



ESPAÑA

19 ES	11 NUMERO	10 AI
21	447.102	
22	FECHA DE PRESENTACION	
	15 ABR. 1976	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
568.990	17 Abril 1975	U.S.A.
664.391	5 Marzo 1976	"

34 FECHA DE PUBLICIDAD	35 CLASIFICACION INTERNACIONAL	36 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
		- - - -

37 TITULO DE LA INVENCION
"Método para preparar una composición selladora anaeróbica"

38 SOLICITANTE (S)
FELT PRODUCTS MFG. CO.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
7450 North McCormick Boulevard, Skokie, Illinois 60076, U.S.A.

39 INVENTOR (ES)
Donald J. Mc Dowell y Purshottam S. Patel

40 TITULAR (ES)

41 REPRESENTANTE
M. Curell Suñol

TC/Felpro
EX-US-II



P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

solicitada en España a favor de FELT PRODUCTS MFG. CO., de nacionalidad norteamericana, domiciliada en 7450 North McCormick Boulevard, Skokie, Illinois 60076, U.S.A., por "Método para preparar una composición selladora anaeróbica", con prioridad de los solicitudes norteamericanas 568.990 y 664.391 de fechas 17 Abril 1975 y 5 Marzo 1976, respectivamente. - - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Antecedentes de la invención

5. Esta invención se refiere a la preparación de una composición monomérica líquida que tiene características de curado anaeróbico, esto es a la preparación de una composición que sufre polimerización espontánea, pasando al estado sólido, en ausencia de aire^o o de cantidades substanciales de oxígeno. - - - - -

10. Se han formulado composiciones selladoras de este tipo general para el pegado de superficies metálicas enfrentadas y en contacto, tales como juntas roscadas, para montar tuercas en tornillos sin el uso de arandelas elásticas o de



- bloqueo, engranajes a árboles para que giren con los mismos y similares. Tales composiciones son composiciones monoméricas precatalizadas o prerreaccionadas que polimerizan en ausencia de oxígeno pero cuyo curado es inhibido por el oxígeno.
5. Mientras tales composiciones están almacenadas en recipientes parcialmente vacíos o recipientes de plástico permeable al aire, entran constantemente en contacto con la composición aeróbica cantidades suficientes de oxígeno para mantener la composición en estado no curado y líquido. Sin embargo, cuando una composición anaeróbica de este tipo general se dispone entre superficies a unir o sellar y el oxígeno atmosférico, es decir el aire, es excluido eficazmente, empieza la polimerización o curación de la composición dentro de un período de tiempo relativamente corto y la composición
10. fraguará hasta el estado sólido. La polimerización en ausencia de aire es acelerada por el contacto con los metales activos. - - - - -

- Las composiciones anaeróbicas están en general formadas por monómeros polimerizables de ésteres acrílicos y peróxido, hidroperóxido y otros iniciadores similares de la polimerización de aquéllos, junto con aceleradores de la polimerización latente a base de aminas, amidas o imidas que no inician la polimerización sino que sólo aceleran la reacción de polimerización una vez ha empezado. A fin de impedir una
20. polimerización prematura del monómero ha sido habitual incorporar dentro de las composiciones anaeróbicas una pequeña cantidad de un estabilizante del tipo quinona que inhibe la polimerización por radicales libres. En las patentes U.S.
- 25.



2.895.950, 3.041.322, 3.043.820, 3.046.262, 3.203.941,
3.218.305, 3.300.547, 3.720.656 y otras se revelan composi-
ciones anaeróbicas ilustrativas de la técnica anterior. - -

- Algunas de las composiciones anaeróbicas hasta aho-
ra conocidas no pueden utilizarse sobre superficies metáli-
cas pasivadas tales como acero inoxidable, acero recubierto
con cadmio, acero recubierto con zinc y similares, mientras
que otras de tales composiciones, que son adecuadas para el
uso con tales superficies, tienden a fomentar la corrosión
cuando se utilizan sobre superficies de acero ordinario. Las
formulaciones preferidas, preparadas y utilizadas según la
presente invención, por el contrario, pueden utilizarse con
acero inoxidable y con otras superficies metálicas pasivas,
así como con acero ordinario, para proporcionar una unión de
alta resistencia y sin fomentar la corrosión. - - - - -
5.
10.
15.

Resumen de la invención

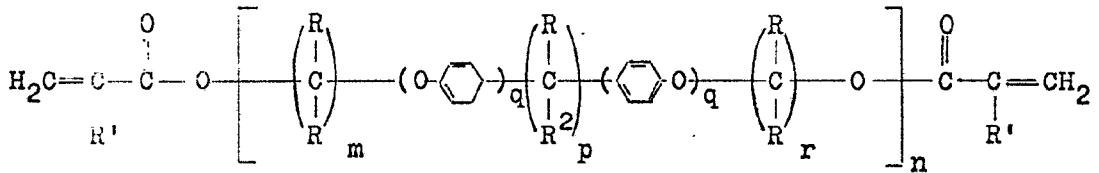
- La presente invención se refiere a la preparación
de una composición anaeróbica que utiliza ciertas sales inor-
gánicas como iniciadores de polimerización para un monómero
de éster poliacrílico polimerizable en combinación con un
acelerador de polimerización que puede ser una amina tercia-
ria, una amida N,N-di(alquilo inferior) de un ácido alifáti-
co monocarboxílico, una carboximida orgánica de un ácido po-
licarboxílico, una sulfimida orgánica de un ácido carboxíli-
co o mezclas de los anteriores. Adicionalmente se halla pre-
sente en la composición un inhibidor de polimerización del
20.
25.



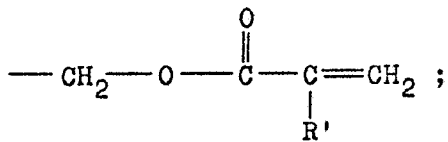
5. tipo quinona en una cantidad suficiente para retardar la polimerización del monómero mencionado durante el almacenaje de la composición en presencia de aire. Para utilizarla sobre superficies metálicas pasivadas y/o para aplicaciones en que se desee una resistencia relativamente mayor, la formulación también contiene un modificador de N-nitrosamina. - - -

Descripción de las realizaciones preferidas

10. Los monómeros de éster poliacrílico adecuados para el uso en la constitución de las composiciones selladoras anaeróbicas presentes pueden representarse por la fórmula general: - - - - -



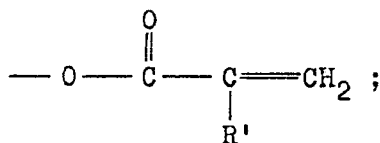
15. en que R es un miembro del grupo formado por hidrógeno, alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono inclusive, hidroxialquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono inclusive y - - - - -



R' es un miembro del grupo formado por hidrógeno, halógeno y alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono inclusive;



R² es un miembro del grupo formado por hidrógeno, alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono inclusive, hidroxil, y -----



m es un entero que tiene un valor de por lo menos 1; n es un entero que tiene un valor de por lo menos 1; p es un entero que tiene un valor de 0 ó 1; q es un entero que tiene un valor de 0 ó 1; y r es un entero que tiene un valor de por lo menos 1. -----

10. Son monómeros ilustrativos típicos dentro del alcance de la anterior fórmula general los dimetacrilatos de etilenglicol, tales como dimetacrilato de trietilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de tetraetilenglicol, dimetacrilato de polietilenglicol y similares, dimetacrilato de 1,3-butilenglicol, trimetacrilato de trimetilolpropano,
15. dimetacrilato de neopentilglicol, dimetacrilato de bisfenol A etoxilado, dimetacrilato de bisfenol C propoxilado, dimetacrilato de bisfenol A bis(2-hidroxipropilo) y similares. Para una mejor resistencia térmica, particularmente en formulaciones de retención, el dimetacrilato de bisfenol
20. A etoxilado es el monómero preferido y puede utilizarse solo o en mezclas con otros monómeros, tales como dimetacrilato de tetraetilenglicol y similares. Estos monómeros no precisan hallarse en estado puro para los fines de las presentes composiciones sino que pueden comprender materiales de tipo



comercial en que se hallan presentes inhibidores o estabilizadores de polimerización, tales como hidroquinona, benzoquinona, metileterhidroquinona o similares. - - - - -

