



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 238 434**

51 Int. Cl.:
C09D 133/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

86 Número de solicitud europea: **01924670 .1**

86 Fecha de presentación : **04.04.2001**

87 Número de publicación de la solicitud: **1282672**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **12.02.2003**

54 Título: **Composiciones de revestimiento, sustratos revestidos y procedimiento de inhibición de la transmisión de los sonidos a través de un sustrato.**

30 Prioridad: **19.05.2000 US 574426**

45 Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **01.09.2005**

45 Fecha de la publicación de la mención de la patente europea modificada BOPI: **01.09.2008**

45 Fecha de publicación de la traducción de patente europea modificada: **01.09.2008**

73 Titular/es: **PPG Industries Ohio, Inc.**
3800 West 143rd Street
Cleveland, Ohio 44111, US

72 Inventor/es: **Desai, Umesh, C.;**
Kania, Charles, M.;
Palermo, Anthony, C.;
Ragunathan, Kaliappa, G. y
Swarup, Shanti

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 238 434 T5

DESCRIPCIÓN

Composiciones de revestimiento, sustratos revestidos y procedimiento de inhibición de la transmisión de los sonidos a través de un sustrato.

Campo de la invención

La presente invención se refiere a composiciones de recubrimiento adecuadas para el amortiguamiento de la vibración y el sonido.

Antecedentes de la invención

Típicamente, los parches a base de caucho o asfalto precortados se utilizan para revestir ahuecadores metálicos, tapas de cubierta y puertas de automóviles para amortiguar o reducir el ruido y las vibraciones del motor y de la carretera, previniendo que se traspasen al compartimiento del pasajero del vehículo de motor. Los revestimientos pulverizables que se han podido aplicar por robótica son deseables para proporcionar un ahorro de trabajo y de costes, reducir los inventarios de piezas y para una flexibilidad de las especificaciones de diseño para las propiedades de amortiguamiento. Son deseables recubrimientos con alto contenido en sólidos y soportados en agua en aplicaciones de talleres de acabado en los que solo es viable el curado por aire seco. Es importante que estos recubrimientos se sequen enseguida, en aproximadamente 2 a 3 horas tras la aplicación, de manera que los recubrimientos no se transfieran a otras piezas del automóvil durante las operaciones de ensamblaje.

Generalmente, cualquier recubrimiento que contenga un componente volátil como agua debe experimentar una disminución del volumen a medida que se evapora el componente volátil de la superficie del recubrimiento. A medida que el componente volátil sale del recubrimiento, las fuerzas de contracción actúan empujando el recubrimiento hacia dentro en todas las direcciones. Sin embargo, sin pretender establecer ninguna teoría, se cree que si el recubrimiento tiene suficiente fuerza de cohesión, el recubrimiento se contraerá solamente en una dimensión, es decir, el grosor del recubrimiento disminuirá al mismo tiempo que el recubrimiento resiste la contracción en cualquier dirección paralela a la superficie del sustrato. En contraposición, si el recubrimiento carece de una fuerza de cohesión suficiente como para resistir la contracción paralela a la superficie del sustrato, las fuerzas de contracción harán que el recubrimiento se fracture en pequeños segmentos planos que quedarán separados por vacíos lineales continuos. Este defecto superficial se denomina comúnmente como "agrietamiento de desecación".

La industria del automóvil se beneficiaría de importantes ventajas económicas con una composición de recubrimiento que se pudiera aplicar por pulverizado para formar un recubrimiento que se seca rápidamente, que estuviera esencialmente libre de "agrietamiento por desecación" y que proporcionara un amortiguamiento del sonido y la vibración.

Compendio de la invención

De acuerdo con la presente invención se proporciona una composición de recubrimiento, así como su uso en la inhibición de la transmisión del sonido a través del sustrato revestido con ella, que comprende: (a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparadas a partir de componentes que consisten en: (i) un material con función nitrilo; y (ii) un poliacrilato de oxialquileno; y (b) un material de carga.

Otro aspecto de la presente invención es una composición de recubrimiento que consiste en (a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que consisten en (i) un material con función amida; y (ii) un poliacrilato de oxialquileno; y (b) un material de carga.

Otro aspecto de la presente invención es una composición de recubrimiento que comprende (a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que consisten en (i) un material con función carbamato; y (ii) un poliacrilato de oxialquileno; y (b) un material de carga.

Otro aspecto de la presente invención es una composición de recubrimiento que consiste en (a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tiene una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que ha sido preparada a partir de componentes que consisten en (i) un material con función nitrilo; y (ii) un material con función hidroxilo; y (b) un material de carga.

Otro aspecto de la presente invención es una composición que consiste en (a) una primera dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que ha sido preparada a partir de un primer material con función nitrilo; (b) una segunda dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que ha sido preparada a partir de un segundo material con función nitrilo, siendo diferentes las micropartículas de la primera dispersión acuosa de las micropartículas poliméricas de la segunda dispersión acuosa; y (c) un material de carga.

Otro aspecto más de la presente invención es una composición de recubrimiento que consiste en (a) una primera dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tiene una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que ha sido preparada a partir de un material con función nitrilo; (b) una segunda dispersión acuosa de micropartículas

ES 2 238 434 T5

poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que ha sido preparada a partir de un material con función hidroxilo; y (c) un material de carga.

5 Otro aspecto de la presente invención consiste en el uso de una composición de recubrimiento que consiste en (a) una dispersión acuosa de micropartículas acrílicas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a +10°C y que ha sido preparada a partir de componentes que consisten en (i) un material con función hidroxilo; (ii) un material con función ácido; y (iii) un monómero de acrilato y (b) un material de carga, para inhibir la transmisión de sonido a través del sustrato revestido con ella.

10 Otro aspecto más de la presente invención es un sustrato revestido que tiene un recubrimiento depositado sobre una superficie del sustrato que consiste en (a) un residuo deshidratado al menos parcialmente de una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que consisten en (i) un material con función nitrilo y (ii) un poliacrilato de oxialquileno; y (b) un material de carga.

15 Otro aspecto más de la presente invención consiste en un sustrato revestido que tiene un recubrimiento depositado sobre la superficie del sustrato que consiste en (a) un residuo deshidratado al menos parcialmente de una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que consisten en (i) un material con función amida, y (ii) un poliacrilato de oxialquileno y (b) un material de carga.

20 Otro aspecto más de la presente invención consiste en un sustrato revestido que tiene un recubrimiento depositado sobre la superficie del sustrato que consiste en (a) un residuo al menos parcialmente deshidratado de (i) una primera dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de un primer material con función nitrilo; y (ii) una segunda dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de un segundo material con función nitrilo, siendo diferentes las micropartículas poliméricas de la primera dispersión acuosa de las micropartículas poliméricas de la segunda dispersión acuosa; y (b) un material de carga.

25 Otro aspecto más de la presente invención consiste en un sustrato revestido que tiene un recubrimiento depositado sobre la superficie del sustrato que consiste en (a) un residuo al menos parcialmente deshidratado de una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que consiste en (i) un material con función nitrilo y (ii) un material con función hidroxilo; y (b) un material de carga.

30 Otro aspecto más de la presente invención consiste en un método para inhibir la transmisión del sonido a través de un sustrato que consiste en (a) aplicación en el sustrato de una composición de recubrimiento que consiste en (i) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que consisten en un material con función nitrilo y un poliacrilato de oxialquileno; y (ii) un material de carga; y (b) secado al menos parcial de la composición de recubrimiento para proporcionar un recubrimiento sobre el sustrato para inhibir la transmisión del sonido a través suyo.

