



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 331 696**

51 Int. Cl.:  
**C08L 81/00** (2006.01)  
**C08L 81/02** (2006.01)  
**C08L 81/04** (2006.01)  
**C09K 3/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04705983 .7**  
96 Fecha de presentación : **28.01.2004**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1587871**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **26.10.2005**

54 Título: **Composiciones preformadas en forma conformada.**

30 Prioridad: **30.01.2003 US 355813**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**13.01.2010**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**13.01.2010**

73 Titular/es: **PRC-DESOTO INTERNATIONAL, Inc.**  
**5430 San Fernando Road**  
**Glendale, California 91209, US**

72 Inventor/es: **Cosman, Michael, A.**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 331 696 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).

# ES 2 331 696 T3

## DESCRIPCIÓN

Composiciones preformadas en forma conformada.

5 La presente solicitud reivindica el beneficio de prioridad de la Solicitud de Patente de EE.UU. No. 10/355.813, presentada el 30 de enero de 2003, cuyos contenidos completos se incorporan aquí por referencia en su totalidad.

### Descripción de la invención

#### 10 Campo de la invención

La presente invención se refiere a composiciones preformadas en forma conformada y al uso de composiciones preformadas para el sellado de aberturas.

#### 15 Antecedentes de la invención

20 Los polímeros de polisulfuro son conocidos en la técnica. La producción de polímeros de polisulfuro ha sido identificada por Fettes y Jorczak, en *Industrial and Engineering Chemistry*, págs. 2217-2233, Noviembre, (1959). El uso comercial de polímeros de polisulfuro en la fabricación de sellantes para aplicaciones aeroespaciales hace tiempo que se conoce y usa comercialmente. Los sellantes de polisulfuro se han usado para sellar el fuselaje exterior de aeronaves debido a su alta resistencia a la tracción, alta resistencia al desgarre, resistencia térmica y resistencia a la luz ultravioleta. Los sellantes de polisulfuro se han usado para sellar depósitos de combustible de aeronaves debido a la resistencia al combustible y adhesión tras exposición al combustible.

25 Los sellantes de polisulfuro se aplican generalmente por extrusión usando una pistola tapajuntas. Un procedimiento de este tipo puede ser eficaz para paneles permanentes instalados sobre el fuselaje de la aeronave. Sin embargo, la extrusión de un sellante para sellar aberturas en el fuselaje de una aeronave, tal como las asociadas con puertas de acceso, pueden requerir una cantidad significativa de esfuerzo adicional al de la extrusión del mismo sellante a paneles permanentes. Para extruir un sellante, se tapa el perímetro interior de la abertura de la puerta de acceso y el perímetro exterior de la puerta de acceso se recubre con un agente anti-adhesivo antes de la extrusión del sellante al área tapada de la abertura de la puerta de acceso, para evitar que el sellado cierre una puerta de acceso. La puerta de acceso se coloca en su sitio y se asegura fuertemente para forzar el exceso de sellante alrededor de la puerta de acceso. El sellante se deja curar y el sellante alrededor de la puerta de acceso. El sellante se deja curar y el exceso de sellante se elimina. Este procedimiento es costoso en tiempo y puede añadir un trabajo significativo al mantenimiento de la aeronave con muchas puertas de acceso. Alguna aeronave puede tener tantas como un centenar o más de puertas de acceso que se usan para cubrir equipo o dispositivos sensibles a los cuales se debe acceder periódicamente.

40 De acuerdo con ello, es deseable proporcionar un procedimiento para el sellado de puertas de acceso, por ejemplo las que existen en el fuselaje de una aeronave, los cuales no requieran ser tapados, que reduzca la eliminación y/o no sean tan costosos en trabajo y tiempo como el procedimiento de extrusión convencional para el sellado de puertas de acceso.

### Sumario de la invención

45 De acuerdo con realizaciones de la invención, una composición comprende (a) un polímero que contiene azufre, y (b) una mezcla de cargas, en la que la mezcla comprende substancialmente cantidades iguales en peso de mica y poliamida.

50 De acuerdo con realizaciones de la invención, un procedimiento para el sellado de una abertura comprende (a) la aplicación de una composición preformada que comprende un polímero que contiene azufre en forma de cinta para cubrir la abertura, y (b) el curado de la composición mientras está en el sitio que cubre la abertura con el fin de sellar la abertura.

