de 25 °C a 90 °C.

En una modalidad, el agua y una pequeña porción de los monómeros de acrilato de alquilo pueden cargarse en un reactor con una pequeña cantidad de surfactante e iniciador de radicales libres para formar una semilla. Se alimenta una preemulsión de los monómeros restantes, el surfactante y el agua junto con el iniciador durante un período de tiempo preestablecido (3 horas) a una temperatura de reacción de 80 °C a 85 °C mediante el uso de una capa de nitrógeno. Después de mantener por una hora, tras terminada la alimentación de monómero, se añade al reactor una alimentación post redox para reducir el monómero libre residual (que incluye el peróxido de hidrógeno/ácido isoascórbico). El producto látex se neutraliza a un pH de 7 a 8.

Con el fin de llevar a cabo la polimerización de los monómeros etilénicamente insaturados, usualmente está presente un iniciador de radicales libres. Pueden usarse iniciadores tanto solubles en agua como solubles en aceite. Dado que la adición de determinados iniciadores, tales como los iniciadores redox, puede resultar en una fuerte reacción exotérmica, generalmente es conveniente añadir el iniciador a los demás ingredientes inmediatamente antes de que se lleve a cabo la reacción. Los ejemplos de iniciadores solubles en agua incluyen peroxodisulfato de amonio, peroxodisulfato de potasio y peróxido de hidrógeno. Los ejemplos de iniciadores solubles en aceite incluyen hidroperóxido de t-butilo, peróxido de dilaurilo, perbenzoato de t-butilo y 2,2'-azobis(isobutironitrilo). Los iniciadores redox tales como peroxodisulfato de amonio/metabisulfato de sodio o t-butilhidroperóxido/ácido isoascórbico pueden usarse en la presente descripción.

Alternativamente, la dispersión de micropartículas poliméricas en un medio acuoso puede prepararse mediante una técnica de alta tensión tal como microfluidización mediante el uso de un emulsionante MICROFLUIDIZER® que está disponible en Microfluidics Corporation en Newton, Mass. El emulsionante de choque a alta presión MICROFLUIDIZER® se describe en la patente de Estados Unidos núm. 4,533,254, que se incorpora en la presente descripción como referencia. El dispositivo consiste en una bomba de alta presión (hasta  $1,4 \times 10^5$  kPa (20 000 psi)) y una cámara de interacción en la que tiene lugar la emulsificación. La bomba fuerza la mezcla de reactivos en

medio acuoso dentro de la cámara donde se divide en al menos dos corrientes que pasan a muy alta velocidad a través de al menos dos ranuras y chocan, que resulta en la fragmentación de la mezcla en pequeñas partículas. Generalmente, la mezcla de reacción se pasa a través del emulsionante una vez a una presión de entre  $3,5 \times 10^4$  y  $1 \times 10^5$  kPa (5000 y 15 000 psi). Los pasés múltiples pueden resultar en un tamaño promedio de partícula más pequeño y en un intervalo más estrecho para la distribución de tamaño de partícula. Cuando se usa el emulsionante MICROFLUIDIZER® mencionado anteriormente, la tensión se aplica por impacto líquido-líquido como se ha descrito.

Sin embargo, debe entenderse que, si se desea, pueden utilizarse otros modos de aplicar tensión a la mezcla de preemulsificación siempre que se aplique tensión suficiente para lograr la distribución de tamaño de partícula requerida, es decir, de manera que después de la polimerización menos de 20 por ciento de las micropartículas de polímero tiene un diámetro promedio mayor que 5 micras. Por ejemplo, una manera alternativa de aplicar tensión sería el uso de energía ultrasónica.

Una vez que se termina la polimerización, el producto resultante es una dispersión estable de micropartículas de polímero en un medio acuoso. El medio acuoso, por lo tanto, está sustancialmente libre de polímero soluble en agua. Las micropartículas de polímero resultantes son, por supuesto, insolubles en el medio acuoso. Como se usa en la presente descripción, "sustancialmente libre" significa que el medio acuoso no contiene más de 30 por ciento en peso de polímero disuelto, tal como no más de 15 por ciento. Por "dispersado estable" se entiende que las micropartículas de polímero no se depositan tras reposar y esencialmente no coagulan ni floculan durante la fabricación o al reposar.

El tamaño de partícula de la dispersión de micropartículas de polímero puede ser uniformemente pequeño, es decir, después de la polimerización menos de 20 por ciento de las micropartículas de polímero tienen un diámetro promedio mayor que 5 micras, tal como mayor que 1 micra. Generalmente, las micropartículas tienen un diámetro promedio de 0,01 micras a 10 micras. El diámetro promedio de las partículas después de la polimerización puede variar de 0,05 micras a 0,5 micras. El tamaño de partícula puede medirse con un analizador de tamaño de partícula tal como el instrumento Coulter N4 disponible comercialmente en Coulter. El instrumento viene con instrucciones detalladas para realizar la medición del tamaño de partículas. Sin embargo, brevemente, una muestra de la dispersión acuosa se diluye con agua hasta que la concentración de la muestra cae dentro de los límites especificados requeridos por el instrumento. El tiempo de medición es de 10 minutos.

