



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 352 816**

51 Int. Cl.:  
**C08F 255/08** (2006.01)  
**C08F 265/06** (2006.01)  
**C09D 151/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07840596 .6**  
96 Fecha de presentación : **31.07.2007**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2059544**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.05.2009**

54 Título: **Polímeros de base acuosa para aplicaciones de insonorización.**

30 Prioridad: **23.08.2006 US 466486**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**23.02.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**23.02.2011**

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

72 Inventor/es: **Kania, Charles M.;**  
**Coca, Simion y**  
**Palermo, Anthony**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 352 816 T3

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

## DESCRIPCIÓN

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a una composición de revestimiento para amortiguamiento de sonido y vibraciones, que comprende copolímeros preparados con macromonómeros.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Típicamente se usan piezas precortadas basadas en asfalto o caucho para revestir partes del suelo, tapas de cobertura y puertas de automóviles para amortiguar o reducir el ruido y las vibraciones de la carretera y el motor, evitando que penetren en el compartimiento de pasajeros del vehículo a motor. Para el ahorro de trabajo y costes, reducción de las existencias de materiales y flexibilidad en las especificaciones de diseño para mejorar el amortiguamiento son deseables revestimientos que se puedan pulverizar y que sean aplicables por robots. Son deseables revestimientos de base acuosa o de un contenido de sólidos alto en aplicaciones de reparaciones en las que sólo es factible el curado por secado al aire. Es importante que estos revestimientos sequen rápidamente, en aproximadamente 2 a 3 horas, o curarlos después de su aplicación, de manera que el revestimiento no pase a otras partes del automóvil durante las operaciones de montaje.

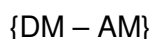
En general, cualquier revestimiento que contenga un componente volátil tal como agua debe experimentar una disminución del volumen a medida que el componente se evapora de la superficie del revestimiento. A medida que el componente volátil sale del revestimiento, las fuerzas de contracción actúan atrayendo el revestimiento hacia el interior en todas direcciones. Sin embargo, sin que ello signifique dependencia de teoría alguna, se cree que si el revestimiento tiene una resistencia cohesiva suficiente, el revestimiento se contraerá sólo en una dimensión, esto es, disminuirá el espesor del revestimiento mientras que el revestimiento resistirá la contracción en cualquier dirección paralela a la superficie del sustrato. A diferencia, si un revestimiento no tiene una resistencia cohesiva suficiente para resistir la contracción paralela a la superficie del sustrato, las fuerzas de contracción causarán que el revestimiento se rompa en pequeños segmentos planos separados por huecos lineales continuos. Este defecto superficial comúnmente se denomina "mudcracking (agrietamiento lodoso)".

La industria del automóvil obtendría un beneficio económico significativo del uso de una composición acuosa de revestimiento que se pudiera aplicar por pulverización formando un revestimiento que secase o curara rápidamente, estuviera sustancialmente exenta de agrietamiento lodoso y que proporcionara amortiguamiento del sonido y vibraciones.

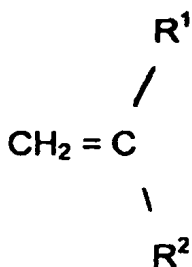
SUMARIO DE LA INVENCION

La presente invención está dirigida a una composición de revestimiento para amortiguamiento del sonido y vibraciones, que comprende:

- 5 (a) una dispersión acuosa de micropartículas polímeras, en la que las micropartículas polímeras comprenden un copolímero preparado por polimerización en un medio acuoso de uno o varios monómeros polimerizables etilénicamente insaturados en presencia de un macromonómero que comprende como mínimo 30% en moles de restos que tienen las siguientes unidades estructurales alternantes:



- 10 en las que DM representa un resto de un monómero dador, AM representa un resto de un monómero aceptor, comprendiendo como mínimo 15% en moles del macromonómero un monómero dador de la estructura:



- 15 en la que R<sup>1</sup> es un alquilo C<sub>1-4</sub> lineal o ramificado, R<sup>2</sup> se selecciona entre alquilo C<sub>1-20</sub> lineal, cíclico o ramificado, alqueno, arilo C<sub>6-20</sub>, alquilarilo y arilalquilo, estando el macromonómero sustancialmente exento de segmentos de monómero maleato y segmentos de monómero fumarato, y estando el macromonómero sustancialmente exento de ácidos de Lewis y metales de transición;

- 20 (b) una carga que comprende aproximadamente de 20 a 90% en peso de la composición de revestimiento, porcentaje en peso en relación al peso total de la composición de revestimiento, y  
(c) opcionalmente un plastificante.

25 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

- Tal como se usan en esta memoria, los términos "macromonómero" y "copolímero" incluyen el macromonómero y el copolímero sintetizados así como restos de iniciadores, catalizadores y otros elementos que intervienen en la síntesis del macromonómero y el copolímero, pero no incorporados covalentemente al mismo. Tales restos y otros elementos
- 30

considerados como parte del macromonómero y el copolímero se pueden mezclar o combinar con el copolímero de manera que tiendan a permanecer en el copolímero cuando pasa de recipiente a recipiente o del disolvente al medio de dispersión.

5 Tal como se usa en esta memoria, el término “sustancialmente exento” indica que un material está presente como impureza incidental. Con otras palabras, el material no se ha añadido intencionadamente a una composición indicada, pero puede estar presente a nivel minoritario o ineficiente porque se aportó como impureza de un componente de la composición.

10 El término “monómero dador” se refiere a monómeros que tienen un grupo polimerizable etilénicamente insaturado que tiene una densidad de electrones relativamente alta en el doble enlace etilénico, y el término “monómero aceptor” se refiere a monómeros que tienen un grupo polimerizable etilénicamente insaturado que tiene una densidad de electrones relativamente baja en el doble enlace etilénico. Este concepto ha sido cuantificado en una magnitud por el esquema Q-e de Alfrey-Price (Robert Z. Greenley, *Polymer Handbook*, 4ª edición, Brandrup, Immergut y Gulge, editores, Wiley & Sons, New York, NY, págs. 309-319 (1999)). Todos los valores de e citados aquí son los que aparecen en el *Polymer Handbook*, a no ser que se indique lo contrario.

15 En el esquema Q-e, Q representa la reactividad de un monómero y e representa la polaridad de un monómero, que indica la densidad de electrones de un grupo etilénicamente insaturado de un monómero polimerizable. Un valor positivo de e indica que un monómero tiene una densidad de electrones relativamente baja y es un monómero aceptor. Un ejemplo no limitativo de un monómero aceptor es el anhídrido maleico, que tiene un valor de e de 3,69. Un valor de e bajo o negativo indica que un monómero tiene una densidad de electrones relativamente alta y es un monómero dador. Como ejemplo no limitativo de monómero dador se puede citar el vinil etil éter, que tiene un valor de e de -1,80.