### Descripción detallada de las realizaciones

55 En ciertas realizaciones de la invención, una composición preformada adecuada para el sellado de aberturas, por ejemplo, aberturas alargadas en el fuselaje de una aeronave, comprende un polímero que contiene azufre en forma conformada. El término "preformada" se refiere a una composición tal que puede prepararse en una forma particular para facilidad de empaquetado, almacenaje, y/o manipulación. Una composición que está preformada puede volverse a conformar en cualquier forma o bien intencionadamente o bien como un resultado de expedición y/o manipulación. El término "forma conformada" se refiere a una configuración tal que el espesor de la composición preformada sea substancialmente menor que la dimensión lateral e incluye, cintas, láminas y formas cortadas o juntas. La "forma conformada" puede estar en la forma de una cinta en el sentido de una forma, tira o banda estrecha que puede almacenarse en forma de rollos, bobinas o tiras. La "forma conformada" puede igualmente cortarse en troquel a las dimensiones de la abertura a sellar.

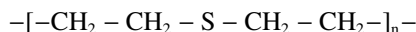
65 El término "sellante", "sellado", o "sello" se refiere a composiciones que tienen la capacidad de resistir condiciones atmosféricas tales como humedad y temperatura y que al menos parcialmente bloquean la transmisión de materiales

## ES 2 331 696 T3

tales como agua, combustible, y otros líquidos y gases. Frecuentemente, los sellantes tienen propiedades adhesivas, pero no son simplemente adhesivos que no tienen las propiedades de bloqueo de un sellante. El término "abertura alargada" se refiere a una abertura en la cual la longitud es al menos tres veces la anchura.

5 En ciertas realizaciones, los polímeros que contienen azufre útiles en la práctica de la invención son polímeros de polisulfuro que contienen múltiples grupos sulfuro, es decir, -S-, en la cadena principal y/o en las posiciones terminales o colgantes sobre la cadena del polímero. Dichos polímeros se describen en la Patente de EE.UU. No. 2.466.963, en la que los polímeros descritos tienen múltiples enlaces -S-S- en la cadena principal del polímero. Otros polímeros de polisulfuro útiles son aquellos en los que el enlace polisulfuro está reemplazado por un enlace politioéter, es decir,

10



15 en la que n es desde 8 hasta 200 tal como se describe en la Patente de EE.UU. No. 4.366.307. Los polímeros de polisulfuro pueden terminarse con grupos no reactivos tal como alquilo, aunque preferiblemente los polímeros de polisulfuro contienen grupos reactivos en las posiciones terminales o colgantes. Los grupos reactivos típicos son tiol, hidroxilo, amino, y vinilo. Dichos polímeros de polisulfuro se describen en la Patente de EE.UU. No. 2.466.963 y Patente de EE.UU. No. 4.366.307 anteriormente mencionadas y en la Patente de EE.UU. No. 6.372.849. Dichos polímeros de polisulfuro pueden curarse con agentes de curado que son reactivos con los grupos reactivos del polímero de polisulfuro.

20 En ciertas realizaciones, se prefieren las composiciones curables de dos componentes a las composiciones curables de un solo componente, dado que las composiciones curables de dos componentes proporcionan la mejor reología para aplicación y muestran propiedades físicas y químicas deseables en la composición curada resultante. Tal como se usa aquí, los dos componentes se refiere a la composición base y a la composición del agente de curado, En ciertas realizaciones, la composición base comprende polímeros de polisulfuro, agentes oxidantes, aditivos, cargas, plastificantes,

25 disolventes orgánicos y combinaciones de los mismos. En ciertas realizaciones, la composición del agente de curado comprende agentes de curado, plastificantes, aditivos, cargas y combinaciones de los mismos.

Los polímeros que contienen azufre de la invención tienen, típicamente, pesos moleculares promedio en número que varían desde 500 hasta 8.000 Daltons, y más típicamente desde 1.000 hasta 4.000 Daltons, determinados mediante cromatografía de permeación de gel usando un patrón de poliestireno. Para los polímeros que contienen azufre que contienen grupos funcionales reactivos, los polímeros que contienen azufre tienen funcionalidades promedio que varían desde 2,05 hasta 3,0, y más típicamente, desde 2,1 hasta 2,6. Puede lograrse una funcionalidad promedio específica mediante la adecuada selección de los ingredientes reactivos. Ejemplos de polímeros que contienen azufre adecuados son los disponibles de PRC-DeSoto International, Inc., bajo la marca comercial PERMAPOL<sup>®</sup>, específicamente, PERMAPOL P-3.1E<sup>®</sup> o PERMAPOL P-3<sup>®</sup>.

