

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 604 459**

51 Int. Cl.:

C08L 27/06	(2006.01)
C08K 5/103	(2006.01)
C09K 3/10	(2006.01)
B60R 13/08	(2006.01)
G10K 11/162	(2006.01)
C08L 33/12	(2006.01)
C08L 63/02	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.04.2006 PCT/BE2006/000031**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **12.10.2006 WO06105623**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.04.2006 E 06721552 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.10.2016 EP 1877512**

54 Título: **Método para mejorar las propiedades acústicas**

30 Prioridad:

08.04.2005 WO PCT/BE2005/000053

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.03.2017

73 Titular/es:

**SYNEGIS BVBA (100.0%)
Scheldelaan 460, Haven 627
2040 Antwerpen, BE**

72 Inventor/es:

BILLAST, KARL M.D.B.

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 604 459 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

Método para mejorar las propiedades acústicas

Esta invención se refiere a un método para mejorar las propiedades de amortiguación acústica de láminas, en particular para aplicación automovilística. El procedimiento inventivo comprende las etapas de aplicar, a las láminas, una composición sellante acústica esencialmente no acuosa que consiste esencialmente en un componente polimérico en combinación con un nivel importante de un plastificador de benzoato y aditivos, que incluyen rellenos, seguido por tratamiento con calor de las láminas a las que se ha aplicado la composición sellante.

Se conocen varias tecnologías que apuntan a mitigar las molestias acústicas y han encontrado aplicación comercial establecida. El estado pertinente de la técnica, y sus limitaciones, consecuentemente se conoce bien. La solicitud de patente japonesa JP 10237250 describe composiciones de recubrimiento con buenas propiedades aislantes del sonido que contienen polímeros de cloruro de vinilo en combinación con una mezcla de plastificadores convencionales, especialmente ftalato de diheptilo y ftalato de diisononilo, rellenos y aditivos. La solicitud de patente japonesa JP 10237249 describe composiciones comparables que tienen propiedades aislantes del sonido que contienen resinas de cloruro de vinilo, plastificadores de ftalato, rellenos, asfalto líquido y adhesivos. La solicitud de patente japonesa JP 05279623 describe composiciones para aplicación automovilística que comprenden elastómeros que incorporan polímero de vinilo y bloques de polímero de diolefina y resinas de indeno hidrogenado. La solicitud de patente RO 100918 pertenece a composiciones de resina epoxi anticorrosivas y que absorben el sonido preparadas mezclando resina epoxi, butilglicidil y fenilglicidil éteres y brea de alquitrán de hulla deshidratada. La solicitud de patente japonesa JP 03144195 afecta a composiciones para la amortiguación de la vibración y la atenuación del sonido que contienen una lámina bituminosa y una capa de resina termoestable, opcionalmente protegida con una capa externa. La capa de resina contiene una resina epoxi y rellenos. El documento WO 99/58597 divulga composiciones de amortiguación acústica con base de agua que contienen plastisol con base de resina acrílica en que se incorpora un polímero de pintura reciclado que contiene resina sin curar y plastificadores convencionales. El documento DE 43 18 712 describe formulaciones de plastisol pulverizable que muestran propiedades de amortiguación acústica. Estas formulaciones contienen un nivel importante de una mezcla reticulable, durante la aplicación, de un polímero de estireno y un nivel importante de un plastificador junto con rellenos, aditivos reactivos y otros componentes en niveles aditivos que se usan para su funcionalidad establecida en los límites de las tecnologías de plastisol. Los plastificadores son convencionales. El documento JP 2000-169756 pertenece a recubrimientos automovilísticos conocidos capaces de proporcionar una barrera frente a la corrosión, daño mecánico y ruido de alta frecuencia que se originan a partir de diferentes factores del cuerpo del automóvil, por ejemplo, proyecciones de piedras. La tecnología JP proporciona amortiguación de alta frecuencia contraria al objeto de la tecnología inventiva que busca la amortiguación a baja frecuencia mejorada durante un amplio intervalo de temperaturas, especialmente de -20 a 50°C. El documento JPH 059355 describe una composición de plastisol que consiste en una resina tipo cloruro de vinilo y un plastificador que contiene una cantidad importante de un éster de ácido benzoico de un alquilenglicol C₂₋₁₅ o un oxi-alquilenglicol C₄₋₁₂. La composición puede usarse como un recubrimiento en los coches para proporcionar una barrera frente al desconchado y el daño mecánico que se origina a partir de diferentes fuentes del cuerpo del automóvil. El documento EP-A-0 416 822 divulga composiciones de plastificador resistente a las manchas que contienen mono- y di-ésteres de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol y ácidos benzoicos posiblemente en combinación con homopolímeros o copolímeros de cloruro de vinilo. Estas composiciones pueden usarse como cobertores del suelo y cobertores de la pared y se encontró que impartían propiedades deseables de resistencia a las manchas a los cobertores. Los ésteres pueden usarse también como lubricantes sintéticos y como fluidos funcionales tales como fluidos de transmisión automática. El documento EP-A-1 505 104 describe composiciones espumantes que contienen al menos un componente polimérico, por ejemplo, PVC, al menos un plastificador principal y un isononiléster de ácido benzoico por lo que el nivel del plastificador representa de 10 a 400 partes en peso por 100 partes en peso del polímero. Los ésteres de ácido di-benzoico pueden usarse como plastificadores principales. La composición de espumado de esta referencia puede usarse para la fabricación de cobertores del suelo, cuero sintético y alfombras.