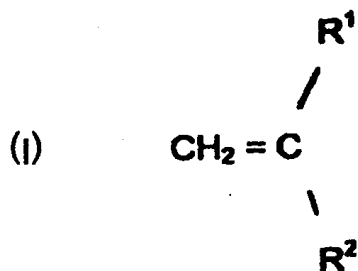
25 Tal como se usa en esta memoria, se entiende por “monómero aceptor fuerte” uno de los monómeros que tienen un valor de e mayor que 2,0. El término “monómero aceptor débil” incluye los monómeros que tienen un valor de e mayor que 0,5 inclusive, incluidos los monómeros con un valor de 2,0. A la inversa, el término “monómero dador fuerte” designa los monómeros que tienen un valor de e de menos de -1,5, y el término “monómero dador débil” designa los monómeros que tienen un valor de e de menos de 0,5 hasta un valor de e de -1,5.

30 El macromonómero usado en la presente invención está dirigido a una composición de copolímero en la que como mínimo 30% en moles, o como mínimo de 40% en moles, o de como mínimo 50% en moles, o de como mínimo 60% en moles, o de como mínimo 75% en moles de restos del copolímero derivan de secuencias alternantes de pares de monómero dador- monómero aceptor que tienen unidades de restos de monómero alternantes de la estructura:

4

{DM—AM}

5 en las que DM representa un resto de un monómero dador, AM representa un resto de un monómero aceptor. En una realización, el copolímero puede ser un copolímero de DM y AM con una alternancia de 100%. En otra realización, como mínimo 15% en moles del copolímero puede comprender un monómero dador que tiene la siguiente estructura (I):



10 en la que R<sup>1</sup> es un alquilo C<sub>1-4</sub> lineal o ramificado, R<sup>2</sup> es uno o varios de metilo, alquilo C<sub>1-20</sub> lineal, cíclico o ramificado, alquenilo, arilo C<sub>6-20</sub>, alquilarilo y arilarilo. En otra realización, como mínimo 15% en moles del copolímero puede incluir un monómero acrílico como monómero aceptor.

15 En una realización de la presente invención, el polímero puede incorporar una porción sustancial de restos alternantes de un monómero dador débil descrito por la estructura I y un monómero aceptor débil, que puede ser un monómero acrílico. En la Tabla I se muestra una lista no limitativa de valores de e y publicados para monómeros que se pueden incluir como monómeros descritos por la estructura 1 y monómeros acrílicos.

20

25

30

Tabla 1.

Valores de e de Alfrey-Price para monómeros seleccionados

Monómero	Valor de e
<b>Monómeros de estructura I</b>	
Isobutileno	-1,20 <sup>1</sup>
Diisobutileno	0,49 <sup>2</sup>
<b>Monómeros acrílicos</b>	
Ácido acrílico	0,88 <sup>1</sup>
Acrilamida	0,54 <sup>1</sup>
Aceilonitrilo	1,23 <sup>1</sup>
Acrilato de metilo	0,64 <sup>1</sup>
Acrilato de etilo	0,55 <sup>1</sup>
Acrilato de butilo	0,85 <sup>1</sup>
Acrilato de bencilo	1,13 <sup>1</sup>
Acrilato de glicidilo	1,28 <sup>1</sup>

5

<sup>1</sup> Polymer Handbook, 4ª edición (1999)<sup>2</sup> Rzaev y otros, Eur. Polym. J., vol. 24, nº. 7, págs. 981-985, (1998).

En la presente invención, el macromonómero está sustancialmente exento de restos de monómero maleato y restos de monómero fumarato. Los restos de monómero maleato y fumarato pueden tener valores de e mayores que 2,0. Estos tipos de monómeros multifuncionales pueden proporcionar demasiados grupos funcionales al polímero, lo que puede crear problemas, por ejemplo, en revestimientos en los que una composición termoendurecible puede tener una vida hasta caducidad corta debido a la naturaleza demasiado funcional del copolímero.

Además, el macromonómero está sustancialmente exento de metales de transición y de ácidos de Lewis. Como se ha indicado antes, los metales de transición y los ácidos de Lewis se han usado en la técnica anterior para hacer copolímeros alternantes de monómeros dadores débiles y monómeros aceptores débiles. En la presente invención no se usan los coadyuvantes de metal de transición o ácido de Lewis en la preparación de la composición de copolímero. Así, no es necesaria la eliminación de estos materiales después de la polimerización y las composiciones de copolímero resultantes no tendrán los inconvenientes que se presentan en composiciones de copolímero que contienen metales de transición o ácidos de Lewis.

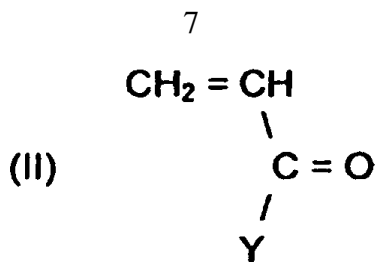
En la presente invención se pueden usar cualesquier monómeros dadores adecuados. Entre los ejemplos no limitativos puede figurar un monómero dador débil descrito por la estructura I, entre ellos, no limitativamente, isobutileno, diisobutileno, dipenteno, isoprenol y mezclas de los mismos. El monómero dador de la estructura I puede tener grupos funcionales.

5 Por ejemplo, el grupo R<sup>2</sup> del monómero dador de estructura I puede incluir un grupo funcional tal como, no limitativamente, hidroxil, epoxil, ácido carboxílico, éter, carbamato, amida y combinaciones de los mismos.

El monómero dador débil de estructura I puede estar presente en el macromonómero a un nivel de como mínimo 15% en moles, o de como mínimo 25% en moles, o de como mínimo  
10 30% en moles, o de como mínimo 35% en moles. El monómero dador débil de estructura I puede estar presente en la composición de copolímero a un nivel de hasta 50% en moles, o de hasta 47,5% en moles, de hasta 45% en moles, o de hasta 40% en moles. El nivel del monómero dador débil de estructura I usado puede estar determinado por las propiedades que se han de incorporar a la composición de copolímero. Los restos de monómero dador débil de  
15 estructura I pueden estar presentes en la composición de copolímero en cualquier intervalo de valores, inclusive los dados antes.

Entre los ejemplos no limitativos de otros monómeros dadores adecuados que se pueden usar con los monómeros dadores débiles mencionados antes figuran etileno, buteno, estireno, estirenos sustituidos, metilestireno, vinil éteres, ésteres de vinilo, vinilpiridinas,  
20 divinilbenceno, vinilnaftaleno, divinilnaftaleno y mezclas de los mismos. El grupo de ésteres de vinilo puede incluir ésteres de vinilo de ácidos carboxílicos, entre ellos, no limitativamente, acetato de vinilo, butirato de vinilo, 3,4-dimetoxibenzoato de vinilo, benzoato de vinilo y mezclas de los mismos. El uso de otros monómeros dadores es opcional. En realizaciones en las que están presentes otros monómeros dadores, pueden estar presentes a un nivel de como mínimo  
25 0,01% en moles de la composición de copolímero, o de como mínimo 0,1%, o de como mínimo 1% en moles, o de como mínimo 2% en moles. Además, los otros monómeros dadores pueden estar presentes a un nivel de hasta 25% en moles, o de hasta 20% en moles, o de hasta 10% en moles, o de hasta 5% en moles.

