



(19) INSTITUTO NACIONAL
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL
PORTUGAL

(11) **Número de Publicação:** PT 91649 B

(51) **Classificação Internacional:** (Ed. 5)

C08L101/00 A

C08K005/00 B

(12) FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO

(22) **Data de depósito:** 1989.09.07

(30) **Prioridade:** 1988.09.07 DE 3830345

(43) **Data de publicação do pedido:**
1990.03.30

(45) **Data e BPI da concessão:**
09/95 1995.09.08

(73) **Titular(es):**

TEROSON GMBH
HANS-BUNTE-STR. 4 6300 HEIDELBERG 1 DE

(72) **Inventor(es):**

(74) **Mandatário(s):**

VASCO MARQUES LEITE
ARCO DA CONCEIÇÃO 3 1/AND. 1100 LISBOA

PT

(54) **Epígrafe:** PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE PLASTISSOL PULVERIZÁVEL

(57) **Resumo:**

[Fig.]



INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

DIRECÇÃO DE SERVIÇOS DE PATENTES

15 MAI 1995

CAMPO DAS CEBOLAS, 1100 LISBOA
TEL.: 888 51 51 / 2 / 3 TELEX: 18356 INPI
TELEFAX: 87 5308

FOLHA DO RESUMO

Modalidade e n.º (11) 01 n.º 91.649K	T D	Data do pedido: (22) 1989/09/07	Classificação Internacional (51)
Requerente (71): TEROSON GmbH, alemã, com sede em Hans-Bunte-Str. 4, 6900 Heidelberg 1, Alemanha			
Inventores (72):			
Reivindicação de prioridade(s) (30)			Figura (para interpretação do resumo)
Data do pedido 1988/09/07	País de Origem DE	N.º de pedido P38 30 345.0	
Epígrafe: (54) PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE PLASTISSOL PULVERIZÁVEL PARA AMORTECIMENTO SONORO COMPREENDENDO UM PLASTIFICANTE, UM PRIMEIRO POLÍMERO E UM SEGUNDO POLÍMERO LIGEIRAMENTE RETICULADO E FACULTATIVAMENTE CARGAS			
Resumo: (máx. 150 palavras) (57) Descreve-se um processo para a preparação de uma composição de plastissol pulverizável que contém 10 a 60 por cento em peso de uma mistura, com uma granulometria inferior a 60µ, formada por um primeiro componente polimérico e por um segundo componente polimérico ligeiramente reticulado, de tal maneira que o primeiro componente polimérico constitua uma fase contínua depois da gelificação e o segundo componente polimérico constitua uma fase descontínua dispersa na primeira fase, 15 a 65 por cento em peso de um agente plastificante que é compatível com o primeiro componente polimérico e é incompatível com o segundo componente polimérico e 0 a 40 por cento em peso de cargas. A composição é especialmente apropriada para utilização para o amortecimento de som de superfícies que irradiam som.			

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBREADAS

15 MAI 1995

99.609

1

Descrição

5

PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE PLASTIS-SOL PULVERIZÁVEL PARA AMORTECIMENTO SONORO COMPREENDENDO UM PLASTIFICANTE, UM PRIMEIRO POLÍMERO E UM SEGUNDO POLÍMERO LIGEIRAMENTE RETICULADO E FACULTATIVAMENTE CARGAS

10

A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de uma composição de plastissóis pulverizáveis e à sua utilização para o amortecimento de som.

15

Na fabricação de veículos automóveis, máquinas e aparelhagem empregam-se hoje em dia quase exclusivamente chapas de aço muito finas. Em virtude das partes mecanicamente deslocáveis ou de motores em movimento, estas chapas de paredes finas inevitavelmente estão sujeitas a oscilações e por consequência irradiam sons. Para reduzir a irradiação de som estas chapas são por consequência dotadas de camadas que amortecem o som, os chamados revestimentos anti-ruídos, especialmente, na manufactura de automóveis e na fabricação de aparelhagem doméstica.

25

De acordo com a maneira de proceder tradicional, submetem-se a extrusão misturas de cargas com elevado peso específico e betume de maneira a obterem-se folhas a partir das quais se estampam ou se cortam as peças com as formas pretendidas. Em seguida, colam-se estas folhas nas partes de chapa pretendida, depois do que se devem adaptar ainda eventualmente à forma da chapa sob aquecimento. Muito embora estas folhas de betume ainda encontrem utilização frequentemente por causa do seu preço favorável, elas

30

35

*Alvaro
Set/69*

1 são muito frágeis e têm tendência a separar-se da chapa
5 de aço especialmente no caso de serem expostas a tempera-
 turas baixas. A adição de elastómeros também muitas ve-
 zes preconizada origina apenas um muito pequeno melhoramen-
10 to que, para muitas utilizações, é insuficiente. Além dis-
 so, a aplicação das partes de betume previamente formado
 sobre partes de chapa de aço de forma complicada ou difi-
 cilmente acessíveis de máquinas ou de veículos automóveis,
15 por exemplo, as superfícies internas dos espaços vazios
 das portas de veículos automóveis, não é possível. Como
 outro inconveniente acontece que, para um único veículo ou
 aparelho, em muitos casos se torna necessário dispor de
 várias peças cortadas, o que torna necessária uma armaze-
 negem dispendiosa.

15 Mod. 71 - 10 000 ex - 4-87

20 Não faltaram assim ensaios no sentido de se elimi-
 nar os inconvenientes das folhas de betão. Assim, por
 exemplo, desenvolveram-se dispersões poliméricas aquosas
 de poliacetato de vinilo ou de copolímeros de etileno/ace-
 tato de vinilo contendo cargas que podem ser pulverizadas
 sobre as partes de chapas de aço de modo a obter-se a es-
 pessura da camada necessária. No entanto, estes sistemas
 são inconvenientes para a utilização industrial com gran-
 des números de peças de acabamento porque especialmente
 no caso das maiores espessuras da camada a água não pode
 ser eliminada da camada pulverizada de maneira suficiente-
 mente rápida.

30 As propriedades de amortecimento de som das camadas de
 polímero são extremamente características no intervalo da
 temperatura de transição vítreia porque, neste intervalo de
 temperatura, por causa da visco-elasticidade do polímero,
 a energia mecânica dos processo de oscilação em relação aos
 processos de deslizamento molecular é modificado a quente.
35 Os materiais de revestimento pulverizáveis tradicionais

U 10/9
7 SET 1989

1 à base de plastissóis de PVC que, por exemplo, são utilizados em grande escala como protecção inferior da chapa de pavimento em automóveis, não possuem no intervalo de
5 temperatura de -20°C até +60°C qualquer acção de amortecimento de som digna de nota porque o máximo da transformação vítrea dependendo da proporção de agente plastificante fica compreendido entre -20°C e -50°C.

10 Por consequência, têm-se levado a efeito ensaios no sentido de se modificar estes plastissóis de PVC tradicionais de tal modo que eles possuam melhores propriedades de amortecimento de som no intervalo de temperaturas de utilização de -20°C até +60°C. Por intermédio da memória descriptiva do Pedido de Patente Alemã publicado para inspecção pública DE-OS 35 14 753 são conhecidos revestimentos que, em plastissóis de PVC correntes, contêm compostos várias vezes não saturados, por exemplo, diacrilatos ou triacrilatos, agentes de reticulação de peróxidos e cargas inorgânicas. No entanto, no estado endurecidos,
15 os plastissóis deste tipo são duros e frágeis como vidro de tal maneira que são pouco apropriados para serem utilizados em automóveis porque, especialmente a temperatura baixas, não têm uma flexibilidade suficiente. Além disso, estas formulações possuem um facto de perda (*tang ξ*) muito pequeno de modo que a acção de amortecimento do som não é muito grande.
20

25 Na memória descriptiva do Pedido de Invenção Alemã publicado para inspecção pública nº. DE-OS 34 44 863 descrevem-se composições que contêm PVC e copolímeros de clo
30 reto de vinilo/acetato de vinilo e eventualmente homopolíperos ou copolímeros de metacrilato de metilo, uma mistura de agentes plastificantes e cargas inertes. A mistura de plastificantes consiste em plastificantes compatíveis com polímeros de metacrilato de metilo e plastificantes para o cloreto de vivnilo que são compatíveis com os
35

7.500 599
A. J.

1 polímeros de metacrilato eventualmente existentes. Os
5 plastissóis assim obtidos possuem, em comparação com os
plastissóis de PVC tradicionais, propriedades de amortecimento
10 de som melhoradas. Especialmente, a temperaturas superiores a cerca de 30°C, a acção de amortecimento do som diminui ainda mais. Se se procurar deslocar a gama do factor de perda máxima (tang S) para temperaturas mais altas por variação da proporção de quantidades dos componentes individuais, então a flexibilidade a frio diminui muito fortemente. No entanto, uma reduzida flexibilidade a frio é realmente inconveniente na construção de veículos automóveis. Além disso, nestas formulações, o factor de perda diminui muito intensamente a temperaturas baixas. As composições de plastissóis deste tipo têm portanto apenas um factor de perda suficientemente alto num intervalo de temperatura muito pequeno.