Generalmente, las dispersiones de micropartículas son materiales de viscosidad relativamente baja. Las dispersiones pueden prepararse directamente con un contenido total de sólidos de 20 % a 70 %. El peso molecular del polímero y la viscosidad de las dispersiones acuosas reivindicadas son independientes entre sí.

La micropartícula puede, o bien estar reticulada o no reticulada internamente. Cuando las micropartículas están entrecruzadas internamente, se las denomina microgel. Los monómeros usados en la preparación de la micropartícula para hacerla reticulada internamente incluyen aquellos monómeros etilénicamente insaturados que tienen más de un sitio de insaturación, tales como dimetacrilato de etilenglicol, metacrilato de alilo, diacrilato de hexanodiol, anhídrido metacrílico, diacrilato de tetraetilenglicol, diacrilato de tripropilenglicol, y similares.

Las micropartículas pueden tener una morfología de núcleo/envoltura o una morfología de interpenetración si se incluyen monómeros hidrófilos etilénicamente insaturados adecuados en la mezcla de monómeros usados para producir el producto de reacción. Debido a su naturaleza hidrófoba, el polímero hidrófobo tenderá a incorporarse en el interior, o núcleo, de la micropartícula y el o los monómeros hidrófilos tenderán a incorporarse en el exterior, o envoltura, de las micropartículas. Los monómeros hidrófilos adecuados incluyen, por ejemplo, ácido acrílico, ácido metacrílico, acetato de vinilo, N-metilol acrilamida, acrilato de hidroxietilo, y metacrilato de hidroxipropilo. Como se menciona en la patente de Estados Unidos núm. 5,071,904, puede ser conveniente añadir monómero(s) soluble(s) en agua después de que los otros componentes de la dispersión de micropartículas poliméricas se hayan particularizado en micropartículas.

Con el fin de obtener las ventajas de una composición de recubrimiento a base de agua con alto contenido de sólidos, la composición de recubrimiento debe tener una viscosidad suficientemente baja para permitir la atomización adecuada del recubrimiento durante la aplicación por pulverización. La viscosidad de la composición de recubrimiento principal puede controlarse parcialmente al elegir componentes y condiciones de reacción que controlen la cantidad de polímero hidrófilo en la fase acuosa y en la envoltura de las micropartículas poliméricas. Las interacciones entre las micropartículas y, en consecuencia, la reología de los recubrimientos que las contienen, se ven muy afectadas por la densidad de carga iónica en la superficie de las micropartículas. La densidad de carga puede aumentarse al aumentar la cantidad de ácido acrílico polimerizado en la envoltura de una micropartícula. La cantidad de ácido acrílico incorporado en la envoltura de una micropartícula también puede aumentarse al aumentar el pH del medio acuoso en el que tiene lugar la polimerización.

La composición de recubrimiento puede comprender además uno o más materiales formadores de película poliméricos químicamente diferentes de las micropartículas poliméricas discutidas anteriormente. Los materiales formadores de película poliméricos útiles incluyen poliepóxidos, poliuretanos, poliamidas, poliésteres, poliacrilatos,

cloruros de polivinilo y sus mezclas y copolímeros.

Los poliepóxidos útiles tienen al menos dos grupos epóxido u oxirano por molécula e incluyen oligómeros, polímeros y/o copolímeros epoxi funcionales. Generalmente, el peso equivalente de epóxido del polímero epoxi funcionales pueden variar de 70 a 4000, como se mide por valoración con ácido perclórico y bromuro de amonio cuaternario mediante el uso de violeta de metilo como indicador. Los polímeros epoxi funcionales adecuados pueden ser saturados o insaturados, cíclicos o acíclicos, alifáticos, alicíclicos, aromáticos o heterocíclicos. Los polímeros epoxi funcionales pueden tener grupos hidroxilo colgantes o terminales, si se desea.

Pueden contener sustituyentes tales como grupos halógeno, hidroxilo y éter. Una clase útil de estos materiales incluye poliepóxidos compuestos por epoxi poliéteres obtenidos mediante reacción de una epihalohidrina (tal como epiclorhidrina o epibromohidrina) con un alcohol di- o polihídrico en presencia de un álcali, tal como diglicidiléteres de bisfenol A, por ejemplo, resina epoxi EPON® 828 que está disponibles comercialmente en Shell Chemical Company.

Los materiales formadores de película poliméricos termoplásticos útiles incluyen acetato de polivinilo; polímeros vinílicos aromáticos; copolímeros de vinilo que tienen hidrocarburos aromáticos de vinilo como componentes monoméricos tales como poliestireno, copolímeros de estireno-butadieno, copolímeros de estireno-divinilbenceno y copolímeros de estireno-acrilonitrilo; poliésteres saturados que incluyen poliésteres alifáticos saturados tales como adipato de polineopentilo, adipato de polipropileno y poliépsilon-caprolactona; poliácridatos tales como (met)acrilatos de polialquilo que tienen grupos alquilo con 1-8 átomos de carbono, polimetacrilatos o (met)acrilatos de polialquilo obtenidos mediante polimerización de metacrilato de metilo, metacrilato de isobutilo y acrilato de 2-etilhexilo; uretanos de poliéster saturado; polibutadienos; cloruros de polivinilo y cloruro/acetatos de polivinilo. Los poliésteres sustancialmente saturados útiles se preparan a partir de ácidos polifuncionales y alcoholes polihídricos mediante métodos tales como se describen en las patentes de Estados Unidos núm. 4,739,019 en la columna 3, línea 22 a la columna 5, línea 15.