La composición de copolímero de la presente invención incluye monómeros aceptores  
30 como parte de las unidades anternantes de monómero dador – monómero aceptor a lo largo de la cadena del copolímero. Se puede usar cualquier monómero aceptor adecuado. Los monómeros aceptores adecuados pueden incluir monómeros aceptores fuertes y monómeros aceptores débiles. Un ejemplo no limitativo de monómeros aceptores adecuados son los descritos por la estructura (II):



en la que Y se selecciona entre el grupo constituido por  $-\text{NR}^3_2$ ,  $-\text{O}-\text{R}^5-\text{C}(=\text{O})-\text{NR}^3_2$  y  $-\text{OR}^4$ ;  $\text{R}^3$  se selecciona entre el grupo constituido por H, alquilo  $\text{C}_{1-20}$  lineal o ramificado y alquilol  $\text{C}_{1-20}$  lineal o ramificado;  $\text{R}^4$  es selecciona entre el grupo constituido por H, alquilo  $\text{C}_{1-20}$  lineal o ramificado, alquilol, arilo  $\text{C}_{6-20}$ , arilalquilo y alquilarilo;  $\text{R}^5$  es un grupo alquileno  $\text{C}_{1-20}$  divalente lineal o ramificado.

Entre los ejemplos de monómeros aceptores adecuados figuran, no exclusivamente, acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, ácido acrílico, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de isobutilo, acrilato de isobornilo, acrilato de 2-etilhexilo, y mezclas de los mismos.

Entre los ejemplos de otros monómeros acrílicos aceptores débiles que se pueden usar en la presente invención pueden figurar acrilonitrilo, metacrilonitrilo, haluros de vinilo, vinilalquilsulfonatos, acroleína y mezclas de los mismos. El uso de otros monómeros aceptores débiles es opcional. En realizaciones en las que están presentes otros monómeros aceptores débiles, éstos pueden estar presentes a un nivel de como mínimo 0,01% en moles de la composición del copolímero, o de como mínimo 0,1% en moles, o de como mínimo 1% en moles, o de como mínimo 2% en moles. Además, los otros monómeros aceptores pueden estar presentes a un nivel de hasta 35% en moles, o de hasta 25% en moles, o de hasta 15% en moles, o de hasta 10% en moles.

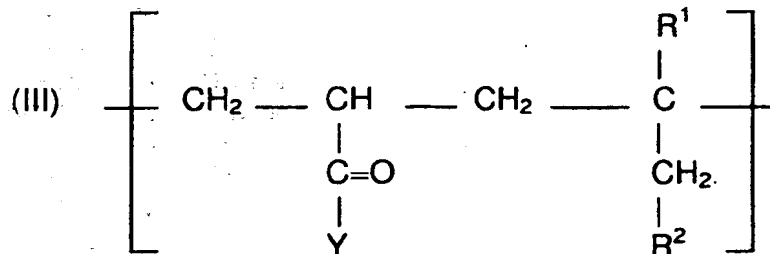
En realizaciones alternativas de la presente invención, el macromonómero puede tener un peso molecular numérico medio ( $M_n$ ) de como mínimo 250, o de como mínimo 500, o dentro del intervalo de 500 a 10.000.

En otras realizaciones, la polidispersión o el índice de polidispersión del macromonómero puede ser inferior a 3, o inferior a 2,5. Tal como se usa en esta memoria, el "índice de polidispersión" se determina con la ecuación siguiente:

$$\frac{\text{peso molecular ponderal medio (Mw)}}{\text{peso molecular numérico medio (Mn)}}$$

Un polímero monodisperso tiene un IPD de 1,0. Además, como se usan en esta memoria,  $M_n$  y  $M_w$  se determinan por cromatografía de penetración en gel usando patrones de poliestireno.

Un ejemplo de secuencias alternantes de pares de monómero dador–monómero aceptor puede incluir restos que tienen la estructura alternante III:



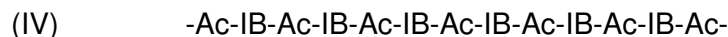
5

en la que R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> e Y son lo definido antes. En una realización, los restos de monómero que contienen el grupo Y derivan de uno o varios monómeros acrílicos y los restos de monómero que contienen los grupos R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> derivan de diisobutileno y/o isobutileno. Las composiciones de copolímero de la presente invención pueden incluir también otros monómeros polimerizables etilénicamente insaturados.

10

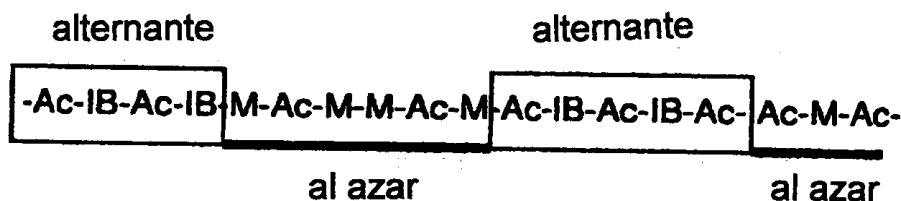
En una realización, el macromonómero de la presente invención puede tener todos los restos de monómero incorporados en una disposición alternante. Un ejemplo no limitativo de un segmento de copolímero que tiene una disposición de alternancia de 100% de isobutileno (IB) y un monómero acrílico (Ac) es el de la estructura IV:

15



En otras realizaciones, el copolímero puede contener segmentos alternantes y segmentos al azar como se muestra para la estructura V, un copolímero de IB, Ac y otros monómeros, M:

20



La estructura V muestra una realización del macromonómero que incluye segmentos alternantes como los mostrados en los rectángulos y los segmentos al azar señalados por los segmentos subrayados.

25

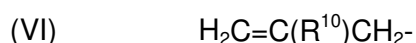
Los segmentos al azar del copolímero pueden contener restos de monómero dador y/o aceptor que no se han incorporado en el macromonómero mediante una disposición alternante. Los segmentos al azar del macromonómero pueden incluir además restos de otros monómeros etilénicamente insaturados. Como se ha indicado antes, todas las referencias a segmentos derivados de secuencias alternantes de pares de monómero dador-monómero aceptor se conciben para incluir segmentos de restos de monómero tales como los mostrados en los rectángulos de la estructura V.

Entre los otros monómeros etilénicamente insaturados para uso en las composiciones de copolímero de la presente invención puede figurar cualquier monómero adecuado que tradicionalmente puede no categorizarse en la técnica como monómero aceptor o como monómero dador.

En una realización, el otro monómero etilénicamente insaturado, tal como un resto M de la estructura V, puede derivar de como mínimo un monómero etilénicamente insaturado polimerizable por radicales. Tal como se usa en esta memoria, el término “monómero etilénicamente insaturado polimerizable por radicales” y términos similares incluye monómeros vinílicos, monómeros alílicos, olefinas y otros monómeros etilénicamente insaturados que son polimerizables por radicales y no se clasifican en la técnica como monómeros dadores o monómeros aceptores.