5. Además, la porción monomérica de las presentes composiciones puede también contener algo de ácido libre, tal como ácido acrílico, ácido metacrílico o similares, de modo que el número de ácido del constituyente monomérico sea mayor de 0. Preferentemente, el número de ácido del constituyente monomérico en las composiciones selladoras preparadas según esta invención es de unos 0,005 a unos 0,05. - - - - -

15. El iniciador de sal inorgánica debe hallarse presente en la composición selladora anaeróbica en una cantidad suficiente para iniciar la polimerización del monómero entre dos superficies a unir o pegar con la exclusión de aire, es decir en ausencia de una cantidad substancial de oxígeno. Los iniciadores de sal inorgánica utilizados según esta invención son los persulfatos o percloratos de amonio, un metal alcalino o un metal alcalinotérreo. Son iniciadores de sal inorgánica ilustrativos el persulfato amónico, el perclorato amónico, el persulfato sódico, el perclorato sódico, el persulfato potásico, el perclorato potásico, el perclorato lítico, el perclorato cálcico y el perclorato magnésico. - -

25. Si bien algunos de los iniciadores de sal inorgánica previstos en la presente son sólo escasamente solubles en el monómero, al preparar las presentes formulaciones líquidas el iniciador puede introducirse en forma finamente dividida o en polvo y en una cantidad en exceso y luego filtrar-



- se el exceso no disuelto y/o no reaccionado. Alternativamente, el iniciador puede primero disolverse en el acelerador y entonces combinarse con el monómero o puede utilizarse un disolvente auxiliar, químicamente inerte con respecto a los componentes de la formulación, si así se desea. Son ilustrativos de tales disolventes auxiliares el tetrahidrofurano, los alcoholes, el acetato de cellosolve y similares. Deben evitarse los disolventes auxiliares que pueden oxidar a los peróxidos orgánicos debido a que el presente sistema iniciador o catalizador no es un sistema peróxido o hidroperóxido.
- 5.
- 10.

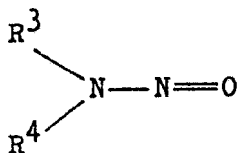
- Los iniciadores de sal inorgánica mencionados son sustancias iónicas y se caracterizan además por el hecho de que el componente no oxígeno del anión de cada caso tiene un estado atómico de oxidación de +7, tal como se describe en
15. Mahn, Textbook of University Chemistry, pp. 223 et seq., Addison-Wesley Pub. Co. (1965). - - - - -

- La cantidad específica del iniciador de sal inorgánica utilizado en una formulación selladora anaeróbica dada variará según el iniciador, el monómero y el acelerador o aceleradores particulares que se utilicen. Preferentemente, la cantidad de iniciador presente en las formulaciones selladoras anaeróbicas preparadas según esta invención puede ser de unas 0,005 a unas 15 partes en peso por 100 partes en peso del monómero. La cantidad de iniciador utilizado incluye la cantidad de iniciador presente como a tal en el producto final más cualquier cantidad de iniciador que pueda haber entrado en reacción química con otros componentes presentes.
- 20.
- 25.

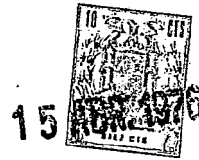
15 ABR 1976

- El análisis de las composiciones anaeróbicas preparadas, por lo que se refiere al elemento catiónico del iniciador, indica que el elemento catiónico se halla usualmente presente en una cantidad inferior a la estequiométrica con respecto al elemento no oxígeno del anión. Al constituir las presentes formulaciones se prefiere añadir inicialmente un exceso del iniciador de sal inorgánica y subsiguientemente sacar cualquier sólido no disuelto después de que se ha envejecido la formulación. Durante la constitución de la formulación el iniciador de sal inorgánica puede añadirse a la formulación en una cantidad de hasta unas 20 partes en peso por 100 partes en peso del monómero y preferentemente de unas 1 a unas 20 partes en peso por 100 partes en peso del monómero. - - -
- 5.
- 10.

- El modificador previsto para la presente invención para las formulaciones preferidas de alta resistencia es una N-nitrosoamina. Estos compuestos se hallan comercialmente disponibles y pueden representarse por la fórmula general:
- 15.



- en la que R^3 y R^4 pueden ser iguales o diferentes y pueden ser individualmente alquilo que contiene hasta unos 8 átomos de carbono, arilo, alcarilo y aralquilo que contiene de 6 a unos 18 átomos de carbono y conjuntamente pueden también formar una cadena hidrocarbúrica bivalente de 2 a 12 átomos de carbono que, conjuntamente con el átomo de nitrógeno asociado, forma un anillo heterocíclico. Esta cadena hidrocarbúri-
- 20.



ca puede ser una cadena cicloalifática (por ejemplo cicloalqueni-
leno o cicloalquileno) con o sin una estructura de anillo fundido contiguo asociada que comparta átomos de carbono con la cadena cicloalifática. - - - - -

5. Son ilustrativas de las N-nitrosoaminas previstas por la presente invención las aminas dialquilsustituidas, por ejemplo N-nitrosodipropilamina, N-nitroso-N-etil-N-metilamina, N-nitroso-N-butil-N-metilamina, N-nitroso-N-butil-N-propilamina, N-nitrosodibutilamina, N-nitrosodioctilamina y similares, las aminas aromáticas, por ejemplo N-nitrosodifenilamina, N-nitroso-N-fenil-N-bencilamina, N-nitroso-N-metil-anilina, N-nitroso-N-fenil-N-tolilamina, N-nitrosodibencilamina y similares, así como las aminas heterocíclicas, por ejemplo N-nitrosopiperidina, N-nitrosoaciridina, N-nitrosoacetidina, N-nitrosopirrolidina, N-nitrosohexametilenimina, N-nitrosopirazol, N-nitrosoimidazol, N-nitrosoindol, N-nitrosocarbazol y similares. - - - - -
- 10.
- 15.

El modificador de N-nitrosoamina puede hallarse presente en la formulación en una cantidad de unas 0,1 a unas 1 partes en peso por 100 partes del monómero, preferentemente unas 0,2 a unas 0,9 partes en peso y más preferentemente unas 0,3 a unas 0,6 partes en peso. En general, cuanto más viscosa es la formulación selladora más modificador debe hallarse presente. - - - - -

20.

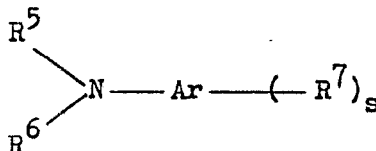
Los aceleradores preferidos de polimerización a utilizar conjuntamente con los iniciadores de sal inorgánica anteriores pueden ser una N,N-di(alquilo inferior)amida

25.