35 Otro aspecto más de la presente invención consiste en un método para inhibir la transmisión del sonido a través de un sustrato que consiste en (a) aplicación al sustrato de una composición de recubrimiento que consiste en (i) una primera dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de un primer material con función nitrilo; (ii) una segunda dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de un segundo material con función nitrilo, siendo diferentes las micropartículas poliméricas de la primera dispersión acuosa de las micropartículas poliméricas de la segunda dispersión acuosa; y (iii) un material de carga; y (b) secado al menos parcial de la composición de recubrimiento para proporcionar un recubrimiento sobre el sustrato para inhibir la transmisión del sonido a través suyo.

40 Tal como se utiliza aquí, a no ser que se especifique de otra forma, todos los intervalos numéricos, cantidades, valores y porcentajes como por ejemplo para las cantidades de materiales, los períodos y las temperaturas de reacción, las relaciones de cantidades, los valores de peso molecular (ya sea el peso molecular de media en número (“Mn”) o el peso molecular de peso medio (Pm)) y otros que se indican en la parte que sigue de la memoria descriptiva se pueden interpretar como precedidos por la palabra “aproximadamente” aunque el término “aproximadamente” no aparezca de forma expresa con el valor, la cantidad o el intervalo. Asimismo, tal como se utiliza aquí, el término “polímero” debe entenderse como referido a oligómeros y tanto homopolímeros como copolímeros.

45 Asimismo, en lo que se refiere a los pesos moleculares, ya sea Mn o Pm, estas cantidades se determinan por cromatografía de permeación de gel utilizando poliestireno como patrón tal como conocen los especialistas en esta técnica y tal como se explica en la patente EE.UU. N° 4.739.019, en la columna 4, líneas 2-45, que se incorpora al presente documento en su totalidad.

50 La temperatura de transición vítrea (Tg) (°C) se determina utilizando un Calorímetro de Exploración Diferencial (DSC) como por ejemplo un Calorímetro de Exploración Diferencial Perkin Elmer Serie 7, empleando un intervalo de temperatura de aproximadamente -55°C a aproximadamente 150°C y una velocidad de exploración de aproximadamente 20°C por minuto.

65

Descripción detallada de los modos de realización preferibles

La presente invención proporciona una composición de recubrimiento que consiste en una o más dispersiones acuosas de micropartículas poliméricas. Tal como se utiliza aquí, el término “dispersión” significa que las micropartículas son capaces de distribuirse a través del agua como partículas finamente divididas, como por ejemplo un látex. (véase *Hawley's Condensed Chemical Dictionary* (12ª ed. 1993), página 435, que se incorpora al presente documento como referencia. La uniformidad de la dispersión se puede aumentar mediante la adición de agentes de humectación, dispersión o emulsión (agentes tensioactivos), tal como se explicará más adelante.

Preferiblemente, las micropartículas poliméricas son termoplásticas, si bien las micropartículas poliméricas pueden incluir una funcionalidad que permita 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.

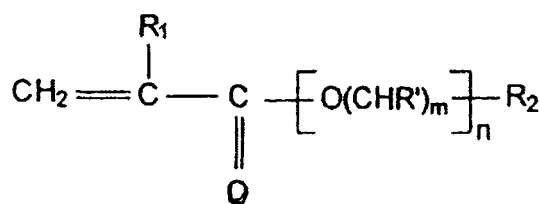
Las micropartículas poliméricas se preparan a partir de componentes que consisten en uno o más materiales de nitrilo, como acrilonitrilo, metacrilonitrilo, macromonómeros, copolímeros, ésteres de los mismos, cauchos de nitrilo y mezclas de los mismos. Los materiales de nitrilo útiles incluyen también polímeros que incluyen tanto grupos vinilo como grupos nitrilo. Son útiles también los productos de transesterificación de ácido cianoacético con materiales con función hidroxilo. El material con función nitrilo constituye generalmente entre aproximadamente 1 y aproximadamente 95 por ciento en peso de los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas en función del peso total de los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas, preferiblemente aproximadamente de 15 a aproximadamente 40 por ciento en peso.

En un modo de realización alternativo, en asociación o además de los materiales de nitrilo que se han indicado, las micropartículas poliméricas se preparan a partir de componentes que consisten en uno o más materiales con función amida, como acrilamidas, metacrilamidas o n-butoxi metacrilamida y polímeros y copolímeros de los mismos presentes en cantidades similares que los materiales de nitrilo antes descritos. El material con función amida constituye generalmente entre aproximadamente 1 y aproximadamente 95% en peso de los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas en función del peso total de los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas, preferiblemente, de aproximadamente 15 a aproximadamente 40 por ciento.

En otro modo de realización alternativo, en asociación o además de los materiales de nitrilo y/o los polímeros con función amida antes descritos, se pueden incluir materiales con función carbamato en las micropartículas poliméricas por ejemplo por copolimerización de los materiales de nitrilo y/o polímeros con función amida o monómeros etilénicamente insaturados con un monómero de vinilo con función carbamato, como por ejemplo éster alquílico con función carbamato de ácido metacrílico o haciendo reaccionar un polímero acrílico con función hidroxilo con un material con función carbamato de bajo peso molecular, como por ejemplo uno que se pueda derivar de un alcohol o un éter glicólico, a través de una reacción de transcaramoilación. Otros monómeros con función carbamato útiles se describen en la patente EE.UU. N° 5.098.947. El material con función carbamato constituye generalmente entre aproximadamente 1 y aproximadamente 95 por ciento en peso de los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas en función del peso total de los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas, preferiblemente de aproximadamente 15 a aproximadamente 40 por ciento en peso.

En un modo de realización preferible, los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas incluyen también uno o más poliacrilatos de oxialquileno que pueden reducir el agrietamiento por desecado en la composición de recubrimiento. Generalmente el poliacrilato de oxialquileno incluye una cadena principal de unidades de alquilen glicol que se repiten. El poliacrilato de oxialquileno puede terminar en un extremo con un grupo acrilato y en el otro extremo con un grupo alcoxi que contiene de aproximadamente 1 a aproximadamente 6 átomos de carbono. El poliacrilato de oxialquileno incluye además uno o más grupos funcionales pendientes tales como hidroxilo, amido, carboxilo, carbamato, urea, mercapto o uretano. Preferiblemente, el poliacrilato de oxialquileno tiene uno o más grupos alcoxi terminales como grupos metoxi, grupos etoxi, grupos butoxi, grupos pentoxi y grupos hexoxi.

Preferiblemente, el poliacrilato de oxialquileno tiene la estructura (incluyendo isómeros del mismo) que se muestra en la fórmula (I) a continuación:



(I)

ES 2 238 434 T5

en la que R_1 es H o CH_3 ; R_2 es un grupo alcoxi terminal que contiene de aproximadamente 1 a aproximadamente 6 átomos de carbono, como metoxi (preferible) etoxi, butoxi, pentoxi y hexoxi; R' se selecciona independientemente entre H o CH_3 ; m es un entero que puede estar dentro del intervalo de aproximadamente 2 y aproximadamente 4; y n es un entero que puede estar dentro del intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 200; preferiblemente oscila entre aproximadamente 3 y aproximadamente 40, más preferiblemente dentro del intervalo de aproximadamente 4 a aproximadamente 20.

Entre los ejemplos no limitativos de acrilatos de polioxialquileno adecuados se incluyen alcoxi poliacrilatos de oxietileno, alcoxi polimetacrilatos de oxietileno, alcoxi poliacrilatos de polioxipropileno, alcoxi polimetacrilatos de oxipropileno, alcoxi poliacrilatos de oxietileno oxipropileno, alcoxi polimetacrilatos de oxietileno oxipropileno, alcoxi poliacrilatos de oxibutileno, alcoxi polimetacrilatos de oxibutileno, copolímeros y mezclas de ellos. Preferiblemente, el poliacrilato de oxialquileno es un metoxi polimetacrilato de alquileno (también conocido como metoxi metacrilato de polietilén glicol). Un metoxi metacrilato de polietilén glicol preferible es MA-550 que se distribuye en el comercio a través de La Porte Chemicals, Houston, Texas.