20 A invenção tem então como objectivo proporcionar uma composição de plastissol estável durante a armazena-
gem pulverizável, com o auxílio da qual se podem obter revestimentos com propriedades de amortecimento do som no intervalo de temperatura de cerca de -20 a cerca de +60°C. Além disso, os revestimentos obtidos, além de um pequeno peso específico, possuem uma boa flexibilidade a frio e uma boa resistência à abrasão de tal maneira que estes podem ser empregados também como protecção da parte inferior do fundo dos veículos com propriedades de amortecimento do som.

30 Este objectivo é atingido, de acordo com a presente invenção, por meio de uma composição de plastisol de novo tipo pulverizável que se caracteriza pelo facto de conter um teor de

35 a) 10 a 60 por cento em peso de um pó de polímero com uma granulometria média inferior a 60 µm de uma mis-

W.S.
1989

1 tura constituída por

- 5 i) um primeiro componente polimérico que, depois da gelificação do plastisol, forma a fase contínua e
- 10 ii) um segundo componente polimérico ligeiramente reticulado que, depois da gelificação do plastisol, apenas fica inchado e existe disperso na fase contínua,
- 15 b) de a 65 % em peso de agente plastificante que gelaifica o primeiro componente polimérico a alta temperatura mas apenas incha o segundo componente polimérico e
- c) 0 a 40 % em peso de cargas.

A fase polimérica inchada finamente subdividida que é essencialmente responsável pelas propriedades de isolamento sonoro da camada gelificada, possui de acordo com a sua composição uma ou preferivelmente várias temperaturas de transição vítreia compreendidas dentro do intervalo de -20 até +60°C. Além disso, a fase da parte reticulada de PVC plastificada é essencialmente responsável pelas propriedades mecânicas como a resistência à abrasão, a flexibilidade a frio, a dureza e a ligação ao substrato.

De acordo com uma forma de realização preferida, a composição do plastisol de acordo com a presente invenção como promeiro componente polimérico contém um homopolímero de cloreto de vinilo ou um copolímero de cloreto de vinilo/acetato de vinilo e como segundo componente um polímero inchavel, ligeiramente reticulado que não é gelificável pelo plastificante empregado e um plastificante de ftalato corrente para os plastissóis de PVC. Adicionalmente, a composição pode conter ainda as cargas, os agentes auxiliares da reologia assim como os coligantes usu-

7. SET. 1989

ais. O segundo polímero ligeiramente reticulado, depois do processo de gelificação, fica presente na rede de PVC gelificado como uma fase inchada, finamente distribuída, descontínua. O grau de inchamento que a fase polimérica descontínua experimenta durante a gelificação da fase continua por meio do plastificante é controlado pelo grau de reticulação e pela composição do comonómero do segundo componente polimérico. As composições de plastissóis, pulverizáveis de preferência sem utilização de ar, por causa da sua pequena viscosidade, possuem também uma boa estabilidade de armazenagem a elevadas temperaturas de armazenagem e são isentos de componentes voláteis. Com o seu auxílio, podem-se preparar revestimentos resistentes à abrasão que possuem propriedades de abafamento do som num largo intervalo de temperaturas e uma boa flexibilidade.

20 Para a fase polimérica contínua preferem-se dispersões de homopolímeros de cloreto de vinilo ou de copolímeros de cloreto de vinilo/acetato de vinilo com plastificantes. Os plastificantes preferidos são plastificantes de ftalatos como ftalato de dioctilo, ftalato de di-hexílo, ftalato de dietil-hexílo e ftalato de benzílo e butílo. Além disso, podem-se empregar os ésteres de ácido ftálico e de álcoois ou de misturas de álcoois de cadeias lineares compridas ou ramificadas. Além disso, também se podem utilizar outros plastificantes usuais tais como adipatos e sebaçatos assim como fosfatos, por exemplo, fosfato de tricresílo, fosfato de trifenílo e fosfato de tributílo. Para a escolha do plastificante a empregar é essencial que o plastificante seja capaz de gelificar o primeiro componente polimérico a alta temperatura com formação de uma fase contínua enquanto apenas incha o segundo componente polimérico mas não o pode gelificar, de tal maneira que este último se mantenha disperso na fase con-

25

30

35

7 SEV 1989

1

tinua.

5

10

15

20

25

30

Para a fase polimérica contínua são ainda apropriados pré-polímeros de pequena viscosidade com grupos reactivos que endurecem depois da aplicação por pulverização ou por acção da humidade do ar ou por aquecimento de modo a obter-se um elastómero flexivel. São exemplos de pré-polímeros deste tipo pré-polímeros de poliuretana de um componente com grupos isocianato reactivos como sistemas que endurecem por acção da humidade ou pré-polímeros de poliuretana de um componente com grupos isosociante de bloqueio como sistemas que endurecem por acção do calor. Como componentes reactivos a quente podem-se igualmente utilizar pré-polímeros muito flexiveis com grupos epóxido terminais. Eventualmente, os polímeros reactivos podem ser misturados com plastificantes ou os assim chamados diluentes reactivos para se conseguir atingir um intervalo de viscosidade apropriado para uma aplicação por pulverização. Como diluentes reactivos entendem-se compostos de pequena viscosidade dificilmente voláteis que podem ser inseridos no sistema polimérico por intermédio de um grupo funcional sem que a sua flexibilidade seja prejudicada. São exemplos de diluentes reactivos deste tipo epóxidos monofuncionais, por exemplo, α -olefinas epoxidadas, éteres alilglicidílicos, éteres butilglicidílicos, epoxi-vinil-ciclo-hexano e óxido de estireno. Estes epóxidos monofuncionais são na realidade empregados sobretudo para a diluição reactiva de resinas de epóxido; no entanto, podem também ser usados em sistemas de poliuretanas com catálise apropriada.

35

Os polímeros preferidos que formam a fase polimérica descontínua finamente dispersa são homopolímeros e copolímeros ligeiramente reticulados de ésteres do ácido metacrílico, especialmente, metacrilatos de metilo e/ou de

7 SET 1989

1 butilo poliméricos, assim como poliestireno ligeiramente
5 reticulado, copolímeros ligeiramente reticulados de esti-
reno com acrilonitrilo, metacrilato de metilo, acrilamida,
metacrilamida, ácido acrílico, ácido metacrílico ou α -
-metil-estireno e/ou terpolímeros de estireno, acriloni-
trilo, butadieno ou isopreno ou α -metil-estireno. Como
10 agentes reticulantes são apropriados especialmente divi-
nil-benzeno, dimetacrilato de butanodiol, dimetacrilato
15 de trietilenoglicol, poliésteres não saturados de baixo
peso molecular e, em medida limitada, éster de ácido tri-
metacrílico do tri-(hidroximetil)-propano. Estes políme-
ros ligeiramente esterificados são preparados procedendo
20 de acordo com uma maneira de proceder em si conhecida u-
sando as técnicas de polimerização em emulsão com adição
de peróxidos ou de compostos azóicos como iniciadores e
25 são transformados num pó de polímero finamente dividido
por utilização de um processo de secagem por pulverização.
De acordo com a presente invenção, são apropriados os pós
de polímeros que possuem uma granulometria média dos aglo-
30 merados secundários depois do processo de secagem por pul-
verização $< 60 \mu\text{m}$, de preferência, compreendida entre 10
e $35 \mu\text{m}$.

35 Juntamente com os polímeros que se podem obter por
polimerização por radicais livres acima mencionados, são
também apropriados borracha natural epoxidada ligeiramen-
te reticulada e outros polímeros ligeiramente reticulados
40 como os segundos componentes poliméricos que formam a fa-
se descontínua, em que se tem de garantir que a(s) tempe-
ratura (s) de transição vítreia da fase polimérica descon-
tinua inchada depois do processo de gelificação ou de en-
durecimento da fase polimérica contínua esteja(m) compre-
endida(s) dentro do intervalo de temperaturas pretendido.

45 Convenientemente, o grau de reticulação e a composi-

U.S.A.
Set. 1959

1

ção dos comonómeros assim como o tipo do plastificante usado são determinados uns em função dos outros porque estes factores influenciam o grau de inchamento da fase polimérica dispersa e, por consequência, a(s) sua(s) temperatura(s) de transição vítreia e o seu factor de perda acústica ($\tan \delta$). Para os copolímeros de metacrilato e os homopolímeros e copolímeros de estireno, quando se utilizam plastificantes de ftalato, é considerada como apropriada uma proporção de 0,5 a 10 % em moles de agente de reticulação, de preferência, de 1 a 5 % em moles, em relação à mistura de monómeros.

