

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 683 743**

51 Int. Cl.:

**C09D 4/06** (2006.01)

**C09D 133/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.04.2015 PCT/EP2015/058363**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.11.2015 WO15165753**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.04.2015 E 15717866 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.06.2018 EP 3137558**

54 Título: **Masa insonorizante no acuosa con aglutinante de poliacrilato no en forma de polvo y compuesto que puede polimerizar por radicales**

30 Prioridad:

**29.04.2014 EP 14166361**

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

**27.09.2018**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Carl-Bosch-Strasse 38  
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**WULFF, DIRK;  
LICHT, ULRIKE y  
PREISHUBER-PFLUEGL, PETER**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 683 743 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

Masa insonorizante no acuosa con aglutinante de poliacrilato no en forma de polvo y compuesto que puede polimerizar por radicales

5 La invención se refiere a una masa insonorizante no acuosa, que contiene (a) un aglutinante de poliacrilato no en forma de polvo con un valor de K en el intervalo de 10 a 35, medido como solución al 1 % en tetrahidrofurano; (b) cargas inorgánicas; y un compuesto que puede polimerizar por radicales, que presenta al menos un doble enlace C-C que puede polimerizar por radicales y que posee un punto de ebullición a presión normal de más de 160 °C. La invención se refiere también a un procedimiento para la amortiguación de vibraciones u oscilaciones de componentes de vehículos y máquinas. Los aglutinantes de poliacrilato se pueden usar como material de partida para la producción de masas de revestimiento, por ejemplo para la construcción de automóviles, que son adecuadas para la amortiguación de sonidos y vibraciones.

10 Las piezas oscilantes de vehículos, tales como por ejemplo motor, neumáticos o transmisiones, inducen vibraciones de la carrocería que pueden conducir a desagradables sonidos de zumbidos dentro del habitáculo del vehículo. Por este motivo se aplican sistemas de amortiguación de vibraciones de forma dirigida sobre las superficies afectadas de la carrocería. Las mismas deben amortiguar las vibraciones que se producen en la carrocería. Como sistema de amortiguación se emplean en Europa sobre todo esteras de bitumen, que se tienen que colocar y adherir, en una etapa de trabajo que requiere grandes costes de personal, a mano en la carrocería. Desde hace algunos años se emplean como alternativa masas que se pueden bombear e inyectar, las denominadas masas de LASD (*liquid applied sound damping*, amortiguador de sonido aplicado en líquido), que se pueden aplicar mediante robots de pulverización de forma precisa y rápida. En comparación con las esteras de bitumen, esta tecnología posibilita al fabricante de vehículos un ahorro de peso a causa de una mayor eficiencia de la amortiguación de sistemas que se pueden pulverizar. Además es posible una reducción de costes de personal, logística y almacenamiento y se consigue una reducción de la necesidad de espacio y la contaminación con polvo en la línea de producción.

15 Tales masas de LASD contienen, aparte de cargas que sirven tanto para la reducción de costes como para la mejora de la amortiguación, partes poliméricas. En función de la forma existente, se pueden clasificar las mismas en sistemas de LASD acuosos y no acuosos. La parte polimérica de masas acuosas de LASD se basa sobre todo en dispersiones de poliacrilato. El poliacrilato cumple por un lado la función de un aglutinante y, además, sirve para las propiedades deseadas de amortiguación mediante polimerización, por ejemplo con estireno o acetato de vinilo, o mediante mezcla con otros polímeros, tales como por ejemplo poliuretano, plastisol de PVC, siliconas o polímeros epoxídicos. Por ello se pueden ajustar las propiedades deseadas en cuanto a la técnica de aplicación, tales como por ejemplo comportamiento de amortiguación o absorción de agua. Además, las dispersiones posibilitan una baja viscosidad con altos contenidos de sólidos y un comportamiento de viscosidad intrínseca de las masas de LASD. Por ello se posibilita con elevados índices de cizalla una aplicación por pulverización, en el estado en reposo la masa conserva la estabilidad dimensional sin fluir.

20 La parte polimérica de masas no acuosas de LASD se basa muchas veces en cauchos, resinas epoxídicas, plastisoles de PVC, poliuretanos o polvos de acrilato. Las masas que se basan en esto se hacen fluidas mediante la fusión de los polímeros y se aplican mediante la posterior pulverización sobre el sustrato. Las masas que se pueden aplicar a temperatura ambiente contienen con frecuencia plastificantes o aglutinantes de baja viscosidad para permitir el procesamiento. Estas variantes necesitan una reticulación posterior mediante por ejemplo silanos epoxidados, peróxidos o la reacción hasta dar poliuretanos para obtener una suficiente estabilidad dimensional. Las masas no acuosas de LASD tienen la ventaja de que en los pasos secos del taller de barnizado la mayoría de las veces solidifican de forma más rápida y no generan, como en el caso de las masas acuosas de LASD, vapor de agua, lo que puede conducir a una formación indeseada de fisuras y burbujas. Además, las masas no acuosas de LASD presentan una buena estabilidad frente a humedad y una elevada resistencia a la abrasión. Puede ser desventajosa, por ejemplo en resinas epoxídicas, una gran retracción que puede conducir a una deformación de la chapa del vehículo. Los plastisoles de PVC tienen la desventaja de que contienen cloro, lo que con frecuencia es indeseado.

25 Los sistemas a base de polvos de acrilato o plastisoles de poliacrilato tienen la desventaja de que para esto por norma general se emplean resinas de núcleo-envuelta en combinación con cantidades relativamente elevadas de plastificantes, lo que hace que estos sistemas sean relativamente caros. Además, por norma general, la envuelta necesaria de las partículas de polímero tiene una temperatura relativamente alta de transición vítrea, lo que puede conducir a que la eficacia de amortiguación de la masa de amortiguación esté limitada a mayores temperaturas. Además, los polvos de acrilato por norma general se preparan mediante polimerización en emulsión con posterior secado por pulverización, quedando los emulsionantes usados en la polimerización por emulsión en los polvos del polímero y pudiendo migrar a la superficie después de la aplicación y perjudicar la adherencia de la masa de amortiguación al metal. Además, los plastisoles de acrilato contienen una gran cantidad de plastificantes con respecto a la masa sólida, no contribuyendo los plastificantes al efecto de amortiguación. Esto tiene como consecuencia un efecto relativamente pequeño de amortiguación por unidad de masa.

30 Las masas acuosas de LASD que se basan en dispersiones de acrilato se caracterizan por buenas propiedades de amortiguación. Están descritos sistemas acuosos por ejemplo en el documento EP 1935941. Las composiciones que

amortiguan vibraciones a base de dispersiones poliméricas basadas en agua y cargas inorgánicas así como otros coadyuvantes se conocen por los documentos EP 1520865, WO 2007/034933, WO 01/90264, DE 10 2006 052 282, EP 2420412 y US2012/027941.

5 Una mejora de la eficiencia de la amortiguación proporciona a los fabricantes de automóviles la posibilidad de realizar un ahorro de peso en comparación con esteras de bitumen y masas no acuosas de LASD. Además, las dispersiones a causa de sus buenas propiedades toxicológicas no tienen ninguna importancia relevante para la salud y se pueden procesar sin equipos de protección adicionales. Sin embargo, en las masas aplicadas y secadas resulta desventajosa una elevada absorción de agua, que puede conducir a un cambio de las propiedades y que pone en peligro la estabilidad y la vida útil de las masas de LASD aplicadas y secadas. Esta tendencia a la absorción de agua se desencadena tanto por las fuerzas capilares de la masa porosa como por coadyuvantes hidrófilos, tales como emulsionantes, coadyuvantes de dispersión o estabilizantes. Los sistemas de amortiguación no se emplean únicamente en el habitáculo interior del vehículo, sino también en la zona exterior, tales como cajas pasaruedas, el compartimiento del motor o la caja del aire acondicionado. Estas zonas están expuestas a una elevada humedad. Los sistemas de amortiguación de vibraciones empleados allí necesitan por tanto una elevada resistencia frente a la absorción de agua, por consiguiente, estas zonas hasta ahora no han sido accesibles para masas de LASD basadas en agua.