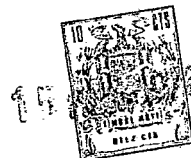


de un ácido monocarboxílico alifático, una carboximida orgánica de un ácido policarboxílico, una sulfimida orgánica de un ácido carboxílico o una combinación de éstas, presente en una cantidad suficiente para acelerar la polimerización del monómero en ausencia de aire. En formulaciones que contienen un modificador de N-nitrosoamina, puede utilizarse un acelerador de amina terciaria, solo o en combinación con cualquiera de los aceleradores mencionados. - - - - -

Las aminas terciarias ilustrativas son aminas alquil-, aril- y/o aralquilsubstituidas. Son típicas de las trialquilaminas la trietilamina, tripropilamina, tributilamina y similares. Son particularmente deseables las N,N-dialquilarilaminas de la fórmula general: - - - - -



en la que R⁵ y R⁶ son grupos hidrocarbilo que contienen hasta unos 10 átomos de carbono, preferentemente alquilo inferior que contiene hasta 4 átomos de carbono, y en la que Ar representa un núcleo aromático que puede ser fenilo o naftilo; R⁷ es un grupo hidrocarbilo que contiene hasta 5 átomos de carbono, preferentemente alquilo o alcoxi inferior que contiene hasta 4 átomos de carbono, y s es un entero que tiene un valor de 0 a 5, inclusive, con la condición de que cuando R⁷ está en la posición orto del núcleo aromático s



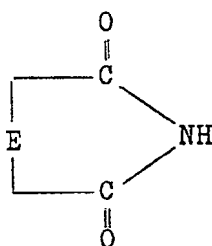
tiene un valor superior a 1. El acelerador preferido de N,N-dialquilarilamina es N,N-dimetil-p-toluidina, N,N-dietil-p-toluidina, N,N-dimetil-o-toluidina y similares. - - - - -

5. El acelerador del tipo amina terciaria puede hallarse se presente en la formulación que contiene N-nitrosoamina en una cantidad de unas 0,1 a unas 2 partes en peso por 100 partes en peso del monómero y preferentemente en una cantidad de unas 0,3 a unas 0,7 partes en peso por 100 partes en peso del monómero. - - - - -

10. Son N,N-di(alquilo inferior)carboxamidas ilustrativas la N,N-dimetilformamida, N,N-dietilformamida, N,N-dibutilformamida, N,N-dimetilacetamida, N,N-dietilpropionamida y similares. - - - - -

15. El acelerador de tipo amida puede hallarse presente en la formulación en una cantidad de unas 0,5 a unas 40 partes en peso por 100 partes del monómero y preferentemente en una cantidad de unas 5 a unas 20 partes en peso por 100 partes en peso del monómero. En general, cuanto mayor es la cantidad de acelerador de tipo amida presente en la composición selladora más rápido es el régimen de fraguado; sin embargo, disminuye la resistencia final a la ruptura. - - -

20. Son carboximidias orgánicas de un ácido policarboxílico ilustrativas las que tienen la fórmula general: - - - -

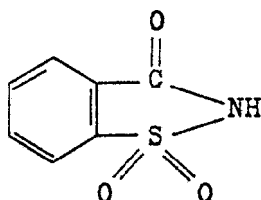


15 ABR 1970

5. en la que E representa un núcleo de cadena aromática o alifática derivado de un ácido policarboxílico. Son aceleradores de carboximida ilustrativos las succinimida, la maleimida, la malonimida, la glutarimida, la ciclohexildicarboximida, la ftalimida, la 1,2,4-bencentricarboximida, la naftalimida, sus sales metálicas y similares. - - - - -

10. El acelerador de tipo carboximida puede hallarse presente en la formulación en una cantidad de unas 0,25 a unas 2 partes en peso por 100 partes en peso del monómero y preferentemente en una cantidad de unas 0,5 a unas 2 partes en peso por 100 partes en peso del monómero. - - - - -

Son sulfimidas orgánicas de un ácido policarboxílico ilustrativas las representadas por la fórmula general: -



15. Las sulfimidas ilustrativas son sulfimida benzoica, sal sódica de sulfimida benzoica y similares. - - - - -

20. El acelerador de tipo sulfimida puede hallarse presente en la formulación en una cantidad de unas 0,25 a unas 2 partes en peso por 100 partes en peso del monómero y preferentemente de unas 0,5 a unas 2 partes en peso por 100 partes en peso del monómero. - - - - -



Un acelerador preferido para una formulación que contiene N-nitrosoamina es una combinación de una N,N-dialquilarilamina con un acelerador de tipo sulfimida, en particular, una combinación de sulfimida benzoica con N,N-dimetil-p-toluidina. Si se desea, puede también combinarse con aquéllas un acelerador de tipo amida tal como N,N-dimetilformamida, a fin de proporcionar tipos de sellador de resistencia final variable. Las cantidades relativas preferidas de los componentes individuales de la anterior combinación de acelerador, expresadas como partes en peso por 100 partes del monómero, son como sigue: - - - - -

- 5. sulfimida benzoica de unas 0,5 a unas 2 partes en peso
- 10. N,N-dimetil-p-toluidina de unas 0,3 a unas 0,7 partes en peso
- 15. N,N-dimetilformamida de 0 a unas 10 partes en peso.

Como se ha indicado anteriormente, una pequeña cantidad de estabilizante, tal como un estabilizante del tipo quinona, se halla usualmente presente en los tipos comerciales de los monómeros de éster poliacrílico adecuados para las presentes composiciones selladoras. Sin embargo, las presentes composiciones selladoras deben contener una cantidad suficiente de un estabilizante adecuado para retardar la polimerización del monómero durante el almacenaje de la composición selladora en presencia de aire, de modo que a veces se suplementa la cantidad de estabilizante presente en las composiciones monoméricas comerciales. La expresión "estabilizantes de tipo quinona" tal como se utiliza aquí y en las



reivindicaciones designa quinona y sus derivados tales como las benzoquinonas, naftoquinonas, hidroxiquinonas y similares. Son estabilizantes de tipo quinona ilustrativos la 1,4-benzoquinona, 2,5-dihidroxibenzoquinona, 2,5-difenil-p-benzoquinona, 1,2-naftoquinona, 9,10-antraquinona, metilesterhidroquinona, tetracloro-p-benzoquinona, 2,3-dicloro-1,4-naftoquinona y similares. - - - - -

La cantidad de estabilizante de tipo quinona en las presentes composiciones selladoras anaeróbicas puede variar según la naturaleza del acelerador que se utilice. En general, cuanto mayor es la actividad del acelerador más estabilizante debe hallarse presente en la formulación. Cuando se halla presente un estabilizante del tipo quinona se halla usualmente presente en una cantidad de unas 50 a unas 200 partes en peso por un millón de partes en peso del monómero (p.p.m.) o más. Preferentemente se hallan presentes de unas 75 p.p.m. a unas 150 p.p.m. de los tipos de hidroquinona o de metilesterhidroquinona. - - - - -

Para un comportamiento óptimo de las composiciones selladoras anaeróbicas, la relación en peso del acelerador al iniciador es también, en cualquier caso, un factor a tener en cuenta. La relación en peso total de acelerador a iniciador puede ser de unos 8400:1 a unos 1:150, respectivamente. Cuando el acelerador es una amina terciaria, la relación en peso de acelerador a iniciador puede ser de unos 400:1 a unos 1:60. Cuando el acelerador es una N,N-di(alquilo inferior)carboxamida, la relación en peso de acelerador a iniciador



- dor puede ser de unos 8000:1 a unos 1:30, respectivamente. En los casos en que el acelerador es una sulfonimida o una carboximida, la relación en peso de acelerador a iniciador puede ser de unos 400:1 a unos 1:60, respectivamente. Sin embargo, cuando se utiliza una mezcla de una N,N-dialquilarilamina y una sulfonimida como acelerador, la relación de acelerador a iniciador puede ser de unos 800:1 a unos 1:45, respectivamente. La relación en peso de acelerador a modificador es preferentemente de unos 40:1 a unos 1:25. - - - - -
- 5.
10. Los monómeros de ésteres poliacrílicos de tipo comercial pueden polimerizarse parcialmente al permanecer en reposo y como resultado de ello pueden desarrollar un contenido de gel relativamente alto. Esta condición puede detectarse disolviendo el monómero en metanol anhidro y observando que se desarrolla cualquier turbidez o precipitado.
15. En los casos en que se utiliza, para preparar composiciones selladoras anaeróbicas, un monómero de este tipo que tenga un contenido de gel relativamente alto, las cantidades relativas de acelerante y de modificador se ajustan preferentemente subiéndolas a fin de mejorar la vida en almacén de las composiciones producidas. En general, cuando más alto es el contenido de gel observado en el mencionado ensayo con metanol, mayor debe ser la cantidad del modificador de N-nitroso amina que se halle presente en la composición. - - - - -
- 20.
25. Según el uso final pretendido de las composiciones selladoras puede variar su viscosidad. Una composición líquida de viscosidad relativamente baja y de buena tensión



superficial que mejora la acción capilar es deseable para unir superficies muy ajustadas o para sellar piezas premontadas por medio de la penetración del sellador entre las superficies en contacto o correspondientes. Por el contrario,

5. cuando deben unirse superficies ajustadas con una relativa holgura o deben llenarse espacios vacíos, se prefieren composiciones que tengan una viscosidad relativamente alta o que tengan propiedades tixotrópicas. En general, las composiciones selladoras pueden tener una viscosidad del orden de unos

10. 10 a unos 2000 centipoises, según se determina a temperatura ambiente utilizando un viscosímetro Brookfield a 5 revoluciones por minuto y provisto de un vástago del N° RV 1. - - - -

Las características de viscosidad de la composición selladora pueden ajustarse al valor deseado utilizando una gran variedad de espesantes inertes, tales como sílice

15. ahumado o coloidal, polimetilmetacrilato, caucho poliacrílico, acetato de celulosa, butirato, ftalato de dialilo y similares. También son adecuados los agentes espesantes reactivos, tales como cloruro de polivinilo, caucho clorado y similares.