5

10

15

20

25

30

35

Para a obtenção do grau de reticulação apropriado, dispersa-se o pó do polímero ligeiramente reticulado no agente plastificante previsto para a composição do plasti-sol e aquece-se a 50°C. Durante este, não deve verificar-se qualquer formação de amarelo, se bem que a viscosidade da composição aumente ligeiramente por inchamento do pó do polímero. Por meio deste ensaio pode determinar-se facilmente o grau de reticulação apropriado para cada plastificante.

A proporção em peso dos primeiros componentes poliméricos que formam a fase contínua para os segundos componentes poliméricos que formam a fase descontínua reticulada pode variar dentro de um largo intervalo de 20:1 até 1:20, de preferência, 15:5 até 5:15. O segundo componente polimérico que forma a fase descontínua pode, além disso, consistir numa mistura de diversos copolímeros ligeiramente reticulados. Uma mistura deste tipo de vários componentes possibilita, além de um muito largo intervalo de temperatura, atingir um factor de perda suficientemente alto ($\tan \delta$).

Como cargas eventualmente existentes, podem-se ba-

(17 SEP 1989)

1 sicamente empregar todos os materiais utilizados na tecnologia dos plastissóis, por exemplo, greda moída ou precipitada, barita, rochas pulverizadas ou negro de fumo.
5 Preferem-se cargas com peso específico pequeno que aumentam intensamente o módulo de elasticidade dinâmico (E') da composição, sem que o factor de perda ($\tan \delta$) seja diminuído de maneira decisiva. Pela sua incorporação nas composições de plastissóis de acordo com a presente invenção, o módulo de perda dinâmica E'' aumenta como é indicado pela expressão
10

$$E'' = E' \cdot \tan \delta$$

15 e constitui uma medida para a acção de absorção do som da camada. Uma carga preferida é vermiculite finamente dispersa.

20 Nas composições de plastissóis pulverizáveis de acordo com a presente invenção, o teor total de polímero fica compreendido dentro do intervalo de 10 a 60 % em peso, de preferência, entre 20 e 40 % em peso; a proporção de agente plastificante fica compreendido dentro do intervalo de 15 a 65 % em peso, de preferência, entre 25 25 e 45 % em peso; e a proporção das cargas fica compreendida dentro do intervalo de 0 a 40 % em peso, de preferência, entre 10 e 30 % em peso. Além disso, estas misturas podem conter ainda agentes coligantes usuais e agentes auxiliares da reologia e outros aditivos correntes.
30

35 As composições poliméricas em duas fases de acordo com a presente invenção, para se obter a absorção do som, podem ser utilizadas, além do emprego preferido sob a forma de formulações pulverizáveis, também sob a forma misturas poliméricas aplicáveis por fusão ou com lâmina de

1989

1

aplicação para revestimento, para vedação ou para colagem assim como sob a forma de materiais preparados pelo processo de vazamento com reacção de pulverização com a forma de placas.

5

10

A gelificação das composições de plastissóis de acordo com a presente invenção realiza-se, como regra geral, a temperaturas compreendidas dentro do intervalo de 80 a 230°C, depois de a composição ter sido pulverizada sobre o substrato a tratar que em geral é uma superfície de metal ou de plástico.

15

Os seguintes exemplos servem para esclarecer mais pormenorizadamente a presente invenção.

Sempre que não se indicar expressamente outra coisa, as partes e as percentagens indicadas são partes e percentagens em peso.

20

Exemplo 1

Preparação de um homopolímero ligeiramente reticulado

25

Num balão de fundo plano e gargalo esmerilado com agitador de âncora, dois funis de carga e refrigerante de refluxo, sob uma atmosfera de azoto dispersaram-se 27,3 partes de um látex de semente com uma garnulometria igual média a 0,075 µm e um teor de sólidos de 44 % numa solução de 0,3 parte de ácido iso-ascórbico e 0,1 parte de dodecil-sulfato de sódio em 264 partes de água. Aqueceu-se esta dispersão a 70°C e, durante toda a polimerização manteve-se a esta temperatura.

30

35

Adicionou-se gota a gota durante um intervalo de tempo de 4 horas uma mistura formada por 485 partes de estireno, 2,47 por cento em moles (em relação à mistura de

61358
17

monómeros) de divinil-benzeno assim como uma solução de 3,7 partes de dodecil-sulfato de sódio e 1 parte de ácido iso-ascórbico em 190 partes de água.

Imediatamente a seguir ao começo da adição gota a gota, juntou-se à mistura reaccional 1 parte de hidroperóxido de t-butilo. Preparou-se uma emulsão constituída por 50 partes de água, 0,1 parte de dodecil-sulfato de sódio e 0,6 parte de hidroperóxido de sódio e adicionou-se em três incrementos à mistura reaccional durante a fase de adição.

Depois de a fase de adição ter terminado, à mistura de polimerização adicionou-se 0,3 parte de peróxido de t-butilo, depois do que se manteve a dispersão a 70°C durante mais 2 horas e, em seguida, se arrefeceu até à temperatura ambiente sob posterior agitação. A dispersão tinha um teor de sólidos igual a 50 %. Para posterior utilização, secou-se esta dispersão num secador de pulverização de maneira a obter-se um pó finamente dividido com um diâmetro médio das partículas igual a 30 µm.

Para ensaiar a estabilidade durante a armazenagem, dispersaram-se 50 partes deste pó em 75 partes de ftalato de dioctilo com um dissolvedor de movimento rápido e, em seguida, aqueceu-se a 60°C durante 30 minutos. A viscosidade da dispersão aumentou ligeiramente devido ao inchamento das partículas de polímero mas no entanto continuou com a possibilidade de escoamento livre completamente, isto é, demonstrou uma muito boa estabilidade durante a armazenagem.

Exemplo 2

Preparação de um copolímero ligeiramente reticulado

Procedendo de acordo com a maneira de proceder que

7.561.089

1

5

se descreveu no Exemplo 1, polimerizou-se uma mistura formada por 422 partes de estireno, 50 partes de nitrilo acrílico assim como 1,23 por cento em moles de dimetacrilato de trietenoglicol e 1,39 por cento em moles de divinil-benzeno e, em seguida seca-se em secador de pulverização.

10

Para se ensaiar a estabilidade à armazenagem, submeteu-se este polímero ao mesmo ensaio que se descreveu no Exemplo 1; a viscosidade aumentou mais mas no entanto a estabilidade à armazenagem é ainda suficiente.

Exemplo 3

15

20

Dissolveram-se 36 partes de um poliéster não saturado obtido a partir de 43,1 partes de propilenoglicol, 31,45 partes de anidrido ftálico e 25,45 partes de anidrido maleico com um peso molecular médio igual a 1700 (GPC) e, procedendo de maneira análoga à que se descreveu no Exemplo 1, polimerizou-se em emulsão e secou-se por secagem em secador de pulverização. O ensaio de estabilidade durante a armazenagem proporcionou resultados suficientes.

Exemplo 4

25

Polimerizou-se em emulsão 434 partes de estireno, 50 partes de nitrilo acrílico e 2,4 por cento em moles de divinil-benzeno procedendo de maneira análoga à que se descreveu no Exemplo 1 e, em seguida, secou-se em secador de pulverização.

30

O ensaio de estabilidade à armazenagem proporcionou resultados muito bons.

35

61353

File: P 2S147

7.57.69
1/91 Exemplo 5 a 10

	Exemplo	5	6	7	8	9	10
5	PVC	25	25	25	25	25	25
10	Polímero do Exemplo	25	-	-	-	-	6,5
15	Polímero do Exemplo	-	25	-	-	-	6,5
20	Polímero do Exemplo	-	-	25	25	-	-
25	Vermiculite	-	-	-	10	-	5
30	ABS	--	-	-	-	-	5
35	DOP	45	45	45	45	45	5,5
40	Tang S (10 HZ)	-3	-8,5	-5	-4	-4	-18
45	Máximos a	+67	+51	+45	+61	+58,5	+38
50						+80	
55							
60							
65							
70							
75							
80							
85							
90							
95							
100							

- 1 PVC Tipo pasta
- 5 DOP Ftalato de bis-(2-etil-hexilo)
- 10 ABS Terpolímero acrilonitrilo/butadieno/estireno com um elevado teor de butadieno; índice de fusão (ASTM D-1238): 0,4 g/10 minutos
- 15 Vermi Vermiculite finamente dispersa com uma granulometria tri média < 15 μm
- 20 25 Misturam-se as formulações dos Exemplos 5 a 10 num dissolvedor, espalharam-se com uma lâmina de espalhamento de maneira a obterem-se camadas com a espessura de 33 mm e gelificou-se a 150°C durante 30 minutos. Em seguida cortaram-se discos com um diâmetro de 11 mm e determinou-se o facto de perda num intervalo de temperatura de -70°C a +100°C com um "Termoanalizador Mecânico" da Firma Polymer Laboratories no "Modo de Cisalhamento" ("Shear Mode"). A variação em função da temperatura está representada nas Figuras 1 a 6.
- 30 35 Vê-se nitidamente que o máximo do factor de perda ($\tan \delta$) é influenciável ao longo de um largo intervalo de temperatura, especialmente, por conveniente mistura de vários pós de polímeros ligeiramente reticulados como mostra o Exemplo 10.
- Uma comparação dos Exemplos 9 e 9 mostra que, por adição de vermiculite como carga, a variação com a temperatura do módulo de perda.
- $G'' = G'' \cdot \tan \delta$

1 é influenciada favoravelmente. O intervalo de temperatuta
ra com um módulo de perda suficientemente alto foi alar-
gado significativamente (Figuras 7 e 8).