En una modalidad, se incluye en la composición de recubrimiento un material formador de película de poliácridato tal como emulsión de copolímero de poliácridato ACRONAL DS 3502 preparada a partir de acrilato de metilo, acrilato de butilo, metacrilato de metilo y ácido metacrílico. Ver el Boletín de producto ACRONAL DS 3502 (noviembre de 1998), que se incorpora en la presente descripción como referencia.

Generalmente, el material formador de película está presente en la composición de recubrimiento en una cantidad que varía de 1 % a 40 % en peso en base al total de sólidos de resina de la composición, tal como de 5 % a 30 % en peso.

La composición de recubrimiento comprende además uno o más relleno para mejorar las capacidades de amortiguar el sonido y las vibraciones del recubrimiento. Los rellenos útiles incluyen mica, pizarra en polvo, escamas de montmorillonita, escamas de vidrio, escamas de metal, grafito, grafeno, talco, óxido de hierro, minerales arcillosos, fibras celulósicas, fibras minerales, fibras de carbono, fibras o perlas de vidrio o poliméricas, ferrita, carbonato de calcio, carbonato de calcio y magnesio, silicato de calcio, barita, caucho sintético o natural molido, sílice, hidróxido de aluminio, alúmina y sus mezclas.

El material de relleno comprende de 40 % a 80 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento.

Adicionalmente, la composición de recubrimiento puede comprender además una cera natural (que típicamente son ésteres de ácidos grasos y alcoholes de cadena larga), una cera sintética, o sus combinaciones. Los ejemplos de ceras naturales pueden incluir cera de abejas (un éster de palmitato de miricilo), cera de espermaceti (un éster de palmitato de cetilo), cera de lanolina (un éster de esteroles), cera vegetal (que contiene mezclas de hidrocarburos no esterificados) tales como cera de carnauba (un éster de cerotato de miricilo) y cera epicuticular (una mezcla de hidrocarburos alifáticos de cadena larga sustituidos), y sus combinaciones. Los ejemplos de cera sintética (que son hidrocarburos de cadena larga sin grupos funcionales) y cera de parafina (que son mezclas de n- e isoalcanos saturados, naftenos, y compuestos aromáticos sustituidos con alquilo y nafteno), o sus combinaciones. Los ejemplos de ceras sintéticas pueden incluir Polywax 600 (un polietileno de cadena larga), Bareco Be Square 165 y 175 (que son mezclas de hidrocarburos parafínicos, isoparafínicos y nafténicos) y Crayvallac WN 1135 (que es un polipropileno de cadena larga).

El material de cera puede comprender hasta 10 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento, tal como de 2,5 % a 7 % en peso.

Adicionalmente, pueden incluirse uno o más plastificantes en la fase de dispersión con estos polímeros y copolímeros. Los ejemplos no limitantes de plastificantes adecuados incluyen adipatos, benzoatos, glutaratos, isoftalatos, fosfatos, poliésteres, sebacatos, sulfonamidas y tereftalatos. La cantidad de plastificante puede variar de 0,1 % y 50 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento.

Las composiciones de la presente invención pueden incluir una variedad de ingredientes y/o aditivos opcionales que

dependen en cierta medida de la aplicación particular de la composición, tal como tintes o pigmentos tales como negro de carbón o grafito, refuerzos, tixotropos, aceleradores, surfactantes, extensores, estabilizadores, inhibidores de la corrosión, diluyentes, agentes de soplado y antioxidantes. Los tixotropos adecuados incluyen sílice ahumada, bentonita, carbonato de calcio recubierto con ácido esteárico, derivados de ácidos grasos/aceites y espesantes de uretano asociativos tales como Acrysol RM-8 que está disponible comercialmente en Rohm y Haas. Los tixotropos pueden estar presentes generalmente en una cantidad de hasta 20 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento. Los ingredientes adicionales opcionales, tales como el negro de carbón o el grafito, los agentes de soplado, las microesferas o perlas poliméricas expandibles, tales como las microesferas de polipropileno o polietileno, los surfactantes y los inhibidores de la corrosión como el sulfato de bario, generalmente están presentes en una cantidad menor que 10 % en peso en base al peso total de la composición.

Las viscosidades de estos productos de recubrimiento son específicas de la aplicación en base al tipo de equipo usado, el grosor de película requerido y la resistencia al descuelgue. La viscosidad de las composiciones de recubrimiento puede ser mayor que 1000 centipoise ("cp"), medida a 2 RPM con una medición de un viscosímetro Brookfield de husillo #7 a temperatura ambiente (25 °C), tal como de 1000 cp a 1 000 000 cp. Las composiciones pulverizables pueden tener viscosidades más abajo de 100 000 cp a 20 RPM de lectura en el viscosímetro Brookfield a temperatura ambiente (25 °C).

En determinadas modalidades, la dispersión acuosa puede estar presente en la composición de recubrimiento en una cantidad de 10 % a 80 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento, tal como de 15 % a 50. El relleno está presente en la composición de recubrimiento en una cantidad de 40 % a 80 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento. En determinadas modalidades, la relación en peso de la dispersión acuosa al relleno en la composición de recubrimiento puede variar de 1:9 a 4:1, tal como de 1,5:8 a 5:4. La composición de recubrimiento puede prepararse al mezclar la dispersión de micropartículas poliméricas con los otros componentes de la composición de recubrimiento en una mezcladora de vacío de alta energía tal como Dual Disperser Modelo HHL-2-1000 comercialmente disponible en Hockmeyer.