20. Además pueden también añadirse colorantes, plastificantes tales como ftalato de dioctilo y similares, agentes de desmoldeo o desprendimiento, tales como glicerina y similares y cargas inertes, tales como grumo de nylon, polvo de tetrafluoroetileno y similares. - - - - -

25. Las composiciones hermetizadoras anaeróbicas se constituyen mezclando primero una cantidad predeterminada de un monómero de éster de poliacrilato polimerizable y el ini-



ciador de sal inorgánica. Después se añade por lo menos una porción del acelerador (por ejemplo sulfimida benzoica) y la mezcla resultante se envejece hasta que se desarrollan propiedades anaeróbicas. Preferentemente, el acelerador añadido en esta etapa de constitución es del tipo que fomenta la disolución del iniciador en la mezcla. - - - - -

5. En este momento, es oportuno hacer constar que, si bien para mantener la fidelidad de este texto con el original, las unidades de medida utilizadas se dan en el sistema anglosajón, pueden utilizarse las siguientes equivalencias aproximadas para su conversión en unidades legales: °C = (°F-32).5/9; 1 pulgada = 25,4 mm; 1 pulgada-libra = 0,113 ju-
10. lios; 1 psi = 0,07 kg/cm². - - - - -

El envejecido de la mezcla preparada puede reali-
15. zarse a temperatura ambiente o a elevada temperatura. El pe-
ríodo necesario de envejecido depende en cierto grado de la temperatura de envejecido, dado que las propiedades anaeróbi-
cas se desarrollan en la formulación dentro de un tiempo re-
lativamente más corto a elevadas temperaturas y usualmente
20. es de unas 12 horas a unos 20 días según la temperatura. Son
adecuadas temperaturas de envejecido de hasta unos 200°F. A
temperatura ambiente, las formulaciones preparadas se enveje-
cen preferentemente durante siete a diez días. A temperaturas
elevadas, por ejemplo de unos 120°F, las formulaciones se en-
25. vejecen preferentemente durante un día. Después del envejeci-
do, se separan por filtración o de otra forma todos los mate-
riales sólidos presentes en la composición anaeróbica produ-
cida, por ejemplo por centrifugación y decantación de la com-



- posición. Después del envejecido y de la eliminación de los sólidos no disueltos, se añaden el modificador y el acelerador adicional (por ejemplo dimetil-p-toluidina) y la composición resultante se agita para producir una mezcla substancialmente homogénea que está lista para el uso. - - - - -
- 5.

La eficacia de la composición selladora anaeróbica puede valorarse por medio de varios ensayos. - - - - -

- La vida en almacén de una composición selladora anaeróbica se determina manteniendo la composición en una botella de polietileno de baja densidad y permeable al aire a una temperatura de $178 \pm 2^{\circ}\text{F}$ y comprobando la formulación por lo que se refiere al inicio de la polimerización (formación de gel) a intervalos de 30 minutos. Una composición selladora libre de formación de gel después de 30 minutos a $178 \pm 2^{\circ}\text{F}$ tendrá usualmente una vida en almacén, bajo condiciones normales de almacenaje, de por lo menos un año. - - -
- 10.
- 15.

- Un ensayo alternativo de vida en almacén comprende almacenar la composición en una botella de polietileno de baja densidad a $120 \pm 3^{\circ}\text{F}$ durante un período de 10 días y comprobar la formación de gel. Si no se observa formación de gel bajo estas condiciones de almacenaje después de 10 días, la composición tendrá usualmente una vida en almacén, bajo condiciones normales de almacenaje, de por lo menos un año.
- 20.

- El tiempo de fraguado y la resistencia final de una composición selladora se determinan por medio de un ensayo de "apriete con los dedos" y de un ensayo del par de
- 25.



- bloqueo. Estos ensayos se realizan aplicando unas pocas gotas de la composición selladora a los filetes expuestos de un tornillo desgrasado de acero inoxidable de 3/8 pulgadas que tiene 24 filetes por pulgada (norma U.S. "Unified Fine Thread Series, Class 2 fit") provisto de una tuerca desgrasada de 3/8 pulgadas (FF-N-836). Tanto el tornillo como la tuerca se desgrasan en 1,1,1-tricloroetano. La tuerca se desenrosca sobre los filetes humedecidos hasta que el extremo de la tuerca queda a nivel con el extremo del tornillo y luego se vuelve a enroscar hasta que el tornillo sobresale de la tuerca en de unos 1/8 a unos 3/16 de pulgadas. De esta manera se asegura una cubrición completa de la zona metálica en contacto por parte de la composición selladora. - - - - -
- 5.
- 10.

- Un tornillo tratado de la anterior manera se coloca entonces invertido sobre una superficie nivelada y se deja reposar. De tanto en tanto se controlan la tuerca y el tornillo para determinar si el sellador se ha fraguado o no en un grado en que la tuerca puede "apretarse con los dedos", es decir si la tuerca puede aún hacerse girar manualmente con respecto al perno sin ayuda de una llave o herramienta similar. Se observa el período de tiempo necesario para alcanzar un fraguado de "apriete con los dedos" y se registra como tiempo de fraguado. - - - - -
- 15.
- 20.

- Unas 24 horas después de que la tuerca y el tornillo han alcanzado un fraguado de apriete con los dedos se fija la cabeza del tornillo en un torno de sujeción, con el vástago del tornillo dispuesto verticalmente. Se aplica una
- 25.



llave dinamométrica a la tuerca y se determinan los pares requeridos para liberar la tuerca (par de ruptura) y para hacer girar la tuerca después de la liberación (par de giro).

- El par de giro se registra como par medio necesario para hacer girar la tuerca en un cuarto, la mitad, tres cuartos y una vuelta completa después de que la tuerca ha sido liberada por aplicación del par de ruptura. - - - - -
- 5.

Las composiciones selladoras anaeróbicas comercialmente preferidas son las que presentan un tiempo de fraguado hasta un estado de apriete con los dedos inferior a unas 24 horas y un valor de par de ruptura o de par de giro de 5 pulgadas-libras o superior. - - - - -

10.

El ensayo de resistencia a la cizalladura estática para una composición selladora anaeróbica se realiza aplicando la composición a un pasador desgrasado de acero, posicionando entonces un collarín del mismo material sobre el pasador y permitiendo que el conjunto resultante fragüe durante 24 horas a temperatura ambiente. Después de ello, el conjunto se coloca sobre un cilindro hueco de soporte, de modo que el collarín se apoye sobre el extremo superior del cilindro y que el extremo inferior del pasador quede recibido dentro de la porción hueca del cilindro. El cilindro hueco de soporte y el conjunto del pasador y del collarín se posicionan entonces sobre la placa móvil de un aparato de ensayos Instron, de modo que el extremo superior del pasador tope con la placa fija del aparato. - - - - -

15.

20.

25.