En ciertas realizaciones, la composición preformada de la presente invención comprende un agente de curado para el polímero que contiene azufre. En otras realizaciones, el agente de curado es reactivo a 10°C hasta 80°C. El término "reactivo" significa capaz de reacción química e incluye cualquier nivel de reacción desde reacción parcial hasta completa de un reactante. En ciertas realizaciones, un agente de curado es reactivo cuando proporciona la reticulación o gelificación de un polímero que contiene azufre.

En ciertas realizaciones, la composición preformada comprende un agente de curado que contiene agentes oxidantes que oxidan los grupos mercaptano terminales del polímero que contiene azufre para formar enlaces disulfuro. Los agentes de curado útiles incluyen dióxido de plomo, dióxido de manganeso, dióxido de calcio, perborato sódico monohidrato, peróxido de calcio, peróxido de cinc, y dicromato. El término "agente de curado" se refiere a cualquier material que puede agregarse a un polímero que contiene azufre para acelerar el curado o gelificación del polímero que contiene azufre. Los agentes de curado son también conocidos como aceleradores, catalizadores o pastas de curado.

En ciertas realizaciones, las composiciones preformadas de la presente invención comprenden uno o más agentes de curado que contienen grupos funcionales reactivos que son reactivos con los grupos funcionales unidos al polímero que contiene azufre. Los agentes de curado útiles incluyen politioles, tales como politioéteres, para el curado de polímeros con terminación vinilo; poliisocianatos tal como diisocianato de isoforona, diisocianato de hexametileno, y mezclas y derivados isocianurato de los mismos para el curado de polímeros con terminación tiol, hidroxilo y amino; y, poliepóxidos para el curado de polímeros con terminación amina y tiol. Los ejemplos de poliepóxidos incluyen diepóxido de hidantoína, epóxidos de Bisfenol-A, epóxidos de Bisfenol-F, epóxidos de tipo Novolaca, poliepóxidos alifáticos, y resinas fenólicas e insaturadas epoxidadas. El término "poliepóxido" se refiere a un material que tiene un equivalente 1,2-epoxi superior a uno e incluye monómeros, oligómeros, y polímeros.

En ciertas realizaciones, las composiciones preformadas de la presente invención comprenden aditivos. El término "aditivo" se refiere a un componente no reactivo en la composición preformada que proporciona una propiedad deseada. Los ejemplos de aditivos incluyen micas y poliamidas. La mica es un silicato caracterizado por una segmentación basal que imparte flexibilidad a las láminas. Las micas incluyen muscovita natural, flogopita, y biotita, así como disílice de bario y fluoroflogopita sintética. La preparación de micas sintéticas se describe en la *Encyclopedia of Chemical Technology*, vol. 13, págs. 398-424, John Wiley & Sons, (1967). La mica proporciona flexibilidad y plegabilidad a la composición preformada y reduce la pegajosidad. La poliamida en polvo proporciona viscosidad y reduce la pegajosidad de la composición preformada. Las resinas de poliamida pueden producirse mediante la reacción de condensación de ácido grasos dimerizados, tal como ácido linoleico dimerizado, con poliaminas alifáticas de bajo

## ES 2 331 696 T3

peso molecular, tal como por ejemplo, etieno diamina o dietileno triamina, de manera tal que el producto final tiene múltiples grupos amida en la cadena principal de la resina. En la Patente de EE.UU. No. 2.450.940 se describe un procedimiento para la fabricación de resinas de poliamida. Las resinas de poliamida adecuadas para la composición preformada son sólidas a la temperatura de uso y típicamente tienen un peso molecular promedio en número de al menos 10.000 Daltons.

Otros aditivos útiles en las composiciones preformadas de la presente invención incluyen los comúnmente usados en la técnica, tal como negro de humo y carbonato cálcico. Otros aditivos incluyen sílice ahumada, microesferas, dióxido de titanio, yesos, cenizas alcalinas, celulosa, sulfuro de cinc, espato pesado, óxidos alcalinotérreos, e hidróxidos alcalinotérreos. Los aditivos incluyen igualmente materiales de alto intervalo de separación tal como sulfuro de cinc y compuestos de bario inorgánicos. Otros aditivos incluyen plastificantes. Los plastificantes que son útiles incluyen ésteres de ftalato, parafinas cloradas, y terfenilos hidrogenados.

En ciertas realizaciones, la composición preformada comprende además un disolvente orgánico, tal como una cetona o un alcohol, por ejemplo metil etil cetona y alcohol isopropílico, o una combinación de los mismos.