El poliacrilato de oxialquileno puede constituir de aproximadamente 1 a aproximadamente 99 por ciento en peso de los componentes para producir las micropartículas poliméricas en función del peso total de componentes utilizados para producir las micropartículas poliméricas, preferiblemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 por ciento en peso, siendo más preferible de aproximadamente 3 a aproximadamente 7 por ciento en peso.

Los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas pueden incluir también uno o más monómeros etilénicamente insaturados copolimerizables que son químicamente diferentes de los poliacrilatos de oxialquileno y materiales con función nitrilo, es decir, que tienen al menos un elemento o cantidad de un elemento que es diferente de los poliacrilatos de oxialquileno y materiales con función nitrilo, polímeros con función amida y materiales con función carbamato. Las micropartículas poliméricas se pueden autorreticular, como por ejemplo formando micropartículas poliméricas a partir de monómeros acrílicos capaces de reticularse internamente tales como n-alcoialquilamida, o reticularse por reacción con los materiales de reticulación adecuados incluidos en la composición de formación de película. Las micropartículas poliméricas pueden ser catiónicas, aniónicas o no iónicas, pero se prefieren las aniónicas.

Entre los ejemplos no limitativos de monómeros de ácido carboxílico etilénicamente insaturados se incluyen ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido acriloxipropiónico, ácido crotonico, ácido fumárico, ésteres de monoalquilo de ácido fumárico, ácido maleico, ésteres monoalquílicos de ácido maleico, ácido itacónico, ésteres monoalquílicos de ácido itacónico y mezclas de ellos. Entre los monómeros de ácido carboxílico etilénicamente insaturados se incluyen ácido acrílico y ácido metacrílico.

Entre los ejemplos no limitativos de otros monómeros de vinilo etilénicamente insaturados útiles se incluyen ésteres alquílicos de ácidos acrílicos y metacrílicos 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 etilén glicol, metacrilato de isobornilo y metacrilato de laurilo; vinil aromáticos como estireno y vinil tolueno; acrilamidas como N-butoximetil acrilamida; acrilonitrilos; ésteres dialquílicos de ácidos maleico y fumárico; haluros de vinilo y vinilideno; acetato de vinilo; éteres vinílicos; éteres alílicos; alcoholes de alilo; derivados de los mismos y mezclas de los mismos.

Generalmente, el monómero(s) etilénicamente insaturado constituye de aproximadamente 1 a aproximadamente 85 por ciento en peso de los componentes utilizados para producir las micropartículas poliméricas en función del peso total de los componentes utilizados para producir las micropartículas poliméricas preferiblemente de aproximadamente 40 a aproximadamente 80 por ciento en peso, más preferiblemente de aproximadamente 50 a aproximadamente 70 por ciento en peso.

Las micropartículas poliméricas pueden incluir grupos con función hidroxilo que se incorporan frecuentemente en el polímero incluyendo uno o más monómeros con función hidroxilo en los productos de reacción utilizados para producir el copolímero. Entre los monómeros con función hidroxilo útiles se incluyen acrilatos y metacrilatos de hidroxialquilo, preferiblemente que tienen de 2 a 6 átomos de carbono en el grupo hidroxilo alquilo, como acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, acrilato de 4-hidroxibutilo, aductos con función hidroxilo de caprolactona y acrilatos de hidroxialquilo, y los metacrilatos correspondientes. La inclusión de materiales con función hidroxilo en los componentes de micropartícula del polímero pueden proporcionar un secado rápido en condiciones ambientales (aproximadamente 25°C y presión atmosférica).

Se pueden incluir grupos con función uretano en las micropartículas poliméricas por copolimerización de los monómeros con un monómero con función uretano como por ejemplo el producto de reacción de un isocianato etilénicamente insaturado con un alcohol.

Se puede incluir grupos con función urea en las micropartículas poliméricas copolimerizando los monómeros con un monómero con función urea como por ejemplo (met)acrilato de hidroxietil etilén urea.

ES 2 238 434 T5

Se pueden incluir grupos con función ureido en las micropartículas poliméricas copolimerizando los monómeros con un monómero con función ureido como (met)acrilatos de etilimidazolidona y etilimidazolidona (met)acrilamidas. Entre los materiales con función ureido útiles se incluyen monómeros con función ureido NORSOCRYL (que también pueden contener otros monómeros de acrilato) que están distribuidos en el comercio a través de Elf Atochem.

En un modo de realización preferible, las micropartículas poliméricas tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y se preparan a partir de uno o más materiales con función nitrilo y uno o más materiales con función hidroxilo, como acrilonitrilo y metacrilato de hidroxietilo. La relación en peso del material con función nitrilo al material con función hidroxilo puede oscilar entre aproximadamente 5:95 y aproximadamente 95:5, preferiblemente entre aproximadamente 10:3 y aproximadamente 10:4.

En un modo de realización alternativo, las micropartículas poliméricas acrílicas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a +10°C (preferiblemente superior a aproximadamente +20°C) se preparan a partir de uno o más materiales con función hidroxilo como por ejemplo metacrilato de hidroxietilo; uno o más materiales con función ácido como ácido (met)acrílico; y uno o más monómeros de acrilato como acrilato de butilo o metacrilato de metilo. Estas micropartículas poliméricas acrílicas son generalmente uniformes, es decir no forman corteza o coraza. En este modo de realización, la cantidad de materiales con función hidroxilo utilizada para preparar las micropartículas puede oscilar entre aproximadamente 1 y aproximadamente 25 por ciento en peso; la cantidad de materiales con función ácido puede oscilar entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 10 por ciento en peso; y la cantidad de monómeros de acrilato puede oscilar entre aproximadamente 65 y aproximadamente 98,9 por ciento en peso en función del peso total de los componentes de monómero utilizados para preparar las micropartículas acrílicas poliméricas.

Otros componentes que son útiles para formar las micropartículas poliméricas incluyen poliésteres, agentes tensioactivos, iniciadores agentes de transferencia de cadena y disolventes. Entre los poliésteres adecuados se incluyen poliésteres etilénicamente insaturados con función hidroxilo. Otros agentes tensioactivos útiles incluyen lauril sulfato sódico. Entre los ejemplos de agentes de transferencia de cadena útiles se incluyen alquil mercaptanos terciarios, mercaptoetanol, etanol e isopropanol. Entre los disolventes adecuados se incluyen éter butílico de dipropileno glicol, éter metílico de propileno glicol y xileno.

Los componentes de las micropartículas poliméricas pueden estar presentes como una mezcla, pero preferiblemente son el producto de reacción de polimerización de los componentes. Los métodos para la polimerización de monómeros acrílicos consigo mismos y/o otros monómeros polimerizables por adición y polímeros preformados son muy conocidos por los especialistas en la técnica de los polímeros no creyéndose necesaria una mayor explicación en la presente descripción. Por ejemplo, se puede llevar a cabo la polimerización del monómero acrílico en una solución acuosa o disolvente orgánico como xileno, en emulsión, o en una dispersión acuosa. Véase, Kirk-Othmer, *Encyclopedia of Chemical Technology*, (1963), vol. 1 en la página 305. Preferiblemente, se prepara el polímero acrílico por polimerización en emulsión. La polimerización se puede llevar a cabo a través de un sistema iniciador adecuado.