Para determinar la resistencia a la cizalladura es



tática de la junta obtenida entre el pasador y el collarín se hacen avanzar la placa móvil, que lleva el cilindro de soporte y el conjunto del pasador y del collarín, contra la placa fija a una velocidad de unas 0,001 pulgadas/segundo hasta

5. que se rompe la junta. Se registra la carga máxima a la ruptura y la resistencia a la cizalladura estática se cuenta dividiendo la carga máxima a la ruptura por el área de pegado entre el pasador y el collarín. - - - - -

Por lo que se refiere a los resultados de ensayo

10. indicados posteriormente, tanto el pasador como el collarín eran de acero al carbono A.I.S.I. 1018 que no tenía un acabado superior a 32 micropulgadas. El pasador tenía un diámetro exterior de $0,499 \pm 0,001$ pulgadas, el collarín tenía un diámetro interior de $0,50 \pm 0,001$ pulgadas y la holgura dimensional entre el pasador y el collarín era de $0,002 \pm 0,001$ pulgadas.

15. - - - - -

La presente invención se ilustra adicionalmente por medio de los siguientes ejemplos. - - - - -

20. EJEMPLO 1: Composición selladora anaeróbica que contiene modificador de N-nitrosodifenilamina

Se constituyó una composición selladora utilizando monómero de dimetacrilato de tetraetilenglicol (100 partes en peso), hidroquinona (unas 100 partes por millón de partes de monómero), perclorato potásico (0,55 partes en peso), sulfimida benzoica (0,5 partes en peso), dimetil-p-toluidina

25. (0,3 partes en peso) y N-nitrosodifenilamina (0,2 partes en

15 ABR 1976

so). Inicialmente se produjo una mezcla del monómero y del perclorato potásico, se añadió sulfimida benzoica y la mezcla se envejeció entonces a temperatura ambiente durante unos siete días. La mezcla envejecida se filtró después, se le añadieron dimetil-p-toluidina y N-nitrosodifenilamina y se agitó. La composición producida se ensayó por lo que se refiere al tiempo de fraguado y por lo que se refiere al par de ruptura y al par de giro, utilizando tornillos y tuercas de acero de 3/8 pulgadas. También se anotó el tiempo de formación de gel a 180°F. - - - - -

Se halló que el tiempo de fraguado era de unos 15 minutos y que el tiempo de formación de gel a 180°F era de unas 5,5 horas. El par de ruptura resultó ser de 96 pulgadas-libras y el par de giro resultó ser de 282 pulgadas-libras.

15. EJEMPLO 2: Investigación de la resistencia de cizalladura estática de composiciones selladoras anaeróbicas que contienen N-nitrosodifenilamina

Se constituyeron formulaciones selladoras anaeróbicas que contenían dimetacrilato de tetraetilenglicol, perclorato potásico y cantidades variables de aceleradores, resina de ftalato de dialilo, como espesante y N-nitrosodifenilamina, como modificador, y se ensayaron por lo que se refiere a la resistencia a la cizalladura estática, al tiempo de fraguado y a la vida en almacén a 120°F. Los resultados de ensayo se compilan en la Tabla I siguiente. Todas las cantidades de los componentes introducidos inicialmente en la formulación se expresan como partes en peso. Las composiciones de

15 ABR 1973

5. cada caso se constituyeron mezclando primero el monómero, el iniciador y sulfimida benzoica, envejeciendo la mezcla, filtrando la mezcla envejecida y mezclando después en el resto de los componentes para producir una composición substantialmente homogénea. - - - - -

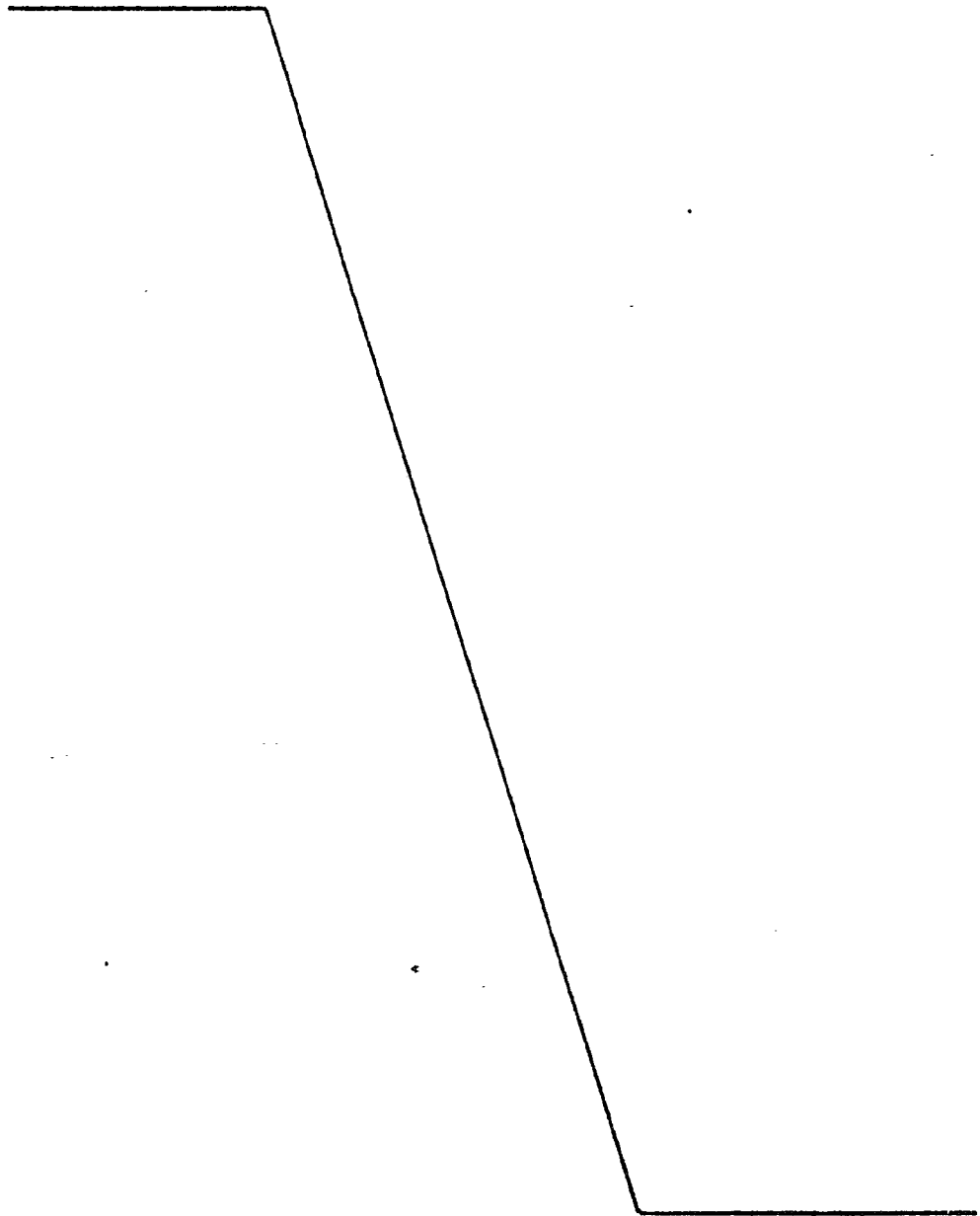




Tabla I
Propiedades de formulaciones anaeróbicas

Monómero de dime- tacrilato de te- traetilenglicol	Iniciador ¹	Coaceleradores		Modificador ⁴	Espesante ⁵	Tiempo de fraguado, h:min	Vida en al- macén a 120°F	Resistencia a la cizalladura estática, psi
		BS ²	DMT ³					
100	0,55	0,5	0,36	0,24	21	0:12	buena	2463
100	0,55	0,5	0,36	0,24	40	0:25	buena	1933
100	0,55	0,5	0,45	0,2	21	0:15	buena	2808
100	0,55	0,5	0,3	0,1	40	0:20	mediana	3742

