

PATENTE DE INVENCION.

Your ref: MB/876.

301618

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para unir superficies especialmente metálicas"

Solicitante: LEICESTER, LOVELL & CO. LIMITED, entidad inglesa, residente en North Baddesley, Southampton, Hampshire, Inglaterra.

Este invento se refiere a composiciones anaerobias de curado o vulcanización que son estables durante períodos prolongados, en condiciones que permitan el acceso libre de aire u oxígeno, y

5. que se vulcanizan rápidamente en ausencia de aire,

3016182



- especialmente en presencia de ciertos metales que tienen un efecto catalítico; dichas composiciones comprenden como monómeros polimerizables, esteres de acrilato o esteres de acrilato sustituidos. Este invento se relaciona también con un método para la trabazón de partes metálicas y especialmente la sujeción de tuercas - en tornillos y similares, por cementación, en la que se utilizan las composiciones a que este invento se refiere.
- 5.
10. Es sabido que algunos compuestos insaturados, y especialmente derivados de esteres de diacrilato de glicol con uno o más átomos de oxígeno de éter en la cadena, pueden hacerse polimerizar retirándolos del contacto con el oxígeno, y que la polimerización podría inhibirse manteniendo los compuestos en íntimo contacto con oxígeno gaseoso. Se sabe también como catalizar la polimerización de compuestos de este tipo por adición de peróxidos. Así, en la Memoria de la patente británica nº 724.188, se describe un procedimiento para obtener un material polímero sólido, que comprende (1) el oxigenar un ester derivado de ácido metacrílico y un glicol, que contenga como mínimo dos grupos metacrilato y uno o más enlaces éter en la parte glicol, haciendo pasar oxígeno a través de los compuestos a una temperatura de 25 a 90°C. hasta introducir en el compuesto por lo menos 0,1 % de oxígeno combinado, y (2) excluir a continuación oxígeno del ester oxigenado, mientras se realiza la polimerización del mismo. Los monómeros oxigenados obtenidos de este modo, son estables solamente mientras se hace pasar aire u
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

301618



oxígeno a su través, y la polimerización empezará cuando se interrumpe el suministro. Como resultado, se asocian considerables dificultades con el almacenamiento o transporte de dichos productos.

5. Se ha propuesto, por ejemplo, en la Memoria - de la patente británica nº 824.677, el proporcionar composiciones que sean estables en presencia del aire, y - se polimericen rápidamente en condiciones anaerobias, - empleando monómeros no-oxigenados del tipo citado, jun-
10. to con hidroperóxidos especificados. Se ha propuesto - también, por ejemplo en la memoria de la patente britá- nica nº 875.985, acelerar el curado o vulcanización - anaerobio de los monómeros no oxigenados, en presencia de hidroperóxido de butilo terciario, por la adición de
15. una amina terciaria orgánica. Se ha propuesto asimismo, por ejemplo en la memoria de la patente británica núm. 928.307, ampliar la duración en almacén de composicio - nes que contengan un monómero no-oxigenado, un hidrope- róxido y una triorganoamina, incorporando una quinona.
20. De las memorias citadas y de otras publica - ciones, resulta evidente que aunque previamente se ha conocido la catalización de la polimerización de monóme - ros no-oxigenados por la incorporación de un peróxido - (a diferencia de un hidroperóxido), hasta ahora no ha -
25. resultado posible el obtener de este modo composiciones que tengan una duración conveniente en almacenamiento, - junto con la capacidad de estabilizarse rápidamente en condiciones anaerobias.