El peso molecular de número medio (Mn) de las micropartículas poliméricas puede oscilar entre aproximadamente 1000 a aproximadamente 50.000 gramos por mol y es preferiblemente aproximadamente 5000 a aproximadamente 20.000, según se determina por cromatografía de permeación de gel utilizando un patrón de poliestireno. La temperatura de transición vítrea de las micropartículas poliméricas puede oscilar entre aproximadamente -50°C y aproximadamente 120°C, preferiblemente entre aproximadamente 5°C y aproximadamente +50°C, más preferiblemente entre aproximadamente 5°C y aproximadamente +35°C.

Los grupos con función ácido se pueden neutralizar utilizando aminas como dimetiletanolamina, amoníaco, trietanolamina, dimetiletil etanolamina o N,N'-dimetil aminopropilamina o sales de metal alcalino como hidróxido sódico o potásico. Generalmente, las micropartículas poliméricas están presentes en una cantidad comprendida entre aproximadamente 50 y aproximadamente 100 por ciento en peso en función del total de sólidos de resina de la composición de recubrimiento, preferiblemente entre aproximadamente 70 y aproximadamente 95 por ciento, más preferiblemente, entre aproximadamente 80 y aproximadamente 90 por ciento en peso.

En un modo de realización preferible, la composición de recubrimiento consiste en una primera dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C (preferiblemente superior a aproximadamente 10°C) y que se prepara a partir de un primer material con función nitrilo y una segunda dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C (preferiblemente superior a aproximadamente 10°C) y que se prepara a partir de un segundo material con función nitrilo, siendo diferentes las micropartículas poliméricas de la primera dispersión acuosa de las micropartículas poliméricas de la segunda dispersión acuosa. Por ejemplo, se pueden utilizar materiales con función nitrilo químicamente diferentes para las primeras micropartículas poliméricas que para las segundas micropartículas poliméricas y/o se pueden utilizar otros componentes diferentes para las primeras micropartículas poliméricas que para las segundas micropartículas poliméricas. La relación en peso de la cantidad de la primera dispersión acuosa a la cantidad de la segunda dispersión acuosa puede oscilar entre aproximadamente 5:95 y aproximadamente 95:5.

En un modo de realización preferible, las micropartículas poliméricas de la primera dispersión acuosa se preparan a partir de al menos un material acrilonitrilo y un poliácido de oxalquileno y las micropartículas poliméricas de la segunda dispersión acuosa se preparan a partir de al menos un material de acrilonitrilo y un material con función hidroxilo. La relación en peso de la cantidad de la primera dispersión acuosa a la cantidad de la segunda dispersión

ES 2 238 434 T5

acuosa puede oscilar entre aproximadamente 5:95 y aproximadamente 95:5, preferiblemente entre aproximadamente 4:1 y aproximadamente 5:1. Preferiblemente, se mezclan las micropartículas poliméricas de dos tipos diferentes de micropartículas poliméricas, preparándose uno de los tipos por polimerización de acrilonitrilo, acrilato de butilo, metoxi polimetacrilato de oxietileno, metacrilato de metilo y ácido metacrílico, y preparándose el segundo tipo por polimerización de acrilonitrilo, acrilato de butilo, metacrilato de hidroxietilo, metacrilato de metilo y ácido metacrílico.

Otro modo de realización más de la presente invención consiste en una composición de recubrimiento que consiste en una mezcla de una primera dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que se prepara a partir de un material con función nitrilo; y una segunda dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que se prepara a partir de un material con función hidroxilo. La relación en peso de la cantidad de la primera dispersión acuosa a la cantidad de la segunda dispersión acuosa puede oscilar entre aproximadamente 5:95 y aproximadamente 95:5, preferiblemente entre aproximadamente 4:1 y aproximadamente 5:1.

En un modo de realización preferible, la dispersión de las micropartículas poliméricas en un medio acuoso se prepara a través de técnicas de polimerización en emulsión convencionales que son muy conocidas entre los especialistas en esta técnica. Las dispersiones de micropartículas acuosas se pueden preparar a través de un proceso continuo o discontinuo en emulsión convencional. En un ejemplo de un proceso discontinuo, se introduce la microdispersión sin reaccionar durante un período de aproximadamente 1 a 4 horas en un reactor calentado inicialmente cargado con agua. Se puede introducir el iniciador simultáneamente, puede formar parte de la microdispersión o se puede cargar en el reactor antes de la alimentación de la microdispersión. La temperatura óptima depende del iniciador específico que se utilice. El período de tiempo oscila típicamente entre aproximadamente 2 horas y aproximadamente 6 horas. La temperatura de reacción puede oscilar entre aproximadamente 25°C y aproximadamente 90°C.

En un modo de realización preferible, se introducen agua y una pequeña porción de monómeros de acrilato de alquilo en el reactor con una pequeña cantidad de agente tensioactivo y un iniciador de radicales libres para formar una siembra. Se introducen los monómeros restantes, un agente tensioactivo y agua junto con el iniciador a lo largo de un período de tiempo prescrito (3 horas) a una temperatura de reacción de 80 a 85°C utilizando una atmósfera de nitrógeno. Al cabo de una hora de retención, una vez completada la alimentación del monómero, se añade una corriente de alimentación redox posterior para reducir el monómero libre residual (incluyendo peróxido de hidrógeno/ácido isoascórbico). Se neutraliza el producto de látex a un pH de aproximadamente 8.

Para llevar a cabo la polimerización de los monómeros etilénicamente insaturados, normalmente está presente un iniciador de radicales libres. Se pueden utilizar iniciadores tanto hidrosolubles como oleosolubles. Dado que la adición de determinados iniciadores, como iniciadores redox, puede tener como resultado una fuerte reacción exotérmica, generalmente es deseable añadir el iniciador a los demás ingredientes inmediatamente antes de llevar a cabo la reacción. Entre los ejemplos de iniciadores hidrosolubles se incluyen peroxodisulfato amónico, peroxodisulfato potásico y peróxido de hidrógeno. Entre los ejemplos de iniciadores solubles se incluyen hidroperóxido de t-butilo, peróxido de dilaurilo, perbenzoato de t-butilo y 2,2'-azobis(isobutironitrilo). Preferiblemente, se pueden utilizar los iniciadores redox como peroxodisulfato de amonio/metabisulfito sódico o t-butilhidroperóxido/ácido ascórbico.

Alternativamente, la dispersión de micropartículas poliméricas en un medio acuoso se puede preparar a través de una técnica de alta tensión como por ejemplo microfluidización mediante el uso de un emulsificador MICROFLUIDIZER® distribuido por Microfluidics Corporation en Newton, Massachusetts. El emulsificador de choque a alta presión MICROFLUIDIZER® se describe en la patente EE.UU. N° 4.533.254. El aparato consiste en una bomba de alta presión (hasta aproximadamente 1,4 x 10⁵⁶ kPa (20.000 psi)) y una cámara de interacción en la que tiene lugar la emulsión. La bomba impulsa la mezcla de reactivos en el medio acuoso hasta la cámara donde se divide en al menos dos corrientes que pasan a una velocidad muy alta a través de dos ranuras y colisionan con el resultado de la división de partículas de la mezcla en partículas pequeñas. Generalmente, la mezcla de reacción pasa a través del emulsificador una vez a una presión comprendida entre aproximadamente 3,5 x 10⁴ y aproximadamente 1 x 10⁵ KPa (5.000 y 15.000 psi). Los múltiples pases pueden tener como resultado un tamaño de partícula medio más pequeño y un intervalo más estrecho de la distribución de tamaño de partícula. Cuando se utiliza el emulsificador MICROFLUIDIZER® antes mencionado, se aplica una tensión mediante el choque de líquido-líquido tal como se ha descrito. Sin embargo, debe entenderse que, si se desea, se pueden utilizar otros modos de aplicación de tensión a la mezcla de pre-emulsión siempre y cuando se aplique una tensión suficiente como para conseguir la distribución del tamaño de partícula requerida, es decir, la suficiente para que tras la polimerización menos de un 20 por ciento de las micropartículas de polímero tengan un diámetro medio superior a 5 micrómetros. Por ejemplo, una manera alternativa de aplicar tensión podría ser el uso de energía ultrasónica.