Entre los ejemplos no limitativos de monómeros de vinilo a partir de los que puede derivarse figuran monómeros metacrílicos, monómeros alílicos y mezclas de los mismos. El resto M puede ser derivado de cualesquier metacrilatos de alquilo que tienen de 1 a 20 átomos de carbono en el grupo alquilo. Entre los ejemplos de metacrilatos de alquilo que tienen de 1 a 20 átomos de carbono en el grupo alquilo, del que puede ser derivado el resto M, figuran metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de propilo, metacrilato de isopropilo, metacrilato de butilo, metacrilato de isobutilo, metacrilato de t-butilo, metacrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de laurilo, metacrilato de isobornilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de 2,3,5-trimetilciclohexilo, así como metacrilatos funcionales tales como metacrilato de hidroxialquilo, metacrilatos con funcionalidad de oxirano y metacrilatos con funcionalidad de ácido carboxílico.

Tal como se usa en esta memoria, “monómero(s) alílicos(s)” significa monómeros que contienen funcionalidad alílica sustituida y/o no sustituida, tales como los radicales de la siguiente fórmula general VI:



en la que  $R^{10}$  es hidrógeno, halógeno o un grupo alquilo  $C_{1-4}$ . En una realización,  $R^{10}$  puede ser hidrógeno o metilo y la fórmula general VI puede representar el radical (met)alilo no sustituido, que abarca los radicales alilo y los radicales metalilo. Se pueden usar cualesquier monómeros

alílicos adecuados. Entre los ejemplos de monómeros alílicos adecuados figuran, no limitativamente, alcohol (met)alílico, (met)alil éteres tales como metil (met)alil éter, ésteres de alilo de ácidos carboxílicos tales como acetato de (met)alilo, butirato de (met)alilo, 3,4-dimetoxibenzoato de (met)alilo y benzoato de (met)alilo.

5 La composición de copolímero de la presente invención se puede preparar usando una variedad de métodos convencionales conocidos en la técnica. En una realización, la composición de copolímero se puede preparar por un método que incluye las etapas de (a) proporcionar una composición de monómero dador que comprende un monómero dador de estructura (I), y (b) añadir una composición de monómero etilénicamente insaturado que  
10 comprende un monómero aceptor. En otra realización, la composición de monómero etilénicamente insaturado puede incluir un monómero de estructura II. En otra realización, la composición de monómero etilénicamente insaturado se puede añadir a la composición de monómero dador en presencia de un iniciador de polimerización por radicales libres en un recipiente de reacción adecuado. Estas soluciones de monómero y la composición de  
15 copolímero resultante de la presente invención pueden estar sustancialmente exentas de monómeros del tipo maleato, monómeros del tipo fumarato, ácidos de Lewis, y metales de transición.

En una realización, el monómero de estructura I puede estar presente en un exceso molar en relación a la cantidad de monómero acrílico aceptor. En la presente invención se  
20 puede usar cualquier cantidad de monómero en exceso con el fin de favorecer la formación de la disposición alternante. En realizaciones alternativas, la cantidad en exceso de monómero de la estructura I puede ser de como mínimo 10% en moles, o de hasta 25% en moles.

El monómero de estructura I sin reaccionar se puede separar de la composición de copolímero resultante por cualquier procedimiento conocido en la técnica, tal como, no  
25 exclusivamente, la evaporación. En una realización, la eliminación de monómero sin reaccionar se puede facilitar por aplicación de vacío en el recipiente de reacción.

En la presente invención se puede usar cualquier iniciador de radicales libres. Entre los ejemplos de iniciadores de radicales libres adecuados figuran, no limitativamente, iniciadores  
30 térmicos de radicales libres, fotoiniciadores, iniciadores redox y mezclas de los mismos. Entre los ejemplos de iniciadores térmicos de radicales libres pueden figurar, no limitativamente, compuestos peroxídicos, compuestos azoicos, compuestos persulfato y mezclas de los mismos.

La reacción de polimerización se puede realizar usando cualesquier métodos conocidos en la técnica. La reacción se puede realizar a granel (esto es, sin disolvente) y por lotes o por  
35 técnicas de polimerización en régimen continuo. Se describen reacciones por lotes en la

patente U.S. nº. 6.686.432, col. 12, línea 33 a col. 13, línea 15. Se describen métodos de polimerización en continuo en la solicitud de patente U.S. publicada nº. 2005/0113515 A1.

En una realización, el copolímero de la presente invención se puede preparar por polimerización en un medio acuoso adecuado de un monómero polimerizable etilénicamente insaturado en presencia del macromonómero descrito antes para formar una dispersión acuosa de micropartículas polímeras. En otra realización, el monómero polimerizable etilénicamente insaturado se puede polimerizar por técnicas de polimerización en emulsión acuosa iniciada por iniciadores de radicales libres. Sin que ello suponga asumir mecanismo alguno, se cree que el monómero etilénicamente insaturado forma el esqueleto del polímero y los injertos del macromonómero (mediante abstracción por radicales libres) formando segmentos de macromonómero que salen del esqueleto del polímero, esto es, una estructura a modo de peine.

Entre los ejemplos no limitativos de monómeros polimerizables etilénicamente insaturados pueden figurar monómeros vinílicos tales como ésteres de ácidos orgánicos que tienen grupos terminales metileno que pueden constituir de 30 a 90% en peso, o de 40 a 80% en peso, de la carga total de monómero. Entre los ejemplos no limitativos de tales ésteres pueden figurar acrilatos de alquilo y metacrilatos de alquilo que contienen de 1 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo.

En una realización, el monómero etilénicamente insaturado puede incluir un metacrilato de alquilo que contiene de 1 a 3 átomos de carbono en el grupo alquilo, tal como metacrilato de metilo y metacrilato de etilo. En otra realización, el monómero etilénicamente insaturado puede incluir un metacrilato de alquilo que contiene de 4 a 12 átomos de carbono en el grupo alquilo, por ejemplo, metacrilato de butilo y metacrilato de hexilo; o un acrilato de alquilo que contiene de 1 a 8 átomos de carbono en el grupo alquilo, por ejemplo, acrilato de butilo y acrilato de 2-etilhexilo, y mezclas de los mismos.

El monómero etilénicamente insaturado puede incluir un ácido carboxílico alfa-, beta-etilénicamente insaturado que es copolimerizable con los otros monómeros vinílicos. Sin que ello suponga asumir mecanismo alguno, se cree que el ácido carboxílico insaturado proporcionará sitios para posterior neutralización con una base tal como una amina orgánica con el fin de estabilizar sustancialmente el látex polímero resultante. En realizaciones alternativas, el ácido carboxílico insaturado puede constituir de 0,1 a 10% en peso, o de 1 a 5% en peso, de la carga de monómero. Entre los ejemplos no limitativos de ácidos carboxílicos insaturados pueden figurar ácido acrílico, ácido metacrílico y mezclas de los mismos.

En otra realización, el monómero etilénicamente insaturado puede ser un material monómero copolimerizable que contiene un grupo vinilo que no es de los monómeros vinílicos descritos antes. Entre los ejemplos de estos materiales pueden figurar monómeros tales como

estireno, alfa-metilestireno, alfa-cloroestireno, cloruro de alilo y acrilonitrilo. Este material monómero insaturado puede constituir de 0 a 60%, o de 0 a 40% en peso de la carga de monómero.