30. Se ha comprobado que las composiciones que - tienen una duración prolongada en almacenamiento en pre

301618

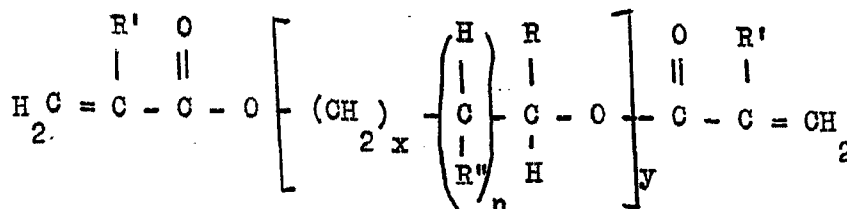


sencia de oxígeno, y la capacidad de polimerizarse en corto tiempo cuando el oxígeno se obstruye, puede obtenerse preparando una mezcla de un monómero no-oxigenado, un peróxido (distinto de un hidroperóxido) en

5. el que dicho peróxido tenga una vida media (como a continuación se define) superior a 3 horas a 100°C. y, opcionalmente, una amina orgánica terciaria.

- De acuerdo, con lo anterior, este invento comprende una composición que tiene propiedades de curado o vulcanización anaerobia, a la vez que posee una vida en almacenamiento prolongada en presencia de aire o de oxígeno, y que comprende una mezcla de un monómero o polímero parcial de un monómero, que corresponde a la fórmula general.
- 10.

15.



en la que R es - H, - CH₃, - C₂H₅, - CH₂OH o - CH₂-O-C^O

- C^{R'}=CH₂

R' es - H, - Cl, - CH₃, o - C₂H₅

R'' es - H, - OH o - O - C^O - C^{R'}=CH₂

301618



x e y son enteros cada uno de ellos igual por lo menos a 1 y n es 0 o 1, con un peróxido orgánico (distinto de un hidroperóxido) que tenga una vida media (como a continuación se define) superior a 5 horas a 100°C. y, 5. opcionalmente una amina orgánica terciaria.

Este invento comprende también un método para la sujeción de superficies, especialmente partes metálicas, que comprende el aplicar a una o a las dos superficies a trabar, una composición que comprende una 10. mezcla de un monómero o polímero parcial de un monómero, correspondiente a la fórmula general (1) antes indicado, con un peróxido orgánico (distinto de un hidroperóxido) que tenga una media vida (tal como a continuación se define) superior a 5 horas a 100°C y, opcionalmente, una amina orgánica terciaria; el poner las 15. superficies a trabar en íntimo contacto para excluir el aire, y el mantener este contacto, con o sin aplicación de calor, hasta el fraguado o estabilizado de la composición.

20. La denominación "vida media" se utiliza en este caso en relación con los peróxidos y se define como el tiempo necesario para reducir en un 50 % el oxígeno activo de una solución de 5 moles % del peróxido en benceno a la temperatura especificada.

25. Cuando, en gracia a la brevedad, se hace referencia en este caso a monómero no-oxigenado, debe entenderse que se trata de un compuesto correspondiente a la fórmula general antes indicada, opcionalmente con una determinada proporción de un polímero de dicho compuesto, que no se ha tratado previamente haciendo pasar 30.



- aire u oxígeno por el interior del mismo. Dado que -
las composiciones de este invento tienen propiedades
de curado o vulcanización anaerobias, es importante -
que el oxígeno no se excluya por completo durante el
5. almacenamiento, o la media vida en almacén se limita-
rá. Sin embargo, en general es bastante suficiente el
proporcionar un espacio de aire libre bastante apre-
ciable en el recipiente de tal modo que el aire resi-
dual tenga acceso libre a la composición. Se ha visto
10. que es también conveniente almacenar las composicio-
nes en la oscuridad, dado que la luz reduce la dura-
ción en almacenaje.

- Los monómeros pueden prepararse de cual -
quier modo conveniente. Adecuadamente, el poliol pre-
ciso puede esterificarse con dos moles equivalentes -
15. del ácido apropiado, calentando los reactivos en un
disolvente durante algunas horas en presencia de un -
catalizador, tal como ácido sulfúrico, y en una atmós-
fera inerte. Como variante, pueden utilizarse otros -
20. métodos conocidos de obtención de esteres, tal como
un intercambio de esteres o la reacción de un cloruro
de ácido con el poliol.

