(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 678 199**

(51) Int. CI.:

C08K 5/13 (2006.01)
C08L 9/00 (2006.01)
C08L 9/06 (2006.01)
C08L 15/00 (2006.01)
C08J 7/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.02.2014 PCT/US2014/015316**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **14.08.2014 WO14124269**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.02.2014 E 14749496 (7)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.06.2018 EP 2954004**

(54) Título: **Composición de amortiguación de caucho líquido**

(30) Prioridad:

11.02.2013 US 201361763088 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
09.08.2018

(73) Titular/es:

HENKEL AG & CO. KGAA (100.0%)
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE

(72) Inventor/es:

LIANG, JENG-LI;
PUCKETT, MICHAEL S. y
FERGUSON, GREGORY A.

(74) Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

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

Composición de amortiguación de caucho líquido

Antecedentes de la invención

Esta invención se refiere a composiciones basadas en elastómeros naturales y/o sintéticos que contienen dobles enlaces olefínicos que tienen propiedades de amortiguación acústica en estado vulcanizado.

Los fabricantes de vehículos, máquinas y electrodomésticos utilizan paneles de pared muy delgada en la fabricación para reducir el peso y el tamaño de los artículos fabricados. Las piezas mecánicamente móviles o los motores de operación inevitablemente hacen vibrar estos paneles de pared delgada. Las vibraciones se propagan en forma de sonido trasmitido por sólidos a través del vehículo, la máquina o el electrodoméstico, y pueden irradiarse al aire en lugares remotos. Para reducir esa radiación de sonido, estos paneles suelen estar equipados con forros que amortiguan el sonido.

Los fabricantes de vehículos utilizan diversas tecnologías para amortiguar las vibraciones en las estructuras de carrocería de los vehículos con el fin de reducir el ruido en el habitáculo de los vehículos. Una solución convencional es el uso de almohadillas de amortiguación de asfalto, que comprenden mezclas de betún y cargas, instaladas manualmente y unidas térmicamente a la lámina de metal que compone las estructuras de la carrocería del vehículo. Esto es difícil, consume mucho tiempo y requiere mucha mano de obra, y puede introducir suciedad y contaminantes en el taller de pintura de la carrocería del vehículo, lo que produce defectos en el acabado de la pintura; además, las láminas de asfalto son frágiles y tienden a separarse del panel a bajas temperaturas.

Actualmente, los revestimientos de película gruesa preparados a partir de otros sistemas de polímeros están siendo diseñados y utilizados para reemplazar las almohadillas de amortiguación de asfalto fundidas. Aunque estas son mejoras en las almohadillas de amortiguación de asfalto, no están exentas de problemas. Se han desarrollado emulsiones acrílicas, de acetato de polivinilo y de etileno/acetato de vinilo a base de agua, que contienen cargas, y se pueden pulverizar sobre las piezas de chapa con el grosor del forro requerido. Sin embargo, tienen las desventajas de que el agua, con revestimientos suficientemente gruesos, no se puede eliminar con la rapidez suficiente para procesar los volúmenes industriales de manera eficiente, y los revestimientos se pueden agrietar y encoger dando como resultado un rendimiento de amortiguación menos consistente.

Se han usado revestimientos de película gruesa que usan composiciones de plastisol sólido con casi el 100 % de polímeros sólidos en un intento de eliminar el contenido volátil. Sin embargo, los compuestos amortiguadores de sonido de plastisol no se reticulan de manera fiable y se vuelven blandos y pierden rigidez a temperaturas elevadas. Esto hace que el rendimiento de amortiguación del sonido sea más bajo.

Las composiciones basadas en epoxi generalmente consisten en resinas epoxídicas flexibles y resinas epoxídicas rígidas. El coste de las resinas epoxídicas flexibles suele ser alto, y el coste de curado también tiende a ser alto. El curado de un revestimiento epoxi con un reticulador latente requiere un mínimo de 160 °C a la velocidad de la línea de producción de un automóvil.

En un esfuerzo por reducir la complejidad de vehículos, máquinas y electrodomésticos, y por lo tanto disminuir los costes de fabricación, se han intentado composiciones de amortiguación de sonido de polibutadieno líquido de baja viscosidad pulverizables que contienen un agente de vulcanización de azufre que permiten la aplicación robótica en lugares precisos a temperatura ambiente o solo temperatura ligeramente elevada. Sin embargo, todavía existe la necesidad de composiciones que proporcionen una mejor amortiguación del sonido a la vez que eviten los inconvenientes descritos anteriormente.