La composición de recubrimiento descrita anteriormente puede aplicarse sola o como parte de un sistema de recubrimiento que puede depositarse sobre un número de sustratos diferentes. El sistema de recubrimiento típicamente comprende un número de capas de recubrimiento. Una capa de recubrimiento se forma típicamente cuando una composición de recubrimiento que se deposita sobre el sustrato se cura sustancialmente por métodos conocidos en la técnica (por ejemplo, por calentamiento térmico). Cabe señalar que la composición de recubrimiento descrita anteriormente puede usarse en una o más de las capas de recubrimiento descritas en los siguientes párrafos.

Las composiciones pueden aplicarse a la superficie de un sustrato de varias formas, que incluyen pulverización, extrusión o a mano con una cuchilla. Los sustratos útiles incluyen aquellos formados a partir de metal, polímeros, tales como materiales termoestables y materiales termoplásticos, y combinaciones de sustratos metálicos y poliméricos. Los sustratos metálicos adecuados que pueden recubrirse de acuerdo con la presente invención incluyen metales ferrosos tales como hierro, acero y aleaciones de los mismos, metales no ferrosos tales aluminio, zinc, magnesio y aleaciones de los mismos, y sus combinaciones. El sustrato puede estar formado por acero laminado en frío, acero electrogalvanizado, tal como el acero electrogalvanizado por inmersión en caliente o el acero electrogalvanizado de hierro-zinc, aluminio o magnesio. El sustrato metálico a tratar puede estar desnudo, pretratado o prepintado (por ejemplo, mediante electrorrecubrimiento) antes de la aplicación del recubrimiento.

Los materiales termoestables útiles incluyen poliésteres, epóxidos, fenoles, poliuretanos tales como materiales termoestables de uretano de moldeo por inyección reactiva (RIM) y sus mezclas. Los materiales termoplásticos útiles incluyen poliolefinas termoplásticas tales como polietileno y polipropileno, poliamidas tales como nailon, poliuretanos termoplásticos, poliésteres termoplásticos, polímeros acrílicos, polímeros vinílicos, policarbonatos, copolímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), caucho EPDM, copolímeros y sus mezclas.

En determinadas modalidades, la composición de recubrimiento se aplica sobre un sustrato con un grosor de película húmeda que varía de 1 mm a 7 mm, en dependencia de los requisitos de amortiguamiento del usuario. Típicamente, una película más gruesa resultará en mejores propiedades de amortiguamiento. Después de la aplicación al sustrato, la composición de recubrimiento puede secarse al aire o puede someterse a una etapa de horneado, que puede ocurrir entre una temperatura que varía de 121 °C a 193 °C durante un período de tiempo que varía de 5 minutos a 1 hora. En algunas modalidades, podrían ser necesarias etapas de horneado adicionales para adaptarse a configuraciones específicas del sistema de pintura. El grosor de película seca de la capa de recubrimiento puede aumentar de 0 % a 300 % del grosor de película húmeda aplicada en dependencia de la velocidad de secado y el calor aplicado a la composición de recubrimiento. En determinadas modalidades, las micropartículas están presentes en el recubrimiento curado en una cantidad de 5 % a 60 % en peso en base al peso total del recubrimiento, tal como de 10 % a 30 %. En determinadas modalidades, el relleno puede estar presente en el recubrimiento curado en una cantidad de 40 % a 95 % en peso en base al peso total del recubrimiento, tal como de 60 % a 85 %. Después del curado, en determinadas modalidades, la relación en peso de micropartículas a relleno puede variar de 1:19 a 3:2, tal como de 1:8,5 a 1:2. Después del curado, la capa de recubrimiento muestra un factor de pérdida de amortiguamiento compuesto de 0,05 o mayor a una frecuencia que varía de 100 a 6300 HZ a

10 °C o mayor. Por otra parte, después de aplicar la composición de recubrimiento sobre una superficie y curarla, la composición de recubrimiento curada o la capa de recubrimiento pueden estar sustancialmente libres, o en algunos casos, completamente libres de defectos. Como se usa en la presente descripción, "sustancialmente libre de defectos" significa que la capa de recubrimiento curado no contiene más de un hueco de pita en un área de 75 mm<sup>2</sup> y "completamente libre de defectos" significa que no se encuentran huecos de pita en tal área. Los recubrimientos descritos anteriormente, cuando se aplican a un sustrato y se curan, pueden proporcionar resistencia al agua al sustrato y pueden proporcionar recubrimientos resistentes al agrietamiento que proporcionan amortiguamiento de sonido y/o vibraciones a través del sustrato. La resistencia al agua, como se usa en la presente descripción, significa una disminución en la absorción de agua y/o un aumento en la desorción de agua por la composición curada a una temperatura dada en comparación con la absorción o desorción de agua, respectivamente, por una composición curada que no contiene el surfactante no migratorio descrito anteriormente, donde el cambio se mide por un cambio en el peso del recubrimiento curado.