Una vez completada la polimerización, el producto resultante es una dispersión estable de micropartículas poliméricas en un medio acuoso. El medio acuoso, por lo tanto, está sustancialmente libre de polímero hidrosoluble. Las micropartículas de polímero resultantes son naturalmente insolubles en el medio acuoso. Tal como se utiliza aquí "sustancialmente libre" significa que el medio acuoso no contiene más de un 30 por ciento en peso de polímero disuelto, preferiblemente no más de un 15 por ciento. "Establemente dispersado" significa que las micropartículas de polímero no se sedimentan tras el reposo y que esencialmente no se coagulan o flocculan durante la fabricación o en reposo.

Preferiblemente, el tamaño de partícula de la dispersión de micropartículas de polímero es uniformemente pequeño, es decir, tras la polimerización menos de un 20 por ciento de las micropartículas de polímero tienen un diámetro

ES 2 238 434 T5

medio que es superior a 5 micrómetros, más preferiblemente más de 1 μm . Generalmente, las micropartículas tienen un diámetro medio de aproximadamente 0,01 μm a aproximadamente 10 μm . Preferiblemente, el diámetro medio de las partículas tras la polimerización oscila entre aproximadamente 0,05 μm y aproximadamente 0,5 μm . El tamaño de partícula se puede medir con un analizador del tamaño de partícula como, por ejemplo, un instrumento Coulter N4 distribuido en el comercio por Coulter. El instrumento viene con instrucciones detalladas para llevar a cabo la medición del tamaño de partícula. Sin embargo, brevemente, se diluye una muestra de la dispersión acuosa con agua hasta que la concentración de la muestra entra dentro de unos límites especificados según se indica en el instrumento. El tiempo de medida es 10 minutos.

Generalmente, las dispersiones de micropartículas son materiales de viscosidad relativamente baja. Las dispersiones se pueden preparar directamente con un contenido en sólidos total de aproximadamente 20 por ciento a aproximadamente 70 por ciento. El peso molecular del polímero y la viscosidad de las dispersiones acuosas reivindicadas son independientes entre sí. El peso molecular de peso medio puede oscilar entre varios miles y más de 500.000 gramos por mol.

Las micropartículas pueden estar reticuladas internamente o sin reticular. Cuando las micropartículas están internamente reticuladas, se denominan microgel. Los monómeros utilizados para preparar las micropartículas para que se reticulen internamente incluyen monómeros etilénicamente insaturados que tienen uno o más sitios de insaturación, como dimetacrilato de etilen glicol, metacrilato de alilo, diacrilato de hexanodiol, anhídrido metacrílico, diacrilato de tetraetilen glicol, diacrilato de tripropilen glicol y similares.

Las micropartículas pueden tener una morfología de núcleo/corteza o una morfología interpenetrante si se incluyen monómero(s) etilénicamente insaturado(s) hidrófilos adecuados en la mezcla de monómero(s) utilizada para obtener el producto de reacción. Debido a su naturaleza hidrófoba, el polímero hidrófobo se incorporará normalmente en el interior, o núcleo, de la micropartícula y el monómero hidrófilo se incorporará normalmente en el exterior, o corteza de las micropartículas. Entre los monómeros hidrófilos adecuados se incluyen por ejemplo ácido acrílico, ácido metacrílico, acetato de vinilo, N-metilol acrilamida, acrilato de hidroxietilo y metacrilato de hidroxipropilo. Tal como se menciona en la patente EE.UU. N° 5.071.904, puede ser deseable añadir monómero(s) hidrosoluble(s) después de que los otros componentes de la dispersión de micropartículas poliméricas se hayan reducido en micropartículas.

Para obtener las ventajas de una composición de recubrimiento soportada en agua con alto contenido en sólidos, la composición de recubrimiento deberá tener una viscosidad suficientemente baja como para permitir una atomización adecuada del recubrimiento durante la aplicación por pulverizado. La viscosidad de la composición de recubrimiento primaria puede controlarse parcialmente seleccionando los componentes y las condiciones de reacción que controlan la cantidad de polímero hidrófilo en la fase acuosa y la corteza de las micropartículas poliméricas. Las interacciones entre las micropartículas y, en consecuencia, la reología de los recubrimientos que las contienen, son afectados en gran medida por la densidad de carga iónica en la superficie de las micropartículas. La densidad de carga se puede aumentar aumentando la cantidad de ácido acrílico polimerizado en la corteza de una micropartícula. La cantidad del ácido acrílico que se incorpora en la corteza de una micropartícula se puede aumentar aumentando el pH del medio acuoso en el que tiene lugar la polimerización.

La composición de recubrimiento puede incluir además uno o más materiales de formación de película poliméricos químicamente diferentes de las micropartículas poliméricas que se han descrito. Entre los materiales de formación película poliméricos útiles se incluyen poliepóxidos, poliuretanos, poliamidas, poliésteres, poliacrilatos, policloruros de vinilo y mezclas y copolímeros de ellos.

Los poliepóxidos útiles tienen al menos dos grupos epóxido u oxirano por molécula e incluyen oligómeros, polímeros y/o copolímeros con función epoxi. Generalmente, el peso equivalente de epóxido del monómero con función epoxi puede oscilar entre aproximadamente 70 y aproximadamente 4000, según se mide por valoración química con ácido perclórico y bromuro de amonio cuaternario, utilizando violeta de metilo como indicador. Los polímeros con función epoxi adecuados pueden ser saturados o insaturados, cíclicos o acíclicos, alifáticos, alicíclicos, aromáticos o heterocíclicos. Los polímeros con función epoxi pueden tener grupos hidroxilo pendientes o terminales, si se desea. Pueden contener sustituyentes como halógeno, hidroxilo y grupos éter. Una clase útil de estos materiales incluye poliepóxidos consistentes en poliéteres epoxídicos obtenidos por reacción de una epihalohidrina (como epiclorohidrina o epibromohidrina) con un alcohol di- o polihidroxílico en presencia de un álcali, como por ejemplo éteres diglicídlicos de bisfenol A, como por ejemplo resina epoxídica EPON® 828 que se distribuye en el comercio por Shell Chemical Company.

Entre los materiales que forman película poliméricos termoplásticos útiles se incluyen poliacetato de vinilo; polímeros de vinilo aromáticos; copolímeros de vinilo que tienen hidrocarburos vinil aromáticos como componentes de monómero como poliestireno, copolímeros de estireno-butadieno, copolímeros de estireno-divinilbenceno y copolímeros de estireno-acrilonitrilo; poliésteres saturados, incluyendo poliésteres alifáticos saturados como poliadipato de neopentilo, poliadipato de propileno y poliepsilon-caprolactona; poliacrilatos como poli(met)acrilatos de alquilo que tienen grupos alquilo con 1 a 8 átomos de carbono, polimetacrilatos o polialquil(met)acrilatos obtenidos por polimerización de metacrilato de metilo, metacrilato de isobutilo y acrilato de 2-etilhexilo; poliéster uretanos saturados; polibutadienos; policloruros de vinilo y policloruro/acetatos de vinilo. Los poliésteres sustancialmente saturados útiles se preparan a partir de ácidos polifuncionales y alcoholes polihidroxílicos a través de métodos como los descritos en la patente EE.UU. N° 4.739.019 en la columna 3, línea 22 a columna 5, línea 15.