En ciertas realizaciones, la mica y la poliamida forman conjuntamente el 10% en peso hasta el 50% en peso del peso total de la composición preformada, con cantidades substancialmente iguales de mica y poliamida. Substancialmente igual significa que la cantidad de mica y la cantidad de poliamida están presentes en una cantidad menor del 5% en peso de una con respecto a la otra. Las cantidades superiores al 50% en peso pueden ser difíciles de mezclar. La cantidad de mica puede variar desde 5% en peso hasta 25% en peso y la cantidad de poliamida desde 5% en peso hasta 25% en peso. En una realización, la cantidad de mica varía desde 10% en peso hasta 20% en peso y la cantidad de poliamida varía desde 10% en peso hasta 20% en peso del peso total de la composición preformada. La adición de únicamente mica o únicamente poliamida impacta la reología de la composición preformada no curada, pero generalmente no cambia las propiedades de la composición preformada cuando está curada, tal como alargamiento a la tracción, compresión, resistencia a combustibles y resistencia térmica.

En ciertas realizaciones, la composición base y la composición del agente de curado se ajustan hasta 100 partes en peso de la composición base y 2 hasta 12 partes en peso de la composición de curado. En general, la relación equivalente de agente de curado a polímero que contiene azufre debería variar desde 0,5:1 hasta 2,0:1.

En ciertas realizaciones, otros aditivos distintos de mica y poliamida comprenden hasta el 30% en peso del peso total de la composición preformada.

En ciertas realizaciones, las composiciones preformadas de la presente invención se preparan como componentes separados referidos como la composición base y la composición del agente de curado antes del mezclado y aplicación.

En ciertas realizaciones, la composición base puede prepararse por cargas discontinuas mezclando un polímero que contiene azufre, mica, poliamida, y otros aditivos en un mezclador planetario doble bajo vacío. Otro equipo de mezclado adecuado incluye una extrusora amasadora, mezclador sigma, o mezclador de brazo en "A" doble. Por ejemplo, se cargan un polímero que contiene azufre, 2-mercaptoetanol, y un plastificante en el mezclador planetario doble y se mezclan bajo vacío durante 6 a 8 minutos. A continuación, se mezcla la mica hasta homogenizado, seguido de la adición de dióxido de titanio que se mezcla hasta homogenizado. A continuación, se carga carbonato cálcico y se mezcla hasta homogenizado, seguido de la adición de mica que se mezcla hasta homogenizado. A continuación, se carga la poliamida y se mezcla hasta homogenizado, y, a continuación, la mezcla se mezcla durante 3 a 15 minutos bajo vacío. A continuación, se cargan las microesferas y se mezclan hasta homogenizado. A continuación, la mezcla se mezcla durante un tiempo adicional de 15 a 20 minutos bajo un vacío de 0,133 kPa o superior. En el transcurso del procedimiento se lleva a cabo un ensayo y, si la mezcla es demasiado pegajosa, se agregan cantidades iguales de mica y poliamida en polvo y se mezclan bajo vacío para reducir la pegajosidad. A continuación, la composición base se extruye del mezclador usando un émbolo de pistón de alta presión.

La composición del agente de curado puede prepararse en cargas discontinuas mezclando el agente de curado y otros aditivos. En ciertas realizaciones, el 75% del plastificante total tal como terfenilo parcialmente hidrogenado y un acelerador tal como una mezcla de dipentametileno/tiuram/polisulfuro se mezclan en un mezclador de ancla de un solo eje. A continuación, se agrega tamiz molecular en polvo y se mezcla durante 2 a 3 minutos. A continuación, se mezcla el cincuenta por ciento del total de dióxido de manganeso hasta homogenizado. A continuación, se mezclan ácido esteárico, estearato sódico, y el resto del plastificante hasta homogenizado, seguido del 50% restante del dióxido de manganeso que se mezcla hasta homogenizado. A continuación, se mezcla la sílice hasta homogenizado. Si la mezcla es demasiado pegajosa puede agregarse un tensioactivo para aumentar la humectación. A continuación, la composición del agente de curado se mezcla durante 2 a 3 minutos, se para sobre un molino de pintura de tres rodillos para lograr una molienda, y se devuelve al mezclador de ancla de un solo eje y se mezcla durante un tiempo adicional de 5 a 10 minutos. A continuación se retira la composición del agente de curado del mezclador con un émbolo de pistón y se introduce en contenedores de almacenamiento y envejece durante al menos 5 días antes de combinarlo con la composición base.