La técnica anterior es, como se muestra anteriormente, diversa, y expresa un deseo permanente de optimizar, mejorar y mitigar las inconveniencias acústicas, por ejemplo en relación a la aplicación automovilística.

Es un objeto clave de esta invención proporcionar medios para mejorar las propiedades acústicas de las láminas.

Es otro objeto de esta invención proporcionar beneficios de amortiguación del sonido con la ayuda de composiciones sellantes que contienen plastificador. Aún otro objeto de esta invención apunta a proporcionar medios capaces de repartir amortiguación de sonido superior frente a composiciones sellantes basadas en plastificadores convencionales. Aún un objeto adicional de esta invención apunta a amortiguar las inconveniencias acústicas de bajas frecuencias, normalmente en el intervalo de 100 a 4000 Hz, a temperaturas, por ejemplo, en el intervalo de -20°C a 50°C. Aún otro objeto de la invención apunta a mitigar la adsorción de ruido de baja frecuencia que se origina desde el cuerpo del automóvil. Los anteriores y otros objetos pueden ahora satisfacerse por medio de la tecnología inventiva descrita a continuación.

Las indicaciones de "porcentaje" o "%" usadas en la descripción significan, a menos que se defina de forma diferente, "porcentaje en peso".

Se ha descubierto actualmente un método para mejorar las propiedades acústicas de las láminas que comprende una serie de etapas esenciales. En detalle la siguiente secuencia de método esencial se necesita de acuerdo con la invención en esta memoria:

(i) Aplicar a las láminas una composición sellante acústica que consiste esencialmente en:

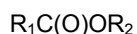
- 5 (a) De 20% a 80% en peso de poli(cloruro de vinilo), opcionalmente en mezcla con polímeros acrílicos y/o resinas epoxi curadas;
- (b) De aproximadamente 5% a 60% en peso de un plastificador de benzoato; y
- (c) De 15% a 65% en peso de aditivos que incluyen rellenos, diluyentes orgánicos, pigmentos y promotores de la adhesión;
- 10 Por lo cual el nivel de agua en la composición sellante es menor del 2% en peso y la relación ponderal del componente polimérico al plastificador total es de 1,2 a 4,0;
- (ii) Seguido por un tratamiento con calor de la lámina a la que la composición sellante se ha aplicado a una temperatura en el intervalo de 100°C a 220°C durante un periodo de 1 minuto a 2 horas; y
- (iii) Enfriar, de una manera conocida per se, las láminas a temperatura ambiente.