ES 2 238 434 T5

En un modo de realización preferible, se incluye en la composición de recubrimiento un material de formación de película de poliácrlato como por ejemplo emulsión de copolímero de poliácrlato ACRONAL DS 3502 preparada a partir de acrlato de metilo, acrlato de butilo, metacrlato de metilo y ácido metacrlíco. Véase ACRONAL DS 3502 Boletín de producto (noviembre 1998).

5 Generalmente, el material de formación de película está presente en la composición de recubrimiento en una cantidad comprendida entre aproximadamente 1 y aproximadamente 40 por ciento en peso en función del total de sólidos de resina de la composición, preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 30 por ciento en peso.

10 La composición de recubrimiento incluye además una o más cargas para mejorar la capacidad de amortiguación de la vibración y el sonido del recubrimiento. Entre las cargas útiles se incluyen mica, pizarra en polvo, laminillas de montmorilonita, laminillas de vidrio, laminillas de metal, grafito, talco, óxido de hierro, minerales de arcilla, fibras de celulosa, fibras minerales, fibras de carbono, fibras o perlas de vidrio o poliméricas, ferrita, carbonato cálcico, calcio, carbonato de magnesio, baritas, caucho sintético o natural triturado, sílice, hidróxido de aluminio, alúmina en polvo y mezclas de ellos.

15 El material de carga puede incluir de aproximadamente 20 a aproximadamente 90 por ciento en peso de la composición de recubrimiento en función del peso total de la composición de recubrimiento, preferiblemente de aproximadamente 50 a aproximadamente 80 por ciento en peso.

20 Adicionalmente, se pueden incluir uno o más plastificantes en la fase de dispersión con estos polímeros y copolímeros. Entre los ejemplos no limitativos de plastificantes adecuados se incluyen adipatos, benzoatos, glutaratos, isoftalatos, fosfatos, poliésteres, sebacatos, sulfonamidas y tereftalatos. La cantidad del plastificante puede oscilar entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 50 por ciento en peso del peso total de la composición de recubrimiento.

25 Las composiciones de la presente invención pueden incluir diversos ingredientes opcionales y/o aditivos que dependen en cierto modo de la aplicación en particular de la composición, como por ejemplo tintes o pigmentos como negro de carbono o grafito, agentes reforzantes, tixotropos, aceleradores, agentes tensioactivos, agentes de extensión, estabilizantes, inhibidores de la corrosión, diluyentes, agentes de soplado y antioxidantes. Entre los tixotropos adecuados se incluyen sílice ahumada, bentonita, carbonato cálcico revestido con ácido esteárico, derivados de ácido graso/aceite y espesantes de uretano asociativos como RM-8 que está distribuido en el comercio por Rohm and Haas. Los tixotropos están presentes generalmente en una cantidad de hasta aproximadamente un 20 por ciento en peso. Los ingredientes adicionales opcionales como negro de carbono o grafito, agentes de soplado, microesferas o perlas poliméricas expandibles, como microesferas de polipropileno o polietileno, agentes tensioactivos e inhibidores de la corrosión como sulfonato de bario están presentes generalmente en una cantidad de menos de aproximadamente 5 por

35 ciento en peso del peso total de la composición.

Las viscosidades de estos productos de recubrimiento dependen de la aplicación según el tipo de equipo utilizado, el grosor de película requerido y la resistencia al corrimiento. Preferiblemente, la viscosidad de las composiciones de recubrimiento es superior a 1000, preferiblemente oscila entre aproximadamente 1000 y aproximadamente 1.000.000 centipoises ("cp") medido a 2 rpm con una medida de huso #7 Brookfield. Las composiciones pulverizables tienen preferiblemente viscosidades por debajo de aproximadamente 100.000 cp a 20 rpm leído en un viscosímetro Brookfield a temperatura ambiente (aproximadamente 25°C).

40 La composición de recubrimiento se puede preparar mezclando la dispersión de micropartículas poliméricas con los demás componentes de la composición de recubrimiento en una mezcladora de vacío de alta energía como Dual Disperser Modelo HHL-2-1000 que se distribuye en el comercio por Hockmeyer.

45 Las composiciones se pueden aplicar a la superficie de un sustrato de diferentes formas, incluyendo pulverizado, extrusión o por aplicación manual con una cuchilla. Entre los sustratos útiles se incluyen los formados de metal, polímeros como materiales termoestables y materiales termoplásticos, y combinaciones de sustratos metálicos y poliméricos. Entre los sustratos metálicos adecuados que se pueden recubrir según la presente invención se incluyen metales ferrosos como hierro, acero y aleaciones de los mismos, metales no ferrosos como aluminio, zinc, magnesio y aleaciones de los mismos y combinaciones de ellos. Preferiblemente, el sustrato se forma a partir de acero laminado en frío, acero electrogalvanizado como, por ejemplo, acero electrogalvanizado por inmersión caliente o acero con hierro-zinc electrogalvanizado, aluminio o magnesio. El sustrato metálico que se va a tratar puede estar desnudo, tratado previamente o pintado previamente (por ejemplo por electrodeposición) antes de la aplicación del recubrimiento.

50 Entre los materiales termoestables útiles se incluyen poliésteres, epóxidos, fenólicos, poliuretanos como materiales termoestables de uretano de moldeo inyectado por reacción (RIM) y mezclas de ellos. Entre los materiales termoplásticos útiles se incluyen poliolefinas termoplásticas como polietileno y polipropileno, poliamidas como nilón, poliuretanos termoplásticos, poliésteres termoplásticos, polímeros acrílicos, polímeros vinílicos, policarbonatos, copolímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), caucho de EPDM, copolímeros y mezclas de ellos.

55 Los recubrimientos de la presente invención, cuando se aplican sobre un sustrato, pueden proporcionar recubrimientos resistentes al agrietamiento por desecación, de rápido secado que pueden inhibir la transmisión del sonido y/o la vibración a través del sustrato.

La presente invención quedará ilustrada a continuación, con el siguiente ejemplo específico no limitativo.

ES 2 238 434 T5

Ejemplo

Se prepararon materiales poliméricos en un matraz de fondo redondo de cuatro bocas equipado con un termómetro, un mecanismo de agitación metálico, un condensador, purga de nitrógeno y atmósfera de calentamiento. En la tabla 1 se muestran los ingredientes utilizados para preparar cada una de las muestras 1-5, y la muestra comparativa 1.

Se introdujeron agua y una pequeña porción de metacrilato de metilo y acrilato de butilo en el reactor con una pequeña cantidad de agente tensioactivo ALIPAL y un iniciador de radicales libres de persulfato amónico para formar una siembra. Se introdujeron una emulsión previa de los monómeros restantes, un agente tensioactivo y agua junto con el iniciador durante un período de tiempo prescrito (3 horas) a una temperatura de reacción de 80 a 85°C utilizando una atmósfera de nitrógeno. Al cabo de una hora de retención, una vez completada la introducción del monómero, se añadió una corriente de alimentación post redox para reducir el monómero libre residual (incluyendo peróxido de hidrógeno/ácido isoascórbico) al reactor. Se neutralizó el látex a un pH de aproximadamente 8 con dimetilamino etanol. El pH final de cada uno de los latex fue de aproximadamente 7,5 a 8,5, el contenido en sustancias no volátiles fue 39-40%, la viscosidad de Brookfield fue 100-200 cps (huso #1, 50 rpm) y el tamaño de partícula fue 1000-2000 angstroms.