Sumario de la invención

Esta invención se refiere a composiciones pulverizables de baja viscosidad que tienen propiedades de amortiguación acústica en estado vulcanizado y que están basadas en elastómeros naturales y/o sintéticos que contienen dobles enlaces olefínicos (cauchos). En particular, esta invención es una composición de amortiguación acústica mejorada que comprende un elastómero líquido que tiene dobles enlaces olefínicos, un agente de vulcanización, una carga y un compuesto fenólico estéricamente impedido. En diversas realizaciones, el compuesto fenólico estéricamente impedido estará presente en una cantidad del 5-25 %, y en algunas realizaciones, del 9 % al 18 % en peso de la composición. En otras realizaciones, el compuesto fenólico estéricamente impedido tendrá un punto de fusión dentro del intervalo de 60 °C a 250 °C. En realizaciones adicionales, el compuesto fenólico estéricamente impedido tendrá un peso molecular de 300 g/mol o menos (pero no de 0).

La invención se refiere además a métodos de preparación y uso de composiciones de amortiguación acústica de polibutadieno líquido de baja viscosidad pulverizables que contienen un agente de vulcanización de azufre que permite la aplicación robótica a temperatura ambiente o a temperatura ligeramente elevada, que comprende las

composiciones descritas en el presente documento y artículos de fabricación que tienen un revestimiento de una composición como se describe en la presente memoria, estando dicho revestimiento en un estado vulcanizado.

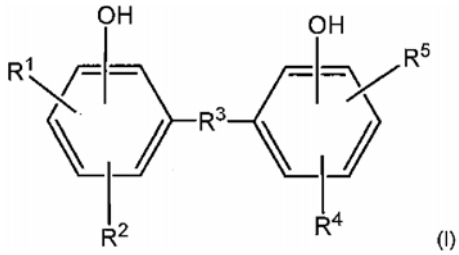
Es un objeto de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica que comprenda (A) al menos un elastómero líquido, (B) un agente de vulcanización y (C) del 9 al 18 % en peso de un fenol estéricamente impedido que tenga un punto de fusión en un intervalo de 60 °C a 250 °C.

Es un objeto de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica en la que el fenol estéricamente impedido tiene un peso molecular de 300 g/mol o menos, pero no de 0.

Es un objeto de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica en la que el al menos un elastómero líquido se selecciona del grupo que consiste en polibutadienos, polibutadienos funcionalizados y copolímeros de estireno butadieno.

Es un objeto de la invención proporcionar una amortiguación acústica en la que el agente de vulcanización se prepara a partir de i) polvo de azufre, ii) acelerador orgánico, y iii) óxido metálico.

Es un objeto de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica en la que el fenol estéricamente impedido tiene una estructura correspondiente a la Fórmula I:



(I)

en la que R^1, R^2, R^4 y R^5, independientemente entre sí, son un grupo alquilo de C_1 a C_{12}, y R^3 es un grupo hidrocarburo o un grupo tio. Es un objeto adicional de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica en la que R^1, R^2, R^4 y R^5 se seleccionan independientemente del grupo que consiste en metilo, etilo, n-butilo, terc-butilo y grupos nonilo y R^3 se selecciona del grupo que consiste en metileno, tio, butilideno y metiletilideno.

Es un objeto adicional de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica en la que al menos uno de R^1, R^2, R^4 y R^5 comprende un grupo alquilo de C_4 a C_{12}, y está situado en posición 2 o 6 en al menos un anillo del compuesto de fenol estéricamente impedido. Es un objeto adicional de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica en la que el grupo alquilo de C_4 a C_{12} está situado en posición 2 o 6 en al menos uno de los anillos del compuesto de bisfenol, es decir, el sustituyente alquilo C_4 a C_{12} es adyacente a un sustituyente OH en un anillo fenólico. Es un objeto más de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica en el que el grupo alquilo de C_4 a C_{12} es un grupo terc-alquilo.

Es un objeto de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica en la que el fenol estéricamente impedido se selecciona del grupo que consiste en 2,2'-metilen-bis-(4-metil-6-terc-butifenol), 4,4'-tiobis (2-terc-butil-5-metilfenol), 4,4'-tiobis-6-(t-butil-m-cresol), 4,4'-butiliden-bis (6-t-butil-m-cresol), 4,4'-(1-metiletiliden) bis [2-(1,1-dimetiletil) fenol, 2,2'-metilenbis (4-metil-6-nonil) fenol, 2,2'-metilen-bis (6-terc-butil-4-metilfenol), 2,2'-tiobis (4-metil-6-terc-butilfenol) y 4,4'-tiobis (2-terc-butil-5-metilfenol).