Si bien es cierto que las masas de bitumen tienen una absorción de agua muy reducida, también tienen un efecto de amortiguación relativamente malo con respecto al peso de aplicación. Se conocen también sistemas inyectables sin agua a base de masas de caucho. Pero estas masas se tienen que vulcanizar con azufre, lo que puede conducir a problemas por olores.

Aparte de la absorción de agua, la formación de burbujas durante el secado para los formuladores de masas de LASD representa un gran desafío. En los canales de secado del taller de barnizado se evapora el agua de la masa. Si existe una barrera para vapor de agua en la masa que se seca, por ello puede darse como resultado una formación de fisuras y burbujas. A este respecto ocurre que se pueden elevar masas de la carrocería y, debido a una falta de contacto con la superficie, no consiguen una amortiguación suficiente de las vibraciones. Además, una formación de burbujas de este tipo resulta ser un defecto grave de fabricación, ya que por ello cambian las dimensiones de las masas de amortiguación de sonidos y, por tanto, no es posible un procedimiento uniforme.

En el documento WO 2013/174611 se describen masas no acuosas de LASD a base de aglutinantes de poliácridatos sin disolvente. A causa de la viscosidad a temperatura ambiente, estas masas aún no son adecuadas de forma óptima para aplicaciones de inyección. Otros documentos relevantes son el documento WO-A-2008/049932 y WO-A-2008/049805. Existía el objetivo de poner a disposición masas insonorizantes que fuesen en la medida de lo posible adecuadas para aplicaciones de inyección, que presentasen las menores viscosidades posibles a temperatura ambiente y que presentasen, al mismo tiempo, una curva de valor de amortiguación lo más ancha posible y los mayores valores de amortiguación posibles (con respecto al peso de aplicación y el contenido de sólidos de las masas de LASD). Además se debían conseguir las mejores propiedades posibles en cuanto a la técnica de la aplicación con respecto a una reducida absorción de agua de masas de LASD aplicadas así como con respecto al problema de la formación de burbujas y fisuras en el canal de secado.

Se encontró que el objetivo se resuelve mediante una masa insonorizante no acuosa que contiene

- (a) al menos un aglutinante de poliácridato no en forma de polvo con un valor de K en el intervalo de 10 a 35, medido como solución al 1 % en tetrahidrofurano a 21 °C; y
- (b) cargas inorgánicas y
- (c) al menos un compuesto que puede polimerizar por radicales, que presenta al menos un doble enlace C-C que puede polimerizar por radicales y que posee un punto de ebullición a presión normal de más de 160 °C, preferentemente más de 180 °C.

Un uso preferente de la masa insonorizante de acuerdo con la invención es el uso para la amortiguación de vibraciones de piezas de carrocería de un vehículo.

La expresión "no acuosa" significa en particular que no se emplean dispersiones acuosas de polímero para la producción de las masas insonorizantes.

La masa insonorizante preferentemente está exenta de disolvente o es pobre en disolvente en el sentido de que se trata de los denominados "sistemas 100 %", en los que el aglutinante polimérico se emplea en sustancia, es decir, no disuelto en un disolvente orgánico volátil de bajo punto de ebullición, o de que están contenidos disolventes orgánicos volátiles de bajo punto de ebullición solo en cantidades reducidas de, por ejemplo, en total como máximo del 5 % en peso o como máximo del 1 % en peso y, de forma particularmente preferente, como máximo del 0,1 % en peso. Los disolventes orgánicos de bajo punto de ebullición son disolventes orgánicos con un punto de ebullición a presión normal (1013 mbar) de menos de 120 °C.

Los aglutinantes de poliácridato son aglutinantes a base de polímeros que están estructurados sobre todo, es decir, en más del 50 % en peso, de ésteres de ácido (met)acrílico. La expresión (met)acrílico es una abreviatura de "acrílico o metacrílico".

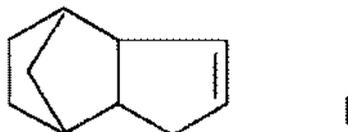
En el caso de los aglutinantes de poliacrilato que se van a emplear de acuerdo con la invención se trata de polímeros con pesos moleculares limitados comparativamente bajos, que son fluidos al menos con un ligero calentamiento y presentan una viscosidad suficientemente reducida para poderse aplicar bien sobre los sustratos que se van a revestir. Una medida de los pesos moleculares es el valor de K (constante de Fikentscher). El valor de K, denominado también viscosidad intrínseca, es un valor sencillo de determinar a través de mediciones de viscosidad de soluciones de polímeros y en condiciones de medición normalizadas depende únicamente de la masa molecular media de la muestra examinada. Los valores de K de los aglutinantes de poliacrilato se encuentran en el intervalo de 10 a 35, preferentemente de 10 a 25, medido como solución al 1 % en tetrahidrofurano a 21 °C.

La temperatura de transición vítrea (T<sub>g</sub>) del aglutinante de poliacrilato asciende preferentemente a de -60 a +80 °C, de forma particularmente preferente de -30 a menor o igual +60 °C. La temperatura de transición vítrea se puede determinar según procedimientos habituales, tales como calorimetría diferencia de barrido (ASTM 3418-08, den. "midpoint temperature", temperatura de punto medio). El tipo y la cantidad de los monómeros son tales que la temperatura de transición vítrea del aglutinante de poliacrilato se encuentra en el intervalo mencionado.

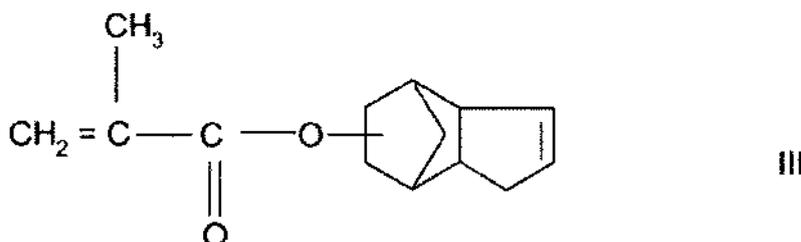
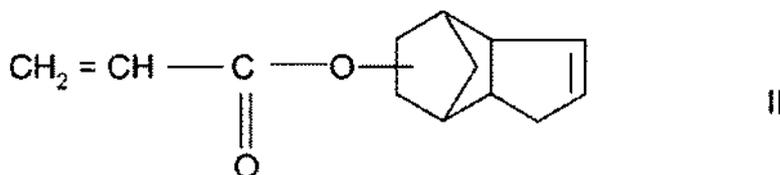
La viscosidad cero del aglutinante de poliacrilato asciende, a 130 °C, preferentemente como máximo a 40 Pa s o como máximo a 20 Pa s o como máximo a 10 Pa s, por ejemplo a de 1 a 40 Pa s o de 1 a 20 Pa s o de 1 a 10 Pa s.

Los aglutinantes de poliacrilato preferentes se pueden obtener mediante la polimerización de monómeros de acrilato que pueden polimerizar por radicales, por lo que se entiende también monómeros de metacrilato, y opcionalmente otros monómeros que se pueden copolimerizar. Los polímeros están formados preferentemente en al menos el 60 % en peso, de forma muy particularmente preferente en al menos el 80 % en peso de (met)acrilatos de alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub> y opcionalmente de otros monómeros. Como monómeros de (met)acrilato se pueden mencionar en particular (met)acrilatos de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, por ejemplo, (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de n-butilo y (met)acrilato de 2-etilhexilo.