- Durante la esterificación, existe una ten-
dencia de los componentes insaturados a polimerizarse,
25. y ésta puede reducirse al mínimo regulando cuidadosa-
mente la temperatura de esterificación y añadiendo a
los reactivos una pequeña cantidad de un inhibidor de
polimerización, tal como la hidroquinona.

- El monómero preferido es el ester de ácido
30. dimetacrílico de glicol tetraetilénico. En general, -

301618



- un aumento en el peso molecular del poliol empleado para la preparación del monómero, dá por resultado un producto dotado de una viscosidad más elevada y de una fuerza inferior de trabazón. Por el contrario, cuanto menor sea el peso molecular del poliol, tanto más elevada será la proporción del componente ácido mas costoso, necesaria para producir el monómero. Cuando el coste no es de importancia capital, y se precisan fuerzas de trabazón elevadas, resulta desde luego ventajoso -
5. emplear polioles de peso molecular inferior, tales como glicol dietilénico, glicol trietilénico y similares. Cuando por el contrario no es de importancia máxima la fuerza de la trabazón (por ejemplo cuando la superficie de contacto es grande, es económicamente más satisfactorio utilizar materiales de peso molecular -
10. más elevado para la preparación de los monómeros.

- El ácido preferido es el ácido metacrílico; Sin embargo pueden prepararse monómeros satisfactorios para los fines de este invento, utilizando ácidos acrílico, etil-acrílico, cicloacrílico, o mezclas de los mismos, y el monómero puede contener dos o más de los residuos ácidos. Así, los monómeros adecuados incluyen diacrilato de glicol dietilénico, dimetacrilato de glicol dietilénico, dimetacrilato de glicol trietilénico, dimetacrilato de glicol tetraetilénico, diacrilato de glicol tetraetilénico, dimetacrilato de glicol dipropilénico, dimetacrilato de diglicerol, tetrametacrilato de diglicerol y diacrilato de di(pentametileno)glicol.
- 20.
- 25.

- Como componente peróxido, se prefiere emplear 2,5-dimetil-2,5-di(butil-peroxi-terciario) hexa-
- 30.

30161



- no. Este compuesto tiene una vida media como antes se ha definido de unas 65 horas a 100°C. Por contraste, y por vía de ejemplo, de un peróxido no satisfactorio para la aplicación práctica de este invento, el peróxido de benzoilo tiene una vida media de aproximadamente 0,4 horas a 100°C. Otros peróxidos susceptibles de emplearse, incluyen peróxido de butilo dterciario, peróxido de glicol dihexilénico, peróxido de butil-cumil terciario y peróxido de metil-isobutil-ketona.
- 5.
10. Para determinadas aplicaciones, la elección del peróxido empleado en las composiciones de este invento puede estar influenciado por consideraciones adicionales tales como la toxicidad, la disponibilidad, el olor y el coste, pero en general se ha observado que los peróxidos dotados de medias vidas de como mínimo 5 horas a 100°C, son satisfactorios. Sin embargo, no existe una línea acusada de separación, y aunque los materiales preferidos tienen medias vidas de unas 100 horas a 100°C, las composiciones de buena
- 15.
20. duración en almacenamiento y tiempos apropiados de estabilización o fraguado, satisfactorias para determinadas aplicaciones, pueden prepararse utilizando peróxidos con medias vidas más prolongadas o más reducidas que este óptimo preferido.
25. Se ha comprobado también que la incorporación de una amina terciaria en las composiciones de este invento, dá por resultado una mejora ulterior en la media vida de las composiciones. Al mismo tiempo, en el caso de peróxidos menos reactivos, se aumenta
30. el grado de estabilización o fraguado en condiciones