La composición base y la composición del agente de curado se mezclan conjuntamente para formar la composición preformada. La composición base y la composición del agente de curado se combinan en la relación deseada usando un equipo de medición de mezclado provisto de un cabezal de mezclado dinámico. La presión procedente del equipo de

## ES 2 331 696 T3

medición de mezclado fuerza a las composiciones base y del agente curado a través del cabezal de mezclado dinámico y de una matriz de extrusión. En ciertas realizaciones, la composición preformada se extruye en una forma laminar que incluye una cinta o lámina. La composición preformada en forma de lámina puede cortarse en cualquier forma deseada tal como la definida por las dimensiones de una abertura a sellar. En ciertas realizaciones, la forma conformada puede enrollarse con papel anti-adhesivo separando cada anillo con fines de almacenamiento. A continuación, la forma conformada se refrigera colocando la forma conformada sobre un lecho de hielo seco y colocando otra capa de hielo seco sobre la parte superior de la forma conformada. La forma conformada se refrigera inmediatamente después del mezclado de la composición base y la composición del agente de curado. La forma conformada se mantiene expuesta al hielo seco durante 5 a 15 minutos y, a continuación, se coloca a una temperatura de almacenamiento de -40°C o menor. El término “refrigerada” se refiere a la reducción de la temperatura de la composición preformada con el fin de retardar y/o interrumpir el curado de la composición preformada. Típicamente, la composición preformada en forma conformada se refrigera por debajo de -40°C.

En ciertas realizaciones, la temperatura de la composición preformada se eleva hasta una temperatura de uso que varía desde 4°C hasta 32°C antes de su aplicación. Esto se realiza con el fin de que la composición preformada alcance la temperatura de uso durante no más de 10 minutos antes de su aplicación.

En ciertas realizaciones, la composición preformada en forma conformada puede usarse para sellar una abertura entre un panel de acceso separable y la superficie adyacente al perímetro de una abertura en un fuselaje de aeronave. En primer lugar, se frota el promotor de adhesión sobre el perímetro de la abertura del panel de acceso después que la superficie se ha limpiado con un disolvente de limpieza tal como Desoclean®. A continuación, la superficie del panel de acceso se limpia y recubre con un agente anti-adhesivo antes de aplicar la composición preformada. La composición preformada en forma conformada se aplica manualmente a la superficie adyacente al perímetro de la abertura del panel de acceso, a la superficie adyacente al perímetro del panel de acceso, o a ambos. A continuación, el panel de acceso se coloca en su sitio y se asegura fuertemente forzando el exceso de composición preformada alrededor de los bordes del panel de acceso. El exceso de composición preformada se elimina fácilmente usando, por ejemplo, una superficie plana. El exceso de composición preformada puede eliminarse o bien antes del curado o bien después de que la composición preformada ha curado, y preferiblemente después de que la composición preformada cure.

La integridad, resistencia a la humedad y resistencia al combustible del sello resultante de la aplicación de las composiciones preformadas de la presente invención puede evaluarse realizando los ensayos identificados en la especificación MMS 332. Un sello aceptable será estanco y resistente a la humedad y al combustible de aeronaves.

Es de señalar que, tal como se usa en esta memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas, las formas singulares “un”, “una”, y “el” incluyen los referentes en plural salvo que de manera expresa e inequívoca se limite a un referente. Así, por ejemplo, la referencia a “una carga” incluye dos o más cargas. Igualmente, es de señalar que, tal como se usa aquí, el término “polímero” quiere decir que se refiere a polímeros, oligómeros, homopolímeros, y copolímeros.

Para los fines de esta memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas, salvo que se indique lo contrario, todos los números que expresan cantidades de ingredientes o porcentajes o proporciones de otros materiales, condiciones de reacción, etc., usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones, han de entenderse como modificados en todos los casos por el término “aproximadamente”. De acuerdo con ello, salvo que se indique lo contrario, los parámetros numéricos fijados en la memoria descriptiva siguiente y las reivindicaciones adjuntas son aproximaciones que pueden variar, dependiendo de las propiedades deseadas que se pretenden obtener mediante la presente invención. Finalmente, y no como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de equivalentes al ámbito de las reivindicaciones, cada parámetro numérico debería al menos considerarse a la vista del número de dígitos significativos presentados y por la aplicación de técnicas de redondeo ordinarias.