Preferentemente, los (met)acrilatos de alquilo comprenden también monómeros que pueden polimerizar por radicales, polietilénicamente insaturados, en particular aquellos monómeros que presentan otros dobles enlaces C-C que pueden reticular (de forma abreviada grupos que pueden reticular), acrílicos o no acrílicos. Los dobles enlaces que pueden reticular son en particular aquellos que se pueden polimerizar por radicales con otros dobles enlaces (es decir, que reticulan mediante polimerización por radicales) o aquellos que forman, mediante escisión de un átomo de hidrógeno, radicales (es decir, que reticulan mediante reacciones de estos radicales). Como grupos que pueden reticular se consideran por ejemplo el grupo alilo o grupos hidrocarburo cíclico con al menos un doble enlace C-C no aromático. En el caso del grupo hidrocarburo cíclico se trata en particular de un grupo dihidrodiciclopentadienilo de fórmula:



Se pueden mencionar por ejemplo (met)acrilato de alilo, di(met)acrilato de butanodiol o monómeros con un grupo (met)acrilato y un grupo dihidrodiciclopentadienilo. El grupo (met)acrilato puede estar unido directa o indirectamente, es decir, a través de un grupo orgánico como separador o espaciador, al grupo dihidrodiciclopentadienilo, se prefiere (met)acrilato de dihidrodiciclopentadienilo de las fórmulas:



Los monómeros que, aparte del primer doble enlace acrílico llevan también otro doble enlace etilénico, preferentemente uno no acrílico, pueden mejorar la unión entre el aglutinante de poliacrilato y el compuesto que puede polimerizar por radicales durante el curado (secado) y, por tanto, la eficiencia de amortiguación de la masa de amortiguación.

- 5 Otros monómeros distintos de los acrilatos a partir de los cuales puede estar estructurado adicionalmente el aglutinante de poliacrilato son, por ejemplo, ésteres de vinilo de ácidos carboxílicos que contienen hasta 20 átomos de C, compuestos aromáticos de vinilo con hasta 20 átomos de C, nitrilos etilénicamente insaturados, halogenuros de vinilo, éteres de vinilo de alcoholes que contienen de 1 a 10 átomos de C, hidrocarburos alifáticos con 2 a 8 átomos de C y 1 o 2 dobles enlaces o mezclas de estos monómeros. Como compuestos aromáticos de vinilo se consideran por ejemplo viniltolueno, alfa- y para-metilestireno, alfa-butilestireno, 4-n-butilestireno, 4-n-decilestireno y preferentemente estireno. Son ejemplos de nitrilos acrilonitrilo y metacrilonitrilo. Los halogenuros de vinilo son compuestos etilénicamente insaturados sustituidos con cloro, flúor o bromo, preferentemente cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno. Como éteres de vinilo se pueden mencionar por ejemplo éter de vinilmetilo o éter de vinilisobutilo. Se prefieren éteres de vinilo de alcoholes que contienen de 1 a 4 átomos de C. Como hidrocarburos con de 2 a 8 átomos de C y dos dobles enlaces olefínicos se pueden mencionar butadieno, isopreno y cloropreno.

- Como otros monómeros se consideran en particular también monómeros de ácidos que pueden polimerizar por radicales, etilénicamente insaturados, por ejemplo, monómeros con grupos ácido carboxílico, ácido sulfónico o ácido fosfónico. Se prefieren grupos ácido carboxílico. Se pueden mencionar por ejemplo ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido maleico o ácido fumárico. Otros monómeros son por ejemplo también (met)acrilamida y monómeros que contienen grupos hidroxilo, en particular (met)acrilatos de hidroxialquilo C1-C10. Además se mencionan mono(met)acrilato de feniloxietilglicol, acrilato de glicidilo, (met)acrilato de glicidilo, (met)acrilatos de amino tales como (met)acrilato de 2-aminoetilo. Los monómeros que llevan aparte del doble enlace también otros grupos funcionales, por ejemplo, isocianato, amino, hidroxilo, amida o glicidilo, pueden mejorar por ejemplo la adherencia sobre sustratos.

- 25 Los otros monómeros están seleccionados preferentemente de monómeros de ácido que pueden polimerizar por radicales, etilénicamente insaturados, ésteres de vinilo de ácidos carboxílicos que contienen hasta 20 átomos de C, compuestos aromáticos de vinilo con hasta 20 átomos de C, nitrilos etilénicamente insaturados, halogenuros de vinilo, éteres de vinilo de alcoholes que contienen de 1 a 10 átomos de C, hidrocarburos alifáticos con de 2 a 8 átomos de C y uno o dos dobles enlaces o mezclas de estos monómeros.

- 30 Los aglutinantes de poliacrilato se pueden preparar mediante copolimerización de los componentes monoméricos mediante el uso de los iniciadores de polimerización habituales así como dado el caso de reguladores, polimerizando a las temperaturas habituales en sustancia, en emulsión, por ejemplo en agua o hidrocarburos líquidos, o en solución. Preferentemente se preparan los aglutinantes de poliacrilato mediante polimerización de los monómeros en disolventes orgánicos, en particular en disolventes orgánicos con un intervalo de ebullición de 50 a 150 °C, preferentemente de 60 a 120 °C mediante el uso de las cantidades habituales de iniciadores de la polimerización que, en general, se encuentran en del 0,01 al 10, en particular del 0,1 al 4 % en peso con respecto al peso total de los monómeros.

- Los copolímeros se pueden preparar a temperaturas de 20 a 150 °C, preferentemente a temperaturas en el intervalo de 70 a 120 °C y presiones de 0,1 a 100 bar (absoluto), preferentemente de 0,3 a 10 bar, en presencia del 0,01 al 10 % en peso de peróxidos o iniciadores azoicos como iniciadores de la polimerización, con respecto a los monómeros y en presencia de 0 al 200 % en peso de disolventes indiferentes, preferentemente del 5 al 25 % en peso, con respecto a los monómeros, es decir, mediante polimerización en solución o sustancia. Preferentemente se realiza la reacción con vacío creciente, por ejemplo, mediante reducción de la presión de presión normal (1 bar) a 500 mbar (absoluto). Los disolventes son por ejemplo hidrocarburos, tales como tolueno u o-xileno, alcoholes tales como metanol, etanol, propanol, butanol, isobutanol, cetonas tales como acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona, éster de etilo de ácido acético, nitrilos tales como acetonitrilo y benzonitrilo o mezclas de los disolventes mencionados.

- 50 Como iniciadores de la polimerización se consideran por ejemplo compuestos azoicos, peróxidos de cetona y peróxidos de alquilo, por ejemplo peróxidos de acilo tales como peróxido de benzoilo, peróxido de dilaurilo, peróxido de didecanoilo, peróxido de isononanoilo, ésteres de alquilo tales como *terc*-perpivalato de *terc*-butilo, per-2-etilhexanoato de *terc*-butilo, per-maleinato de *terc*-butilo, per-isononanoato de *terc*-butilo, per-benzoato de *terc*-butilo, per-2-etilhexanoato de *terc*-amilo, peróxidos de dialquilo tales como peróxido de dicumilo, peróxido de *terc*-butilcumilo, peróxido de di-*terc*-butilo y peroxodicarbonatos. Además, como iniciadores se pueden usar iniciadores azoicos tales como por ejemplo 2,2'-azobisisobutironitrilo, 2,2'-azobis(metilisobutirato) o 2,2'-azobis(2,4-dimetilvaleronitrilo).