301618 2



- de exclusión del aire. Aunque estos efectos parecen ser comunes a las aminas en general, consideraciones secundarias tales como el olor y la toxicidad hacen conveniente emplear tan solo aminas terciarias que tengan un orden bajo de volatilidad. La amina terciaria preferida es la dimetil-p-toluidina, pero pueden utilizarse otras aminas terciarias tales como dimetilanilina, tri-n-butilamina, trietilamina, 2-dietilaminoetanol; y similares.
- 5.
10. La incorporación de una amina terciaria, dá por resultado la ampliación de la gama de peróxidos que pueden ser empleados útilmente, ya que parecen estabilizar composiciones que contengan los peróxidos más reactivos y acelerar la polimerización de composiciones que contengan peróxidos menos reactivos.
15. En cuanto a las proporciones, se prefiere emplear entre 8 y 12 partes de peróxido por cada 100 partes de monómero no-oxigenado. Las composiciones que son satisfactorias para muchos fines, pueden sin embargo prepararse utilizando de 1 a 20 partes de peróxido. Cuando se utiliza menos de 1 parte, las composiciones son en general demasiado inactivas y no se polimerizan con celeridad suficiente cuando el aire se excluye. Con preparaciones de peróxido en exceso de 20 partes %
20. del monómero no-oxigenado, el efecto de dilución es tal que pueden no lograrse las fuerzas adecuadas de trabazón. Muchos peróxidos son inestables e incluso explosivos, en estado seco y debe tenerse presente que para los fines de este invento, pueden emplearse soluciones o dispersiones de los peróxidos.
- 25.
- 30.



301618

La variedad preferida de proporciones para la amina terciaria es de 0 a 15 partes por cada 100 partes del monómero no-oxigenado. Sin embargo en algunos casos pueden lograrse composiciones satisfactorias utilizando hasta 20 partes de la amina terciaria.

Para muchos objetos, las composiciones preparadas de acuerdo con este invento, pueden utilizarse sin ulteriores modificaciones. Así, cuando se emplean para sujetar tuercas a tornillos, y similares, por cementación o aglutinación, es frecuentemente conveniente emplear composiciones fluidas, no-viscosas de tal modo que las composiciones aplicadas fluyan libremente al interior y alrededor de las roscas y no impidan la rotación de la tuerca sobre el tornillo antes de tensar o apretar. En este caso, la composición preparada de acuerdo con este invento ha de ser prácticamente monómera, y no requiere la adición de agentes de espesado y similares.

En otros casos, por ejemplo cuando se precisa un cierre estanco a los gases, además de una acción de trabazón, puede ser conveniente emplear una composición más viscosa. Se prevé por tanto y está comprendido en el alcance de este invento, el modificar la viscosidad de las composiciones anaerobias de vulcanización. Esto puede conseguirse convenientemente incorporando en la composición una cantidad de un polímero parcial del monómero no-oxigenado, opcionalmente llevando a cabo la polimerización parcial durante la fabricación de dicho monómero. Como variante, pueden usarse otros agentes de espesado tales como poliestire



2

301618

- no, metacrilato de polimetilo, metacrilato de polibuti-
lo, resina de poliester, y similares. Como variante, o
adicionalmente, pueden incorporarse materiales inertes
de carga, tales como silice finamente dividida, arci-
5. lla montmorillonita, bentonita y análogas. En especial,
utilizando sílices de tamaño micrónico, en forma de -
pasta, pueden prepararse composiciones anaerobias de
curado o vulcanización dotadas de carácter tixotrópico
y útiles para determinadas aplicaciones.
10. En algunos casos, es conveniente que las com-
posiciones anaerobias, que normalmente son incoloras o
de un color muy apagado, se hagan más fácilmente visi-
bles, para que las superficies a que dichas composicio-
nes se han aplicado, puedan hacerse más fácilmente dis-
15. tinguibles que las superficies sin tratar, o con obje-
to de que la continuidad o en otro caso el revestimien-
to de la composición sobre una superficie, pueda hacer-
se más claramente visible. Para atender esta necesidad,
a las composiciones a que este invento se refiere pue-
20. den añadirse pigmentos o tintes. Se ha comprobado, -
sin embargo, que no todos los tintes son igualmente -
adecuados y que algunos, al añadirse a las composicio-
nes anaerobias, inhiben acusadamente la polimerización.
Es por tanto, conveniente valorar cualquier tinte pro-
25. puesto para asegurarse de su adecuación, en todo caso.
En general se ha observado que los tintes de la serie
antraquinónica, tales como 1:4-di-mono-metil-amino-an-
traquinona, 1:4-di-monoisopropil-amino-antraquinona y
1:4-di-monoetil-amino-antraquinona son satisfactorios.
30. Los tintes que contienen grupos -OH no sustituidos o