1) KClO₄

2) BS - sulfimida benzoica

3) DMT - dimetil-p-toluidina

4) N-nitrosodifenilamina

5) Resina de ftalato de dialilo



EJEMPLO 3: Actividad de formulaciones que contienen N-nitrosoamina sobre superficies pasivas

Se preparó una formulación selladora anaeróbica por mezcla de monómero de dimetacrilato de tetraetilenglicol (100 partes en peso, que contenía unas 90 p.p.m. de hidroqui
5. nona), perclorato potásico (0,55 partes en peso), sulfimida benzoica (0,5 partes en peso), dimetil-p-toluidina (0,36 partes en peso), N-nitrosodifenilamina (0,24 partes en peso) y resina de ftalato de dialilo (40 partes en peso), de la misma
10. manera que en el Ejemplo 2. La formulación resultante se ensayó con tornillos y tuercas de 3/8"-24, de acero, de acero recubierto con zinc y de acero inoxidable. Los resultados de ensayo se compilan en la siguiente Tabla II. - - - - -

Tabla II
Actividad de las formulaciones sobre superficies pasivas

Superficie	Tiempo de fraguado, h:min	Par, pulgadas-libras	
		Ruptura	Giro
acero	0:25	144	466
cinc	0:15	108	141
acero inoxidable	0:30	80	248

Como puede verse de los anteriores resultados de ensayo, la presente formulación selladora anaeróbica es activa sobre superficies de acero inoxidable y de zinc, así como sobre superficies de acero. Además, no se observó corrosión sobre la superficie de acero después de almacenaje du-
15.



rante 30 días a condiciones ambiente. - - - - -

EJEMPLO 4: Composiciones selladoras anaeróbicas que contienen diferentes iniciadores y diferentes combinaciones de aceleradores

5. Se constituyeron formulaciones selladoras anaeróbicas mezclando monómero de dimetacrilato de tetraetilenglicol (100 partes en peso y que contenía unas 90 p.p.m. de hidroquinona), varios iniciadores, combinaciones de aceleradores y N-nitrosodifenilamina, de la misma manera que se ha indicado en el Ejemplo 2. Las composiciones obtenidas se ensayaron por lo que se refiere a la vida en almacén a temperatura ambiente, a 120°F y a 180°F, por lo que se refiere al tiempo de fraguado y por lo que se refiere al par de torsión antes y después de envejecido durante 10 días a 120°F, en
10. tornillos y tuercas de acero y de acero inoxidable de 3/8"-24. Los resultados de ensayo se indican en la siguiente Tabla III. - - - - -
- 15.

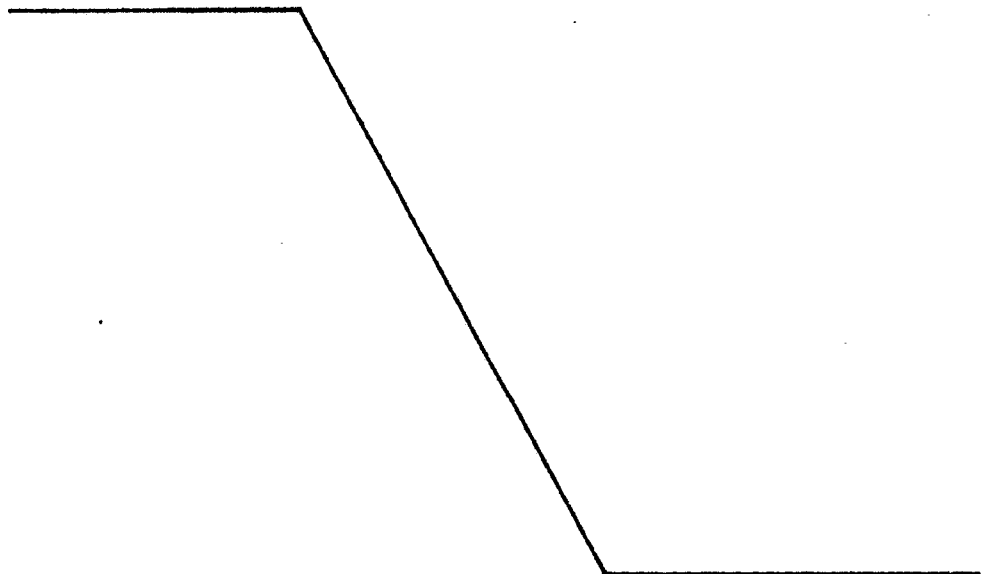


Tabla III

Comparación de propiedades de la formulación antes y después de envejecido utilizando diferentes iniciadores

Iniciador (partes/100 partes monómero)	Coaceleradores		N-nitroso difenil-amina	Vida en almacén a temp.			Tiempo de fraguado (h:min) y par en pulgadas-libras (ruptura/giro)			
	BS ²⁾	DMF ⁶⁾		DMT ³⁾	Antes de envejecido		Después de envejecido a 120°F, 10 días			
					acero	acero inoxidable	acero	acero inoxidable		
NH ₄ ClO ₄ (5,6)7)	0,5	--	0,3	<1 día	<0,5h	180°F	0:30 120/462	0:30 36/222	--	--
KClO ₄ (0,55)	0,5	--	0,3	>1 mes	>10 días	5h	0:25 84/370	0:30 60/230	0:55 108/295	1:00 48/208
NaClO ₄ (5)	0,5	--	0,3	<1 día	>10 días	3h	0:20 90/468+	0:20 30/213	sin fraguado	sin fraguado
(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ (10)7)	0,5	--	0,3	>1 mes	>10 días	3h	0:30 96/417	0:30 36/273	0:45 108/414	0:50 48/165
(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ (10)7)	0,5	5	0,3	<1 día	4 días	3h	0:30 70/249	0:30 36/117	--	--
K ₂ S ₂ O ₈ (0,217)	0,5	--	0,3	>1 mes	>10 días	3h	0:25 60/228	0:25 36/237	0:45 96/138	2:00 36/51
K ₂ S ₂ O ₈ (0,217)	0,5	5	0,3	>1 mes	5 días	3h	0:25 72/189	0:30 24/141	--	--
Na ₂ S ₂ O ₈ (0,52)	0,5	--	0,3	>1 mes	>10 días	4h	1:00 72/369	1:30 36/204	1:30 72/360	2:00 48/150
Na ₂ S ₂ O ₈ (0,52)	0,5	5	0,3	>1 mes	>10 días	4h	0:50 72/165	1:30 36/150	0:55 60/192	1:30 48/153

2) sulfimida benzoica; 3) dimetil-p-toluidina; 6) dimetilformamida; 7) cantidad añadida durante la constitución pero que no se disolvió del todo





De los datos ilustrados en la Tabla III puede verse fácilmente que los distintos percloratos y persulfatos son iniciadores eficaces para el presente sistema anaeróbico.

5. EJEMPLO 5: Sistemas anaeróbicos combinados con varios monómeros

Se prepararon formulaciones selladoras anaeróbicas de la misma manera que se ha indicado en el Ejemplo 2, utilizando varios monómeros de dimetacrilato (100 partes en peso y que contenían unas 90 p.p.m. de hidroquinona), cantidades variables de iniciador de perclorato potásico, sulfimida benzica (0,05 partes en peso), dimetil-p-toluidina (0,3 partes en peso) y N-nitrosodifenilamina (0,2 partes en peso). Las formulaciones obtenidas se ensayaron por lo que se refiere a la vida en almacén y por lo que se refiere al tiempo de fraguado y a la resistencia sobre tornillos y tuercas de acero y de acero inoxidable de 3/8"-24. Los resultados de ensayo se presentan en la siguiente Tabla IV. - - - - -

Tabla IV
Sistemas anaeróbicos con varios monómeros

Monómero	KClO ₄ , partes en peso	Vida en almacén a 120°F	Tiempo de fraguado (h:min) y par en pulgadas-libras (ruptura/giro)	
			acero	acero inoxidable
dimetacrilato de etilenglicol	0,108	1 día	1:00 36/303	1:10 84/117
dimetacrilato de 1,3-butilenglicol	0,156	3 días	0:25 36/255	0:45 84/195
dimetacrilato de bisfenol A etoxilado	5,6 ⁷⁾	>10 días	0:40 60/222	1:00 108/162