A pesar de que los intervalos numéricos y parámetros que fijan el amplio ámbito de la invención son aproximaciones, los valores numéricos fijados en los ejemplos específicos se han presentado de la manera más precisa posible. No obstante, cualquier valor numérico, contiene, de manera inherente, ciertos errores resultantes necesariamente de la desviación estándar encontrada en sus mediciones de ensayos respectivos. Más aún, todos los intervalos aquí descritos han de entenderse que abarcan todos y cada uno de los sub-intervalos aquí asumidos. Por ejemplo, un intervalo de “10 a 50” incluye todos y cada uno de los sub-intervalos comprendidos entre (e incluyendo) el valor mínimo de 10 y el valor máximo de 50, es decir, todos y cada uno de los sub-intervalos que tienen un valor mínimo igual o mayor de 10 y un valor máximo igual o menor de 50, por ejemplo, 25 a 50.

Los ejemplos siguientes ilustran ciertas realizaciones de la presente invención.

### Ejemplo 1

En el Ejemplo 1, se mezclaron los siguientes materiales en las proporciones de acuerdo con la Tabla I, para formar la composición base: polímero de polisulfuro Thioplast® de Akzo-Nobel, 2-mercaptoetanol de BASF, plastificante terfenilo parcialmente hidrogenado Terminol® de Solutio, resina fenólica de PRC-DeSoto International, Inc., sílice ahumada Cab-O-Sil® de Cabot Corporation, dióxido de titanio, carbonato cálcico precipitado Socal® o Winnofil® de Solvay, mica de ACME-Hardesty Company, poliamida en polvo Orgasol® de Atofina, y microesferas Expancel® de Azko-Nobel.

## ES 2 331 696 T3

TABLA I  
*Composición base*

	Por ciento en peso
Polímero de polisulfuro	36,56
2-mercaptoetanol	0,10
Terfenilo parcialmente hidrogenado	6,28
Resina fenólica	1,05
Sílice ahumada	1,83
Dióxido de titanio	3,04
Carbonato cálcico	20,99
Mica	15,06
Poliamida en polvo	14,92
Microesferas	0,17

Separadamente, se mezclaron los siguientes materiales en las cantidades de acuerdo con la Tabla II, para formar la composición del agente de curado: dióxido de manganeso de Eagle Picher, terfenilo parcialmente hidrogenado, ácido esteárico, sílice ahumada, estearato sódico de Witco Chemicals, tamiz molecular en polvo para eliminar el exceso de humedad del agente de curado, y mezcla de dipentametileno/tiuram/polisulfuro de Akrochem Corporation para acelerar el curado.

TABLA II  
*Composición del agente de curado*

	Por ciento en peso
Dióxido de manganeso	54,59
Terfenilo parcialmente hidrogenado	35,92
Acido esteárico	0,60
Sílice ahumada	2,00
Estearato sódico	0,73
Tamiz molecular en polvo	0,70
Mezcla de dipentametileno/tiuram/polisulfuro	5,46

Se mezclaron cien partes en peso de composición base y 10 partes en peso de composición del agente de curado, para preparar la composición preformada. Después del mezclado, la composición preformada se extruyó en una forma de cinta y se refrigeró a -4°C.

En primer lugar, se recubrió la superficie adyacente al perímetro de un panel de acceso con imprimador epoxi VOC de acuerdo con la especificación MMS-423 y se curó. La superficie se limpió y, a continuación, se recubrió con promotores de adhesión PR-148® o PR-184® de PRC-DeSoto International, Inc. El panel de acceso estaba fabricado de aleación de titanio AMS-T-9046. Después de equilibrar la composición preformada refrigerada a la temperatura de uso, 4°C a 32°C, la composición preformada en forma de cinta se aplicó manualmente a la superficie adyacente del perímetro del panel de acceso. El panel de acceso se colocó en su sitio para cubrir la abertura de acceso y se aseguró fuertemente, forzando al exceso de composición preformada alrededor de los bordes del panel de acceso a rellenar la abertura. El exceso de composición preformada se eliminó fácilmente. Después de 3 a 4 horas a una temperatura de 4°C a 32°C, se obtuvo un sello estanco, resistente a la humedad y al combustible de aeronaves.

## ES 2 331 696 T3

La composición preformada tal como se ha descrito anteriormente se aplicó igualmente a un panel de acceso fabricado de aluminio, el cual se había tratado con un recubrimiento de conversión que cumple con la especificación MIL-C-5541 y, a continuación, recubierto con recubrimiento de tanque de combustible que cumple con la especificación AMS-C-27725. Después de 3 a 4 horas a una temperatura de 4°C a 32°C, se obtuvo un sello estanco, resistente a la humedad y al combustible de aeronaves.