TABLA 1

Componente	Muestra 1	Muestra comp.1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5
Componentes de monómero	Peso de componente (gramos)					
Metacrilato de metilo	26,4	162,62	66,1	212,74	26,4	13,2
Acrilato de butilo	785	392,56	1506,7	301,35	754,6	377,3
Acrilonitrilo	298,8	0	997,6	0	399	199,5
metacrilato de hidroxietilo	0	0	350,3	70,05	0	0
Metacrilato de metoxi polietilen glicol ¹	70,2	35,08	0	0	0	0
Acrilato de etilhexilo	0	0	30	6	0	0
Ácido metacrílico	15	7,5	37,5	7,5	15	7,5
Cantidad total de monómero	1195,4	597,76	2988,2	597,64	1195	597,5
Otros componentes						
ALIPAL CO436 ²	21,4	10,71	53,6	10,71	21,4	10,7
Persulfato de amonio	4,3	2,15	10,8	2,15	4,3	2,1
peróxido de hidrógeno 50% en agua	4,8	2,39	12	2,39	4,8	2,4
Ácido ascórbico	2,4	1,2	6	1,2	2,4	1,2
Sustancias volátiles						
Dimetil amino etanol	13,1	6,57	32,9	6,57	13,1	6,6
Agua desionizada	1768,2	884,1	4420,5	884,1	1768,2	884,1

¹ MA550 de metacrilato de metoxi polietilen glicol (Pm aproximadamente 550 gramos por mol) distribuido en el comercio por La Porte Chemicals, Houston, Tejas.

² ALIPAL CO 436 agente tensioactivo distribuido en el comercio por Rhodia como Rhodapex Co-436.

ES 2 238 434 T5

Se prepararon aproximadamente 200 g de recubrimiento a partir de cada dispersión polimérica de las muestras 1-5 y la muestra comparativa 1 antes formada. Se mezcló cada una de las dispersiones con baja agitación en un contenedor de 0,47 litros (una pinta) de capacidad utilizando un motor accionado por aire durante aproximadamente 1 minuto. Se añadió desespumante de hidrocarburo FOAMMASTER 111 (distribuido en el comercio por Cognis) a la dispersión y se mezcló durante aproximadamente 1 minuto, seguido de una lenta adición de carbonato de magnesio y calcio DOLOCRON 4512 (comercializado por Specialty Minerals) y se mezcló durante aproximadamente 5 minutos. Se aumentó la velocidad de mezclado a medida que se añadían los componentes para mantener un torbellino en todo el procedimiento. Se añadió agente espesante de poliuretano hidrosoluble RM-8 (distribuido en el comercio por Rohm and Haas) a la mezcla y se mezcló durante 7-10 minutos. Se colocó cada una de las muestras en una cámara de vacío equipada con un agitador y se aplicó vacío de al menos 700 mm Hg con el agitador revolviendo el material. Se retiró la muestra cuando se asentó la espuma (aproximadamente 3-5 minutos).

Se prepararon estirados de muestras de 7,62-10,16 cm (3-4 pulgadas) de longitud utilizando una plantilla recubrimiento de 5,08 cm (2 pulgadas) de ancho y 2500 μm (100 mil) de grosor sobre paneles de ensayo recubiertos con un electrodepósito ED-6100 distribuido en el comercio por PPG Industries, Inc. de Pittsburgh, Pensilvania. Cada estirado fue secado al aire a temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), uno expuesto a un 30% de humedad relativa y el otro a un 60% de humedad relativa.

Se midió el grado de sequedad en el área central utilizando un calibre de dureza “00” Shore con arreglo a ASTM D 2240-97. Los valores de dureza Shore superiores indican recubrimientos más secos o más rígidos.

Se evaluó el agrietamiento por desecado en un grupo de paneles distinto. La determinación del agrietamiento por desecado fue realizada a simple vista en función del número, la anchura y longitud de las grietas. Se secó el recubrimiento de cada panel durante dos horas a temperatura ambiente (aproximadamente 25°C) a la humedad relativa indicada y después durante 22 horas más a temperatura ambiente y humedad relativa (aproximadamente 50%).

Se midió la amortiguación del sonido de cada recubrimiento utilizando el Método de Ensayo ASTM Oberst E756-93 (“Método de Ensayo Normal para Medir las Propiedades de Amortiguación de Vibración de Materiales”), secciones 3 y 10, que se incorpora en el presente documento como referencia. El principio para medir el apagamiento del sonido en este ensayo es el factor de pérdida representado por la letra griega, eta [η], la relación del módulo de pérdida a módulo de almacenamiento del material. Los valores Oberst oscilan típicamente entre 0,001 para acero no revestido (espesor 750 μm (30 mils) (si se golpea el panel de acero, se oíría un “clang”) a 0,01 (“bong”) a 0,1 (“bunk”) a 0,5 (“thud”) para recubrimientos cada vez más eficientes. El ensayo de Oberst mide el factor de pérdida de sonido del material compuesto recubrimiento-sustrato.

Se aplicó cada muestra de ensayo a una barra Oberst, que es una barra de metal formada de un material plano molido endurecido con aceite especial, AISI/SAE GRD 0,1, 0,8 mm (1/32 pulgadas) de grosor, 12,7 mm (1/2 pulgadas) de ancho de McMaster-Carr, número de pieza 89705-K121, y se secó durante 6 días al aire del ambiente (aproximadamente 25°C). El grosor de cada recubrimiento curado fue 0,070 +/- 0,01 pulgadas (1,8 mm). Se normalizaron los valores del factor de pérdida Oberst a 0,070 pulgadas de espesor para comparación. Se compararon los factores de pérdida del material compuesto a 200, 400, 600 y 800 Hz.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 238 434 T5

TABLA 2

Ejemplos de amortiguador del sonido seco al aire

5

Componentes	Ej.1	Ej.2	Ej.3	Ej.4	Ej.5	Ej.6
Muestra 1	62,7	-	-	-	-	42,7
Muestra comparativa 1	-	62,7	-	-	-	-
Muestra 2	-	-	62,7	-	-	10
Muestra 3	-	-	-	62,7	-	-
Acronal DS 3502 ³	-	-	-	-	62,7	10
Foammaster 111 ⁴	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Dolocron 4512 ⁵	140	140	140	140	140	140
Acrysol RM-8 ⁶	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Total	203	203	203	203	203	203

10

15

20

25

30

35

40

acrílico	2,2	27,2	2,2	35,6
composición:				
MMA				
BA	65,7	65,7	50,4	50,4
ACN	25,0		33,4	-
[45% en agua]				
HEMA	-	-	11,7	11,7
M-PEG	5,9	5,9	-	-
EHA	-	-	1,0	1,0
MAA	1,3	1,3	1,3	1,3
Total	100,0	100,0	100,0	100,0

Grado de secado

45

<i>Shore 00*</i>						
30% humedad relativa, 2 h	79-84	38-44	89-95	65-71	60-64	81-87
60% humedad relativa, 2 h	55-60	15-20	70-75	50-65	55-60	75-80

50

55

60

65

ES 2 238 434 T5

Agrietamiento por desecado

<i>Shore 00*</i>							
30% relativa, 2 h	humedad	ligero	lig.mo	severo	m.sev	moderado	lig.
60% relativa, 2 h	humedad	ligero	lig.mo	severo	m. sev	moderado	lig.

³ ACRONAL DS 3502 dispersión acuosa de un copolímero acrílico al 55% de sólidos distribuido en el comercio por BASF Corp.

⁴ FOAMMASTER 111 desespumante de hidrocarburo distribuido en el comercio por Cognis Canada

⁵ DOLOCRON 4512 carbonato de magnesio y calcio dolomita distribuido en el comercio por Specialty Minerals.