301618



grupos amino no sustituidos deben evitarse en general ya que ejercen una acusada influencia inhibidora sobre la polimerización de las composiciones.

- Las composiciones de este invento, aunque
5. teniendo propiedades de curado o polimerización anaerobias, se polimerizan cuando se excluye el aire, en un grado dependiente no solo de la temperatura, sino también de la naturaleza de la superficie a que se aplican. Así, el ritmo de polimerización es relativamente
 10. rápido en presencia de determinados metales, tal como el hierro o acero dulce, el cobre, el cobalto y el manganeso. Otros metales tales como el aluminio, el cinc y el cadmio, y las superficies no-metálicas por ejemplo vidrio, no catalizan la polimerización. Cuando
 15. se utilizan sobre estas superficies, por tanto, las composiciones de este invento no se polimerizan normalmente a un ritmo adecuado para todas las aplicaciones. Así pues, cuando se desea trabar estas superficies no-catalíticas, puede emplearse ventajosamente
 20. un producto de imprimación que comprenda un derivado de un metal catalítico, tal como cloruro férrico, naftenato de cobalto, resinato de manganeso y análogos.

- Es evidente que las trazas de grasa, la -
cas o barnices y similares, así como los revestimientos electro-depositados de metales no-catalíticos sobre las superficies de metales por lo demás catalíticos pueden retardar la polimerización o hacer descender la fuerza de trabazón que puede obtenerse. Cuando se precisan uniones o trabazones de fuerza máxima, se
25. prefiere por tanto eliminar las trazas de grasa o bar
 - 30.



301618

niz, convenientemente, por tratamiento disolvente adecuado y, en el caso de superficies con metal electrodepositado, el empleo del producto de imprimación.

- Las composiciones son especialmente adecuadas para usarse como compuestos de trabazón para cementar tuercas en árboles roscados, manguitos a sus alojamientos, y análogos. En muchos casos pueden aplicarse antes o después del acoplamiento de los componentes. En el último caso, se prefiere una composición no espesada, que sea suficientemente fluida para penetrar entre los componentes. Si las composiciones se aplican a componentes antes del acoplamiento, los componentes revestidos pueden almacenarse al aire durante períodos considerables, en muchos casos varios meses, antes del uso ya que, aun aplicados a superficies catalíticas tales como hierro, el contacto con el oxígeno atmosférico es suficiente para inhibir la polimerización. Cuando estos componentes previamente revestidos se acoplan para excluir el aire, sin embargo, la polimerización comenzará sin embargo y se desarrollará normalmente una fuerza de trabazón considerable en un período de pocas horas, incluso a la temperatura ambiente.
5. 10. 15. 20.

- En los ejemplos siguientes que aclaran este invento, las proporciones expresadas son en partes ponderales.
- 25.

- EJEMPLO 1. Se preparó una composición que contenía 83 partes del ester dimetacrilato de un glicol polietilénico de un peso molecular medio de 200; 10 partes de una solución al 80 % en ftalato de dimetilo, de 2,5-
- 30.