- 15 El método de esta invención necesita aplicar a las láminas una composición sellante acústica. La aplicación de las composiciones funcionales similares a una superficie se conoce bien en el dominio de la tecnología. Como un ejemplo de dicha aplicación a las láminas, por ejemplo, superficies metálicas del vehículo, la composición sellante puede pulverizarse en la superficie. Preparatorio a dicho pulverizado del sellante, la superficie puede tratarse mediante fosfatado por inmersión y electrorecubrimiento. Las láminas se someten posteriormente a un tratamiento con calor a una temperatura en el intervalo de 100°C a 220°C durante un periodo de 1 minuto a 2 horas, preferiblemente a una temperatura en el intervalo de 110°C a 190°C durante un periodo de 6 minutos a 90 minutos. Como un ejemplo real, la superficie (lámina) a la que se ha aplicado el sellante puede moverse a través de zonas de temperatura secuenciales como sigue: de 20°C a 145°C en 15 minutos, mantenerse a 145°C durante 5 minutos, calentarse de 145°C a 160°C en 15 minutos seguido por una zona de enfriamiento de 160°C a 125°C en 15 minutos.
- 20 La lámina se mantiene a partir de aquí a 125°C durante 10 minutos seguido por enfriamiento a temperatura ambiente. En la práctica, una disposición de montaje de un coche (fabricación) puede dividirse en 3 etapas, a saber: una primera etapa denominada la "planta de fabricación/taller de carrocería" donde se completa la fabricación inicial; la etapa 2 se conoce como el "taller de pintura"; mientras la etapa 3 puede denominarse taller de montaje. El sellante se aplica normalmente a las superficies y se someten a un tratamiento de temperatura en el taller de pintura.
- 25 Después del fosfatado por inmersión y el electrorecubrimiento de las superficies, una secuencia de operaciones puede estar en el orden, por ejemplo, como sigue: sellado de juntas; rectificado y lavado; capa de imprimación; rectificadora y lavado, seguido por "capa base" y "capa de recubrimiento".

Las composiciones sellantes a aplicar a las láminas son no acuosas que contienen un nivel de agua en la composición sellante de menos de 2%, preferiblemente menos que 0,5%, lo más preferiblemente menos que 0,2%.

- 35 Las composiciones sellantes para usar en el método de la invención contienen como un primer componente esencial un poli(cloruro de vinilo) que está opcionalmente en mezcla con polímeros acrílicos y/o resinas epoxi curadas que es compatible con un plastificador para la aplicación en una superficie. Los polímeros pueden estar representados por homopolímeros y copolímeros. El componente de polímero acrílico puede comprender homo- o copolímeros derivados de monómeros que comprenden alquilmacrilatos y alquilacrilatos. Los restos alquilo en ambas especies, los metacrilatos y los acrilatos, pueden estar representados por radicales alquilo C₁-C₁₀, más preferiblemente alquilo C₁-C₄. Las resinas epoxi, que se curan durante la aplicación, se basan en: bisfenol A que se ha hecho reaccionar con epiclorhidrina; o un poliglicol alifático que se ha hecho reaccionar también con epiclorhidrina. El poliglicol alifático preferido puede estar representado por polipropilenglicol. Ambas resinas epoxi pueden hacerse reaccionar con agentes de curado tales como aminas primarias y secundarias, anhídridos, poliamidas y agentes de curado catalíticos tales como aminas terciarias, sales de amina, complejos de trifluoruro de boro y boratos de amina. Los agentes de curado epoxi se añaden a las composiciones y el curado (reticulado) tiene lugar durante la aplicación, en el caso de la aplicación acústica frecuentemente a temperaturas iguales o mayores que 100°C. Los catalizadores latentes, tales como el complejo BF₃.MEA (trifluoruro de boro monoetilamina) o diciandiamida pueden usarse para obtener tiempos de vida muy largos, hasta de varios meses. La diciandiamida puede usarse como un agente de curado adecuado. Las aminas terciarias pueden usarse para acelerar el curado. La selección de resinas epoxi y agentes de curado puede hacerse de forma rutinaria y el dominio de dichas resinas curadas se conoce eminentemente bien. El componente polimérico representa ampliamente del 20% al 80%, más preferiblemente de 30% al 70% de las composiciones inventivas. En una ejecución preferida, el componente polimérico puede representarse mediante una mezcla de, expresada en una base del 100%, de 50-80% de poli(cloruro de vinilo) y del
- 50 50-20% del polímero acrílico.