También es un objeto de la invención proporcionar una composición de amortiguación acústica que comprende

(A) al menos un elastómero líquido,

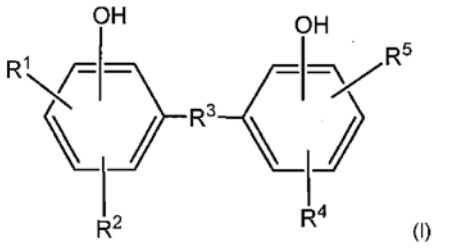
(B) un agente de vulcanización, y

(C) del 5 al 25 % en peso de un bisfenol estéricamente impedido que tiene un punto de fusión en un intervalo de 60 °C a 250 °C, en el que adyacente a al menos un miembro del anillo que tiene un sustituyente OH dicho bisfenol estéricamente impedido comprende un segundo miembro del anillo que tiene un sustituyente terc-alquilo.

Descripción detallada de la invención

Dentro de esta memoria descriptiva y de las reivindicaciones, un fenol estéricamente impedido significa un compuesto fenólico con sustituyentes en el anillo fenólico lo suficientemente grandes como para prevenir o retardar la reacción del grupo hidroxilo, en comparación con un anillo fenólico similar en ausencia de los sustituyentes.

En diversas realizaciones, los compuestos fenólicos estéricamente impedidos serán compuestos de bisfenol y tendrán una estructura correspondiente a la Fórmula I:



(I)

en la que R^1, R^2, R^4 y R^5, independientemente entre sí, son un grupo alquilo de C_1 a C_{12}, y R^3 es un grupo hidrocarburo o un grupo tio. En algunas realizaciones, R^1, R^2, R^4 y R^5 se seleccionan independientemente del grupo que consiste en grupos metilo, etilo, n-butilo, terc-butilo y nonilo. En algunas realizaciones R^3 se selecciona del grupo que consiste en metileno, tio, butilideno y metiletilideno. En algunas realizaciones, al menos uno de R^1, R^2, R^4 y R^5 comprende un grupo alquilo de C_4 a C_{12}, deseablemente un grupo terc-alquilo, y está situado en posición 2 o 6 sobre al menos uno de los anillos del compuesto de bisfenol, es decir, el sustituyente alquilo de C_4 a C_{12} es adyacente a un sustituyente OH en un anillo fenólico.

Los compuestos ejemplares incluyen 2,2'-metilen-bis-(4-metil-6-terc-butifenol), 4,4'-tiobis (2-terc-butil-5-metilfenol), 4,4'-tiobis-6-(terc-butil-m-cresol), 4,4'-butiliden-bis (6-terc-butil-m-cresol), 4,4'-(1-metiletiliden) bis [2-(1,7-dimetiletil) fenol y 2,2'-metilenbis (4-metil-6-nonil) fenol. Otros ejemplos de compuestos incluyen 2,2'-metilen-bis (6-terc-butil-4-metilfenol) con un intervalo de fusión de 127 °C a 129 °C; 2,2'-tiobis (4-metil-6-terc-butil fenol) con un intervalo de fusión de 83 °C a 85 °C; y 4,4'-tiobis (2-terc-butil-5-metilfenol) con un intervalo de fusión de 160 °C a 164 °C.

El rendimiento de amortiguación favorable se obtiene a partir de composiciones de amortiguación acústica que comprenden cauchos sintéticos en estado vulcanizado cuando dichas composiciones se potencian mediante una cantidad de un compuesto fenólico estéricamente impedido que oscila del 9 % al 18 % en peso de la composición total. Esta cantidad puede ser cualquier cantidad o intervalo de cantidades dentro de ese intervalo. En diversas realizaciones, el límite inferior de este intervalo puede ser del 9 % en peso al 15 % en peso, del 10 % en peso al 14 % en peso, del 11 % en peso al 13 % en peso, o del 12 % en peso al 15 % en peso; el límite superior de este intervalo puede ser del 18 % en peso al 12 % en peso, del 17 % en peso al 13 % en peso, o del 16 % en peso al 14 % en peso.