301618



- dimetil-2,5-di(peroxi butilo terciario) hexano con una vida media de 65 horas aproximadamente a 100°C, y 7 partes de dimetil-p-toluidina. Una muestra de esta composición podía utilizarse todavía después de 80 días de almacenamiento a 40°C. La composición se ensayó por revestimiento sobre pernos de acero dulce de 7,94 mm.
5. BSF, roscando en ellos hasta el final una tuerca y apretando una segunda tuerca contra la primera con un esfuerzo de 150 pulgadas/libras utilizando una llave con par de apriete prefijado. Después de 24 horas a 20-25°C, el par necesario para soltar la segunda tuerca se midió y se comprobó que era de 168 pulgadas/libras, inicialmente, descendiendo a 64 pulgadas/libras después de describir la tuerca media revolución. Una tuerca análoga y un perno de este tipo, sin tratar, apretados análogamente con un par aplicado de 150 pulgadas/libras precisaron la aplicación de un par de 150 pulgadas/libras para iniciar el proceso de soldadura. En este caso, sin embargo, el par detectable aplicado descendió rápidamente a cero, antes de que la tuerca hubiera girado media revolución.
- 10.
- 15.
- 20.
- EJEMPLO 2 - Se mezclaron 88 partes del ester dimetacrilato de un glicol polietilénico de un peso molecular de 200, con 10 partes de una solución al 50 % en dimetil ftalato de perbenzoato de butilo terciario (vida media 18 horas a 100°C) y 2 partes de 2-dietilamino-etanol. La composición tenía una duración en almacenamiento de 63 días a 40°C. Cuando se ensayó como en el ejemplo 1, el par de soldadura después de media revolución fué de 55 pulgadas/libras.
- 25.
- 30.



301618

- EJEMPLO 3 - Se mezclaron 85 partes del ester usado -
en los ejemplos 1 y 2, con 10 partes de
una solución al 80 % de peróxido de metil isobutil ke-
tona en ftalato de dimetilo y 6,5 partes de dimetil-p-
5. toluidina. La vida en almacenamiento de la composición
a 40°C., era de 30 días, y cuando se ensayaba como en
el ejemplo 1, el par de soltura, después de media revo-
lución, era de 55 pulgadas/libra. Reduciendo el conte-
nido de dimetil-p-toluidina a 1,2 partes, la vida en
10. almacenamiento aumentó a 60 días a 40°C. y el par de
soltura a 65 libras/pulgada a la media revolución.

- EJEMPLO 4 - Este ejemplo aclara el empleo de una -
composición que no contenga acelerador.
Se mezclaron intimamente con 10 partes de
15. peróxido de butilo dicitercario, 90 partes de dimetaci-
lato de glicol tetra-etilénico que contenían 40 partes
por millón de hidroquinona. La composición resultante
tenía unamedia vida en almacenamiento, de 45 días a
40°C. Se aplicaron unas gotas de la composición a per-
20. nos y tuercas de acero dulce ESF de 7,94 mm. y se ten-
só como en el ejemplo 1. Después de 70 horas a 20°C.,
el par inicial necesario para la soltura fué de 160 -
pulgadas/libras, descendiendo a 27 pulgadas/libras des-
pués de media revolución. Estos valores del par y la -
25. vida media, aunque menos satisfactorios que los asequi-
bles con algunas de las demás composiciones de este in-
vento, son adecuados para muchas aplicaciones.

- EJEMPLO 5 - A la composición del ejemplo 4, se aña-
dieron 7 partes de dimetil-p-toluidina.
30. La composición así obtenida precisó un par de soltura,

301618 2



cuando se ensayó al cabo de 24 horas a 20°C, de 82 pulgadas/libra a la media revolución. La vida en almacenamiento, de la composición a 40°C, fué de 80 libras.

EJEMPLO 6 - Se preparó una composición, mezclando:

- | | | |
|----|---|-------------|
| 5. | dimetacrilato de glicol tetraetilé
nico | 86,3 partes |
| | Peracetato de butilo terciario (50
% en ftalato de dimetilo) | 10,0 " |
| | dimetil-p-toluidina | 3,7 " |

10. La composición tenía una duración en almácén de 60 días a 40°C y, cuando se ensayó en pernos de acero dulce, como en el Ejemplo 1. precisó un par de soltura de 156 pulgadas/libras inicialmente, y de 33 pulgadas/libra a la media revolución, al ensayarse después de 24 horas a 20°C.
- 15.