- 60 Para la realización de la polimerización se pueden añadir a la mezcla de reacción también compuestos que reducen el grado de polimerización, los denominados reguladores de la polimerización, por ejemplo en cantidades de 0,1 a 0,8 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso de los monómeros que se van a polimerizar. Son adecuados por ejemplo compuestos con un grupo tiol, por ejemplo, mercaptanos tales como mercaptoetanol, *terc*-butil mercaptano, ácido mercaptosuccínico, éster de etilhexilo de ácido tioglicólico, 3-mercaptopropiltrimetoxisilano o

dodecilmercaptano. En una forma de realización no se emplea ningún regulador del peso molecular.

El aglutinante de poliacrilato está preparado preferentemente

(a1) en al menos el 80 % en peso a partir de (met)acrilatos de alquilo C1 a C10 y

(a2) en del 0,5 al 20 % en peso de monómeros con grupos polares, estando seleccionados los grupos polares de grupos ácido carboxílico, grupos amida de ácido carboxílico, grupos pirrolidona, grupos uretano, grupos urea, grupos anhídrido, grupos sulfato, grupos sulfonato, grupos fosfato y grupos fosfonato.

Un aglutinante de poliacrilato particularmente preferente está preparado a partir de (met)acrilato de metilo (preferentemente metacrilato de metilo), al menos un acrilato de alquilo C2 a C4 (preferentemente acrilato de n-butilo), ácido (met)acrílico (preferentemente ácido acrílico) y éster (met)acrílico con un doble enlace no acrílico adicional (preferentemente acrilato de dihidrociclopentadienilo), por ejemplo

(i) de 0 al 99 % en peso, preferentemente del 10 al 50 % en peso de (met)acrilato de metilo (preferentemente metacrilato de metilo),

(ii) de 0 al 99 % en peso, preferentemente del 30 al 75 % en peso de al menos un acrilato de alquilo C2 a C10 (preferentemente acrilato de n-butilo) y

(iii) del 0,5 al 15 % en peso, preferentemente del 1 al 10 % en peso de ácido (met)acrílico (preferentemente ácido acrílico)

(iv) de 0 al 25 % en peso, preferentemente del 0,1 al 10% en peso de un acrilato de alquilo polietilénicamente insaturado (preferentemente metacrilato de alilo o acrilato de dihidrociclopentadienilo) y

(v) de 0 al 30 % en peso de estireno.

A diferencia de los plastisoles de acrilato conocidos no es necesario que los aglutinantes de acrilato sean partículas de polímero con una morfología de núcleo-envuelta, por tanto, preferentemente no presentan una morfología de núcleo-envuelta.

La masa insonorizante de acuerdo con la invención contiene al menos un compuesto que puede polimerizar por radicales (c), que presenta al menos un doble enlace C-C que puede polimerizar por radicales y que posee un punto de ebullición a presión normal de más de 160 °C, preferentemente de más de 180 °C. A este respecto, el compuesto (c) actúa en el sentido de un denominado diluyente reactivo. Un diluyente reactivo es un agente diluyente reactivo o un disolvente reactivo, que durante la formación de película o el secado mediante reacción química puede convertirse en parte del revestimiento. Se puede tratar de monómeros o de oligómeros con en cada caso una, dos, tres o más funcionalidades (dobles enlaces C-C), por ejemplo, mono-, di- o tri(met)acrilatos, siendo los oligómeros compuestos que están estructurados preferentemente a partir de 2 a 10 unidades monoméricas.

En una forma de realización, los compuestos (c) presentan en del 50 al 100 % en peso exactamente un doble enlace C-C que puede polimerizar por radicales y en de 0 al 50 % en peso presentan dos o más dobles enlaces C-C que pueden polimerizar por radicales.

Los compuestos (c) adecuados están seleccionados por ejemplo de monómeros de (met)acrilato, monómeros de éter de vinilo, oligómeros de (met)acrilato, oligómeros de éter de vinilo, diacrilatos de mono-, di- o polialquilenglicol con preferentemente 1 a 6, en particular 2 o 3 átomos de C en el grupo alquileo, acrilatos de uretano o sus mezclas.

Los compuestos que pueden polimerizar por radicales (c) presentan en el estado polimerizado preferentemente una temperatura de transición vítrea en el intervalo de -30 a +60 °C.

Para respaldar o inducir la polimerización de los compuestos que pueda polimerizar (c) después de la aplicación de la masa insonorizante, la masa insonorizante contiene preferentemente además al menos un iniciador que se puede activar térmicamente. El iniciador inicia con aumento de la temperatura una reacción de polimerización por radicales.

Son iniciadores térmicos adecuados los mismos que se usan en la polimerización por radicales, tales como por ejemplo compuestos azoicos, peróxidos de cetona y peróxidos de alquilo, por ejemplo, peróxidos de acilo tales como peróxido de benzoilo, peróxido de dilauroilo, peróxido de didecanoilo, peróxido de isononanoilo, ésteres de alquilo tales como *terc*-perpivalato de *terc*-butilo, per-2-etilhexanoato de *terc*-butilo, per-maleinato de *terc*-butilo, per-isononanoato de *terc*-butilo, per-benzoato de *terc*-butilo, per-2-etilhexanoato de *terc*-amilo, peróxidos de dialquilo tales como peróxido de dicumilo, peróxido de *terc*-butilcumilo, 1,1-di(*terc*-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, peróxido de di-*terc*-butilo y peroxodicarbonatos. Además, como iniciadores se pueden usar iniciadores azoicos tales como por ejemplo 2,2'-azobisisobutironitrilo, 2,2'-azobis(metilisobutirato) o 2,2'-azobis(2,4-di-metilvaleronitrilo).

Son iniciadores preferentes aquellos que presentan una semivida de mayor o igual a una hora a 100 °C. Son muy particularmente preferentes los iniciadores que se facilitan sobre un soporte inorgánico, por ejemplo, 1,1-di(*terc*-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, polvo, 40 % sobre carbonato de calcio y sílice.

Las cantidades preferentes de iniciador térmico son del 0,01 al 10 % en peso con respecto a la masa insonorizante, de forma particularmente preferente del 0,1 al 5 % en peso.

5 La masa insonorizante puede contener para la optimización de las propiedades reológicas y de la técnica de aplicación al menos un coadyuvante de formación de película orgánico líquido a temperatura ambiente (20 °C), inerte, no reactivo con un punto de ebullición de más de 160 °C. Los coadyuvantes de formación de película adecuados son, por ejemplo, etilenglicol, polietilenglicoles, alquiléteres de etilenglicol (por ejemplo tipos Cellosolve®), alquiléteres de dietilenglicol (por ejemplo tipos Carbitol®), acetato de carbitol, acetato de butil-carbitol, hidrocarburos o sus mezclas; ésteres de polipropilenglicol, éteres de polipropilenglicol; plastificantes tales como ésteres del ácido ciclohexanodicarboxílico y éster de ácido ftálico. Los coadyuvantes de formación de película preferentes con un alto punto de ebullición presentan a temperatura ambiente (20 °C) una viscosidad reducida, preferentemente menor de 50 mPa s. Son coadyuvantes de formación de película preferentes polietilenglicol, éster de oligopropilenglicol o éter de oligopropilenglicol con un punto de ebullición de más de 160 °C, refiriéndose "oligo" a de 2 a 10 unidades monoméricas.

15 Los coadyuvantes de formación de película con un punto de ebullición a presión normal de más de 160 °C están contenidos preferentemente en una cantidad de menos del 20 % en peso, por ejemplo de 0 a menos del 20 % en peso o de 1 a menos del 10 %, preferentemente como máximo en el 5 % en peso o como máximo en el 1 % en peso y, de forma particularmente preferente, como máximo en el 0,1 % en peso.