5 En realizaciones alternativas, el macromonómero puede representar una cantidad de 0,5 a 50%, o de 5 a 20% en peso en relación al peso de la totalidad de la carga de monómero.

10 La dispersión de micropartículas polímeras en un medio acuoso se puede preparar por procedimientos convencionales de polimerización en emulsión, bien conocidos por los expertos en la técnica. Entre los procedimientos adecuados para uso en la presente invención pueden figurar procedimientos en emulsión por lotes o en régimen continuo. Un ejemplo de procedimiento por lotes puede ser el siguiente. La microdispersión sin reaccionar se suministra en un tiempo de 1 a 4 horas a un reactor calentado cargado inicialmente con agua. Se puede suministrar simultáneamente un iniciador como parte de la microdispersión o el iniciador se puede cargar en el reactor antes de suministrarlo a la microdispersión. La temperatura puede variar y puede depender del iniciador específico que se usa. El tiempo de reacción puede variar. En una realización, el tiempo puede variar de 2 a 6 horas. En otra realización, la temperatura de reacción puede variar de 25°C a 90°C.

20 En una realización se puede añadir agua y una pequeña carga del monómero a un reactor con una pequeña cantidad de tensioactivo e iniciador de radicales libres para formar una siembra. Junto con el iniciador, a lo largo de un tiempo prescrito (3 horas) se puede suministrar una preemulsión de los restantes monómeros a una temperatura de reacción de 80-85°C usando una atmósfera protectora de nitrógeno. Después de mantenimiento durante una hora, terminado el suministro del monómero, se puede añadir al reactor un suministro posterior de iniciador redox para reducir el monómero libre residual (incluidos peróxido de hidrógeno/ácido ascórbico). El látex producto se puede neutralizar a pH 8.

25 Entre los tensioactivos adecuados para uso en la producción del copolímero pueden figurar los convencionalmente usados en la polimerización en emulsión y que son capaces de formar micelas y estabilizar partículas de monómeros que polimerizan en el medio acuoso.

Entre los tensioactivos adecuados que se pueden usar figuran los de tipo iónico o de tipo no iónico, o mezclas de ambos.

30 Entre los ejemplo de tensioactivos aniónicos pueden figurar jabones ordinarios tales como sales de metales alcalinos, de amonio y alcanolamina de ácidos grasos, incluidos oleato sódico, palmitato potásico, estearato amónico y laurato de etanolamina. Se pueden seleccionar otros ejemplos entre materiales jabonosos sintéticos, incluidos los sulfatos y sulfonatos alifáticos superiores tales como laurilsulfato sódico y cetilsulfato sódico. En una realización se usa laurilsulfato sódico.

35

Entre los tensioactivos no iónicos adecuados figuran alquilfenoxipolietoxietanoles que tienen grupos alquilo de 7 a 18 átomos de carbono y de 6 a 60 o más unidades de oxietileno, tales como heptilfenoxipolietoxietanoles, octafenoxipolietoxietanoles, nonilfenoxipolietoxietanoles y dodecilfenoxipolietoxietanoles; derivados de óxido de etileno de ácidos carboxílicos de cadena larga tales como los ácidos láurico, mirístico, palmítico, oleico; condensados de análogos de óxido de etileno de alcoholes de cadena larga tales como los alcoholes octílico, decílico, laurílico o cetílico; derivados de óxido de etileno de compuestos polihidroxílicos eterificados o esterificados que tienen una cadena de hidrocarburo hidrófobo, tales como monoestearato de sorbitán que contiene de 6 a 60 unidades de oxietileno.

La cantidad de agente tensioactivo puede variar en función de los monómeros seleccionados, el tensioactivo seleccionado y las proporciones relativas de los monómeros. En realizaciones alternativas, la cantidad total de tensioactivo se suministra a la zona de reacción en una cantidad que puede estar entre 0,1 a 5% en peso en relación al peso total de monómeros o dentro del intervalo de 0,1 a 2,5% en peso.

Se puede usar cualquier iniciador de radicales libres adecuado. Entre los iniciadores de radicales libres adecuados figuran iniciadores solubles en agua e iniciadores solubles en aceite. La adición de ciertos iniciadores tales como iniciadores redox puede dar por resultado una reacción exotérmica fuerte. Así, puede ser deseable añadir el iniciador a los otros ingredientes inmediatamente antes de realizar la reacción. Entre los ejemplos de iniciadores solubles en agua figuran peroxidisulfato amónico, peroxidisulfato potásico y peróxido de hidrógeno. Entre los ejemplos de iniciadores solubles en aceite figuran peróxido de t-butilo, peróxido de dilaurilo, perbenzoato de t-butilo y 2,2'-azobis(isobutironitrilo). En una realización, se pueden usar iniciadores redox tales como peroxidisulfato amónico/metabisulfito sódico o hidroperóxido de t-butilo/ácido isoascórbico.

En una realización, el tamaño de partícula de la dispersión de micropartículas de polímero puede ser uniformemente pequeño. En realizaciones alternativas no limitativas, después de la polimerización, menos de 20% de las partículas de polímero puede tener un diámetro medio mayor que 5 micrómetros, o mayor que 1 micrómetro, o las micropartículas pueden tener un diámetro medio de 0,01 micrómetros a 10 micrómetros, o el diámetro medio de las partículas después de polimerización puede estar en el intervalo de 0,05 micrómetros a 0,5 micrómetros. El tamaño de partícula se puede medir con un analizador de tamaños de partícula tal como el instrumento Coulter N4, adquirible comercialmente de Coulter. La medición del tamaño de partícula se hace de acuerdo con instrucciones detalladas suministradas con el instrumento. Generalmente, una muestra de la dispersión acuosa se diluye con agua hasta que la concentración de la muestra esté dentro de los límites requeridos por el instrumento. El tiempo de medición es de 10 minutos.

En una realización no limitativa, las dispersiones de micropartículas pueden incluir materiales de una viscosidad relativamente baja. Por ejemplo, se pueden preparar directamente dispersiones con un contenido total de sólidos de 20 a 70%. Se cree que el peso molecular del polímero y la viscosidad de las dispersiones acuosas reivindicadas son mutuamente independientes. En otra realización, el peso molecular ponderal medio puede variar de varios miles a más de 500.000 gramos por mol.

La composición de revestimiento de la presente invención puede comprender además un material polímero formador de película que es químicamente diferente de las micropartículas polímeras descritas antes. Entre los ejemplos no limitativos de materiales polímeros formadores de película figuran poliepóxidos, poliuretanos, poliamidas, poliésteres, poliacrilatos, poli(cloruro de vinilo) y mezclas y copolímeros de los mismos.

En una realización, en la composición de revestimiento se puede incluir un material de poliacrilato formador de película tal como ACRONAL DS 3502, una emulsión de copolímero poliacrilato preparado a partir de acrilato de metilo, acrilato de butilo, metacrilato de metilo y ácido metacrílico. Véase ACRONAL DS 3502 Product Bulletin (nov. 1998).

En otra realización, las micropartículas polímeras pueden estar presentes en la composición de revestimiento en una cantidad de 1 a 40% en peso en relación a la totalidad de sólidos de la resina, o de 5 a 30% en peso.