5 Exemplo comparativo 1

Num dissolvedor preparou-se a seguinte mistura

10 22,5 partes de PVC

15 47,5 partes de ftalato de bis-(2-etil-hexilo)

20 30 partes de trimetacrilato de trimetilolpropano

25 1 parte de peróxido de t-butílo

30 20 partes de mica

35 80 partes de barita.

20 A mistura foi aplicada com uma lâmina de maneira a obter-se uma camada com a espessura de 3 mm e gelificou-se a 150°C durante 30 minutos.

25 Do material endurecido e frágil cortaram-se em se-
guida discos com 11 mm de diâmetro e ensaiaram-se com o "Termoanalisador Mecânico Dinâmico". A curva da tang é (Figura 9) mostra em toda a gama de temperatura apenas um valor muito pequeno $\leq 0,1$.

30 Exemplo Comparativo 2

Com um dissolvedor preparou-se a seguinte mistura

35 50 partes de copolímero de suspensão de PVC com 12 % de acetato de vinilo, valor de K 60,

15. MAI 1995

1

- 15 partes de copolímero de MMA com 12% de metacrilato de butilo (tipo pasta),
8 partes de ftalato de bis-(2-etil-hexilo) e
5 27 partes de dibenzil-tolueno.

10

Aplicou-se a mistura com uma lâmina de maneira a obter-se uma camada com a espessura de 3 mm e gelificou-se a 150° durante 30 minutos. Em seguida, cortaram-se discos com 11 mm de diâmetro e ensaiaram-se com o "Termoanalizador Mecânico Dinâmico". A curva de tang δ de 10 10 Hz (Figura 10) possui um máximo elevado a 43,5°C mas que diminui muito acentuadamente no caso de temperaturas baixas.

15

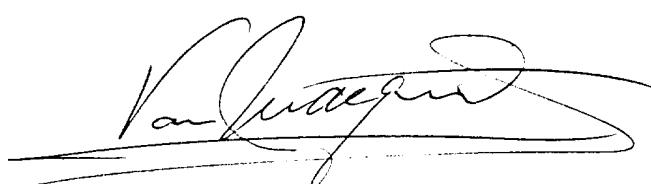
20

Os exemplos mostram nitidamente que é possível, de acordo com a presente invenção, formular plastissóis pulverizáveis que possuem um elevado factor de perda ao longo de um muito largo intervalo de temperatura e, por consequência, são apropriados para a obtenção de camadas de absorção de som.

Lisboa, 15. MAI 1995

Por TEROSON GmbH

25



30

VASCO MARQUES LOBO
Agente Oficial
da Propriedade Industrial
Centro Arce da Concessão 3.40-1100 LISBOA

35

15 MAR 1995

1

REIVINDICAÇÕES

5 1^a. - Processo para a preparação de uma composição de plastissol pulverizável à base de pós de polímeros orgânicos e de plastificantes, que a ser aplicada sobre uma superfície sofre gelificação, podendo ser usada para o amortecimento de som de superfícies que irradiam som, caracterizado pelo facto da referida composição conter:

10 a) 10 a 60 por cento em peso de um pó de polímero com uma granulometria média inferior a 60 μ de uma mistura constituída por:

15 i) um primeiro componente polimérico que, depois da gelificação do plastissol, forma a fase contínua e
ii) um segundo componente polimérico ligeiramente reticulado que, depois da gelificação do plastissol, ainda se encontra inchado e permanece disperso na fase contínua;

20 b) 15 a 65 por cento em peso de agente plastificante que gelifica o primeiro componente polimérico a elevada temperatura e apenas incha o segundo componente polimérico; e

25 c) 0 a 40 por cento em peso de cargas.

25 2^a. Processo para a preparação de uma composição de plastissol, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto da referida composição, como primeiro componente polimérico, conter um homopolímero de cloreto de vinilo e/ou um copolímero cloreto de vinilo/acetato de vinilo.

30 3^a. Processo para a preparação de uma composição de plastissol de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto da referida composição, como primeiro componente polimérico, conter pré-polímeros de pequena viscosidade com grupos reactivos que reagem por acção da humidade do ar e/ou do calor.

35

1 4^a. Processo para a preparação de uma composição de
plastissol, de acordo com uma qualquer das reivindicações
5 1 a 3, caracterizado pelo facto da referida composição
conter como segundo componente polimérico um polímero
inchável ligeiramente reticulado que, depois da gelifica-
ção, possui uma ou mais temperaturas de transição vítreas
compreendidas dentro da gama de -20 a + 60°C.

10 5^a. Processo para a preparação de uma composição de
plastissol, de acordo com uma qualquer das reivindicações
1 a 4, caracterizado pelo facto da referida composição,
como segundo componente polimérico, conter homopolímeros
e/ou copolímeros de metacrilato de metilo e/ou de metacri-
lato de butilo ligeiramente reticulados.

15 6^a. Processo para a preparação de uma composição de
plastissol, de acordo com uma qualquer das reivindicações
1 a 5, caracterizado pelo facto da referida composição,
como plastificante, conter ftalatos orgânicos.

20 7^a. Processo para a preparação de uma composição de
plastissol, de acordo com uma qualquer das reivindicações
1 a 6, caracterizado pelo facto da referida composição
conter o primeiro componente polimérico e o segundo
componente polimérico numa proporção em peso compreendida
entre 20:1 e 1:20.