Los disolventes con un punto de ebullición a presión normal de menos de 120 °C están contenidos preferentemente en una cantidad de menos del 10 % en peso o menos del 5 % en peso, por ejemplo de 0 a menos del 10 % en peso o de 0 a menos del 5 % en peso o de 1 a menos del 10 % en peso o de 1 a menos del 5 % en peso.

20 Son disolventes adecuados con un punto de ebullición de menos de 120 °C por ejemplo acetona, metil etil cetona, alcoholes inferiores con preferentemente 1 a 4 átomos de C, tales como metanol, etanol, n-propanol e isopropanol.

La masa insonorizante de acuerdo con la invención preferentemente está exenta de disolvente, es decir, no contiene o, en todo caso, contiene menos del 1 % en peso o menos del 0,1 % en peso de disolventes orgánicos con un punto de ebullición menor de 120 °C.

La masa insonorizante de acuerdo con la invención contiene preferentemente

- 25 (a) del 5 al 35 % en peso, preferentemente del 10 al 20 % en peso del aglutinante de poliacrilato,  
 (b) del 40 al 90 % en peso, preferentemente del 60 al 80 % en peso de cargas inorgánicas y  
 (c) del 1 al 35 % en peso del compuesto que puede polimerizar por radicales,  
 (d) del 0,01 al 10 % en peso de iniciador,  
 30 (e) de 0 al 20 % en peso de coadyuvante de formación de película con un punto de ebullición de más de 160 °C y  
 (f) de 0 al 50 % en peso, preferentemente del 0,1 al 20 % en peso de coadyuvantes.

En caso de que se usen coadyuvantes de formación de película, entonces se emplean preferentemente de 0,3 a 60 partes en peso o de 3 a 25 partes en peso de coadyuvantes de formación de película con respecto a 100 partes en peso de aglutinante de poliacrilato.

35 Las cargas inorgánicas adecuados son, por ejemplo, carbonato de calcio, caolín, mica, sílice, creta, microdolomita, polvo de cuarzo, talco, arcilla, sulfato de bario, óxido de aluminio, óxido de hierro, dióxido de titanio, polvo de vidrio, escamas de vidrio, carbonato de magnesio, hidróxido de aluminio, bentonita, ceniza volante, tierra de diatomeas, perlita y minerales del grupo de las micas. Preferentemente se emplean cargas en forma de escamas, tales como por ejemplo mica, en solitario o en combinación con pigmentos inorgánicos habituales tales como carbonato de calcio, caolín, sílice o talco. Son cargas preferentes caolín, creta, sulfato de bario, negro de humo, grafito, talco,  
 40 minerales de arcilla, microdolomita, polvo de cuarzo y minerales del grupo de las micas.

Preferentemente se emplean de 50 a 700 o de 100 a 600 partes en peso de carga inorgánica con respecto a 100 partes en peso de aglutinante de poliacrilato, empleándose preferentemente de 30 a 150 o de 40 a 120 partes en peso de cargas en forma de escamas con respecto a 100 partes en peso de aglutinante de poliacrilato.

45 Los coadyuvantes que se emplean preferentemente en al menos el 0,1 % en peso, por ejemplo del 0,2 al 5 % en peso son, por ejemplo, reticulantes, agentes espesantes, aditivos de reología, resinas, plastificantes, pigmentos orgánicos e inorgánicos, estabilizantes, humectantes, conservantes, inhibidores de espuma, perlas de vidrio o plástico, cuerpos huecos de vidrio o plástico, anticongelantes, dispersantes, antioxidantes, absorbedores UV, antiestáticos y dispersantes de pigmentos. De los coadyuvantes se pueden emplear uno, dos o varios en combinación. Los agentes espesantes son, por ejemplo, poli(alcoholes vinílicos), derivados de celulosa o poli(ácidos acrílicos) en cantidades de, por ejemplo, de 0,01 a 4 o de 0,05 a 1,5 o de 0,1 a 1 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de sólido. Los dispersantes son, por ejemplo, hexametáfosfato de sodio, tripolfosfatos de sodio o poli(ácidos carboxílicos). Los anticongelantes son, por ejemplo, etilenglicol o propilenglicol. Los inhibidores de espuma son por ejemplo siliconas. Los estabilizantes son por ejemplo compuestos de metal polivalentes tales como óxido de zinc, cloruro de zinc o sulfato de zinc.

55 Preferentemente se emplean los coadyuvantes en al menos el 0,1 % en peso y están seleccionados de reticulantes, agentes espesantes, aditivos de reología, resinas, plastificantes, antiespumantes, conservantes, anticongelantes y dispersantes de pigmentos.

- La calidad de una masa insonorizante se puede medir mediante la medición de las vibraciones de flexión en el procedimiento de curva de resonancia de acuerdo con las normas ISO 6721-1 e ISO 6721-3. Una medida del efecto de amortiguación de vibraciones es el factor de pérdida tan delta. El máximo del factor de pérdida tan delta se encuentra en las masas insonorizantes de acuerdo con la invención preferentemente en el intervalo de -20 a +70 °C.
- 5 En el caso del uso de dos o más aglutinantes distintos existen por norma general dos o más máximos del factor de pérdida a al menos dos temperaturas distintas. En este caso, preferentemente todos los máximos del factor de pérdida se encuentran en el intervalo de -20 a +70 °C. En el caso del uso de reticulantes, los valores se refieren a la masa insonorizante reticulada.
- También es objeto de la invención un procedimiento para la amortiguación de vibraciones u oscilaciones de componentes de vehículos o máquinas, en el que
- 10 (1) se pone a disposición una masa insonorizante que se ha descrito con más detalle anteriormente y  
(2) se aplica la masa insonorizante sobre un componente de un vehículo o una máquina y opcionalmente se seca y/o se reticula.
- La aplicación se puede realizar de forma habitual, por ejemplo mediante extensión, rodillos o pulverización. La cantidad aplicada preferentemente es de 1 a 7 kg/m<sup>2</sup> o de 2 a 6 kg/m<sup>2</sup> después del secado. El secado se puede realizar a temperatura ambiente o preferentemente mediante la aplicación de calor. Las temperaturas de secado son preferentemente de 80 a 210 °C o de 90 a 180 °C o de 120 a 170 °C.
- 15 La masa insonorizante se puede aplicar por ejemplo en vehículos de todo tipo, en particular vehículos de motor para carretera, automóviles, vehículos sobre carriles, pero también en barcos, aeronaves, máquinas eléctricas, máquinas de construcción y edificios.
- 20 También es objeto de la invención un sustrato revestido al menos en parte con una masa insonorizante que se ha descrito anteriormente.
- Las masas insonorizantes de acuerdo con la invención tienen buenas propiedades en cuanto a la técnica de aplicación en relación con una buena capacidad de aplicación, inclusive aplicaciones por pulverización y buenas propiedades de amortiguación de vibraciones y se caracterizan por una reducida capacidad de absorción de agua y una evitación de la formación de burbujas.
- 25

### Ejemplos

Sustancias de partida:

Laromer® LR 8887	diluyente reactivo monofuncional que contiene acrilato de trimetilolpropanoformal
Laromer® LR 8907	diluyente reactivo, poliesteracrilato que contiene diacrilato de dipropilenglicol
Genomer® 1122	diluyente reactivo que contiene acrilato de uretano monofuncional
Trigonox® 17-40b-pd	4,4-di( <i>terc</i> -butilperoxi)valerato de butilo
Trigonox® 29-40B-pd	1,1-di( <i>terc</i> -butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano

- 30 Descripción de los grupos de mezcla:

Mezcladora rápida:

Se emplea una mezcladora de velocidad DAC 400FVZ de la empresa Hausschild. Esta es una mezcladora rotatoria, por lo que se entremezclan las muestras sin la inclusión de aire. La velocidad de rotación se puede ajustar en un intervalo de 800 a 2750 1/min.