Opcionalmente, la composición de revestimiento puede comprender además una carga para mejorar la capacidad del revestimiento de amortiguar el sonido y las vibraciones. Se pueden usar cualesquier cargas. Entre los ejemplos no limitativos de cargas adecuadas figuran mica, pizarra en polvo, escamas de montmorilonita, escamas de vidrio, escamas metálicas, grafito, talco, óxido de hierro, minerales de arcilla, fibras de celulosa, fibras minerales, fibras de carbón, fibras o perlas de vidrio o polímeras, ferrita, carbonato cálcico, carbonato potásico, sulfato bórico, arcilla organomodificada, una fibra mineral tal como metasilicato cálcico, caucho natural o sintético molido, sílice, hidróxido de aluminio, alúmina en polvo y mezclas de los mismos. En una realización, la carga se puede seleccionar entre carbonato magnésico, sulfato bórico y mezclas de ambos.

En realizaciones alternativas, el material de carga puede comprender de 20 a 90% en peso de la composición en relación al peso total de la composición de revestimiento, o de 50 a 80% en peso.

En otra realización se puede incluir un plastificante en la fase de dispersión con estos polímeros y copolímeros. Se puede usar cualquier plastificante adecuado. Entre los ejemplos no limitativos de plastificantes adecuados figuran adipatos, benzoatos, glutaratos, isoftalatos, fosfatos, poliésteres, sebacatos, sulfonamidas, glicoles, tereftalatos y mezclas de los mismos.

La cantidad de plastificante puede variar de 0,1 hasta 50% en peso del peso total de la composición de revestimiento.

En otras realizaciones, la composición de la presente invención puede incluir varios ingredientes y/o aditivos opcionales que pueden depender de la aplicación particular de la composición, tales como colorantes o pigmentos como negro de carbón o grafito, refuerzos, tixotropos, aceleradores, tensioactivos, extensores, estabilizadores, inhibidores de la corrosión, diluyentes, agentes de expansión y antioxidantes. Entre los tixotropos adecuados figuran sílice pirogénica, bentonita, carbonato cálcico revestido con ácido esteárico, derivados de ácido graso/aceite y espesativos asociativos de uretano tales como RM-8, adquirible comercialmente de Rohm and Haas. Los tixotropos pueden estar presentes en una cantidad de hasta 20% en peso. Pueden estar presentes ingredientes opcionales tales como negro de carbón o grafito, agentes de soplado, microesferas o perlas polímeras expandibles tales como microesferas de polipropileno o polietileno, tensioactivos e inhibidores de corrosión como sulfonato de bario, en una cantidad de menos de 5% en peso del peso total de la composición.

Las viscosidades de estos productos de revestimiento pueden ser específicas para la aplicación prevista sobre la base del equipo usado, el espesor de película requerido y la resistencia al descuelgue. En realizaciones alternativas, la viscosidad de las composiciones de revestimiento puede ser mayor que 1000 mPa.s o de 1000 a 1.000.000 mPa.s (milipascales) medida a 2 rpm con un viscosímetro Brookfield de husillo nº. 7. En otras realizaciones, las composiciones pulverizables pueden tener viscosidades inferiores a 100.000 mPa.s a 20 rpm medidas en un viscosímetro Brookfield a temperatura ambiente (aprox. 25°C).

En una realización, la composición de revestimiento de la presente invención se puede preparar mezclando la dispersión de micropartículas polímeras con los otros componentes del revestimiento en una mezcladora de alta energía tal como Dual Disperse Model HH-L-2-100, adquirible comercialmente de Hockmeyer.

La composición de revestimiento se puede aplicar a la superficie de un sustrato. Se puede usar cualquier procedimiento de aplicación adecuado, incluidos los procedimientos convencionales usados en la técnica. Entre los procedimientos de aplicación adecuados figuran pulverización, extrusión o manual con una cuchilla. Se puede usar cualquier sustrato adecuado. Entre los ejemplos no limitativos de sustratos adecuados figuran los de metal, polímeros tales como materiales termoendurecibles y materiales termoplásticos, y combinaciones de sustratos de metal y polímeros. Entre los sustratos metálicos adecuados que se pueden revestir de acuerdo con la presente invención figuran metales férreos tales como hierro y acero y sus aleaciones, metales no férreos tales como aluminio, zinc, magnesio, y sus aleaciones, y combinaciones de los mismos. En una realización, el sustrato se puede hacer de acero laminado en frío, acero electrolgalvanizado tal como acero electrolgalvanizado por inmersión o

acero de hierro-zinc electrogalvanizado, aluminio o magnesio. El sustrato metálico a tratar puede estar desnudo, o pretratado o prepintado (por ejemplo, por electrorrevestimiento) antes de aplicar el revestimiento.

5 Entre los materiales termoendurecibles adecuados figuran materiales termoendurecibles de poliésteres, epóxidos, fenólicos, poliuretanos tales como uretano de moldeo por inyección con reacción (RIM), y mezclas de los mismos. Entre los materiales termoplásticos adecuados figuran poliolefinas termoplásticas tales como polietileno y polipropileno, poliamidas tales como nailon, poliuretanos termoplásticos, poliésteres termoplásticos, polímeros acrílicos, polímeros  
10 vinílicos, policarbonatos, copolímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), caucho EPDM, copolímeros y mezclas de los mismos.

Salvo en los ejemplos operativos o cuando se indica lo contrario, todos los números o expresiones que se refieren a cantidades de ingredientes, condiciones de reacción, etc., usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones ha de entenderse que están modificados en todos los casos por el término “aproximadamente”. En esta solicitud de patente  
15 se consideran varios intervalos numéricos. A causa de que estos intervalos son continuos, incluyen cada valor entre los valores mínimo y máximo. A no ser que se indique específicamente lo contrario, los diversos intervalos numéricos especificados en esta solicitud son aproximaciones. El plural abarca el singular y viceversa; por ejemplo, “un” puede incluir más de uno.

20 Si bien se han descrito antes realizaciones particulares de esta invención a fines ilustrativos, será evidente para los expertos en la técnica que se pueden hacer numerosas variaciones de los detalles de la presente invención sin desviarse de la invención según se define en las reivindicaciones anexas. La presente invención se puede ilustrar con los siguientes ejemplos, no limitativos.

25

### EJEMPLOS

Los ejemplos siguientes tienen la finalidad de ilustrar la invención y en ningún sentido deben interpretarse como limitativos de la invención. El Ejemplo 1 muestra la preparación del macromonómero. Los Ejemplos 2 y 3 muestran la preparación de dos (2) diferentes  
30 copolímeros por polimerización en medio acuoso de una mezcla de monómeros polimerizables etilénicamente insaturados en presencia del macromonómero del Ejemplo 1.

Los Ejemplos 4 y 5 muestran la preparación de dos (2) diferentes composiciones de revestimiento para amortiguamiento de sonido y vibraciones que comprenden las dispersiones acuosas de micropartículas polímeras de los Ejemplos 2 y 3.