El plastificador de benzoato puede estar representado por especies conocidas. El componente plastificador de benzoato se usa en niveles del 5% al 60%, preferiblemente del 40% al 15% de las composiciones inventivas. Los plastificadores de benzoato preferidos comprenden especies de mono- y di-benzoato que corresponden a la fórmula:



- 5 En donde R_1 representa un radical fenilo, R_2 representa $-R_3O(O)CR_1$ en donde R_3 es un radical divalente de la fórmula $-R_4(OR_4)_m-$, en donde R_4 es un radical alquilo que contiene de 2 a 4 átomos de carbono y m representa 0 o el número entero 1 o 2; o R_2 representa un radical alquilo que contiene de 3 a 21 átomos de carbono. La especie de plastificador de benzoato individual, por ejemplo, puede usarse en cualquier proporción (ponderal). En una ejecución preferida se usa un plastificador de monobenzoato en una proporción ponderal de hasta 40% en base al peso total (100%) de la suma de las especies mono- y di-benzoato.

10 Los plastificadores de benzoato preferidos son ésteres de dibenzoato, lo más preferiblemente dibenzoatos de (propilenglicol)_{1,4}, dibenzoatos de (etilenglicol)_{1,4} y ésteres de dibenzoato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol. Los plastificadores de dibenzoato pueden usarse, en realizaciones preferidas, en mezcla con un segundo plastificador (no benzoato) que incluye ftalatos de bencilo y especies plastificadoras convencionales distintas de los ftalatos de bencilo. Las proporciones ponderales del segundo plastificador se expresan en relación al nivel total (benzoato + segundo plastificador) del plastificador (100%), como sigue:

- Ftalato de bencilo: hasta 50%; y
- Plastificador convencional, distintos de los ftalatos de bencilo: hasta 70%, preferiblemente hasta 40%; y
- Plastificadores de monobenzoato hasta 40%.

- 20 Los plastificadores de monobenzoato preferidos pueden representarse por un éster de monobenzoato de un alcohol C_3-C_{21} y un éster de monobenzoato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol.

25 Los plastificadores de ftalato de bencilo se conocen bien y han encontrado una amplia aplicación comercial. Los ftalatos de bencilo son ftalatos de alquibencilo en donde la cadena de alquilo, posiblemente ramificada y/o sustituida, contiene de 2 a 16 átomos de carbono. Ejemplos de otros plastificadores convencionales son ftalatos de dialquilo tales como ftalato de di(2-etilhexilo), ftalato de di-isononilo, ftalato de di-isodecilo, ftalato de diundecilo, ftalato de dibutilo, ftalato de dioctilo, ésteres C_3-C_{24} de ácido adípico, azelaico, sebácico, trimelítico, cítrico y fosfórico, ésteres de alquilo de ácidos grasos, ésteres de ácido alquilsulfónico de fenoles y triglicéridos epoxidados. Un plastificador convencional preferido, distinto de los ftalatos de bencilo, puede estar representado por (etilenglicol)_{2,4}-di(alcanoato C_2-C_{22}), más preferiblemente -di(alcanoato C_4-C_{16}). La relación ponderal del componente polimérico al componente plastificador total está en el intervalo de 1,2 a 4,0, preferiblemente de 1,2 a 2,5. En dichas relaciones ponderales, el plastificador se basa en el nivel total de plastificador, es decir, la suma de la especie benzoato y el segundo plastificador no benzoato.