En diversas realizaciones, el intervalo del punto de fusión para los fenoles estéricamente impedidos será cualquier temperatura o intervalo de temperaturas de 60 °C a 250 °C. En diversas realizaciones, el límite inferior de este intervalo puede ser de 60 °C a 240 °C, de 70 °C a 230 °C, de 80 °C a 220 °C, de 90 °C a 210 °C, de 100 °C a 200 °C, 90 °C a 190 °C, 100 °C a 180 °C, 110 °C a 170 °C, 120 °C a 160 °C, 130 °C a 150 °C, o 135 °C a 145 °C; el límite superior de este intervalo puede ser de 250 °C a 70 °C, de 240 °C a 80 °C, de 230 °C a 90 °C, de 220 °C a 100 °C, de 210 °C a 11 °C, de 200 °C a 120 °C, 190 °C a 130 °C, 180 °C a 140 °C, 170 °C a 150 °C, o 165 °C a 160 °C.

Otro componente adecuado que se encuentra que potencia las propiedades de amortiguación para la composición es el aluminosilicato de magnesio hidratado cristalino acicular. En algunas realizaciones, el agente potenciador de la amortiguación incluirá la combinación de un compuesto fenólico impedido y un aluminosilicato de magnesio hidratado cristalino acicular.

Cuando está presente, el agente potenciador de la amortiguación total estará en una cantidad del 3 % en peso al 30 % en peso de la composición total. En otra realización, el agente potenciador de la amortiguación total estará presente en una cantidad del 5 % en peso al 20 % en peso de la composición total.

Los elastómeros adecuados son líquidos y tienen dobles enlaces olefínicos. Los ejemplos incluyen polibutadieno no funcionalizado, en particular los 1,4- y 1,2-polibutadienos; poliisobutilenos; copolímeros de butadieno-estireno; y copolímeros de butadieno-acrilonitrilo. En algunas realizaciones, estos elastómeros se funcionalizan con grupos hidroxilo, carboxilo, anhídrido de ácido carboxílico y/o epoxi. Una funcionalidad preferida es el grupo carboxilo. Se pueden usar combinaciones de elastómeros funcionalizados y no funcionalizados. Una relación en peso preferida de elastómeros no funcionalizados a funcionalizados oscila de 5:1 a 4:1. El peso molecular promedio en peso de estos polímeros líquidos normalmente es de 20.000 o menos; en otra realización, el peso molecular promedio en peso puede ser cualquier peso o intervalo de peso de 900 a 10.000. En una realización adicional, también pueden añadirse a la composición copolímeros de estireno y butadieno que tienen un peso molecular promedio en peso de 60.000 o menos.

La proporción de caucho líquido en toda la composición depende de la reología deseada de la composición no curada y las propiedades de amortiguación mecánica y acústica deseadas de la composición curada. Por lo general,

cuanto mayor sea la cantidad de caucho líquido presente, más viscosa será la composición, pero también mayores serán las propiedades de amortiguación. La proporción de caucho líquido o elastómero normalmente oscila dentro del intervalo del 5 % en peso al 50 % en peso de la composición total, y puede ser cualquier porcentaje en peso o intervalo de porcentajes en peso dentro de ese intervalo. En diversas realizaciones, el límite inferior de este intervalo puede ser cualquier porcentaje en peso del 5 % en peso al 45 % en peso, del 10 % en peso al 40 % en peso, del 15 % en peso al 35 % en peso o del 20 % en peso al 30 % en peso; el límite superior del intervalo puede ser cualquier porcentaje en peso del 50 % en peso al 10 % en peso, del 45 % en peso al 15 % en peso, del 40 % en peso al 20 % en peso o del 35 % en peso al 25 % en peso.

Un agente de vulcanización adecuado es una combinación de i) polvo de azufre, ii) aceleradores orgánicos, y iii) óxido metálico. Los aceleradores orgánicos adecuados incluyen mercaptobenzotiazol, ditiocarbamato, disulfuro de dibenzotiazol, sulfenamida y disulfuro de tiuram. Los óxidos metálicos adecuados son óxido de zinc y óxido de calcio, aunque otros óxidos metálicos también funcionan como aceleradores. El contenido de polvo de azufre estará presente en cualquier cantidad o intervalos de cantidades del 3 % en peso al 15 % en peso. En diversas realizaciones, el límite inferior del contenido de polvo de azufre variará del 3 % en peso al 14 % en peso, del 4 % en peso al 13 % en peso, del 5 % en peso al 12 % en peso, del 6 % en peso al 11 % en peso, del 7 % en peso al 10 % en peso o del 8 % en peso al 9 % en peso; el límite superior del contenido de polvo de azufre variará del 15 % en peso al 4 % en peso, del 14 % en peso al 5 % en peso, del 13 % en peso al 6 % en peso, del 12 % en peso al 7 % en peso, del 11 % en peso al 8 % en peso o del 10 % en peso al 9 % en peso. El agente de vulcanización total estará presente en la composición en cualquier cantidad o intervalos de cantidades del 5 % en peso al 20 % en peso. En diversas realizaciones, el límite inferior del agente de vulcanización total variará del 5 % en peso al 18 % en peso, del 7 % en peso al 18 % en peso, del 9 % en peso al 16 % en peso, del 11 % en peso al 14 % en peso; el límite superior del agente de vulcanización total variará del 20 % en peso al 7 % en peso, del 18 % en peso al 9 % en peso, del 16 % en peso al 11 % en peso, o del 14 % en peso al 13 % en peso.