35

Ejemplo 1. Preparación de macromonómero (04-122-136A)

En un reactor continuo de 300 ml con agitación continua se introdujeron las siguientes cargas en una zona de reacción cargada con hidrocarburo aromático, Solvesso 100 a una temperatura de 250°C y 4,13-4,82 MPa. La presión de descarga fue de 4,13-4,47 MPa y se puso un recipiente receptor a 170°C bajo vacío total.

5

10

15

<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
<b>Carga 1</b>	
Isobutileno	400
<b>Carga 2</b>	
Luperox DTA <sup>1</sup>	11,4
<b>Carga 3</b>	
Acrilato de butilo	880
Acrilato de hidroxipropilo	320

<sup>1</sup> Luperox DTA es peróxido de di-t-amilo, adquirible de Arkema

20

Las tres cargas se iniciaron simultáneamente y la reacción se condujo a condiciones de estado estacionario. El producto se recogió continuamente durante 2,5 horas

25

Según se determinó por cromatografía de penetración en gel (CPG) usando poliestireno como patrón, el producto tenía un peso molecular ponderal medio de aproximadamente 2500 y un peso molecular numérico medio de aproximadamente 1200. El producto era esencialmente 100% no volátil con un índice de hidroxilo que se determinó que era de aproximadamente 90 y un peso equivalente de insaturación de aproximadamente 1230.

Ejemplo 2 (06-DLW-068)

Se añadió a un matraz de fondo redondo de 3 l, equipado con agitador, termopar, entrada de nitrógeno y dos zonas de alimentación, la carga siguiente

30

<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
Agua desionizada	635,7 g
Alipal CO-436 <sup>2</sup>	3,23

35

<sup>2</sup> Tensioactivo de Rhodia

Se calentó la carga a 80°C en atmósfera protectora de nitrógeno. Se añadió a 80°C la carga siguiente y se mantuvo durante 5 min,

	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
5	Metacrilato de metilo	14,5
	Acrilato de butilo	5,2

Después de mantener la mezcla durante 5 min, se añadió la carga siguiente y se mantuvo durante 30 min,

	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
10	Agua desionizada	11,36
	Persulfato amónico	5,20

15 Después de mantenimiento durante 30 min, se suministró la emulsión de monómero siguiente y el iniciador en un período de 3-4 horas

	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
	<b>Preemulsión</b>	
20	Acrilato de butilo	307,4
	Macromonómero (Ej. 1)	78,7
	Metacrilato de metilo	261,3
	Metacrilato de hidroxietilo	91,13
	Acrilato de etilhexilo	7,8
25	Ácido metacrílico	9,75
	Alipal CO-436	10,65
	Agua desionizada	265,01
	<b>Iniciador</b>	
	Agua desionizada	245,62
30	Persulfato amónico	2,08

Finalizados los suministros, se mantuvo la mezcla de reacción durante 1 hora a 80°C. Se enfrió luego la mezcla de reacción a temperatura ambiente y se añadió la siguiente solución para elevar el pH.

<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
Dimetiletanolamina	8,58
Agua desionizada	12,74

5 El látex tenía un contenido de sólidos de 36,32%, un pH de 9,05 y una viscosidad Brookfield de 120 mPa.s (husillo nº. 2/60 rpm).

### Ejemplo 3 (06-DLW-065)

10 Se añadió a un matraz de fondo redondo de 3 l, equipado de forma similar a la descrita antes la carga siguiente y se calentó a 81°C en atmósfera protectora de nitrógeno

<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
Agua desionizada	554,4
Alipal CO-436	0,716

15

A 81°C se añadieron los ingredientes siguientes y se mantuvo la mezcla durante 5 min:

<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
Metacrilato de metilo	13,15
Acrilato de butilo	14,15

20

Luego se añadió a lo largo de 10 min lo siguiente y la mezcla se mantuvo durante 30 min:

<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
Agua desionizada	8,52
Persulfato amónico	0,433

25

30 Después del período de mantenimiento se añadieron la preemulsión de monómeros siguiente y el iniciador a lo largo de 3 horas y seguidamente se mantuvo la mezcla a 80°C durante 1 hora:

35

20

	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
	<b>Preemulsión</b>	
	Acrilonitrilo	148,64
	Acrilato de butilo	316,95
5	Macromonómero (Ej.1)	59,46
	MPEG-550MA <sup>3</sup>	34,9
	Ácido metacrílico	7,46
	Alipal CO-436	2,84
	Agua desionizada	170,8
10	<b>Iniciador</b>	
	Agua desionizada	106,5
	Alipal CO-436	7,1
	Persulfato amónico	1,701
15	<sup>3</sup> Metacrilato de metoxipolietilenglicol, adquirible de Laporte Chemicals.	

Después del mantenimiento durante 1 hora, se añadieron por separado los reactantes siguientes y se mantuvo la reacción durante 2 horas más.

	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
20	Peróxido de hidrógeno (35%)	3,4
	Agua desionizada	4,98
25	Ácido ascórbico	1,19
	Agua desionizada	12,44

Luego se enfrió la mezcla de reacción a menos de 50°C y se añadió lo siguiente para elevar el pH:

	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso, g</u>
30	Dimetiletanolamina	6,54

El látex tenía un contenido de sólidos de 40,25%, un pH de 8,11 y una viscosidad Brookfield de 132,5 mPa.s (husillo n°. 2/60 rpm)

35

Ejemplos 4 y 5

Se mezclaron los ingredientes de cada una de las composiciones indicadas en la Tabla 2 a baja agitación en un recipiente de aproximadamente 0,5 litros usando un motor accionado por aire. Los ingredientes se añadieron en el orden indicado en la Tabla 2 y aumentando la velocidad de mezcla para mantener un vórtice a lo largo de la adición. Cada muestra se puso en una cámara de vacío equipada con agitador y con un vacío de como mínimo 700 mm de Hg a la muestra agitada. La muestra se extrajo cuando remitió la formación de espuma (aprox. 35 min).

Tabla 2

Composiciones para amortiguamiento de sonido y vibraciones		
Componentes	Ej. 4	Ej. 5
Copolímero	66,6 (Ej. 2)	66,6 (Ej. 3)
PM 210 <sup>1</sup>	0,9	0,9
Foamaster 111 <sup>2</sup>	0,07	0,07
Dolocron 4512 <sup>3</sup>	135	135
AQUABLACK 245 <sup>4</sup>	0,9	0,9
ASE 60 <sup>5</sup>	1	1
TOTAL	204,5	204,5

<sup>1</sup> PM 210: Dispersión en agua al 33% de la sal sódica del ácido-naftaleno-sulfónico.

<sup>2</sup> Foamaster 111: Antiespumante de hidrocarburo adquirible comercialmente de Cognis Canada.

<sup>3</sup> Dolocron 4512: Carbonato cálcico magnésico de dolomita, adquirible comercialmente de Specialty Minerals.

<sup>4</sup> AQUABLACK 245: Dispersión acuosa de negro de carbón, adquirible de Borden Chemical Co.

<sup>5</sup> ASE 60: Modificador de la reología, adquirible de Rohm and Haas.