Lisboa, 15 MAI 1995

Por TEROSON GmbH



VASCO MARQUES LEMOS
A.D. - 1995
do Pro. 3.1.1.100 LEMOS
Carlo Vasco Lemos

7 set 1969

FIG. 1

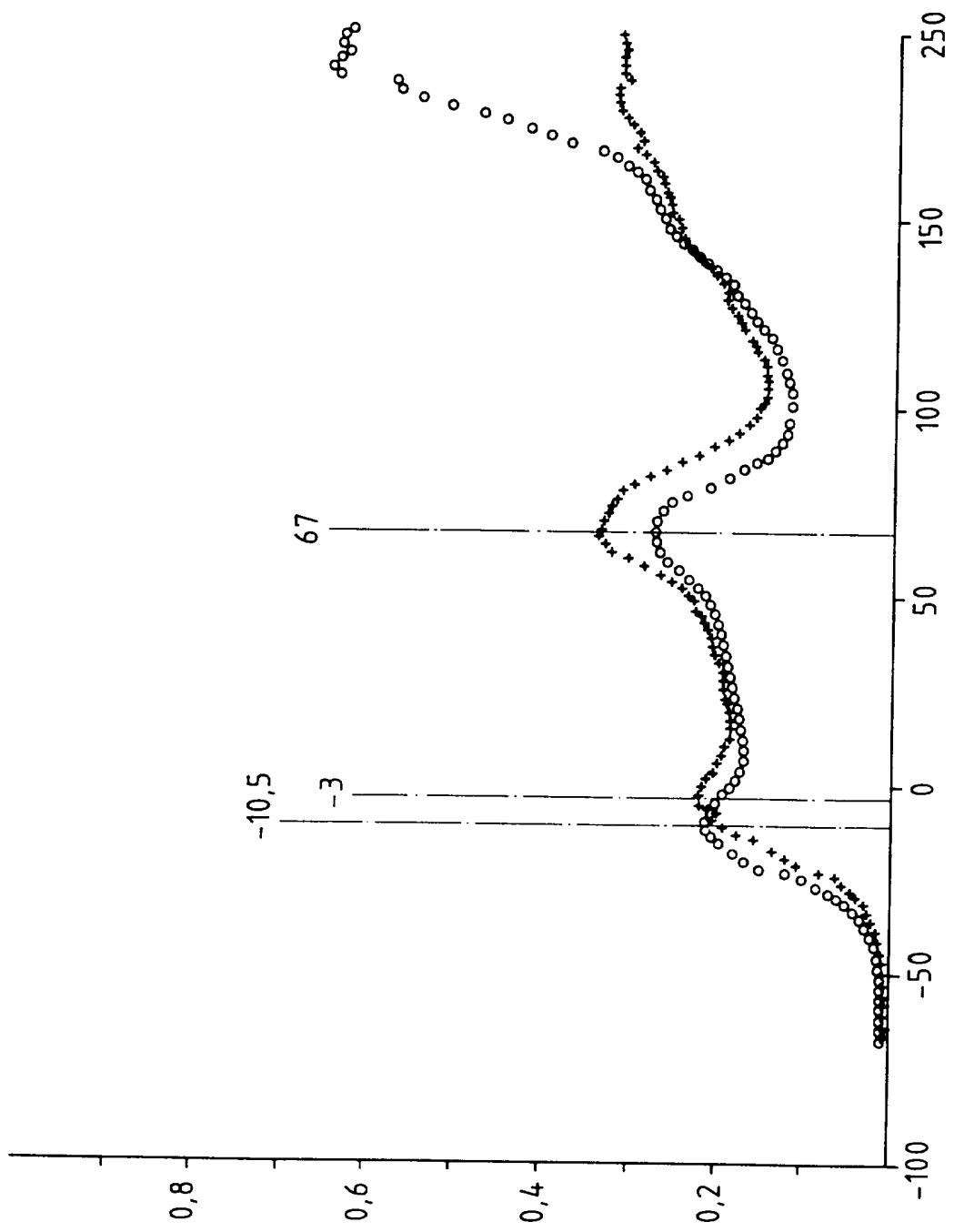