Las cargas adecuadas se pueden seleccionar entre una pluralidad de materiales, y particularmente entre carbonatos de calcio molidos o precipitados. Otras cargas adecuadas incluyen materiales en escamas, tales como mica, talco y grafito. Si se usa grafito como carga, un tamaño de partícula adecuado es de 30 a 300 micrómetros, o de 40 a 150 micrómetros. Otras cargas adecuadas incluyen microesferas de vidrio huecas, microesferas de plástico expandibles huecas basadas en copolímeros de cloruro de polivinilideno o copolímeros de acrilonitrilo, y grafitos expandibles. Las cargas estarán presentes en la composición en cualquier cantidad o intervalos de cantidades entre el 35 % en peso y el 60 % en peso de la composición total. En diversas realizaciones, el límite inferior de este intervalo será del 35 % en peso al 55 % en peso, o del 40 % en peso al 50 % en peso; el límite superior de este intervalo será del 60 % en peso al 40 % en peso, o del 55 % en peso al 45 % en peso.

En algunas realizaciones, la composición también comprenderá un aceite extendedor. Los aceites extendedores adecuados incluyen aceite de ricino, aceite de colza y aceite de soja. Normalmente, los aceites extendedores estarán en la composición en cualquier cantidad o intervalo de cantidades del 3 % en peso al 20 % en peso de la composición total. En diversas realizaciones, el límite inferior de este intervalo será del 3 % en peso al 18 % en peso, del 7 % en peso al 14 % en peso o del 10 % en peso al 12 % en peso; el límite superior de este intervalo será del 20 % en peso al 5 % en peso, del 18 % en peso al 7 % en peso, o del 15 % en peso al 11 % en peso.

En realizaciones adicionales, la composición también puede incluir uno o más agentes de expansión, espesantes de reología o combinaciones de cualquiera de ellos. Un espesante reológico adecuado es sílice pirógena, aunque se pueden usar otros espesantes reológicos conocidos en la técnica. Un agente de soplado físico adecuado es el que se vende con el nombre comercial EXPANCEL 092-DU-120.

Ejemplos

Para los fines de esta invención, la "amortiguación acústicamente efectiva" o la "amortiguación de vibraciones" se considera una amortiguación acústica trasmitida por sólidos que provoca una disminución en el sonido de tambor que surge de la vibración de las estructuras de chapa metálica.

Las propiedades de amortiguación acústica de las composiciones inventiva y comparativa en los ejemplos se midieron para los factores de pérdida compuesta de acuerdo con el método de prueba SAE J1637 de la Sociedad de Ingeniería Automotriz (MÉTODO OBERST). Los factores de pérdida compuesta muestran la capacidad de reducir el sonido transmitido estructuralmente y representan la cantidad de energía relacionada con la vibración que absorbe un material en particular a una temperatura determinada. Los factores de pérdida se miden cuando las temperaturas de prueba varían de -20 °C a 60 °C; son más bajos a las temperaturas más bajas, aumentan hasta un máximo a una temperatura específica, y luego disminuyen, las mediciones crean un perfil en forma de campana. Los factores de pérdida se basan en una escala lineal de 0 a 1, en el que 0 es un panel de acero no amortiguado y 1 es un panel de acero en teoría perfectamente amortiguado (sin vibración). Cuanto mayor es el factor máximo de pérdida compuesta (del perfil en forma de campana), más eficaz es el material para amortiguar el sonido. En las siguientes tablas, el factor de pérdida compuesta se conoce como factor de pérdida, con el valor máximo registrado.