35 Las composiciones para usar en el método en esta memoria contienen además de 15% a 65% de aditivos, que incluyen rellenos, diluyentes orgánicos que incluyen disolventes y ajustadores reológicos, pigmentos y promotores de la adhesión. El componente de relleno como tal representa generalmente del 7% al 62%, más preferiblemente del 10% al 60% de las composiciones. El relleno sirve para, entre otras cosas, aumentar la densidad del recubrimiento y además mejorar la eficacia de amortiguación. El relleno puede representarse por materiales químicamente inertes. Mientras se ejemplifican rellenos inorgánicos habituales, se hace sin decir que varios otros, por ejemplo, rellenos poliméricos compatibles pueden usarse. La suma de los aditivos que no son relleno se usa preferiblemente en niveles que oscilan de 2% a 15% de la composición. Los aditivos que no son relleno se usan generalmente para sus funcionalidades establecidas de la técnica a niveles convencionales de aplicación. Ejemplos de aditivos que no son relleno son diluyentes orgánicos, que incluyen disolventes, y ajustadores reológicos. Los diluyentes orgánicos pueden estar representados por alcanos C_8-C_{22} , parafinas iso- y normales C_8-C_{22} , alquibencenos que tienen de 3 a 21 átomos de carbono en la cadena alquilo y alfa-olefinas con 4 a 21 átomos de carbono y disolventes nafténicos. Los rellenos adecuados pueden representarse por carbonato de calcio, carbonato de magnesio y óxidos metálicos tales como óxido de zinc, óxido de calcio, sílice y mezclas de los mismos se usan frecuentemente a niveles que oscilan de 10% a 60%. Los promotores de adhesión y los pigmentos pueden usarse normalmente en cantidades de 0,1 a 5%, preferiblemente de 0,3 a 0,5% para cada uno de los aditivos individuales. Los promotores de adhesión preferidos pueden ser poliamidaminas.

50 Los beneficios de la amortiguación acústica del método de esta invención pueden medirse con la barra Oberst como, por ejemplo, se describe en el método de Renault D45 1809/. Este método se usa para estudiar las propiedades de amortiguación de las barras metálicas recubiertas. El recubrimiento consiste en una formulación sellante. Por propósitos de ensayo comparativos, las láminas a las que el sellante se ha aplicado, que tiene un espesor de 2 mm, se calientan a 160°C, se mantienen a esa temperatura durante 45 minutos y se enfrían a temperatura ambiente. Las medidas de ensayo de dichas láminas están en buena correlación con las medidas DMTA.

5 Se sabe que hay una buena correlación entre la barra de Oberst y un ensayo DMTA (Análisis Térmico Mecánico Dinámico). En este último método, la formulación de plastisol condensado o la formulación de resina epoxi curada se estudia sin la barra metálica. El cambio en la movilidad molecular interna se mide realmente. Los resultados se expresan en valores de "tangentes delta" que definen la amortiguación acústica. La amortiguación máxima se da a la temperatura de transición del cristal (Tg).

10 Los sellantes adecuados para el uso en el método reivindicado y los sellantes de la técnica anterior se evaluaron por medio del método DMTA. Los sellantes se condensaron en un molde a 160°C durante 45 minutos para dar así muestras que tienen un espesor de 2 mm (milímetros). El ensayo DMTA se hizo marchar bajo las siguientes condiciones: barridos dinámicos de temperatura entre -100°C y +150°C con una velocidad de calentamiento de 4°C/minuto a una frecuencia constante de 5 Hz (31,4 rad/seg). Los componentes en las composiciones ensayadas fueron, en partes en peso, como sigue.

Ejemplo	1 (c)	2
Poli(cloruro de vinilo) (grado de emulsión)	70	70
Poli(cloruro de vinilo) (grado de extensor)	30	30
Ftalato de diisononilo	50	-
Dibenzoato de dipropilenglicol	-	50
Fluido hidrocarbonado desaromatizado	10	10
Carbonato de calcio	30	30
Óxido de calcio	4	4

(c) = comparativa.

Los datos de ensayo, que miden los valores de tangentes delta, fueron como sigue:

Ejemplo	Tangentes delta a °C				
	0	10	20	30	40
1	0,3	0,33	0,38	0,4	0,3
2	0,3	0,65	0,85	0,8	0,35

15 Los resultados muestran que las tangentes delta, una medida de las propiedades de amortiguación, es inesperadamente y significativamente superior para la ejecución de dibenzoato del método inventivo en comparación al de la técnica.