Se prepararon depósitos de muestras de 7,5-10 cm de largo usando una plantilla de revestimiento de 7,5 cm de ancho y 3,0 mm de espesor sobre paneles de ensayo revestidos con el electrorrevestimiento ED-6060, asequible comercialmente de PPG Industries, Inc., de Pittsburgh, Pensilvania. Cada depósito se secó al aire a temperatura ambiente (aprox. 25°C).

En una serie separada de paneles se evaluó el agrietamiento lodoso. La determinación del agrietamiento lodoso era una determinación visual basada en el número, anchura y longitud de las grietas. El revestimiento de cada panel se curó durante 30 min a temperatura ambiente (aprox. 25°C) y luego durante 30 min a 171°C.

5 Se midió el amortiguamiento del sonido de cada revestimiento usando el Método de Ensayo de Oberst según ASTM E756-93 (“Standard Test Method for Measuring Vibration-Damping Properties of Materials”), secciones 3 y 10. En este ensayo, la medida principal del amortiguamiento del sonido es el factor de pérdida, la relación del módulo de pérdida al módulo de acumulación del material. Los valores de Oberst típicamente varían de 0,001 para acero desnudo (espesor de 0,76 mm) (si se golpea el acero, se oíría un “repique”) a 0,01 (“bongo”), a 10 0,1 (“tarima”), a 0,5 (“ruido sordo”) para revestimientos de creciente eficiencia. El método de ensayo de Oberst mide el factor de pérdida de sonido del material compuesto revestimiento-sustrato.

Cada muestra de ensayo se aplicó a una barra de Oberst, que es de una barra metálica 15 de material especial endurecido por temple en aceite, AISI/SAE GRD 1-1, pulido, de 0,8 mm de espesor, 12,7 mm de anchura de McMaster-Carr, n°. pieza 89705-K121, curado como se ha descrito antes. El peso de cada revestimiento curado era de  $9,0 \pm 0,12$  g. Los valores del factor de pérdida de Oberst se normalizaron a fines comparativos a 9,0 g. Los valores de pérdida del material compuesto se compararon a 200 Hz a las temperaturas de 10, 25 y 40°C. Los 20 resultados se presentan en la siguiente Tabla 3.

Tabla 3

25

30

35

Aspecto del revestimiento después de secado		
	Ej. 4	Ej.5
Agrietamiento lodoso	nada	Nada
Ensayo de Oberst de amortiguamiento de sonido		
Peso del revestimiento, g	8,64	9,07
Factor de pérdida de Oberst a 200 Hz Normalizado a 9 g de peso		
10°C	0,067	0,030
25°C	0,184	0,114
40°C	0,224	0,250

Aunque en lo anterior se han descrito realizaciones de esta invención a fines ilustrativos, será evidente para los expertos en la técnica que se pueden hacer numerosas variaciones de los detalles de la presente invención sin desviarse de la invención según se define en las reivindicaciones anexas.

5

10

15

20

25

30

35

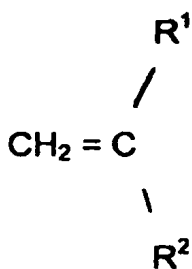
## REIVINDICACIONES

1. Una composición de revestimiento para amortiguamiento de sonido y vibraciones, que comprende:

- 5 (a) una dispersión acuosa de micropartículas polímeras, en la que las micropartículas polímeras comprenden un copolímero preparado por polimerización en un medio acuoso de uno o varios monómeros polimerizables etilénicamente insaturados en presencia de un macromonómero que comprende como mínimo 30% en moles de restos que tienen las siguientes unidades estructurales alternantes:



en las que DM representa un resto de un monómero dador, AM representa un resto de un monómero aceptor, comprendiendo como mínimo 15% en moles del macromonómero un monómero dador de la estructura:



- 15 en la que R<sup>1</sup> es un alquilo C<sub>1-4</sub> lineal o ramificado, R<sup>2</sup> se selecciona entre alquilo C<sub>1-20</sub> lineal, cíclico o ramificado, alquenido, arilo C<sub>6-20</sub>, alquilarilo y arilalquilo, estando el macromonómero sustancialmente exento de segmentos de monómero maleato y segmentos de monómero fumarato, y estando el macromonómero sustancialmente exento de ácidos de Lewis y metales de transición;

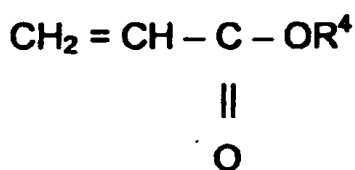
- 20 (b) una carga que comprende aproximadamente de 20 a 90% en peso de la composición de revestimiento, porcentaje en peso en relación al peso total de la composición de revestimiento, y
- 25 (c) opcionalmente un plastificante.

2. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que los monómeros polimerizables etilénicamente insaturados forman un segmento de esqueleto polímero y el macromonómero forma un segmento polímero que está saliente respecto al esqueleto.

3. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el macromonómero se prepara mediante polimerización iniciada por radicales libres.

4. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el monómero dador se selecciona entre isobutileno, diisobutileno, dipenteno, isoprenol y mezclas de los mismos.

5. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el monómero aceptor comprende uno o varios monómeros de la estructura:



10

en la que R<sup>4</sup> se selecciona entre H, alquilo C<sub>1-20</sub> lineal o ramificado, alquilol, arilo C<sub>6-20</sub>, alquilarilo y arilalquilo.

6. La composición de revestimiento de la reivindicación 5, en la que el monómero aceptor se selecciona entre acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, ácido acrílico, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de isobutilo, acrilato de isobornilo y acrilato de 2-etilhexilo.

7. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el macromonómero tiene un peso molecular numérico medio de 500 a 10.000.

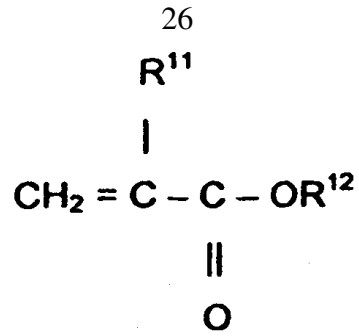
8. La composición de revestimiento de la reivindicación 7, en la que el macromonómero tiene una polidispersión de menos de 3.

25

9. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que los monómeros polimerizables etilénicamente insaturados son monómeros vinílicos.

10. La composición de revestimiento de la reivindicación 9, en la que los monómeros vinílicos tienen la estructura:

30



en la que R<sup>11</sup> es H o metilo y R<sup>12</sup> se selecciona entre H, alquilo C<sub>1-20</sub> lineal o ramificado, alquilol, arilo C<sub>6-20</sub>, alquilarilo y arilalquilo.

5

11. La composición de revestimiento de la reivindicación 10, en la que el monómero vinílico se selecciona entre metacrilato de hidroxietilo, metacrilato de hidroxipropilo, metacrilato de metilo, acrilato de 2-etilhexilo y ácido metacrílico.

10 12. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que la polimerización se realiza por polimerización en medio acuoso.

13. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, que tiene un peso molecular numérico medio mayor que 50.000.

15

14. La composición de revestimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en la que la carga comprende carbonato cálcico, carbonato magnésico, metasilicato cálcico, sulfato bórico o perlas cerámicas.

20