Los vehículos de prueba eran paneles de acero recubiertos con composiciones curadas de acuerdo con la presente invención o con composiciones comparativas. Las composiciones se mezclaron en un mezclador de velocidad FlackTek hasta que se convirtieron en una pasta homogénea. A menos que se indique lo contrario, todas las composiciones se prepararon a temperatura ambiente. Después de mezclar, las composiciones se retiraron, se revistieron sobre los paneles de acero y se curaron. Los factores de pérdida compuesta se midieron y calcularon en la frecuencia de resonancia del Modo 3 a partir de temperaturas entre -20 °C y 60 °C.

La Tabla 1 registra los componentes y propiedades de muestras comparativas en las que se usa el producto de reacción de 4-metilfenol con diciclopentadieno e isobutileno como agente potenciador. Este producto de reacción tiene un peso molecular de aproximadamente 650 g/mol. Los datos muestran que este compuesto, presente en cantidades del 0,5 % en peso al 25 % en peso, da factores de pérdida de entre 0,101 y 0,130, con los factores de pérdida más bajos, es decir, peor rendimiento, al 9,00 y al 18,00 % en peso de fenol impedido.

TABLA 1 EJEMPLOS COMPARATIVOS	CANTIDAD DE COMPONENTES EN PESO POR CIENTO				
Descripción de componentes	Ej. A	Ej. B	Ej. C	Ej. D	Ej. E
POLÍMEROS ELASTOMÉRICOS					
polibutadieno MW 1000	15,57	18,00	18,00	18,00	18,00
polibutadieno con grupo carbonilo activo MW 1700	3,00	4,00	4,00	4,00	4,00
AGENTE DE VULCANIZACIÓN					
Azufre	5,50	9,90	9,90	9,90	9,90
Ditiocarbamato de dibencilo de zinc	0,75	0,44	0,44	0,44	0,44
2-mercapto benzotiazol de zinc	0,50	1,50	1,50	1,50	1,50
óxido de zinc	0,19	0,20	0,20	0,20	0,20
Óxido de calcio	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
FENOLES IMPEDIDOS					
Producto de reacción de 4-metilfenol con diciclopentadieno e isobutileno	0,50	5,00	9,00	18,00	25,00
CARGAS					
Carbonato de calcio	13,85	20,58	20,58	20,58	13,58
carbonato de calcio recubierto con estearato	20,74	0,00	0,00	0,00	0,00
grafito	15,00	28,00	24,00	15,00	15,00
esferas de vidrio huecas	2,00	1,00	1,00	1,00	1,00
ACEITE EXTENDEDOR					
aceite de soja	18,50	8,88	8,88	8,88	8,88
ADITIVOS					
sílice pirógena	1,70	0,50	0,50	0,50	0,50
agente de expansión					
FACTOR DE PÉRDIDA MÁXIMO	0,105	0,130	0,101	0,104	0,121
TEMPERATURA EN °C AL FACTOR DE PÉRDIDA MÁXIMO	10,3	30,0	30,0	30,0	30,0

La Tabla 2 registra los componentes y propiedades de las muestras en las que el agente potenciador es el fenol impedido 2,2-metilen-bis-(4-metil-6-terc-butilfenol). Los datos muestran que los factores de pérdida más altos, 0,156 y 0,185, se alcanzan cuando la cantidad de fenol impedido está en el 9,9 % en peso y el 18,02 % en peso. Se obtienen factores de pérdida más bajos al 5 % en peso y al 25 % en peso, lo que indica que hay un intervalo óptimo para que el nivel de fenol impedido en una composición obtenga los factores de pérdida más altos para esa composición.

TABLA 2 EJEMPLOS	CANTIDAD DE COMPONENTES EN PESO POR CIENTO			
Descripción de componentes	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4
POLÍMEROS ELASTOMÉRICOS				
polibutadieno MW 1000	18,00	17,79	16,21	18,00
polibutadieno con grupo carbonilo MW 1700	4,00	3,96	3,60	4,00
AGENTE DE VULCANIZACIÓN				
Azufre	9,90	9,90	9,01	9,90
Ditiocarbamato de dibencilo de zinc	0,44	0,44	0,40	0,44
2-mercapto benzotiazol de zinc	1,50	1,49	1,35	1,50
Óxido de zinc	0,20	0,20	0,18	0,20
Óxido de calcio	2,00	1,98	1,80	2,00
FENOLES IMPEDIDOS				
2,2-metilen-bis-(4 metil-6-terc-butilfenol)	5,00	9,90	18,02	25,00
CARGAS				
Carbonato de calcio	20,58	14,85	13,50	13,58