Los sellantes de plastisol de polialquilmacrilato acústicos que tienen las composiciones enumeradas, en partes en peso, se ensayaron como se describe para el Ejemplo 1.

Ejemplo	3 (no según la invención)	4 (no según la invención) (c)
Polimetilmetacrilato (resina de emulsión) (i)	70	70
Polimetilmetacrilato (gota extensora) (ii)	30	30
Dibenzoato de dipropilenglicol	100	-
Ftalato de diisoheptilo	-	100
Fluido hidrocarbonado desaromatizado	10	10
Carbonato de calcio	30	30
Óxido de calcio	4	4

(i): DEGALAN™ BM 310, Rohm GmbH & Co. Alemania

20 (ii): DEGALAN™ 8744, Rohm GmbH & Co. Alemania

Los resultados del ensayo DMTA fueron como sigue:

ES 2 604 459 T3

Ejemplo	Tangentes delta a °C					
	0	10	20	40	60	80
3 (no según la invención)	0,6	0,95	1,4	0,65	0,2	0
4 (no según la invención)	0,18	0,2	0,22	0,38	1,1	0,25

5 Los resultados muestran que las propiedades de amortiguación del sonido del método de dibenzoato de esta invención fueron significativamente superiores, en particular en intervalos de temperatura de uso automovilístico convencional, en comparación con un plastificador de ftalato. Además, los plastificadores de ftalato convencionales están sujetos a exudación que puede mover los valores máximos de tangentes delta, o amortiguación de sonido efectivo, fuera del intervalo de temperatura de la aplicación contemplada.

Otra serie de ensayos comparativos se hicieron marchar así usando las formulaciones enumeradas (componentes expresados en partes en peso) para ilustrar los beneficios unidos a la tecnología reivindicada. Los datos se generaron como se describe en el Ejemplo 1.

Ejemplo	5 (c)	6 (c)	7	8
Polimetilmetacrilato (resina de emulsión) (i)	35	35	35	35
Polimetilmetacrilato (gota extensora) (ii)	15	15	15	15
Poli(cloruro de vinilo) (grado de emulsión)	35	35	35	35
Poli(cloruro de vinilo) (grado de extensor)	15	15	15	15
Ftalato de diisodécilo	75	-	-	-
Ftalato de isononilbencilo	-	75	-	-
Dibenzoato de dietilenglicol	-	-	75	-
Dibenzoato de dipropilenglicol	-	-	-	75
Fluido hidrocarbonado desaromatizado	10	10	10	10
Carbonato de calcio	30	30	30	30
Óxido de calcio	4	4	4	4

10 Los datos de ensayo, expresados en tangentes delta, fueron como sigue:

Ejemplo	Tangentes delta a °C						
	0	10	20	30	40	50	70
5	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,2
6	0,3	0,3	0,35	0,35	0,4	0,5	0,3
7	0,4	0,7	1,0	0,95	0,6	0,3	0,2
8	0,4	0,7	1,1	1,0	0,7	0,35	0,2

Los resultados confirman las propiedades de amortiguación significativamente superiores del método inventivo en comparación con la tecnología del estado de la técnica. Es particularmente notable que la tecnología inventiva produzca beneficios sobre un amplio intervalo de temperaturas de uso.

15 Los sellantes acústicos basados en resinas epoxi, que tienen las composiciones enumeradas expresadas en partes en peso, se ensayaron por rendimiento, en el método de esta invención, como se describe en el Ejemplo 1.