⁷⁾ cantidad añadida durante la constitución pero que no se disolvió del todo



Los anteriores datos indican que pueden obtenerse un buen tiempo de fraguado y buenas características de resistencia con varios monómeros de dimetacrilato tanto en superficies de acero como de acero inoxidable. - - - - -

5. EJEMPLO 6: Sistemas anaeróbicos combinados con varias N-nitrosoaminas

10. Se combinaron formulaciones selladoras anaeróbicas de la misma manera que se ha indicado en el Ejemplo 2 utilizando dimetacrilato de tetraetilenglicol (100 partes en peso), perclorato potásico (0,55 partes en peso), sulfimida benzoica (0,5 partes en peso), dimetil-p-toluidina (0,36 partes en peso) y 0,4 partes en peso de un compuesto orgánico que tenía un grupo nitroso en su núcleo. Las formulaciones resultantes se ensayaron por lo que se refiere a la vida en 15. frasco a 180°F y a 120°F y se determinaron el tiempo de fraguado y la resistencia sobre tuercas y tornillos de acero y de acero inoxidable de 3/8"-24. Los datos obtenidos se presentan en la siguiente Tabla V. - - - - -

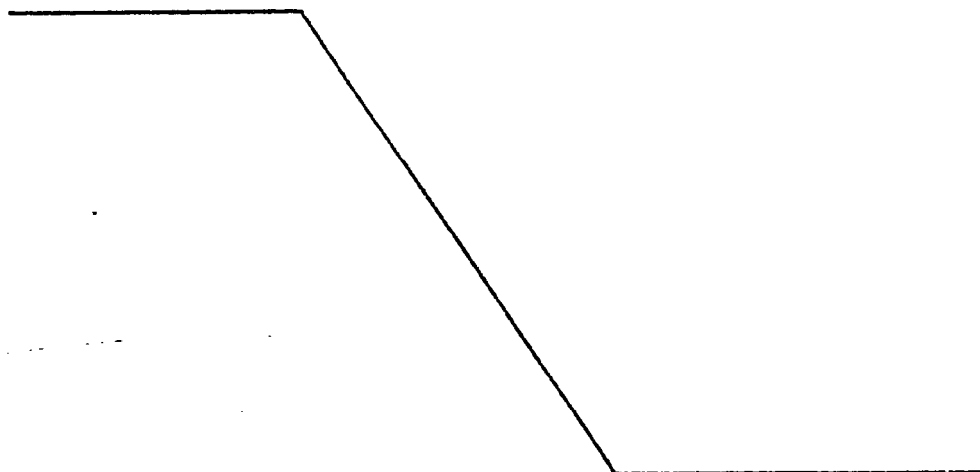
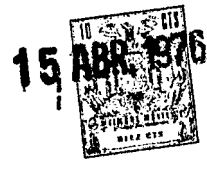


Tabla V

Actividad de compuestos nitroso en selladores anaeróbicos

Compuesto nitroso	Tiempo en frasco		acero		acero inoxidable	
	120°F	T. amb.	Tiempo de fraguado (h:min)	Par, pulgadas-libras (ruptura-giro)	Tiempo de fraguado (h:min)	Par, pulgadas-libras (ruptura-giro)
N-nitrosodifenilamina	>10 días	>38 días	0:30	84/273	0:30	72/262
p-nitrosodifenilamina	>10 días	>38 días	sin fraguado	---	sin fraguado	---
N,N-dimetil-p-nitrosoanilina	>10 días	>38 días	sin fraguado	---	24-74 horas	12/8
N-nitroso-N-fenilbencilamina	1 h	2 h	0:45	120/375	0:45	36/222
N-nitrosopiperidina	1 h	1 h	1:00	120/474	1:00	48/231
N-nitrodipropilamina	4 h	3 días	0:40	72/348	0:40	48/288
N-nitrosocarbazol	> 4 días	---	0:35	72/249	0:35	36/255
6-nitrosotimol	> 4 días	---	sin fraguado	---	sin fraguado	---





Los datos de la Tabla V ilustran que la presencia de la estructura $N=N=O$ en el compuesto modificador es necesaria para obtener las deseadas altas propiedades de resistencia en la formulación selladora. - - - - -

5. Otras composiciones selladoras anaeróbicas típicas que pueden constituirse son como sigue: - - - - -

	<u>Formulación I</u>	<u>Partes en peso</u>
	dimetacrilato de tetraetilenglicol	100
	perclorato potásico	0,55
10.	sulfimida benzoica	0,5
	N-nitrodifenilamina	0,6
	dimetil-p-toluidina	0,6
	colorante	0,009
	ftalato de dioctilo	8

	<u>Formulación II</u>	<u>Partes en peso</u>
	dimetacrilato de tetraetilenglicol	100
	perclorato potásico	0,55
	sulfimida benzoica	0,5
	N-nitrosodifenilamina	0,4
20.	dimetil-p-toluidina	0,36
	resina de ftalato de dialilo	27
	colorante	0,008
	ftalato de dioctilo	36



	<u>Formulación III</u>	<u>Partes en peso</u>
	dimetacrilato de tetraetilenglicol	100
	perclorato potásico	0,55
	sulfimida benzoica	0,5
5.	N-nitrosodifenilamina	0,9
	dimetil-p-toluidina	0,6
	dióxido de titanio	16
	polvo de tetrafluoetileno	30
	plastificante poliéster	120
10.	sílice ahumado	6

	<u>Formulación IV</u>	<u>Partes en peso</u>
	dimetacrilato de tetraetilenglicol	100
	dimetacrilato de bisfenol A etoxilado	75
	perclorato potásico	0,55
15.	sulfimida benzoica	1,0
	N-nitrosodifenilamina	0,3
	dimetil-p-toluidina	0,8
	colorante	0,02
	resina de ftalato de dialilo	30

20. EJEMPLO 7: Composición selladora anaeróbica que contiene persulfato potásico, dimetilformamida y sulfimida benzoica

25. Se constituyeron composiciones selladoras utilizando los ingredientes indicados en la siguiente Tabla VI, se envejecieron a unos 180°F durante unas 15 horas y entonces se ensayaron por lo que se refiere al tiempo de fraguado has



ta el estado de apriete con los dedos. - - - - -

Tabla VI

Ingrediente	Formulación	gramos de ingrediente			
		A	B	C	D
Dimetacrilato de tetraetilenglicol		50	50	50	50
Persulfato potásico		1,5	1,5	1,5	1,5
Dimetilformamida		-	10,0	-	10,0
Sulfimida benzoica		-		0,4	0,4

5. No se observó fraguado en 24 horas para la Formulación A, el tiempo de fraguado para la Formulación B resultó ser de 2 horas y se observó un fraguado parcial para la Formulación C después de 24 horas (sin fraguado después de 4 horas), pero la Formulación D tuvo un tiempo de fraguado de 0,167 horas. Los datos anteriores demuestran que se obtiene un efecto acelerador sinérgico cuando se utiliza una combinación de dimetilformamida y sulfimida benzoica a una relación respectiva en peso de unos 25 a 1 como acelerador para la polimerización iniciada con persulfato potásico. - - - - -
- 10.