EJEMPLO 7 - Se repitió la composición del Ejemplo 6, excepto que el peracetato de butilo terciario (vida media, 88 horas a 100°C.) se substituyó por 10 partes de peroxido de glicol dihexilénico (vida media, aproximadamente 50 horas a 100°C). Esta composición precisó un par inicial de 152 pulgadas/libras que descendió a 80 pulgadas/libras solamente a la media revolución de la tuerca, cuando se ensayó como en el Ejemplo 1.

25. EJEMPLO 8 - Este Ejemplo aclara el efecto de la aplicación de un imprimador sobre el par de soltura preciso utilizando la composición siguiente en puertas y pernos de 7,98 mm. de acero B.S.F., revestido de cadmio:

30.

301618



- 5. dimetacrilato de glicol tetra-
etilénico 83 partes

peracetato de butilo terciario
(50 % en ftalato de dimetilo) 10,0 "

dimetil-anilina 7 "

10. Las soluciones de los imprimadores se pre-
pararon, se aplicaron a los pernos y se dejaron secar.
A los pernos tratados y a las tuercas revestidas tam-
bién, se les aplicaron unas gotas del líquido obtura-
dor anterior y se apretaron aquellos a 150 pulgadas/li-
bras. Al cabo de 24 horas a la temperatura ambiente se
desatornillaron las tuercas utilizando una llave con
par de apriete prefijado, y se obtuvieron los resulta-
dos siguientes:

15.

Imprimador	Par de soltura (pulgadas /libras)	
	Inicial	A media revolu- ción
Ninguno	166	14
1% solución de FeCl ₃ 6H ₂ O en acetona	210	76
2 Solución de "siccato1" de hierro en acetona (0,1 % Fe)	212	105
solución de "siccaton" de cobalto en acetona(0,1% Co)	205	115
Solución de "siccato1" de manganeso en acetona (0,1% de Mn)	216	118

301618²



EJEMPLO 9 - Este Ejemplo aclara la influencia del peso molecular del glicol empleado al preparar el componente de ester, sobre el par de soltura necesario después de 24 horas a 20°C, utilizando tuercas y pernos de acero dulce de 7,93 mm, sin imprimador.

Peso molecular del glicol utilizado al preparar el ester - dimetacrilato	Peracetato de butilo terciario (50% en ftalato de dimetilo) (vida media, 88 horas a 100°C)	Dimetil anilina	Par de soltura (pulgadas/libras) después de 24 horas a 20°C.	
			Inicial	Después de media revolución
106 ⁽¹⁾	10 %	7 %	185	120
150 ⁽¹⁾	10 %	7 %	167	81
200 ⁽¹⁾	10 %	7 %	158	62
300 ⁽¹⁾	10 %	7 %	142	39
425 ⁽²⁾	10 %	7 %	142	23
	Peróxido de butilo diterciario (vida media, 218 horas a 100°C)	Trietilamina.		
106 ⁽¹⁾	10 %	5 %	142	45
150 ⁽¹⁾	10 %	5 %	152	72
200 ⁽¹⁾	10 %	5 %	153	63
300 ⁽¹⁾	10 %	5 %	140	45
425 ⁽²⁾	10 %	5 %	130	0

301618



(1) - glicol polietilénico

(2) - glicol polipropilénico

EJEMPLO 10 - Se preparó una composición obturadora que contenía

- 5. tetrametacrilato de diglice
rol 84,5 partes
- peracetato de butilo terciario (50 % en ftalato de dimetilo) 10,0 "
- 10. dimetil-petoluidina 5,5 "

y se ensayó utilizando tuercas y tornillos de 7,98 mm de acero dulce B.S.F., como se describe en el - Ejemplo 1. Después de 24 horas a 20°C., el par de soltura necesario inicialmente, era de 160 pulgadas/libras. Después de hacer girar la tuerca media revolución, el par necesario era de 44 pulgadas/libras.