ES 2 604 459 T3

Ejemplo	9 (no según la invención)	10 (c) (no según la invención)
Resina epoxi líquida de bisfenol A	40	40
Resina epoxi líquida de propilenglicol	60	60
Agente de curado de dicianodiamida	10	10
Acelerador de amina terciaria	5	5
Óxido de calcio	15	15
Carbonato de calcio	200	200
Dibenzoato de dipropilenglicol	30	-
Ftalato de diisononilo	-	30

Los resultados de ensayo DTMA fueron como sigue:

Ejemplo	Tangentes delta a °C					
	-10	0	10	20	30	70
9 (no según la invención)	0,2	0,42	0,55	0,57	0,38	0,26
10 (no según la invención)	0,2	0,26	0,33	0,38	0,38	0,26

Los datos de ensayo confirman la superioridad de amortiguación beneficiosa de la disposición reivindicada, particularmente con respecto a condiciones que prevalecen en climas moderados.

- 5 El uso acústico beneficioso de plastificadores de dibenzoato o plastificadores de dibenzoato/monobenzoato mezclados en el método reivindicado se ilustra adicionalmente con la ayuda de ejecuciones específicas como sigue. Estas composiciones, expresadas en partes en peso, se ensayaron por rendimiento como se describe en el Ejemplo 1.

Ejemplo	11	12	13
Poli(cloruro de vinilo) (grado de emulsión)	70	70	70
Poli(cloruro de vinilo) (grado de extensor)	30	30	30
Dibenzoato de dipropilenglicol	50	50	50
Fluido hidrocarbonado desaromatizado	10	-	-
Benzoato de 2-etilhexilo	-	15	-
Éster de benzoato de isobutirato de 2,2,4-trimetilpentanodiol	-	-	15
Carbonato de calcio	30	30	30
Óxido de calcio	4	4	4

Los datos DMTA fueron como sigue.

Ejemplo	Tangentes delta a °C					
	-10	0	+10	+20	+30	+40
11	0,2	0,3	0,44	0,52	0,54	0,38
12	0,3	0,48	0,72	0,68	0,40	0,36
13	0,2	0,35	0,60	0,68	0,48	0,42

Los datos evidencian los beneficios acústicos asociados al uso del método reivindicado.

Para proporcionar clasificaciones adicionales de las propiedades de amortiguación del sonido beneficiosas de la tecnología inventiva, el Ejemplo 7 del documento JP-A-2000-169756 se evaluó y se comparó con los Ejemplos 1 (c) y 2 descritos en este documento de patente.

5 La composición de acuerdo con la patente japonesa contenía los ingredientes enumerados, expresados en partes en peso, como sigue.

PVC grado de emulsión	70
PVC extensor	30
Carbonato de calcio	150
Óxido de calcio	30
Dibenzoato de dipropilenglicol	150
Fosfato de tricresilo	150
Diluyente (Exxsol D100)	30
Varios (TiO ₂ ; agente espumante; amina; etc.)	24,5
Total	634,5

Los ingredientes en las composiciones comparativas varían, expresados en % en peso, como sigue:

Ingrediente	Japonesa	Ejemplo 1	Ejemplo 2
PVC	15,8	54	54
Plastificador	47,3	27	-
Relleno	32	18,5	18,5
Di-benzoato	23,5	-	27

Los datos de ensayo comparativo, que miden los valores de tangentes delta, fueron como sigue.

Temperatura °C	Japonesa	Ejemplo 1	Ejemplo 2
-50	0,2	0	0
-40	0,8	0	0
-30	1,4	0	0
-20	0,7	0	0
-10	0,2	0	0
0	0	0,3	0,3
10	0	0,33	0,65
20	0	0,38	0,85
30	0	0,4	0,8
40	0	0,3	0,35

Estos datos muestran que la tecnología japonesa no suprime los inconvenientes acústicos a bajas frecuencias, preferiblemente en el intervalo de 20 a 500 Hz, más preferiblemente 150 a 250 Hz, a temperatura ambiente contrario a la tecnología inventiva.