- 35 Agitador disolvedor:

El aparato se compone de un mecanismo de agitación, un árbol accionado con el mismo así como un disco disolvedor como herramienta de agitación. En esta forma de entremezclado se incorpora aire en la muestra. La velocidad de agitación se puede ajustar en el intervalo de 0-1000 1/min. El disco disolvedor es un disco dotado de dientes en su perímetro y se conoce por el experto en la materia para la dispersión por ejemplo de resinas en agua en la industria de las pinturas y barnices.

40

Valor de K:

El valor de K se mide en una solución al 1 % en peso en THF a 21 °C. A este respecto se realiza la medición de la viscosidad mediante un viscosímetro capilar. El valor de K se calcula de acuerdo con la ecuación de Fikentscher a partir de la viscosidad relativa  $\eta_r$ :

- 45  $\eta_r$  = viscosidad relativa (viscosidad dinámica de la solución/viscosidad dinámica del disolvente) y c = concentración de masa de polímero en la solución en g/cm<sup>3</sup>.

$$K = 1000 \cdot k = 1000 \cdot \frac{1,5 \lg \eta_r - 1 \pm \sqrt{1 + \left(\frac{2}{c} + 2 + 1,5 \lg \eta_r\right) \cdot 1,5 \lg \eta_r}}{150 + 300c}$$

Se encuentran instrucciones de realización en la norma DIN EN ISO 1628-1: 2012-10.

#### Ejemplo 1: resina de bajo peso molecular polimerizada en o-xileno

- 5 En un aparato de polimerización compuesto por reactor de vidrio, refrigerador de reflujo, agitador y entrada de nitrógeno se disponen en una ligera corriente de nitrógeno 484,1 g de o-xileno y se calientan a 140 °C. Se añaden a 120 °C 40 g de una mezcla de monómeros compuesta por 456 g de acrilato de n-butilo, 160 g de metacrilato de metilo, 64 g de ácido acrílico y 120 g de acrilato de dihidrodiciclopentadienilo. A 137 °C se añaden 4,5 g de una solución iniciadora de 10,7 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) y 80 g de o-xileno y se polimeriza durante 3 min. Después se suministran los restantes 760 g de mezcla de monómeros y 86 g de solución iniciadora en 3 h. 15 min después del final de la alimentación se añade una solución de 2,56 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) en 40 g de o-xileno en 30 min. Después se aplica vacío y se retira mediante destilación el disolvente a como máximo 140 °C y <50 mbar. A continuación se desgasifica aún con lenta agitación durante 1 h a 140 °C y el mejor vacío.
- 10 Valor de K; 1 % en THF: 16,7
- 15 Viscosidad cero a 60 °C: 1670 Pa\*s

#### Ejemplo 2: resina de peso molecular medio polimerizada en metiletilcetona (MEK)

- 20 En un aparato de polimerización compuesto por reactor de vidrio, refrigerador de reflujo, agitador y entrada de nitrógeno se disponen en una ligera corriente de nitrógeno 1104 g de MEK y se calientan a 80 °C. Se añaden 25 g de una mezcla de monómeros compuesta por 300 g de acrilato de n-butilo, 160 g de metacrilato de metilo, 25 g de ácido acrílico y 15 g de acrilato de dihidrodiciclopentadienilo. Después de alcanzar de nuevo 80 °C se añaden 2,8 g de una solución iniciadora de 6,7 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) y 50 g de MEK y se polimeriza durante 3 min. Después se suministran los restantes 475 g de mezcla de monómeros y 53,8 g de solución iniciadora en 3 h. A continuación se aumenta la temperatura a 90 °C y se añade una solución de 6 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) en 25 g de MEK en 30 min. Después se aplica vacío y se retira mediante destilación el disolvente a como máximo 135 °C y <50 mbar. A continuación se desgasifica aún con lenta agitación durante 1 h a 135 °C y el mejor vacío.
- 25 Valor de K; 1 % en THF: 27,5
- Viscosidad cero a 90 °C: 822 Pa\*s

#### Ejemplo 3: resina de bajo peso molecular polimerizada en o-xileno

- 30 En un aparato de polimerización compuesto por reactor de vidrio, refrigerador de reflujo, agitador y entrada de nitrógeno se disponen en una ligera corriente de nitrógeno 860 g de o-xileno y se calientan a 140 °C. Se añaden a 120 °C 50 g de una mezcla de monómeros compuesta por 600 g de acrilato de n-butilo, 330 g de metacrilato de metilo, 50 g de ácido acrílico y 20 g de acrilato de dihidrodiciclopentadienilo. A 137 °C se añaden 5,7 g de una solución iniciadora de 13,3 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) y 100 g de o-xileno y se polimeriza durante 3 min. Después se suministran los restantes 950 g de mezcla de monómeros y 107,7 g de solución iniciadora en 3 h. 15 min después del final de la alimentación se añade una solución de 3,2 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) en 50 g de o-xileno en 30 min. Después se aplica vacío y se retira mediante destilación el disolvente a como máximo 140 °C y <50 mbar. A continuación se desgasifica aún con lenta agitación durante 1 h a 140 °C y el mejor vacío.
- 35 Valor de K; 1 % en THF: 16,8
- 40 Viscosidad cero a 60 °C: 449 Pa\*s
- Viscosidad cero a 90 °C: 39 Pa\*s

#### Ejemplo 4: resina de bajo peso molecular polimerizada en o-xileno

- 45 En un aparato de polimerización compuesto por reactor de vidrio, refrigerador de reflujo, agitador y entrada de nitrógeno se disponen en una ligera corriente de nitrógeno 602 g de o-xileno y se calientan a 140 °C. Se añaden a 120 °C 35 g de una mezcla de monómeros compuesta por 399 g de acrilato de n-butilo, 119 g de metacrilato de metilo, 105 g de estireno, 56 g de ácido acrílico y 21 g de acrilato de dihidrodiciclopentadienilo. A 137 °C se añaden 3,97 g de una solución iniciadora de 9,33 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) y 70 g de o-xileno y se polimeriza durante 3 min. Después se suministran los restantes 665 g de mezcla de monómeros y 75 g de solución iniciadora en 3 h. 15 min después del final de la alimentación se añade una solución de 2,24 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) en 35 g de o-xileno en 30 min. Después se aplica vacío y se retira mediante destilación el disolvente a como máximo 140 °C y <50 mbar. A continuación se desgasifica aún con lenta agitación durante 1 h a 140 °C y el mejor vacío.
- 50 Valor de K; 1 % en THF: 19,7
- 55 Viscosidad cero a 90 °C: 261 Pa\*s

**Ejemplo 5: resina de bajo peso molecular polimerizada en o-xileno**

En un aparato de polimerización compuesto por reactor de vidrio, refrigerador de reflujo, agitador y entrada de nitrógeno se disponen en una ligera corriente de nitrógeno 860 g de o-xileno y se calientan a 140 °C. Se añaden a 120 °C 50 g de una mezcla de monómeros compuesta por 600 g de acrilato de n-butilo, 350 g de metacrilato de metilo y 50 g de ácido acrílico. A 137 °C se añaden 5,7 g de una solución iniciadora de 13,3 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) y 100 g de o-xileno y se polimeriza durante 3 min. Después se suministran los restantes 950 g de mezcla de monómeros y 107,7 g de solución iniciadora en 3 h. 15 min después del final de la alimentación se añade una solución de 3,2 g de perpivalato de *terc*-butilo (al 75 % en aceite mineral) en 50 g de o-xileno en 30 min. Después se aplica vacío y se retira mediante destilación el disolvente a como máximo 140 °C y <50 mbar. A continuación se desgasifica aún con lenta agitación durante 1 h a 140 °C y el mejor vacío.