La presente invención se ilustrará ahora mediante el siguiente ejemplo específico y no limitante.

### Ejemplos

Más abajo se describe la preparación de ejemplos de la composición de recubrimiento y ejemplos comparativos. Cada una de las materias primas enumeradas más abajo están en gramos (g). Aunque los ejemplos muestran el uso de fosfato etoxilado de alcohol oleílico (Maxemul 6106) como surfactante no migratorio, debe entenderse que otros ésteres de fosfonato reactivos al acrilato podrían sustituir al fosfato etoxilado de alcohol oleílico. De manera similar, aunque los ejemplos muestran el uso de una cera de propileno modificada (Crayvallac WN 1135), debe entenderse que la cera de propileno modificada podría sustituirse por otras ceras.

Se preparó una composición de látex mediante el uso de los materiales enumerados en la Tabla 1 en un matraz de fondo redondo de cuatro bocas equipado con un termómetro, agitador mecánico, condensador, esparcidor de nitrógeno y una manta calefactora. Se cargaron en el reactor agua y una pequeña porción de preemulsión (menos del 5 % de la preemulsión total) con una pequeña cantidad de surfactante libre (tal como ALIPAL) e iniciador de radicales libres de persulfato de amonio para formar una semilla. Se alimentó una preemulsión de los monómeros restantes, surfactante y el agua junto con el iniciador durante un período de tiempo preestablecido (3 horas) a una temperatura de reacción de 80-85 °C mediante el uso de una manta de nitrógeno. En el caso de los ejemplos de látex 3-6, se alimentó una segunda preemulsión de un 25 % adicional de monómeros, surfactante y agua junto con una segunda alimentación de iniciador durante un período de tiempo prescrito (1/2 hora) a una temperatura de 80-85 °C mediante el uso de una manta de nitrógeno. El látex se neutralizó a un pH de 8 con dimetilaminoetanol y se añadió agente antibacteriano. Puede añadirse un agente antiespumante al látex. El pH final de cada una de las redes fue de aproximadamente 7,5-8,5, el contenido no volátil fue de 35-40 %, la viscosidad de Brookfield fue de 50-200 cps (husillo #1, 50 rpm) y el tamaño de partícula fue de 1000-2000 angstroms.

Tabla 1.

Composición de látex #	1 (comparativo)	2	3	4	5 (comparativo)	6	7
Componentes monoméricos (gramos)							
Metacrilato de Metilo	720	720	131,1	163,3	416,0	416,0	475,0
Acrilato de butilo	1240	1240	95,6	679,7	490,0	490,0	1003,3
Metacrilato de butilo			394,7				
Bisomer S20W / MPEG 2000 MA <sup>1</sup>			31,0	35,0	31,4	31,4	160,1
Estireno			336,0	656,3	605,0	605,0	
Acrilato de etilhexilo			402,9				
Metacrilato de ciclohexilo			75,1				
Metacrilato de hidroxietilo			147,5	83,6	82,3	82,3	
Ácido metacrílico	45,2	45,2	31,4	32,7	32,7	32,7	20,3

## ES 2 946 768 T3

	Otros componentes (gramos)							
5	AOT-75 <sup>2</sup>		10,2	10,0	2,9		13,8	4,8
	Maxemul 6106 <sup>3</sup>		30	20,0	31,9		24,0	20,0
	Rhodapex AB/20 <sup>4</sup>							
10	ALIPAL CO436 <sup>5</sup>	70				40,1		
	IGEPAL CO-430 <sup>6</sup>					6,0		
	Persulfato de amonio	12,4	12,4	6,0	6,0	6,0	6,0	6,4
15	BYK-032 <sup>7</sup>		0,8		3,1	3,1	3,1	0,5
	FOAMASTER 649 <sup>8</sup>	0,8						
	PROXEL GXL <sup>9</sup>							
20	Acticide MBS <sup>10</sup>	12	12	45,0	81,2	12,0	22,0	8,0
	Volátiles (gramos)							
25	Dimetilamino etanol	34,4	34,4	13,7	13,7	13,7	13,7	17,3
	Agua desionizada	1877,6	2456	2396,5	2396,5	2387,9	2390,9	2284,2
	Tg calculada (°C)	-10,0	-10,0	19,0	30,0	50,0	50,0	-18

- 30 1: Metacrilato de metilo (pPEG=2000 g/mol)  
 2: bis (2-etilhexil) sulfosuccinato de sodio  
 3: Fosfato de etoxilato de alcohol oleílico de Croda.  
 4: Sal de amonio de etoxilato de alcohol sulfatado  
 5: Nonoxinol-4-sulfato de amonio  
 6: Etoxilato de nonilfenol  
 35 7: Hidrocarburo patentado de BYK Chemie, Inc.  
 8: Hidrocarburo patentado de BASF  
 9: Antibacteriano de Arch Chemicals, Inc.  
 10: Antibacteriano de Thor, Inc.

40 Las composiciones de látex descritas en la Tabla 1 o los látex acrílicos comercialmente disponibles (ver los látex acrílicos 3a y 4a en la Tabla 2) se usaron en las composiciones de recubrimiento descritas en las Tablas 2 y 3, más abajo. Los ingredientes enumerados se mezclaron con agitación baja en un contenedor mediante el uso de un motor accionado por aire. Los ingredientes se añadieron al contenedor en el orden que se muestra en las Tablas 2 y 3, y se aumentó la velocidad de mezclado para mantener un vórtice durante la adición.