⁶ ACRY SOL RM-8 poliuretano hidrosoluble modificador de la reología distribuido en el comercio por Rohm & Haas.

TABLA 2 (continuación)

Factor de pérdida Obserst, 6 días
aire seco - normalizado durante 0,07" grosor

	Ej.1	Ej.2	Ej.3	Ej.4	Ej.5	Ej.6
@ +25°C						
200 Hz	0,204	0,030	0,030	0,127	0,231	0,146
400 Hz	0,425	0,051	0,030	0,126	0,533	0,147
600 Hz	0,646	0,072	0,035	0,125	0,835	0,147
800 Hz	0,867	0,092	0,039	0,124	1,137	0,148
@ 55°C						
200 Hz	0,026	0,002	0,143	0,090	0,022	0,063
400 Hz	0,043	0,006	0,224	0,157	0,022	0,107
600 Hz	0,060	0,011	0,306	0,223	0,022	0,151
800 Hz	0,077	0,016	0,388	0,289	0,023	0,194

Tal como se muestra en la tabla 2, las composiciones de recubrimiento preparadas según la presente invención pueden proporcionar tiempos de secado aceptables, resistencia al agrietamiento por desecado y propiedades de amortiguación del sonido.

Los especialistas en la técnica podrán apreciar los cambios que se podrían introducir en los modos de realización descritos sin alejarse del alcance de la invención. Debe entenderse, por lo tanto, que la presente invención no queda limitada a los modos de realización concretos descritos, sino que se pretende que cubra las modificaciones que entran dentro del espíritu y marco de la invención, tal como se definen en las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

5 1. Uso de una composición de recubrimiento para inhibir la transmisión de sonido a través de un sustrato revestido con dicha composición de recubrimiento que consiste en:

(a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que consisten en:

10 (i) un componente seleccionado del grupo que consiste en un material con función nitrilo, un material con función amida y un material con función carbamato; y

(ii) un poliacrilato de oxialquileno.

(b) un material de carga.

15 2. El uso según la reivindicación 1, en el que el poliacrilato de oxialquileno se selecciona del grupo que consiste en alcoxi poliacrilatos de oxialquileno, alcoxi polimetacrilatos de oxietileno, alcoxi poliacrilatos de oxipropileno, alcoxi polimetacrilatos de oxipropileno, alcoxi poliacrilatos de oxietileno oxipropileno, alcoxi polimetacrilatos de oxietileno oxipropileno, alcoxi poliacrilatos de oxibutileno, alcoxi polimetacrilatos de oxibutileno, copolímeros y mezclas de ellos.

3. El uso según la reivindicación 1 en el que el poliacrilato de oxialquileno tiene un grupo terminal alcoxi.

25 4. El uso según la reivindicación 1, en el que el poliacrilato de oxialquileno constituye de aproximadamente 1 a aproximadamente 99 por ciento en peso de los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas.

5. El uso según la reivindicación 1, en el que el material con función nitrilo se selecciona del grupo que consiste en acrilonitrilo, metacrilonitrilo, ésteres, copolímeros y mezclas de ellos.

30 6. El uso según la reivindicación 1, en el que el material con función nitrilo constituye de aproximadamente 1 a aproximadamente 99 por ciento en peso de los componentes utilizados para preparar las micropartículas poliméricas.

7. El uso según la reivindicación 1, en el que el material con función amida se selecciona del grupo que consiste en poliacrilamidas, polimetacrilamidas, copolímeros y mezclas de ellos.

35 8. El uso según la reivindicación 1, en el que las micropartículas poliméricas consisten en el producto de reacción de componentes que consisten en (i) el material con función nitrilo; y (ii) el poliacrilato de oxialquileno.

40 9. El uso según la reivindicación 1, en el que las micropartículas poliméricas consisten en una mezcla de componentes que consisten en (i) el material con función nitrilo y (ii) el poliacrilato de oxialquileno.

10. El uso según las reivindicaciones 1, en el que los componentes a partir de los cuales se preparan las micropartículas poliméricas incluyen además un monómero etilénicamente insaturado o un éster del mismo.

45 11. El uso según la reivindicación 10, en el que el monómero etilénicamente insaturado, o éster del mismo, incluye un grupo con función hidroxilo.

50 12. El uso según la reivindicación 11, en el que el monómero etilénicamente insaturado constituye de aproximadamente 1 a aproximadamente 85 por ciento en peso de los componentes utilizados para producir las micropartículas poliméricas.

13. El uso según las reivindicaciones 1, en el que el material de carga constituye de aproximadamente 20 a aproximadamente 90 por ciento en peso de la composición de recubrimiento en función del peso total de la composición de recubrimiento.

55 14. El uso según las reivindicaciones 1, en el que la composición de recubrimiento incluye además un material de formación de película polimérico diferente a las micropartículas poliméricas.

60 15. El uso según la reivindicación 14, en el que el material de formación de película polimérico se selecciona del grupo que consiste en poliepóxidos, poliuretanos, poliamidas, poliésteres, poliacrilatos, policloruros de vinilo y mezclas y copolímeros de los mismos.

16. Uso de una composición de recubrimiento para inhibir la transmisión de sonido a través de un sustrato revestido con dicha composición de recubrimiento que consiste en:

65 (a) una primera dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que se prepara a partir de un primer material con función nitrilo;

ES 2 238 434 T5

(b) una segunda dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea de 5°C y que se prepara a partir de un segundo material con función nitrilo, siendo diferentes las micropartículas poliméricas de la primera dispersión acuosa de las micropartículas poliméricas de la segunda dispersión acuosa; y

5 (c) un material de carga.

17. El uso según la reivindicación 16 en el que las micropartículas poliméricas de la primera dispersión acuosa se preparan además a partir de poliacrilato de oxialquileno.

10 18. El uso según la reivindicación 16, en el que las micropartículas poliméricas de la segunda dispersión acuosa se preparan además a partir de un material con función hidroxilo.

19. Uso de una composición de recubrimiento para inhibir la transmisión de sonido a través de un sustrato revestido con dicha composición de recubrimiento que consiste en:

15

(a) una primera dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tiene una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que se prepara a partir de un material con función nitrilo;

20 (b) una segunda dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tiene una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que se prepara a partir de un material con función hidroxilo; y

(c) un material de carga.

25 20. Uso de una composición de recubrimiento para inhibir la transmisión de sonido a través de un sustrato revestido con dicha composición de recubrimiento que consiste en:

(a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas que tienen una temperatura de transición vítrea superior a 5°C y que se prepara a partir de componentes que consisten en:

30 (i) un material con función nitrilo; y

(ii) un material con función hidroxilo; y

35 (b) un material de carga.

21. Un método para inhibir la transmisión de sonido a través de un sustrato que consiste en:

(a) aplicar al sustrato la composición de recubrimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, y

40 (b) secar al menos parcialmente la composición de recubrimiento para proporcionar un recubrimiento sobre el sustrato para la inhibición de la transmisión del sonido a través suyo.

22. Una composición de recubrimiento para inhibir la transmisión del sonido a través de un sustrato revestido con dicha composición de recubrimiento que consiste en:

45

(a) una dispersión acuosa de micropartículas poliméricas preparada a partir de componentes que consisten en:

(i) un componente seleccionado del grupo que consiste en un material con función nitrilo, un material con función amida y un material con función carbamato; y

50

(ii) un poliacrilato de oxialquileno; y

(b) un material de carga.

55 23. Una composición según la reivindicación 22, en el que los componentes de la composición se definen según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 15.

24. Un sustrato revestido que tiene un residuo al menos parcialmente deshidratado de la composición de recubrimiento de las reivindicaciones 22 ó 23 depositado sobre su superficie.

60

65