Valor de K; 1 % en THF: 16,2

Viscosidad cero a 60 °C: 415 Pa\*s

Viscosidad cero a 90 °C: 32 Pa\*s

**Ejemplo 6: preparación de una mezcla de resina de bajo peso molecular del ejemplo 1 y diluyentes reactivos (Laromer® LR 8887 y Laromer® LR 8907)**

La resina del ejemplo 1 se mezcla a 80 °C con el Laromer® LR 8887 y LR 8907 en relación 50:40:10 (resina: LR8887:LR8907) en el agitador disolvedor. A continuación se homogeneiza la mezcla en la mezcladora rápida durante 1 min a 2750 rpm.

Viscosidad cero a 23 °C: 19 Pa\*s

**Ejemplo 7: preparación de una mezcla de resina de bajo peso molecular del ejemplo 2 y diluyente reactivo (Laromer® LR 8887)**

La resina del ejemplo 2 se mezcla a 80 °C con Laromer® LR 8887 en relación 50:50 (resina:LR8887) en el agitador disolvedor. A continuación se homogeneiza la mezcla en la mezcladora rápida durante 1 min a 2750 rpm.

Viscosidad cero a 23 °C: 65 Pa\*s

**Ejemplo 8: preparación de una mezcla de resina de bajo peso molecular del ejemplo 3 y diluyente reactivo (Laromer® LR 8887)**

La resina del ejemplo 3 se mezcla a 80 °C con Laromer® LR 8887 en relación 50:50 (resina:LR8887) en el agitador disolvedor. A continuación se homogeneiza la mezcla en la mezcladora rápida durante 1 min a 2750 rpm.

Viscosidad cero a 23 °C: 6 Pa\*s

**Ejemplo 9: preparación de una mezcla de resina de bajo peso molecular del ejemplo 3 y diluyente reactivo (Genomer® 1122)**

La resina del ejemplo 3 se mezcla a 80 °C con Genomer® 1122 en relación 50:50 (resina:1122) en el agitador disolvedor. A continuación se homogeneiza la mezcla en la mezcladora rápida durante 1 min a 2750 rpm.

Viscosidad cero a 23 °C: 8 Pa\*s

**Ejemplo 10: preparación de una mezcla de resina de bajo peso molecular del ejemplo 4 y diluyente reactivo (Laromer® LR 8887)**

La resina del ejemplo 43 se mezcla a 80 °C con Laromer® LR 8887 en relación 50:50 (resina:LR8887) en el agitador disolvedor. A continuación se homogeneiza la mezcla en la mezcladora rápida durante 1 min a 2750 rpm.

Viscosidad cero a 23 °C: 11 Pa\*s

**Ejemplo 11: preparación de una mezcla de resina de bajo peso molecular del ejemplo 5 y diluyente reactivo (acrilato de heptadecilo)**

La resina del ejemplo 5 se mezcla a 80 °C con acrilato de heptadecilo en relación 50:50 (resina:acrilato) en el agitador disolvedor. A continuación se homogeneiza la mezcla en la mezcladora rápida durante 1 min a 2750 rpm.

Viscosidad cero a 23 °C: 9 Pa\*s

Preparación de la masa insonorizante A6:

A la mezcla del ejemplo 6 se añade a 60 °C el 1 % (con respecto a la mezcla) de iniciador (Trigonox® 17-40b-pd) y se mezcla durante 1 min en la mezcladora rápida a 2750 rpm. A continuación se añaden sulfato de bario (EWO) y creta (Omyacarb® 15GU) (en las mismas proporciones de peso) al aglutinante (mezcla 6) en la relación 80:20 (carga:aglutinante) y se homogeneiza en la mezcladora rápida durante 1 min a 2750 rpm.

Preparación de las masas insonorizantes A7 a A11:

A las mezclas de los ejemplos 7 a 11 se añade a 60 °C el 1 % (con respecto a la mezcla) de iniciador (Trigonox® 29-40B-PD) y se mezcla durante 1 min en la mezcladora rápida a 2750 rpm. A continuación se añaden sulfato de bario

## ES 2 683 743 T3

(EWO) y creta (Omyacarb® 20BG) en las mismas proporciones de peso al aglutinante (mezclas de los ejemplos 7 a 11) en la relación 80:20 (carga:aglutinante) y se homogeneiza en la mezcladora rápida durante 1 min a 2750 rpm.

Exámenes en cuanto a la técnica de aplicación

Determinación de la amortiguación de vibración (factor de pérdida/tan delta)

- 5 Para valorar el comportamiento de amortiguación de vibración se mide el factor de pérdida tan delta a 25 °C tal como se describe en el documento WO 2007/034933 (de forma análoga a las normas ISO 6721-1 e ISO 6721-3). Para esto se reviste una probeta de chapa de acero con un tamaño de 30 x 300 x 1,6 mm con la masa insonorizante que se va a ensayar y se seca durante 30 min a 160 °C.

La cantidad de revestimiento asciende aproximadamente a 3,0 kg por m<sup>2</sup>.

- 10 Determinación de la absorción de agua:

La determinación de la absorción de agua se lleva a cabo basándose en la norma DIN EN ISO 62: 2008. Para esto se producen de las masas insonorizantes generadas películas con un espesor de aproximadamente 2 mm y una longitud lateral de en cada caso 25 mm. Para esto, las películas en primer lugar se secan durante 24 h a temperatura ambiente (20 °C), después durante 30 min a 160 °C y se almacenan en cada caso durante 24 h o 7 días en agua desmineralizada. Se determina el aumento de masa relativa con el almacenamiento. El mismo se establece gravimétricamente mediante una báscula de análisis de tipo AG204 de la empresa Mettler Toledo.

- 15 en agua desmineralizada. Se determina el aumento de masa relativa con el almacenamiento. El mismo se establece gravimétricamente mediante una báscula de análisis de tipo AG204 de la empresa Mettler Toledo.

Formación de burbujas:

La masa insonorizante con el espesor 3 mm y la longitud de cantos 60 mm x 100 mm se valora ópticamente después de 30 min de secado a 160 °C. A este respecto se usa la siguiente escala de puntuación:

- 20 1: ninguna burbuja, 2: 2-3 burbujas pequeñas, 3: ligera elevación de la masa, 4: burbuja grande, toda la masa se abomba.

Determinación de la viscosidad cero:

La viscosidad cero es el valor límite de la función de viscosidad en caso de índices de cizalla infinitamente bajos. Se mide con un reómetro Anton Paar MCR 100 (software de evaluación US 200) en geometría de placa/placa. Las muestras se miden con una cizalla oscilante con una pequeña amplitud de cizalla del 10 %. Temperatura 20°, 60° o 90 °C (tal como se indica), rampa de frecuencia circular log 100-0,1 1/s, hendidura de medición 0,5 mm, evaluación según Carreau-Gahleitner I, diámetro del punzón 25 mm.

- 25 según Carreau-Gahleitner I, diámetro del punzón 25 mm.

Los resultados están resumidos en las tablas 1 a 3.