TABLA 2 EJEMPLOS	CANTIDAD DE COMPONENTES EN PESO POR CIENTO			
Descripción de componentes	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4
grafito	28,00	29,70	27,03	15,00
esferas de vidrio huecas	1,00	1,00	0,90	1,00
ACEITE EXTENDEDOR				
aceite de soja	8,88	8,79	8,00	8,88
ADITIVOS				
sílice pirógena	0,50	0,00	0,00	0,50
FACTOR DE PÉRDIDA MÁXIMO	0,125	0,156	0,185	0,121
TEMPERATURA EN °C AL FACTOR DE PÉRDIDA MÁXIMO	25,0	26,0	20,1	30,0

La Tabla 3 registra los componentes y propiedades de las muestras en las que los agentes potenciadores son los fenoles impedidos 4,4'-tiobis (2-terc-butil-5-metilfenol) y 2,2'-tiobis (4-metil-6-terc-butil fenol). Los datos muestran que los factores de pérdida más altos se alcanzan cuando la cantidad de fenol impedido está presente entre aproximadamente el 9 % en peso y aproximadamente el 18 % en peso. Se obtienen factores de pérdida inferiores fuera de este intervalo al 5 % en peso y al 25 % en peso, lo que indica que hay un intervalo óptimo para que el nivel de fenol impedido en una composición obtenga el factor de pérdida más alto para esa composición.

TABLA 3 EJEMPLOS	CANTIDAD DE COMPONENTES EN PESO POR CIENTO							
DESCRIPCIÓN DE COMPONENTES	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 9	Ej. 10	Ej. 11	Ej. 12
POLÍMEROS ELASTOMÉRICOS								
polibutadieno MW 1000	18,00	16,12	16,12	18,00	18,00	16,12	16,12	18,00
polibutadieno con grupo carbonilo MW 1700	4,00	3,59	3,59	4,00	4,00	3,59	3,59	4,00
AGENTE DE VULCANIZACIÓN								
Azufre	9,90	8,97	8,97	9,90	9,90	8,97	8,97	9,90
Ditiocarbamato de dibencilo de zinc	0,44	0,40	0,40	0,44	0,44	0,40	0,40	0,44
2-mercapto benzotiazol de zinc	1,50	1,35	1,35	1,50	1,50	1,35	1,35	1,50
óxido de zinc	0,20	0,18	0,18	0,20	0,20	0,18	0,18	0,20
Óxido de calcio	2,00	1,79	1,79	2,00	2,00	1,79	1,79	2,00
FENOLES IMPEDIDOS								
4,4'-tiobis (2-terc-butil-5-metilfenol)	5,00	9,00	17,94	25,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2,2'-tiobis (4-metil-6-terc-butilfenol)	0,00	0,00	0,00	0,00	5,00	9,00	17,94	25,00
CARGAS								
Carbonato de calcio	20,58	20,94	13,45	13,58	20,58	20,94	13,45	13,58
grafito	28,00	28,40	26,90	15,00	28,00	28,40	26,90	15,00
esferas de vidrio huecas	1,00	0,90	0,90	1,00	1,00	0,90	0,90	1,00
ACEITE EXTENDEDOR								
aceite de soja	8,88	7,96	7,96	8,88	8,88	7,96	7,96	8,88
ADITIVOS								
sílice pirógena	0,50	0,45	0,45	0,50	0,50	0,45	0,45	0,50
FACTOR DE PÉRDIDA MÁXIMO	0,137	0,150	0,258	0,106	0,122	0,135	0,152	0,130
TEMPERATURA EN °C AL FACTOR DE PÉRDIDA MÁXIMO	35,0	40,0	39,9	40,0	25,0	30,0	12,3	15,0

También se descubrió que a medida que aumentaba la temperatura del intervalo de fusión del compuesto fenólico impedido, el factor de pérdida compuesta del compuesto amortiguador del sonido aumentaba inesperadamente. Estos hallazgos se resumen en la Tabla 4.

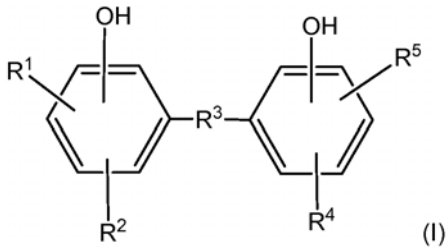
TABLA 4		
FENOL IMPEDIDO	INTERVALO DE FUSIÓN	FACTOR DE PÉRDIDA COMPUESTA
2,2'-tiobis (4-metil-6-terc-butilfenol)	83-85 °C	0,152
2,2'-metilenbis (6-terc-butil-4-metil-fenol)	127-129 °C	0,185
4,4'-tiobis (2-terc-butil-5-metilfenol)	160-164 °C	0,258

REIVINDICACIONES

1. Una composición de amortiguación acústica que comprende

(A) al menos un elastómero líquido,
(B) un agente de vulcanización, y
(C) del 9 al 18 % en peso de un fenol estéricamente impedido que tiene un punto de fusión en un intervalo de 60 °C a 250 °C.