### Ejemplo 2

En otro ejemplo, se combinaron un polímero de politioéter, Permapol P-3.1e<sup>®</sup> de PRC-DeSoto International, Inc., Glendale, California, resina epoxi de Bisfenol-A, y trietileno diamina, en las proporciones de acuerdo con la Tabla III, para formar un aducto de polímero con terminación tiol.

TABLA III

*Aducto de polímero*

	Por ciento en peso
Permapol P-3-1e <sup>®</sup>	95,01
Resina epoxi de Bisfenol A	4,75
Trietileno diamina	0,24

Los compuestos de la Tabla II se mezclaron y calentaron a 71°C y se mezclaron a 71°C durante una hora. A continuación, la mezcla se calentó durante 14 a 24 horas a 60°C sin mezclado, para formar un aducto de polímero con terminación tiol. El aducto de polímero con terminación tiol, trietileno diamina, terfenilo parcialmente hidrogenado, dióxido de titanio, carbonato cálcico, mica, poliamida en polvo, y microesferas, se mezclaron en las proporciones de acuerdo con la Tabla IV, para formar la composición base.

TABLA IV

*Composición base*

	Por ciento en peso
Aducto de polímero con terminación tiol	37,42
Trietileno diamina	0,47
Terfenilo parcialmente hidrogenado	1,40
Dióxido de titanio	3,56
Carbonato cálcico	21,54
Mica	17,80
Poliamida en polvo	17,64
Microesferas	0,17

La composición del agente de curado se formó mezclando resina epoxi líquida de Shell Chemical, terfenilo parcialmente hidrogenado, negro de humo de Cabot Corporation, sílice ahumada, carbonato cálcico, mica, poliamida en polvo, y microesferas, en las proporciones de acuerdo con la Tabla V.

# ES 2 331 696 T3

TABLA V

*Composición del agente de curado*

	Por ciento en peso
Resina epoxi líquida	33,39
Terfenilo parcialmente hidrogenado	4,00
Negro de humo	0,17
Sílice ahumada	0,67
Carbonato cálcico	30,05
Mica	20,03
Poliamida en polvo	11,69

5

10

15

20

25

30

En una realización, se mezclaron 100 partes en peso de composición base y 10,9 partes en peso de composición del agente de curado, para preparar una composición preformada con una relación de epoxi a tiol de 1,53:1. En otra realización, se mezclaron una relación de mezcla de 100 partes en peso de composición base y 11,67 partes en peso de composición del agente de curado, para preparar una composición preformada con una relación de epoxi a tiol de 1,64:1. En ambas realizaciones, la composición preformada se extruyó posteriormente en una forma de cinta y se refrigeró a -62°C. Después de equilibrarlas a la temperatura de uso, las composiciones preformadas se aplicaron a las superficies adyacentes al perímetro de los paneles de acceso tal como se ha descrito en el Ejemplo 1. Después de 3 a 4 horas a una temperatura de 4°C a 32°C, se obtuvieron sellos estancos, resistentes a la humedad y al combustible de aeronaves.

### Ejemplo 3

35

En el Ejemplo 3, se prepararon cuatro composiciones base adicionales usando diferentes cantidades de los componentes del Ejemplo 1, preparadas de acuerdo con la Tabla VI.

TABLA VI

*Composiciones base*

40

	Por ciento en peso	Por ciento en peso	Por ciento en peso	Por ciento en peso
Polímero de polisulfuro	38,10	35,86	34,89	30,99
2-mercaptoetanol	0,10	0,09	0,09	0,08
Terfenilo parcialmente hidrogenado	6,53	6,15	5,95	5,90
Resina fenólica	1,09	1,03	0,90	0,85
Sílice ahumada	1,91	1,79	1,73	1,63
Dióxido de titanio	3,16	2,98	2,88	2,78
Carbonato cálcico	17,59	20,58	19,76	18,65
Mica	16,65	15,76	16,82	19,48
Poliamida en polvo	14,69	15,60	16,82	19,48
Microesferas	0,18	0,16	0,16	0,16