Tabla 1: resultados de los exámenes en cuanto a la técnica de aplicación

	Masa insonorizante:	A6	A7	A8	A9	A10	A11
Amortiguación de vibración	tan delta máx	0,12	0,13	0,12	0,19	0,13	0,09
	Ancho de valor medio [°C]	40	45	40	30	40	30
	T máx [°C]	30	25	20	17	30	15
Absorción de agua	[tras 24 h/7 d en %]	n. d.	1/2	1/2	1/2	0/1	1/2
Formación de burbujas	(valoración ópt.)	1	2	1	1	1	1

30

Tabla 2: viscosidades cero de las resinas de los ejemplos 1 a 5 (B1 a B5)

		B1	B2	B3	B4	B5
Viscosidad cero de las resinas B1 a B5	[a 60 °C en Pa*s]	1670	n.d.	449	n.d.	415
	[a 90 °C en Pa*s]	n.d.	822	39	261	32
n.d.: no determinado						

Tabla 3: viscosidades cero de las composiciones de aglutinante de los ejemplos 6 a 11 (B6 a B11)

		B6	B7	B8	B9	B10	B11
Viscosidad cero de los aglutinantes B6 a B11	[a 23 °C en Pa*s]	19	65	6	8	11	9

5 Los resultados muestran que las resinas puras (aglutinante de acrilato de los ejemplos 1 a 5) a causa de sus elevadas viscosidades cero no son adecuadas como único aglutinante para la preparación de una masa insonorizante que se puede inyectar a temperatura ambiente. Únicamente la preparación de composiciones de aglutinante de acuerdo con la invención a partir de una mezcla de resina y compuesto que puede polimerizar por radicales deja viscosidades cero suficientemente bajas a temperatura ambiente (Ejemplos 6 a 11), mediante las que se pueden realizar masas insonorizantes (A6 a A11) que se pueden inyectar a temperatura ambiente.

10 Para las buenas propiedades de amortiguación (suma de la altura del máximo y el ancho de valor medio) es decisiva una combinación de las resinas que se van a emplear de acuerdo con la invención con la selección de acuerdo con la invención de compuestos que pueden polimerizar por radicales.

## REIVINDICACIONES

1. Masa insonorizante no acuosa que contiene
  - (a) al menos un aglutinante de poliacrilato no en forma de polvo con un valor de K en el intervalo de 10 a 35, medido como solución al 1 % en tetrahidrofurano a 21 °C; y
  - (b) cargas inorgánicas y
  - (c) al menos un compuesto que se puede polimerizar por radicales, que presenta al menos un doble enlace C-C que se puede polimerizar por radicales y que posee un punto de ebullición a presión normal de más de 160 °C, preferentemente de más de 180 °C.
2. Masa insonorizante de acuerdo con la reivindicación anterior, **caracterizada porque** los compuestos (c) presentan en del 50 al 100 % en peso exactamente un doble enlace C-C que se puede polimerizar por radicales y presentan en de 0 al 50 % en peso dos o más dobles enlaces C-C que se pueden polimerizar por radicales.
3. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** los compuestos (c) están seleccionados de monómeros de (met)acrilato, monómeros de éter de vinilo, oligómeros de (met)acrilato, oligómeros de éter de vinilo, diacrilatos de mono-, di- o polialquilenglicol, acrilatos de uretano o sus mezclas.
4. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** los compuestos (c) en el estado polimerizado presentan una temperatura de transición vítrea en el intervalo de -30 a +60 °C.
5. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** está contenido adicionalmente al menos un iniciador que se puede activar térmicamente.
6. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** está contenido adicionalmente al menos un coadyuvante de formación de película con un punto de ebullición a presión normal de más de 160 °C en una cantidad de, preferentemente, menos del 10 % en peso.
7. Masa insonorizante de acuerdo con la reivindicación anterior, **caracterizada porque** el coadyuvante de formación de película es un polietilenglicol, un éster de oligopropilenglicol o un éter de oligopropilenglicol con un punto de ebullición de más de 160 °C.
8. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** está contenido adicionalmente al menos un disolvente orgánico con un punto de ebullición a presión normal de menos de 120 °C en una cantidad de, preferentemente, menos del 10 % en peso.
9. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** el aglutinante de poliacrilato se puede obtener mediante la polimerización de monómeros que se pueden polimerizar por radicales y está formado en al menos el 60 % en peso de (met)acrilatos de alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub> y está formado opcionalmente por otros monómeros, seleccionados de monómeros de ácido etilénicamente insaturados que se pueden polimerizar por radicales, ésteres de vinilo de ácidos carboxílicos que contienen hasta 20 átomos de C, compuestos aromáticos de vinilo con hasta 20 átomos de C, nitrilos etilénicamente insaturados, halogenuros de vinilo, éteres de vinilo de alcoholes que contienen de 1 a 10 átomos de C, hidrocarburos alifáticos con 2 a 8 átomos de C y uno o dos dobles enlaces o mezclas de estos monómeros.
10. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** el aglutinante de poliacrilato presenta una temperatura de transición vítrea en el intervalo de -60 a +80 °C, preferentemente en el intervalo de -30 °C a menos o igual a +60 °C.
11. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** el aglutinante de poliacrilato no presenta ninguna morfología de núcleo-envuelta.
12. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** el aglutinante de poliacrilato presenta a 130 °C una viscosidad cero de como máximo 40 Pa s, preferentemente como máximo 20 Pa s.
13. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** el aglutinante de poliacrilato está preparado
  - (a1) en al menos el 80 % en peso a partir de (met)acrilatos de alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub> y
  - (a2) en del 0,5 al 20 % en peso de monómeros con grupos polares, estando seleccionados los grupos polares de grupos ácido carboxílico, grupos amida de ácido carboxílico, grupos pirrolidona, grupos uretano, grupos urea, grupos anhídrido, grupos sulfato, grupos sulfonato, grupos fosfato y grupos fosfonato.
14. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** el aglutinante de poliacrilato está preparado a partir de (met)acrilato de metilo, al menos un acrilato de alquilo C<sub>2</sub> a C<sub>4</sub> y ácido (met)acrílico así como opcionalmente al menos otro monómero seleccionado de metacrilato de alilo, acrilato de dihidrociclopentadienilo y estireno.

15. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** el aglutinante de poliacrilato está preparado a partir de
- (i) del 0 al 99 % en peso de (met)acrilato de metilo,
  - (ii) del 0 al 99 % en peso de al menos un acrilato de alquilo C2 a C10,
  - (iii) del 0,5 al 15 % en peso de ácido (met)acrílico,
  - (iv) del 0 al 25 % en peso, preferentemente del 0,1 al 10% en peso de un acrilato de alquilo polietilénicamente insaturado, preferentemente metacrilato de alilo o acrilato de dihidrociclopentadienilo y
  - (v) del 0 al 30 % en peso de estireno.
- 5
16. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, que contiene
- (a) del 5 al 35 % en peso del aglutinante de poliacrilato,
  - (b) del 40 al 90 % en peso de cargas inorgánicas,
  - (c) del 1 al 35 % en peso del compuesto que se puede polimerizar por radicales,
  - (d) del 0,01 al 10 % en peso de iniciador,
  - (e) del 0 al 20 % en peso de disolvente con un punto de ebullición de más de 160 °C y
  - (f) del 0 al 50 % en peso de otros coadyuvantes.
- 10
- 15
17. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** las cargas inorgánicas están seleccionadas de caolín, creta, sulfato de bario, negro de humo, grafito, talco, minerales de arcilla, microdolomita, polvo de cuarzo y minerales del grupo de las micas y los coadyuvantes se emplean en al menos el 0,1 % en peso y están seleccionados de reticulantes, agentes espesantes, aditivos de reología, resinas, plastificantes, antiespumantes, conservantes, anticongelantes y dispersantes de pigmentos.
- 20
18. Masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada porque** la masa insonorizante está exenta de disolventes orgánicos con un punto de ebullición de menos de 120 °C a presión normal.
19. Uso de una masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores para la amortiguación de vibraciones de piezas de carrocería de un vehículo.
- 25
20. Procedimiento para la amortiguación de vibraciones u oscilaciones de componentes de vehículos o máquinas, en el que
- (1) se pone a disposición una masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 18 y
  - (2) se aplica la masa insonorizante sobre un componente de un vehículo o de una máquina y opcionalmente se seca y/o se reticula.
- 30
21. Sustrato revestido al menos en parte con una masa insonorizante de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 18.