- 15. EJEMPLO 11 - Este Ejemplo aclara el empleo de un agente de espesado para aumentar la viscosidad de curado o vulcanización de las composiciones anaerobias.
- 20.

A 85 partes del ester dimetacrilato de glicol tetraetilénico, se les añadieron 10 partes de 2,5-dimetil-2,5-di-(peróxido de butilo terciario) hexano (80 % en ftalato de dimetilo) y 5 partes de dimetil-p-toluidina. La viscosidad de la composición era de 9,07 centistokes a 25°C. Agregando 4 % de Lustrex 670030-3 poliestireno, la viscosidad de la composición aumentó a 21 centistokes a 25°C. La adición de 8 % de Lustrex 670030-3 aumentó la viscosidad más aún, a 143 centistokes a 25°C. (Lustrex -

30.

201618



- es una marca comercial registrada). Las composiciones espesadas resultantes, podían usarse después de almacenarse durante 50 días como mínimo a 40°C. y eran especialmente adecuadas para usarse como obturadores en aplicaciones en las que era conveniente la formación de un obturador en forma de capa más espesa.
- 5.

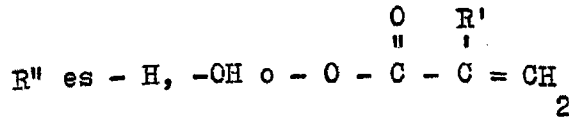
- EJEMPLO 12 - Con objeto de hacerlas más visibles después de su aplicación a las superficies, las composiciones de los Ejemplos 1, 2 y 3, se colorearon en azul por la adición de 0,1 % de 1,4-di-(monoisopropil)aminoantraquinona. Las composiciones resultantes, aparte de ser más fácilmente visibles, se comprobó que tenían propiedades análogas a las de las composiciones sin modificar.
- 10.
- 15.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo - en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles - de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar - que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 5 de Julio - de 1.963 bajo el número 26798/63. acogiéndose, - por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que - constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años, - en España, "Procedimiento para unir superficies es-
- 20.
- 25.
- 30.

301618

2



en la que x e y son enteros cada uno de ellos -
 igual a 1 como mínimo, y n es 0 ó 1, con un
 peróxido orgánico y con, opcionalmente, una ami-
 na orgánica terciaria, el colocar las superfi -
 5. cias a unir en estrecho contacto para excluir el
 aire de la composición y el mantener las superfi
 cias en estrecho contacto hasta que la composi -
 ción se ha estabilizado.

2ª.- Procedimiento, según reivindi-
 10. cación 1ª, caracterizado, porque se aplica calor
 para acelerar la estabilización de la composi -
 ción.

3ª.- Procedimiento, según reivindi-
 caciones 1ª o 2ª, caracterizado, porque se -
 15. aplica a una o a las dos superficies citadas, an
 tes de la aplicación de la composición, un impri
 mador que comprende un metal que cataliza la es-
 tabilización de la composición.

4ª.- Procedimiento, según reivindi-
 20. cación 3ª, caracterizado, porque dicho imprima -
 dor comprende una solución de un compuesto de -
 hierro, cobalto, cobre o manganeso.

5ª.- Procedimiento, según cualquiera
 de las reivindicación 1ª a 4ª, aplicado al acopla
 25. miento de superficies metálicas, caracterizado, -
 por comprender la etapa preliminar de limpiar las
 superficies por eliminación de grasa u otro mate-
 rial que las revista.

301618²



164

6ª.- "Procedimiento para unir superficies especialmente metálicas"; tal y como queda -
substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta memoria consta de ventitres hojas
5. escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 2 JUL 1934

LEICESTER, LOVELL & CO. LIMITED,

GOMEZ ACEAJO Y MODEI