2. La composición de amortiguación acústica de la reivindicación 1 en la que el fenol estéricamente impedido tiene una estructura correspondiente a la Fórmula I:



(I)

en la que R^1, R^2, R^4 y R^5, independientemente entre sí, son un grupo alquilo de C_1 a C_{12}, y R^3 es un grupo hidrocarburo o un grupo tio.

3. La composición de amortiguación acústica de la reivindicación 2 en la que R^1, R^2, R^4 y R^5 se seleccionan independientemente del grupo que consiste en metilo, etilo, n-butilo, terc-butilo y grupos nonilo y R^3 se selecciona entre el grupo que consiste en metileno, tio, butilideno y metiletilideno.

4. La composición de amortiguación acústica de la reivindicación 2, en la que el fenol estéricamente impedido se selecciona del grupo que consiste en 2,2'-metilen-bis-(4-metil-6-terc-butifenol), 4,4'-tiobis (2-terc-butil-5-metilfenol), 4,4'-tiobis-6-(t-butil-m-cresol), 4,4'-butiliden-bis (6-t-butil-m-cresol), 4,4'-(1-metiletilideno) bis [2-(1,1-dimetiletil) fenol, 2,2'-metilenbis (4-metil-6-nonil) fenol, 2,2'-metilen-bis (6-terc-butil-4-metilfenol), 2,2'-tiobis (4-metil-6-terc-butilfenol) y 4,4'-tiobis (2-terc-butil-5-metilfenol).

5. La composición de amortiguación acústica de la reivindicación 1, en la que el fenol estéricamente impedido tiene un peso molecular de 300 g/mol o menos, pero no de 0.

6. La composición de amortiguación acústica de la reivindicación 1, en la que el al menos un elastómero líquido se selecciona del grupo que consiste en polibutadienos, polibutadienos funcionalizados y copolímeros de estireno y butadieno.

7. La composición de amortiguación acústica de la reivindicación 1, en la que el agente de vulcanización se prepara a partir de i) polvo de azufre, ii) acelerador orgánico, y iii) óxido metálico.

8. La composición de amortiguación acústica de la reivindicación 2 en la que al menos uno de R^1, R^2, R^4 y R^5 comprende un grupo alquilo de C_4 a C_{12}, y está situado en posición 2 o 6 en al menos un anillo del compuesto fenólico estéricamente impedido.

9. La composición de amortiguación acústica de la reivindicación 8 en el que el grupo alquilo de C_4 a C_{12} es un grupo terc-alquilo.

10. Una composición de amortiguación acústica que comprende

(A) al menos un elastómero líquido,
(B) un agente de vulcanización, y
(C) del 5 al 25 % en peso de un bisfenol estéricamente impedido que tiene un punto de fusión en un intervalo de 60 °C a 250 °C, en el que adyacente a al menos un miembro del anillo que tiene un sustituyente OH dicho bisfenol estéricamente impedido comprende un segundo miembro del anillo que tiene un sustituyente terc-alquilo.

11. Uso de una composición de amortiguación acústica según la reivindicación 1 para reducir el sonido transmitido estructuralmente que comprende aplicar la composición de amortiguación acústica a un artículo para formar un revestimiento y vulcanizar la composición de amortiguación acústica para formar un revestimiento curado.

12. Un método para reducir el sonido transmitido estructuralmente de un artículo de fabricación que comprende:

pulverizar una composición de amortiguación de sonido de polibutadieno líquido de baja viscosidad que contiene un agente de vulcanización de azufre según la reivindicación 1 en el artículo de fabricación; y vulcanizar la composición para formar así un revestimiento curado.

13. Un artículo de fabricación que comprende un revestimiento de una composición según la reivindicación 1, dicho revestimiento que está en un estado vulcanizado y proporciona factores de pérdida compuesta medidos y calculados en la frecuencia de resonancia de Modo 3 a partir de temperaturas entre -20 °C y 60 °C de al menos 0,135 (según el método de prueba SAE J1637).