Tabla 2.

Componente	Comp. Ej. 1	Ej. 2	Comp. Ej. 3	Ej. 4	Comp. Ej. 5	Ej. 6	Comp. Ej. 7	Ej. 8
50 Látex Acrílico <sup>1</sup>	66,98	-	-	-	-	-	-	-
Látex Acrílico <sup>2</sup>	-	66,98	-	-	-	-	-	-
55 Látex Acrílico <sup>3a</sup>	-	-	66,98	-	-	-	-	-
Látex Acrílico <sup>3</sup>	-	-	-	66,98	-	-	-	-
Látex Acrílico <sup>4a</sup>	-	-	-	-	66,98	-	-	-
60 Látex Acrílico <sup>4</sup>	-	-	-	-	-	66,98	-	-
Látex Acrílico <sup>5</sup>	-	-	-	-	-	-	66,98	-
Látex Acrílico <sup>6</sup>	-	-	-	-	-	-	-	66,98
65 Uretano diol <sup>7</sup>	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88

## ES 2 946 768 T3

	BYK 032 <sup>8</sup>	0,96	0,96	0,96	0,96	0,96	0,96	0,96	0,96
	Disperbyk-199 <sup>9</sup>	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32
5	Santicizer 278 <sup>10</sup>	0,66	0,66	0,66	0,66	0,66	0,66	0,66	0,66
	Wollatomte FW325 <sup>11</sup>	119,08	119,08	119,08	119,08	119,08	119,08	119,08	119,08
	Raven 410 <sup>12</sup>	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
10	Expancel 031 DU40 <sup>13</sup>	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
	Acrysol ASE-60 <sup>14</sup>	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
	Byk-425 <sup>15</sup>	0,58	0,58	0,58	0,58	0,58	0,58	0,58	0,58

1: Ejemplo de síntesis de resina 1.

2: Ejemplo de síntesis de resina 2.

3a: Látex acrílico con Tg de 19 °C disponible en PPG Industries, Inc.

3: Ejemplo de síntesis de resina 3.

4a: Látex acrílico con Tg de 30 °C disponible en PPG Industries, Inc.

4: Ejemplo de síntesis de resina 4.

5: Ejemplo de síntesis de resina 5.

6: Ejemplo de síntesis de resina 6.

7: Producto de la reacción de carbonato de propileno y JEFF AMINE 400, preparado como en el Ejemplo A de la patente de Estados Unidos núm. 7,288,595.

8: Antiespumante de BYK Chemie.

9: Dispersante de BYK Chemie.

10: Plastificante de ftalato de bencilo disponible en Ferro Corporation.

11: Mineral de silicato de calcio disponible en Nordkalk Corporation.

12: Polvo de negro de carbón disponible en Colubian Chemicals.

13: Perlas huecas orgánicas expansibles disponibles en Expancel Inc.

14: Modificador de reología acrílico acuoso disponible en Rohm and Haas Corporation.

15: Modificador de reología de uretano disponible en BYK Chemie.

Tabla 3.

Componente	Ej. 6	Ej. 9
Látex Acrílico <sup>1</sup>	66,98	66,98
Uretano diol <sup>2</sup>	3,88	3,88
BYK 032 <sup>3</sup>	0,96	0,96
Disperbyk-199 <sup>4</sup>	0,32	0,32
Santicizer 278 <sup>5</sup>	0,66	0,66
Wollatonite FW325 <sup>6</sup>	119,08	119,08
Crayvallac WN 113 5 <sup>7</sup>	0	6,0
Raven 410 <sup>8</sup>	0,16	0,16
Expancel 031 DU 40 <sup>9</sup>	0,3	0,3
Acrysol ASE-60 <sup>10</sup>	0,8	0,8
Byk-425 <sup>11</sup>	0,58	0,58

1: Ejemplo de síntesis de resina 4

2: Producto de reacción de carbonato de propileno y JEFF AMINE 400, preparado como en el Ejemplo A de U.S. 7,288,595 3: Antiespumante de BYK Chemie

4: Dispersante de BYK Chemie

5: Plastificante de ftalato de bencilo disponible en Ferro Corporation

6: Mineral de silicato de calcio disponible en Nordkalk Corporation.

7: Cera de propileno modificada disponible en Cray Valley USA

8: Polvo de negro de carbón disponible en Colubian Chemicals

9: Perlas huecas orgánicas expansibles disponibles en Expancel Inc.

10: Modificador de reología acrílico acuoso disponible en Rohm and Haas Corporation

11: Modificador de reología de uretano disponible en BYK Chemie

La resistencia al agua de las composiciones de recubrimiento descritas en las Tablas 2 y 3 se determinó como sigue. Los estirados de las composiciones de recubrimiento descritas en las Tablas 2 y 3 se realizaron en un panel de acero electrorrecubierto de 105 mm x 190 mm. Cada panel se pesó y registró y se usó una plantilla de 50 mm de ancho y 2,5 mm de grosor para estirar cada recubrimiento hasta 150 mm de longitud en el centro del panel. Cada estirado se secó al aire durante 15 minutos y luego el panel recubierto se colocó en un horno a 160 °C durante 15 minutos. Luego, el panel se mantuvo en condiciones ambientales durante 10 minutos antes de devolverse al horno a 160 °C durante 20 minutos. El panel se mantuvo nuevamente en condiciones ambientales durante 10 minutos y luego se colocó en un horno a 140 °C durante 20 minutos. El panel horneado se almacenó a temperatura ambiente durante 24 horas antes de la prueba.