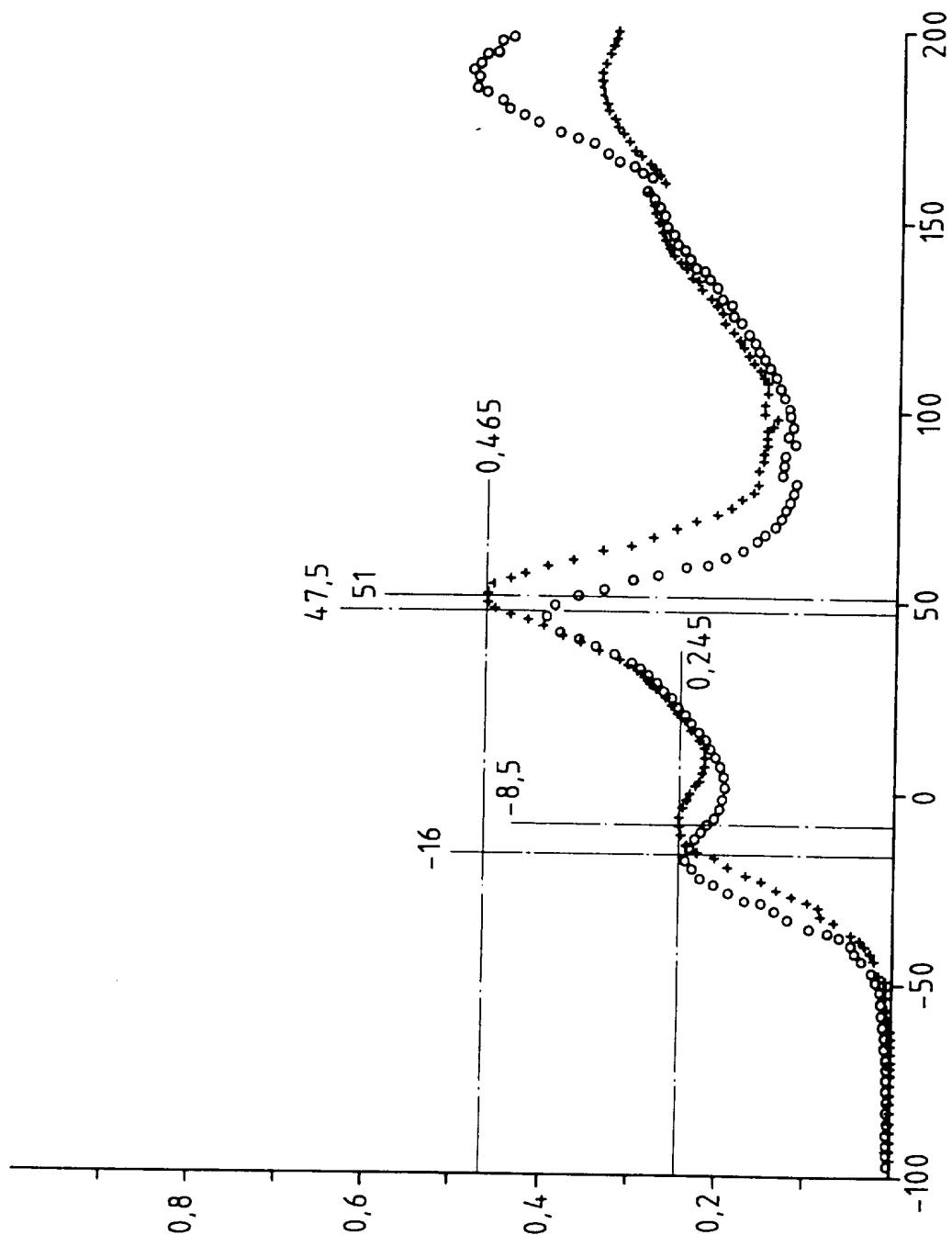


FIG. 2



7 SET 1989

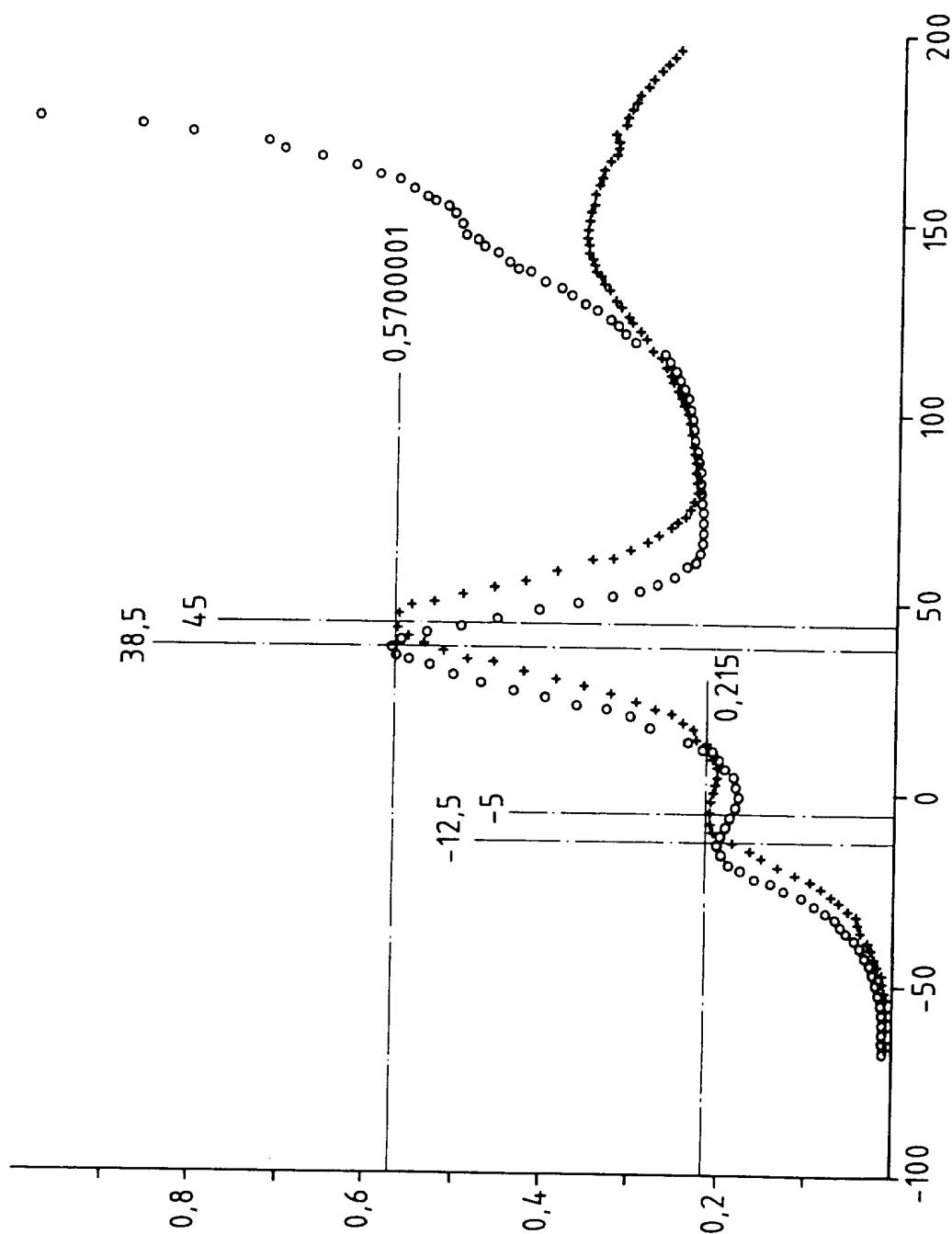
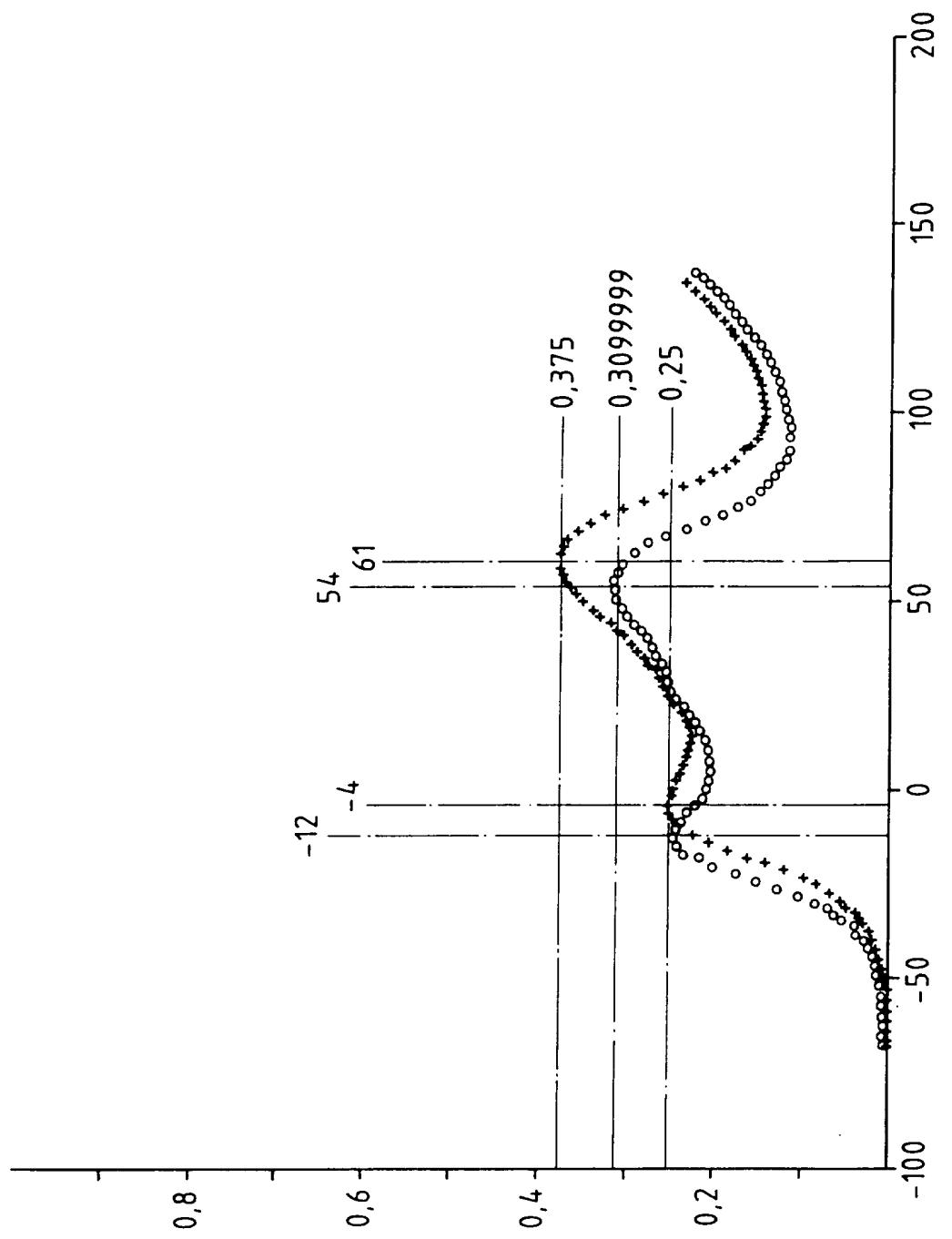