EJEMPLO 8: Composición selladora anaeróbica que contiene dimetacrilato de tetraetilenglicol, iniciador de sal inorgánica y coaceleradores

15. Se constituyeron composiciones selladoras utilizando monómero de dimetacrilato de tetraetilenglicol (100 partes en peso), estabilizante (hidroquinona, 90 partes por millón de partes de monómero), varios iniciadores de sales inorgánicas y como coaceleradores dimetilformamida (20 par-



tes en peso) y cantidades variables de sulfimida benzoica. Durante la constitución el iniciador de sal inorgánica se mezcló con el monómero y entonces se añadieron los coacelera
 5. dores y la mezcla resultante se envejeció durante una semana aproximadamente a temperatura ambiente. Después de ello la composición envejecida se filtró y se ensayó por lo que se refiere al tiempo de fraguado, par de ruptura y par de giro. Las composiciones producidas y los resultados de ensayo de las mismas se compilan en la siguiente Tabla VII. - - - - -

Tabla VII

Iniciador (partes en peso) ⁸	Coaceleradores (partes en peso) ⁸		Tiempo de fraguado, h:min	Par, pulgadas-libras	
	DMF ⁶	BS ²		Ruptura	Giro
KClO ₄ (0,55)	20	0,5	0:10	18	20
K ₂ S ₂ O ₈ (0,217)	20	0,8	0:50	24	24
Na ₂ S ₂ O ₈ (0,52)	20	0,8	0:25	24	42
NaClO ₄ H ₂ O (5,0)	20	0,5	72:00	12	12

10. 2) BS - sulfimida benzoica
 6) DMF - dietilformamida
 8) por 100 partes en peso del monómero

Los datos anteriores demuestran las propiedades anaeróbicas de las composiciones preparadas según esta inven
 15. ción. - - - - -

EJEMPLO 9: Composición selladora anaeróbica con persulfato amónico como iniciador

Se formularon composiciones añadiendo a monómero de

15 ABR. 1976

5. dimetacrilato de tetraetilenglicol (100 partes en peso), dimetilformamida (20 partes en peso), persulfato amónico como iniciador y cantidades variables de hidroquinona como inhibidor. La mezcla resultante se remezcló y entonces se envejeció durante siete días. Después de envejecido la porción líquida de la formulación producida se decantó y se ensayó por lo que se refiere al tiempo de fraguado, al par y a la estabilidad a 120°F durante 10 días. Los resultados de ensayo se ilustran en la siguiente Tabla VIII. - - - - -

Tabla VIII

Iniciador partes en peso ⁸⁾	Inhibidor, p.p.m.	Tiempo de fraguado h:min	Par, pulgadas-libras		Estabilidad
			Ruptura	Giro	
1,5	90	1:30	12	12	media ¹⁰⁾
1,5	130	2:00 ⁹⁾	--	--	buena
1,5	190	2:00 ⁹⁾	--	--	buena
1,5	250	sin fraguado	--	--	buena

10. ⁸⁾ por 100 partes en peso del monómero

⁹⁾ fraguado parcial

¹⁰⁾ gelificado después de 48 horas

EJEMPLO 10: Composición selladora anaeróbica con perclorato amónico como iniciador

15. A 100 partes en peso de monómero de dimetacrilato de tetraetilenglicol se le añadieron perclorato amónico (10 partes en peso), dimetilformamida (0,5 partes en peso), sul-



5. fimida benzoica (0,5 partes en peso) e hidroquinona (69 p.p.m.)
 La mezcla resultante se remezcló entonces y la mezcla obteni-
 da se envejeció durante períodos variables de tiempo. Después
 del envejecido, la porción líquida de la formulación produci-
 da se decantó y se ensayó por lo que se refiere al tiempo de
 fraguado, al par y a la estabilidad. Los resultados se presen-
 tan en la siguiente Tabla IX. - - - - -

Tabla IX

Tiempo de enveje- cido, días	Tiempo de fragua- do, h:min	Par, pulga- das-libras		Estabi- lidad
		Ruptu- ra	Gi- ro	
3	1:00	9	9	
10	3:00	96	114	
13	1:00	240	219	buena

10. Los datos anteriores demuestran las mejores carac-
 terísticas de par obtenibles con el envejecido de las formu-
 laciones producidas. - - - - -

EJEMPLO 11: Composición selladora anaeróbica que contiene
 perclorato amónico y dimetilformamida

Se preparó una mezcla de monómero de dimetacrilato
 de tetraetilenglicol (100 partes en peso), perclorato amóni-
 co, dimetilformamida e inhibidor de hidroquinona (69 p.p.m.)
 y se envejeció durante tres días. Después de ello se decantó
 la porción líquida de la mezcla y se ensayó por lo que se re-
 fiere al tiempo de fraguado y al par. Los resultados de en-



sayo se indican en la siguiente Tabla X. - - - - -

Tabla X

Iniciador partes en peso ⁸⁾	DMF, ⁶⁾ partes en peso ⁸⁾	Tiempo de fraguado, h:min	Par, pulgadas-libras	
			Ruptura	Giro
2	10	5-18	60	36
2	20	5-18	24	15
5	5	5:00	24	23
5	20	4:00	96	99
10	5	5-18	24	12
10	40	5-18	24	24

6) Dimetilformamida

8) por 100 partes en peso del monómero

5. EJEMPLO 12: Composiciones selladoras anaeróbicas preparadas con monómero de trimetacrilato de trimetilolpropano

10. Se mezcló monómero de trimetacrilato de trimetilolpropano (100 partes en peso) con varios iniciadores (10 partes en peso) y con cantidades variables de dimetilformamida. Las mezclas producidas envejecieron durante siete días, se decantó su porción líquida y se ensayaron por lo que se refiere al tiempo de fraguado y al par. Los resultados de ensayo se indican en la siguiente Tabla XI. - - - - -

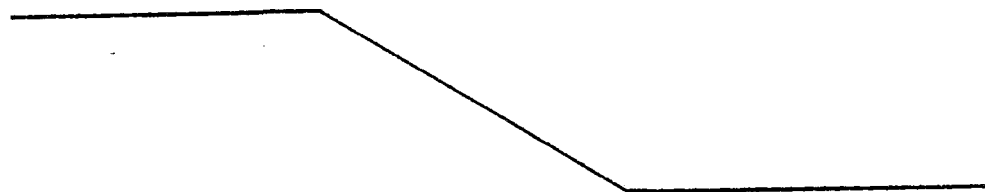




Tabla XI

Iniciador	DMF, 6) partes en peso 8)	Tiempo de fraguado, h:min	Par, pulgadas-libras	
			Ruptura	Giro
KClO ₄	1	4:00	12	12
KClO ₄	2	3:00	12	12
KClO ₄	5	3:00	12	12
NH ₄ ClO ₄	1	3:00	12	12
NH ₄ ClO ₄	5	3:00	6	6
K ₂ S ₂ O ₈	1	4:00	12	12
K ₂ S ₂ O ₈	5	4:00	18	18
Na ₂ S ₂ O ₈	1	3:55	96	123
Na ₂ S ₂ O ₈	10	4:10	24	24

6) Dimetilformamida

8) por 100 partes en peso de monómero

5. El ejemplo anterior ilustra la eficacia del monómero de trimetacrilato de trimetilolpropano en formulaciones selladoras anaeróbicas que contienen iniciadores de sales inorgánicas. - - - - -

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - -

10.

R E I V I N D I C A C I O N E S

1.- Método para preparar una composición selladora



anaeróbica, caracterizado porque comprende las etapas de: -

- 5. incorporar conjuntamente un monómero de éster poliacrílico, un iniciador de sal inorgánica elegido del grupo formado por perclorato amónico, perclorato de metal alcalino, perclorato de metal alcalinotérreo, persulfato amónico, persulfato de metal alcalino y persulfato de metal alcalinotérreo, un acelerador y un inhibidor de polimerización; - - - - -

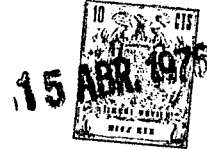
- 10. envejecer la mezcla formada durante un período de tiempo suficiente para desarrollar propiedades anaeróbicas; y - - - - -

eliminar los sólidos de la mezcla envejecida.-

- 15. 2.- Método según la reivindicación 1, caracterizado porque, cuando se forma la mezcla del monómero y del iniciador, sólo se añade una porción del acelerador y porque el resto del acelerador y un modificador se añaden a la mezcla envejecida libre de sólidos. - - - - -

3.- "METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION SELLADO RA ANAEROBICA". - - - - -

- 20. Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de cuarenta hojas, foliadas



y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID, 15 ABR. 1976

P.A. M. CURELL SUÑOL

Alcántara

maf.