Se pesó cada panel horneado y se registró el peso antes de sumergir el panel en agua (el peso inicial del panel). Cada panel de prueba se sumergió horizontalmente en un baño de agua desmineralizada a una profundidad de 100 mm a temperatura ambiente. El panel se retiró del baño de agua de acuerdo con un programa específico. Después de retirar el panel, el agua de la superficie se secó con una toalla de papel y el panel se pesó inmediatamente. Luego, se devolvió el panel al baño de agua. El proceso anterior se repitió hasta llegar al final del programa. Para cada panel probado, el cambio porcentual en la cantidad de agua absorbida se calculó como la diferencia entre el peso del panel registrado en un momento específico seguido de la inmersión del panel en el baño de inmersión y el peso inicial del panel, dividido por el peso inicial del panel, y luego multiplicado por 100. El cambio porcentual en la absorción de agua de los paneles horneados se muestra en las Tablas 4 y 5.

Seguido de la inmersión en agua descrita anteriormente, cada panel se mantuvo, luego a temperatura ambiente y se pesó de acuerdo con un programa específico hasta su terminación. El cambio porcentual en la cantidad de agua desorbida se calculó como la diferencia entre el peso del panel registrado en un momento específico después de retirar el panel del baño de inmersión y el peso del panel al finalizar la prueba de inmersión descrita anteriormente, dividido por el peso del panel al final de la prueba de inmersión, y luego multiplicado por 100. El cambio porcentual en la desorción de agua de los paneles horneados se muestra en las Tablas 4 y 5.

Tabla 4.

% de cambio en la absorción y desorción de agua

	Horas	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8
% Cambio, agua	0,5	25,1	24,9	36,8	7,5	21,5	19,1	37,0	29,8
Absorción	1	76,6	31,1	40,1	10,0	38,7	20,9	38,2	27,6
	2	84,8	31,5	41,3	12,0	39,5	21,4	42,7	27,6
	24	129,1	33,9	42,1	22,9	40,7	22,7	44,0	28,5
	48	136,1	34,3	43,0	27,4	40,7	22,7	44,0	29,3
% Cambio, agua	0	136,1	34,3	43,0	27,4	40,7	22,7	44,0	29,3
Desorción	0,5	67,0	19,8	22,0	10,0	16,1	11,8	15,2	11,4
	1	34,9	15,6	16,7	7,7	12,3	8,8	9,8	7,4
	2	15,0	11,3	11,5	4,9	8,2	5,6	5,0	3,3
	3	9,0	9,0	8,7	2,9	5,9	3,5	2,3	1,1
	4	4,7	7,4	5,2		2,8	0,8	0,5	-0,7
	5	1,1	5,4	-1,1		1,6		-1,1	
	6	-1,5	3,7			0,3			

Como se ilustra en la Tabla 4, los paneles horneados que tienen recubrimientos elaborados con composiciones de recubrimiento que contienen el surfactante no migratorio (Ejemplos 2, 4, 6 y 8) demostraron una disminución de al menos un 10 % en la absorción de agua después de 48 horas de

inmersión en agua a temperatura ambiente en comparación con paneles horneados que tienen recubrimientos hechos de composiciones de recubrimiento que no contienen el surfactante no migratorio (Ejemplos 1, 3, 5 y 7).

Además, como se ilustra en la Tabla 4, los paneles horneados que tienen recubrimientos hechos de composiciones de recubrimiento que contienen el surfactante no migratorio (Ejemplos 2, 4, 6 y 8) demostraron al menos un aumento del 30 % en la desorción de agua después de 1 hora de remoción de una inmersión en agua de 48 horas a temperatura ambiente en comparación con paneles horneados que tenían recubrimientos hechos de composiciones

## ES 2 946 768 T3

de recubrimiento que no contienen el surfactante no migratorio (Ejemplos 1, 3, 5, y 7).

Tabla 5.

		% de cambio en la absorción y desorción de agua		
		Horas	Ej. 6	Ej. 9
5				
	% Cambio, agua	0,5	19,1	1,1
10	Absorción	1	20,9	2,8
		2	21,4	3,4
		24	22,7	9,0
15		48	22,7	12,1
	% Cambio, Agua	0	22,7	12,1
20	Desorción	0,5	11,8	6,5
		1	8,8	4,8
		2	5,6	2,0
		3	3,5	0,6
25		4	0,8	

Como se ilustra en la Tabla 5, los paneles horneados que tienen recubrimientos hechos de composiciones de recubrimiento que contienen el surfactante no migratorio y la cera (Ejemplo 9) demostraron una disminución de al menos un 50 % en la absorción de agua después de 48 horas de inmersión en agua a temperatura ambiente en comparación con los paneles horneados que tienen recubrimientos hechos de composiciones de recubrimiento que contienen el surfactante no migratorio sin cera (Ejemplo 6).