FIG. 3

FIG. 4



W 7 SEV 1989

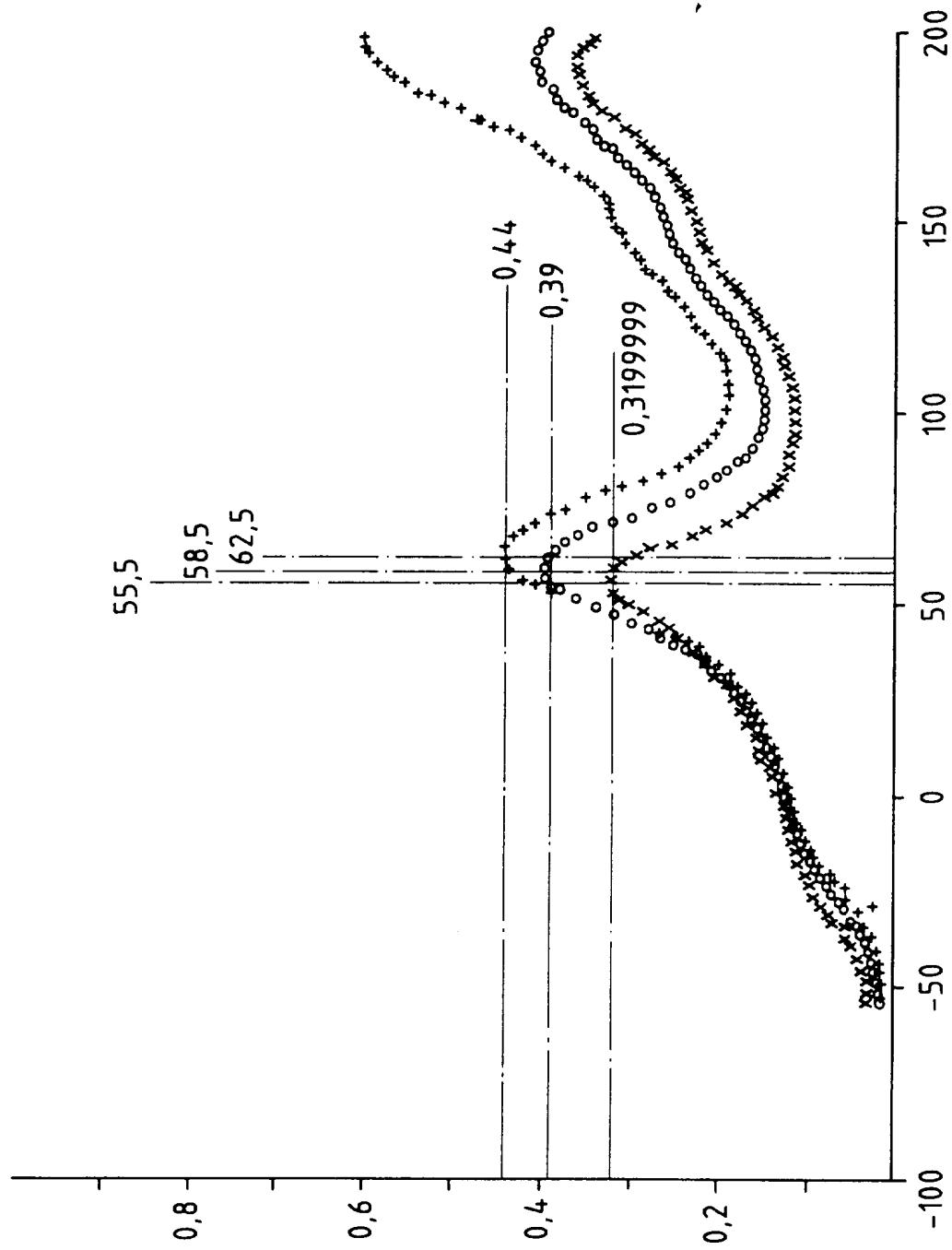


FIG. 5

750 189

FIG. 6

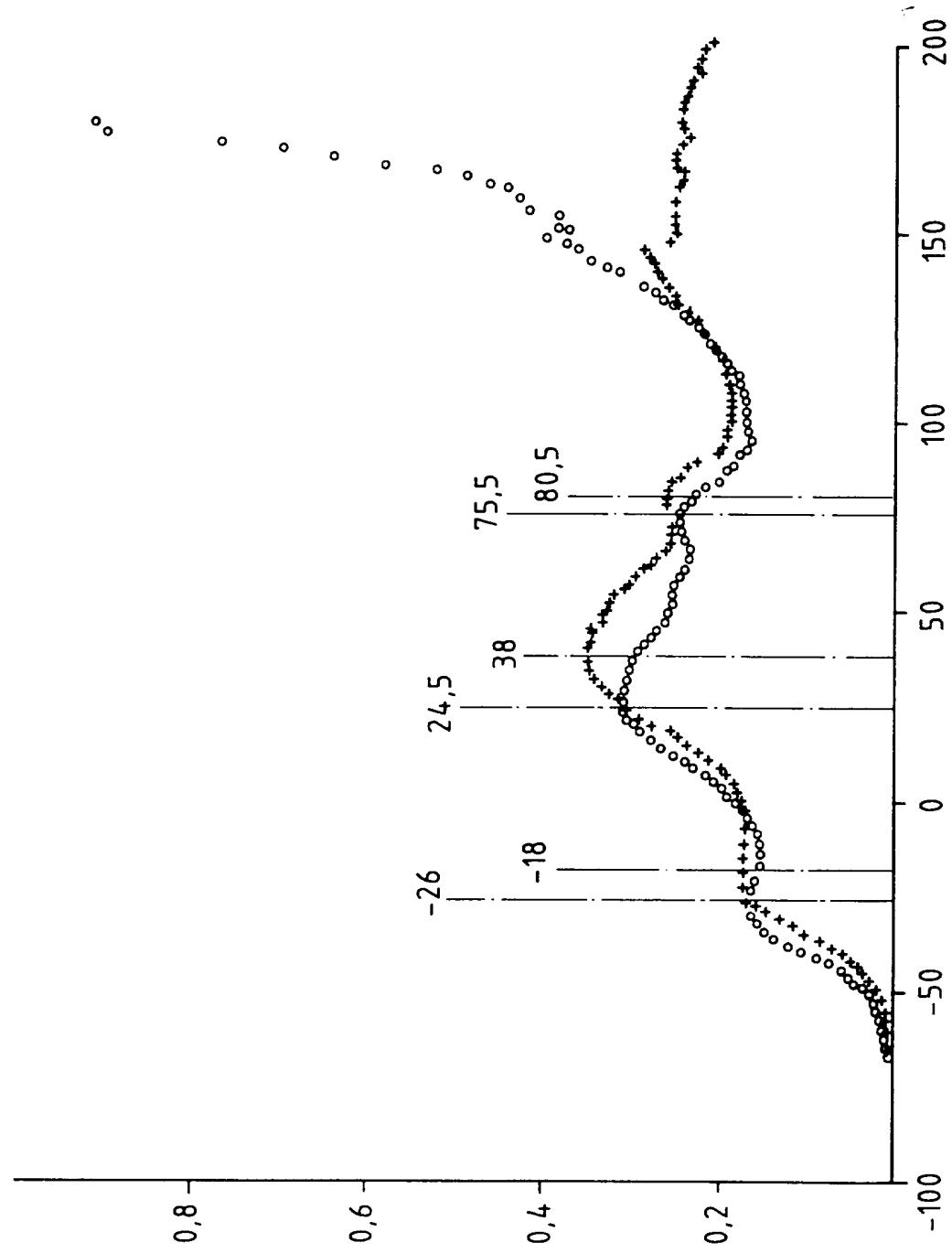


FIG. 7

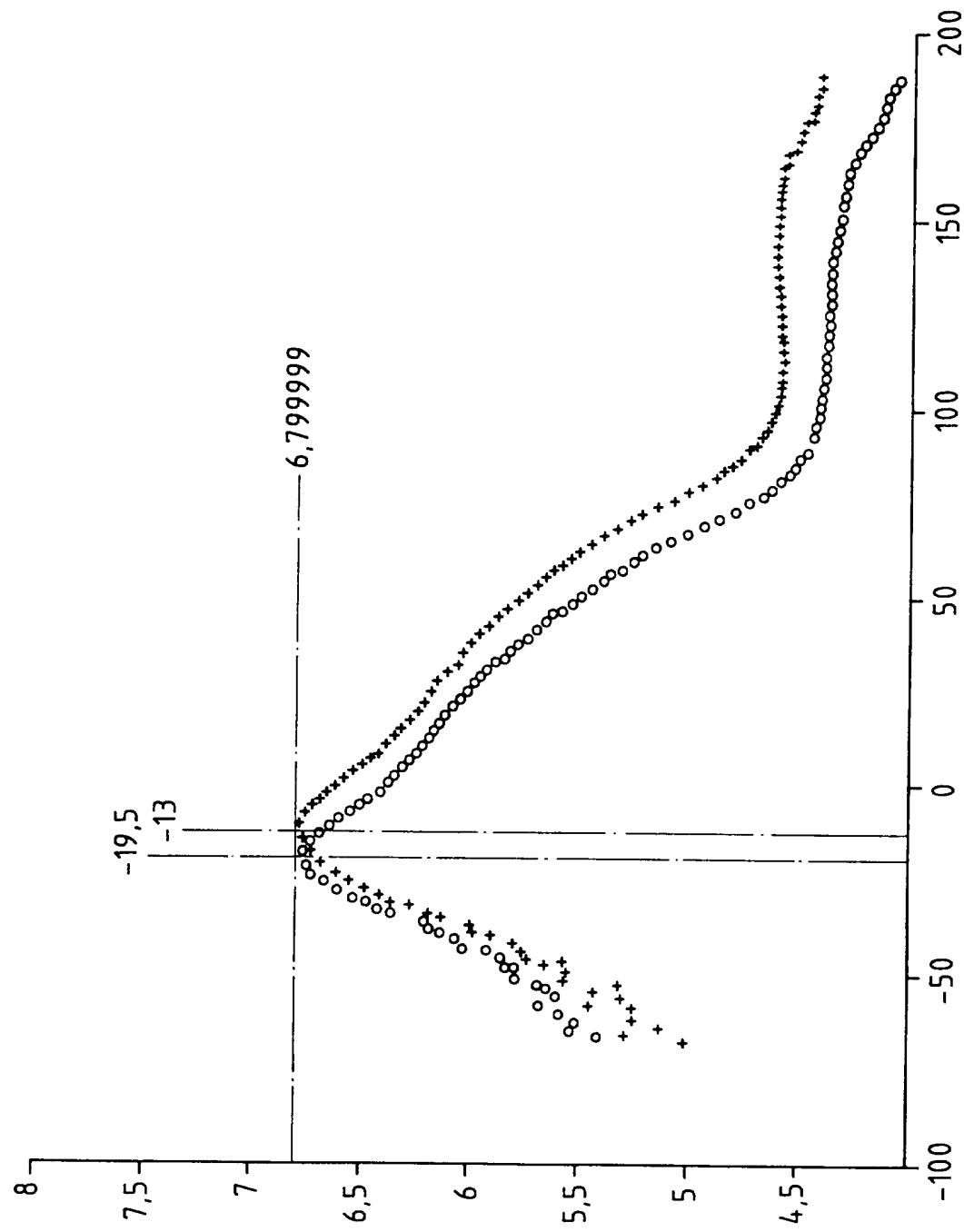
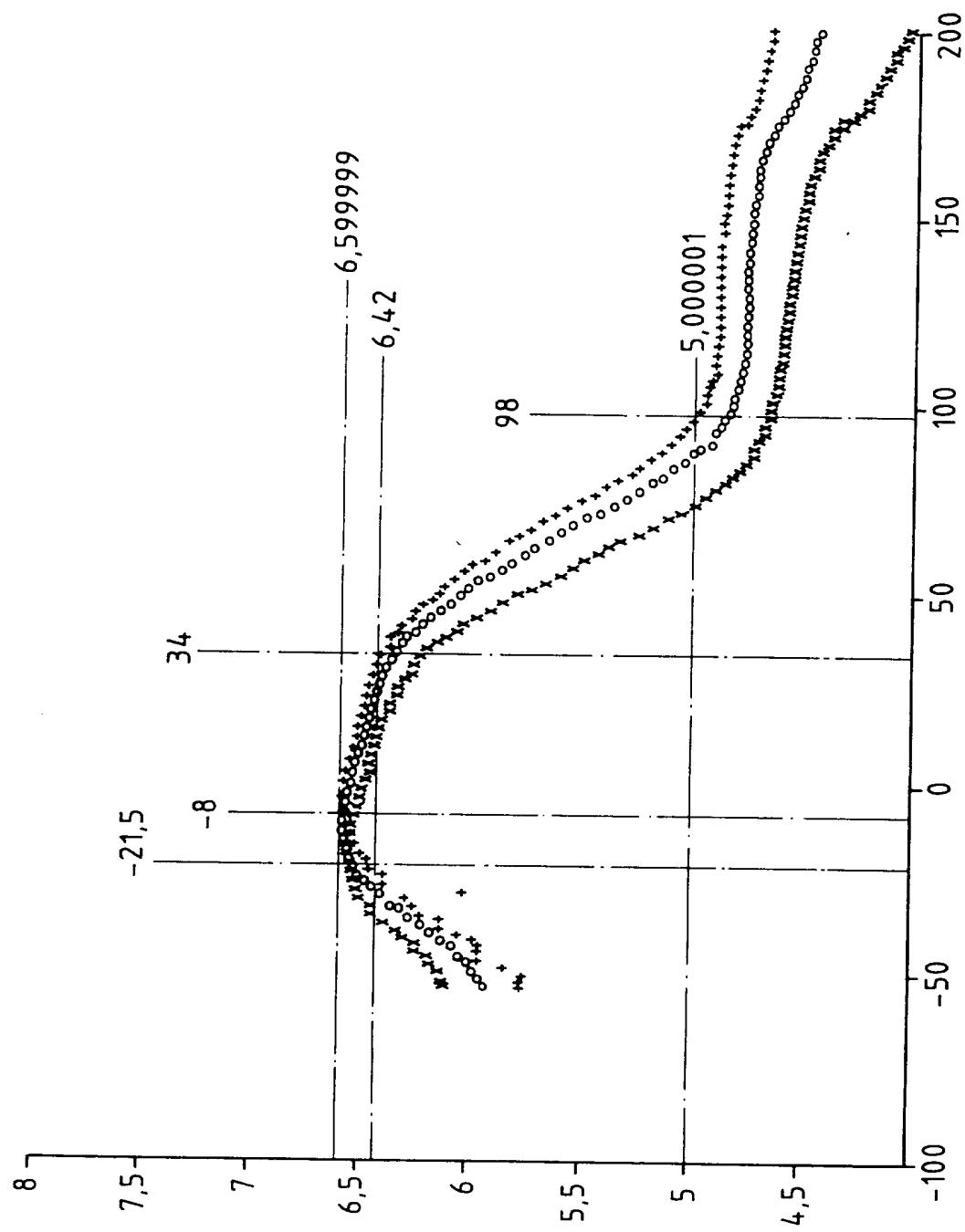