45

50

55

60

65

## ES 2 331 696 T3

Las composiciones base de la Tabla VI se mezclaron independientemente con la composición del agente de curado del Ejemplo 1. Al igual que en el Ejemplo 1, se mezclaron 100 partes en peso de la composición base con 10 partes en peso de la composición del agente de curado, para preparar la composición preformada. La composición preformada se extruyó en forma de cinta, se refrigeró, se equilibró a la temperatura de uso y se aplicó a un panel de acceso tal como se ha descrito en el Ejemplo 1. Después de 3 a 4 horas a una temperatura de 4°C a 32°C, se obtuvo un sello estanco, resistente a la humedad y al combustible de aeronaves.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende:
- 5 (a) un polímero que contiene azufre, y
- (b) una mezcla de cargas, en la que la mezcla comprende substancialmente cantidades iguales de mica y poliamida.
- 10 2. La composición de la reivindicación 1, en la que el polímero que contiene azufre es un polímero de polisulfuro.
3. La composición de la reivindicación 1, en la que el polímero que contiene azufre es un polímero con terminación mercapto.
- 15 4. La composición de la reivindicación 1, que comprende además un agente de curado para el polímero que contiene azufre.
5. La composición de la reivindicación 4, en la que el agente de curado está seleccionado entre dióxido de manganeso y poliepóxido.
- 20 6. La composición de la reivindicación 1, en la que la mica y la poliamida están presentes en una cantidad combinada que varía desde 10% en peso hasta 50% en peso del peso total de la composición.
7. La composición de la reivindicación 1, en la que la mica y la poliamida están presentes en una cantidad combinada que varía desde 15% en peso hasta 45% en peso del peso total de la composición.
- 25 8. La composición de la reivindicación 1, en la que la mezcla de cargas comprende una cantidad de mica que varía desde 5% en peso hasta 25% en peso del peso total de la composición, y una cantidad de poliamida que varía desde 5% en peso hasta 25% en peso del peso total de la composición.
- 30 9. La composición de la reivindicación 1, en la que la mezcla de cargas comprende una cantidad de mica que varía desde 10% en peso hasta 20% en peso del peso total de la composición, y una cantidad de poliamida que varía desde 10% en peso hasta 20% en peso del peso total de la composición.
- 35 10. La composición de la reivindicación 1, en la que la composición comprende además una resina fenólica.
11. La composición de la reivindicación 10, en la que la resina fenólica está presente en una cantidad que varía desde 0,1% en peso hasta 10% en peso del peso total de la composición.
- 40 12. La composición de la reivindicación 11, en la que la mezcla de cargas comprende además una carga seleccionada entre carbonato cálcico, sílice ahumada, microsferas, óxido de titanio, y combinaciones de las mismas.
13. La composición de la reivindicación 12, en la que la carga está presente en una cantidad que varía desde 10% en peso hasta 50% en peso del peso total de la composición.
- 45 14. La composición de la reivindicación 1, que comprende además un plastificante.
15. Una composición preformada en forma conformada que comprende la composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-14.
- 50 16. Un procedimiento para el sellado de una abertura que comprende la preparación de una composición preformada, que comprende un polímero que contiene azufre en forma conformada, en el que el peso molecular promedio en número del polímero que contiene azufre varía desde 500 hasta 8.000 Daltons;
- 55 la refrigeración de la composición preformada;
- el equilibrado de la composición preformada a una temperatura de uso;
- la aplicación de la composición preformada térmicamente equilibrada a una superficie para sellar una abertura; y
- 60 el curado de la composición preformada.
17. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que el polímero que contiene azufre es un polímero de polisulfuro.
- 65 18. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que el polímero que contiene azufre es un polímero con terminación mercapto.
19. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que la superficie es una superficie de un panel separable.

## ES 2 331 696 T3

20. El procedimiento de la reivindicación 19, que comprende además el posicionamiento del panel separable contra una superficie adyacente a una abertura.

5

21. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que la superficie es una superficie adyacente a una abertura.

22. El procedimiento de la reivindicación 21, que comprende además el posicionamiento de un panel separable contra la superficie adyacente a la abertura.

10

23. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que la abertura es un espacio entre la superficie adyacente a una abertura y la superficie de un panel separable.

24. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que la abertura está sobre una aeronave.

15

25. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que se aplica un promotor de adhesión a al menos una superficie que define la abertura antes de la aplicación de la composición preformada.

26. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que se aplica un agente anti-adhesivo a al menos una superficie que define la abertura antes de la aplicación de la composición preformada.

20

27. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que se forma un sello estanco resistente a la humedad y al combustible de aeronaves tal como se determina por la Military Material Specification 332, después de 3 a 4 horas a una temperatura de 4°C a 32°C.

25

28. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que la composición preformada se refrigera a una temperatura de -40°C o menor.

29. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que la temperatura de uso varía desde 4°C hasta 32°C.

30

35

40

45

50

55

60

65