Además, como se ilustra en la Tabla 5, los paneles horneados que tienen recubrimientos hechos de composiciones de recubrimiento que contienen el surfactante no migratorio y la cera (Ejemplo 9) demostraron al menos un aumento del 30 % en la desorción de agua después de 1 hora a temperatura ambiente después de 48 horas de inmersión en agua a temperatura ambiente en comparación con paneles horneados que tienen recubrimientos hechos de composiciones de recubrimiento que contienen el surfactante no migratorio y no contiene cera (Ejemplo 6).

El amortiguamiento de vibraciones de cada recubrimiento se midió mediante el uso del método de prueba Oberst ASTM E756-93 ("Método de prueba estándar para medir las propiedades amortiguadoras de la vibración de los materiales"), Secciones 3 y 10. La principal medida de amortiguamiento del sonido en esta prueba es el factor de pérdida, la relación entre el módulo de pérdida y el módulo de almacenamiento del material. Los valores de Oberst típicamente varían de 0,001 para el acero sin recubrimiento (grosor de 1 milímetro) (si se golpea el panel de acero, se oír un "ruido metálico") a 0,01 ("campanada"), a 0,1 ("bunk"), a 0,5 ("ruido sordo") para los recubrimientos cada vez más eficientes.

La prueba Oberst mide el factor de pérdida de sonido del compuesto de recubrimiento y sustrato. Cada muestra de prueba se aplicó a una barra Oberst, que es una barra de metal formada a partir de material plano molido endurecido con aceite especial, AISI/SAE GRD 0-1,1 mm de grosor, 10 mm de ancho y 230 mm de largo de McMaster-Carr, y curado como se describió anteriormente. El peso de cada recubrimiento curado sobre una longitud de recubrimiento de 200 mm fue de  $6 \pm 0,1$  gramos. Los valores del factor de pérdida de Oberst se normalizaron a 6 gramos ( $3 \text{ kg/m}^2$ ) para su comparación. Los factores de pérdida de amortiguamiento de los compuestos se midieron en un intervalo de temperatura de 0 a 50 °C y a una frecuencia de 200 Hz.

Tabla 6.

		Factor de pérdida del compuesto a 200 Hz								
		Temperatura	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8
60	0 °C		0,212	0,142	0,070	0,079	0,039	0,045	0,031	0,031
	10 °C		0,221	0,207	0,124	0,138	0,062	0,083	0,041	0,039
65	20 °C		0,113	0,108	0,160	0,174	0,129	0,118	0,059	0,051

## ES 2 946 768 T3

30 °C	0,057	0,060	0,123	0,112	0,197	0,159	0,100	0,091
40 °C	0,035	0,039	0,074	0,058	0,097	0,130	0,165	0,139
50 °C	0,027	0,025	0,039	0,043	0,036	0,050	0,217	0,103

Tabla 7.

Factor de pérdida del compuesto a 200 Hz

Temperatura	Ej. 6	Ej. 9
0 °C	0,045	0,054
10 °C	0,083	0,067
20 °C	0,118	0,110
30 °C	0,159	0,152
40 °C	0,130	0,142
50 °C	0,050	0,090

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición de recubrimiento para amortiguar el sonido y las vibraciones que comprende:
  - 5 (a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que comprenden un surfactante no migratorio que comprende un éster de fosfonato; y
  - (b) un material de relleno que comprende de 40 % a 80 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento.
- 10 2. La composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las micropartículas poliméricas tienen una temperatura de transición vítrea de -20 °C a +60 °C.
3. La composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el surfactante no migratorio
  - 15 - comprende de 0,5 % a 4,5 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas; o
  - que comprende además un grupo funcional reactivo al acrilato.
- 20 4. La composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en donde los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas comprenden además un surfactante migratorio, el surfactante migratorio comprende preferentemente de 0,1 % a 1 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas.
- 25 5. La composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en donde los componentes a partir de los cuales se preparan las micropartículas poliméricas comprenden además un monómero etilénicamente insaturado, un éster del monómero etilénicamente insaturado o sus combinaciones.
6. La composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en donde
  - 30 - el monómero etilénicamente insaturado comprende de 1 % a 85 % en peso en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas; o
  - el monómero etilénicamente insaturado comprende un monómero (met)acrílico, un monómero hidroxilo funcional, o una de sus combinaciones; o
  - 35 - el monómero etilénicamente insaturado comprende menos de 30 % en peso de estireno en base al peso monomérico de los componentes usados para preparar las micropartículas poliméricas.
7. La composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el material de relleno comprende grafeno, carbonato de calcio y magnesio, silicato de calcio o sus combinaciones.
- 40 8. La composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además (c) un material polimérico formador de película que es diferente de los componentes usados para formar las micropartículas poliméricas.
- 45 9. La composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además (d) cera.
10. La composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 9, en donde la cera comprende hasta un 10 % en peso en base al peso total de la composición de recubrimiento.
- 50 11. Un recubrimiento depositado a partir de una composición de recubrimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 o 9.
12. Un método para amortiguar el sonido y la vibración a través de un sustrato que comprende:
  - 55 (a) aplicar al sustrato la composición de recubrimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 o 9; y
  - (b) secar al menos parcialmente la composición de recubrimiento.
13. El método de acuerdo con la reivindicación 12, en donde las micropartículas poliméricas tienen una temperatura de transición vítrea de -20 °C a +60 °C.