FIG. 8



7 SET. 55

FIG. 9

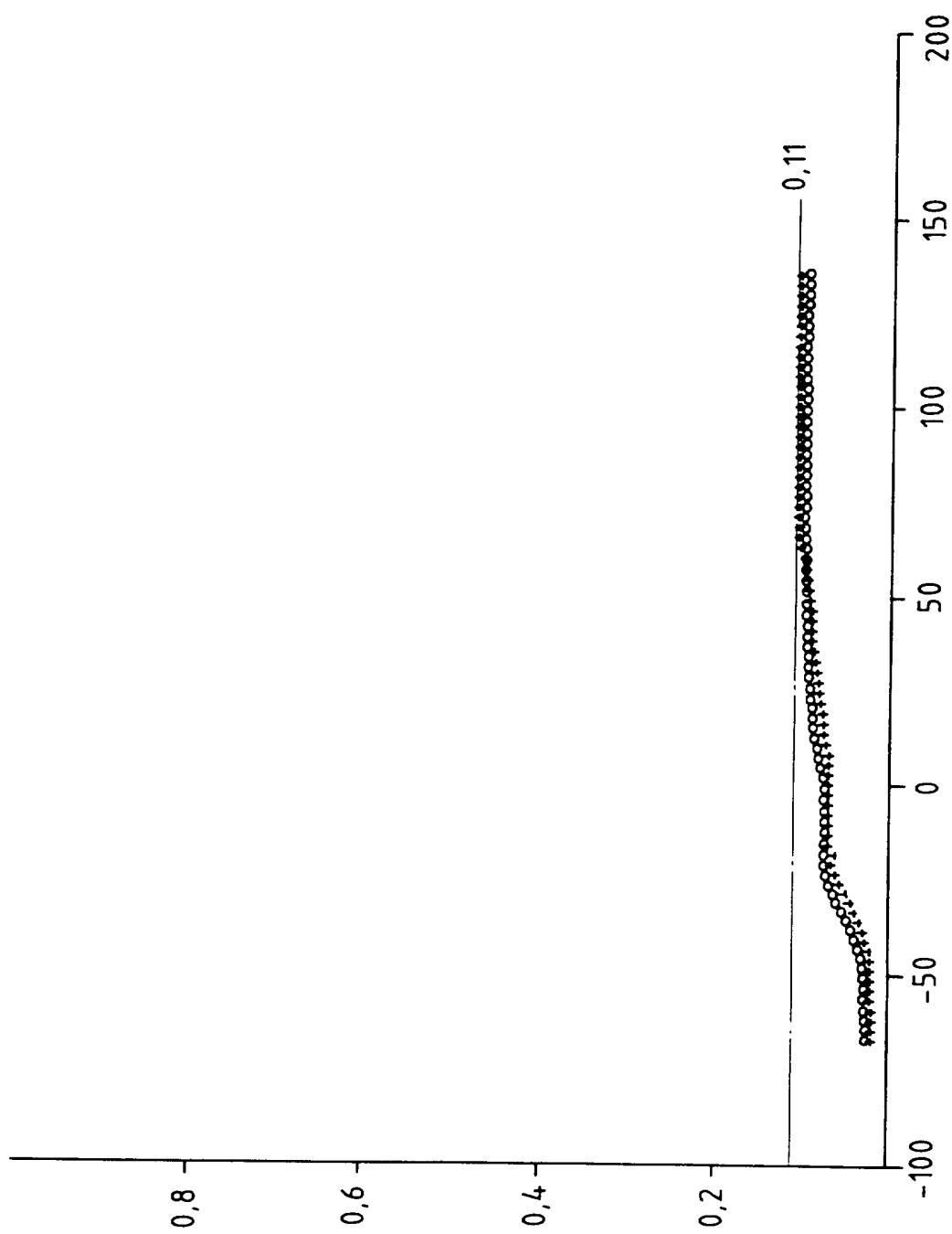
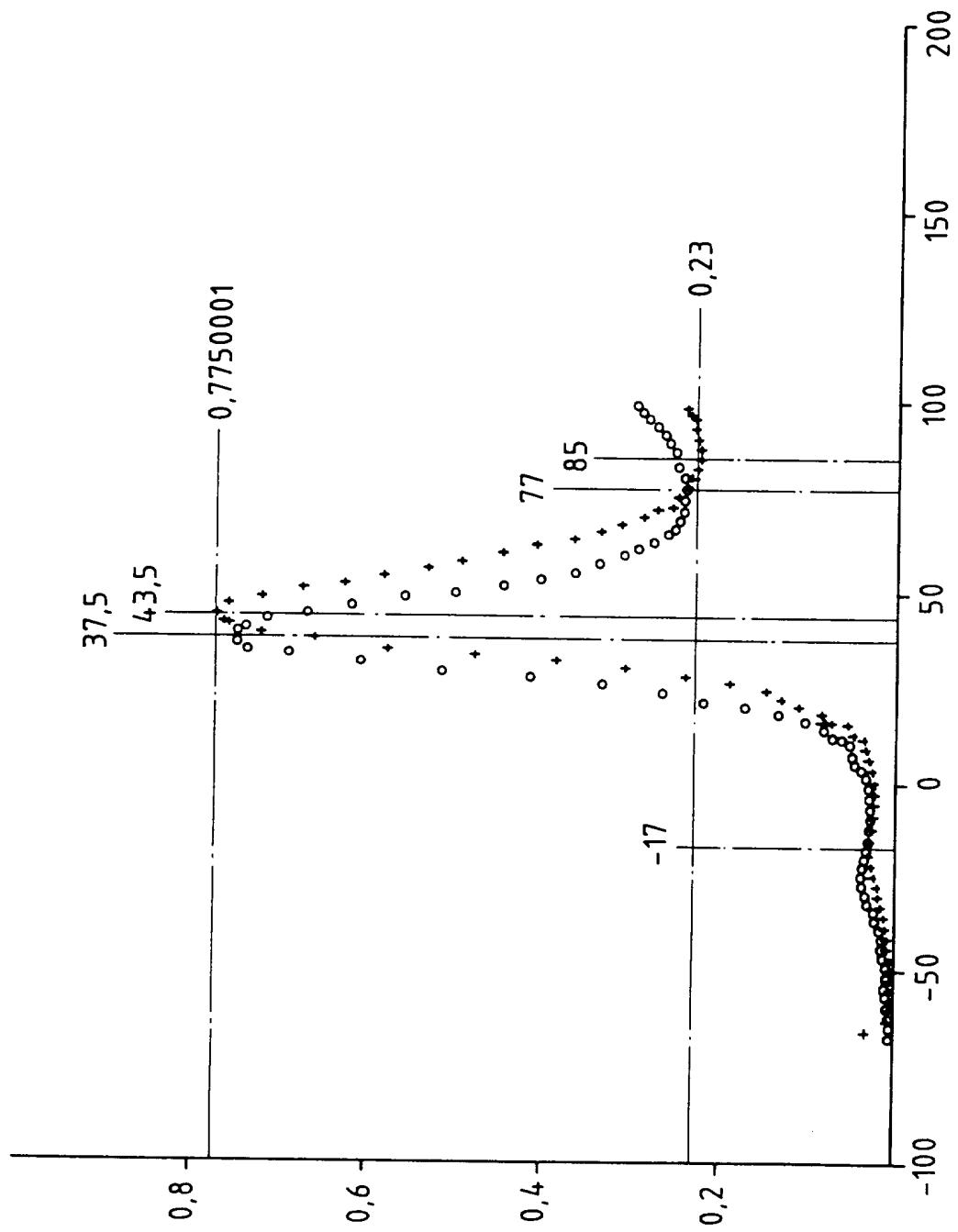


FIG. 10



17 SET 99