10

REIVINDICACIONES

1. Un método para mejorar las propiedades de amortiguación acústica de las láminas, particularmente adecuado para aplicación automovilística, que comprende las etapas de:

(I) Aplicar a las láminas una composición sellante acústica que consiste esencialmente en:

- 5 (a) De 20% a 80% en peso de poli(cloruro de vinilo) opcionalmente en mezcla con polímeros acrílicos y/o resinas epoxi curadas;
- (b) De 5% a 60% en peso de un plastificador de benzoato; y
- (c) De 15% a 65% en peso de aditivos que incluyen rellenos, diluyentes orgánicos, pigmentos y promotores de la adhesión;
- 10 Por el que el nivel de agua en la composición sellante es menor que 2% en peso y la relación ponderal del componente polimérico al plastificador total es de 1,2 a 4,0;
- (II) Seguido por un tratamiento con calor de la lámina a la que se ha aplicado la composición sellante a una temperatura en el intervalo de 100°C a 220°C durante un periodo de 1 minuto a 2 horas; y
- (III) Enfriar, de una manera conocida per se, las láminas a temperatura ambiente.
- 15 2. El método según la reivindicación 1 en donde el poli(cloruro de vinilo) que está opcionalmente en mezcla con polímeros acrílicos y/o resinas epoxi curadas representa del 30% al 70% en peso y el plastificador de benzoato representa del 40% al 15% en peso.
3. El método según las reivindicaciones 1 y 2 en donde el polímero acrílico se selecciona de homopolímeros o copolímeros de alquilmetacrilatos y alquilacrilatos en donde los radicales alquilo en los metacrilatos y en los acrilatos se representan por cadenas de carbono C₁-C₁₀, preferiblemente C₁-C₄.
- 20 4. El método según la reivindicación 1 en donde el plastificador de benzoato se representa mediante un dibenzoato seleccionado del grupo de (propilenglicol)_x-dibenzoato, (etilenglicol)_x-dibenzoato, en donde x es un número entero de 1 a 4, éster de dibenzoato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol y mezclas de los mismos.
- 25 5. El método según la reivindicación 1 por el que el tratamiento con calor se aplica a una temperatura en el intervalo de 110°C a 190°C durante un periodo de 6 minutos a 90 minutos.
6. El método según las reivindicaciones 1 y 4 en donde el plastificador de benzoato se usa en combinación con hasta 50% en peso, expresado en relación al nivel total de plastificador (100%) de un plastificador de ftalato de bencilo.
- 30 7. El método según las reivindicaciones 1 y 4 en donde el plastificador de benzoato se usa en combinación con hasta 70% en peso, expresado en relación al nivel total de plastificador (100%) de un plastificador convencional distinto de un plastificador de ftalato de bencilo.
8. El método según las reivindicaciones 1 y 4 en donde el plastificador de dibenzoato se usa en combinación de hasta 40% en peso, expresado en relación al nivel total de plastificador (100%) de un éster de monobenzoato de un alcohol C₃-C₂₁ o de un 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol.
- 35 9. El método según las reivindicaciones 1 y 4 en donde el plastificador de benzoato se usa en combinación con hasta 40% en peso, expresado en relación al nivel total de plastificador (100%) de (etilenglicol)_{2,4}-di(alcanoato C₂-C₂₂).
- 40 10. El método según la reivindicación 1 que contiene de 2% a 15% en peso de aditivos distintos de los rellenos, en particular diluyentes orgánicos seleccionados del grupo de alcanos C₈-C₂₂, parafinas C₈-C₂₂ iso- y normales, disolventes nafténicos y alquilbencenos que tienen de 3 a 21 átomos de carbono en la cadena alquilo y alfa-olefinas con 4 a 21 átomos de carbono y de 7% a 62% en peso de un relleno seleccionado del grupo de carbonato de calcio, carbonato de magnesio y óxidos metálicos tales como sílice, óxido de zinc, óxido de calcio y mezclas de los mismos.
- 45 11. El método según las reivindicaciones 1 y 9 en donde el poli(cloruro de vinilo) se mezcla con el polímero acrílico a una mezcla que contiene de 50-80% en peso de poli(cloruro de vinilo), expresado en una base de 100%, y de 50-20% en peso del polímero acrílico.
12. El método según las reivindicación 1 en donde la relación ponderal del poli(cloruro de vinilo) que está opcionalmente en mezcla con polímeros acrílicos y/o resinas epoxi curadas al plastificador total está en el intervalo de 1,2 a 2,5.